

# 微波消解-火焰原子吸收测焦炭中的铬

张绍辉, 王伟伟, 贾腾, 陈硕, 陈京祥

(海能未来技术集团股份有限公司, 山东 250104)

**摘要:**使用微波消解-火焰原子吸收测焦炭中的铬, 试验结果表明: 数据重复性良好, 操作简便, 满足检测需求。

**关键词:** 焦炭; 铬

焦炭是固体燃料的一种, 由煤在约 1000°C 的高温条件下经干馏而获得, 主要成分为固定碳, 其次为灰分, 所含挥发分和硫分均甚少。《SNT 4369-2015 进出口煤炭中砷、汞、铅、镉、铬、铍的测定 微波消解-电感耦合等离子体质谱法》提供了微波消解的方法来消解煤炭类样品, 与传统方法相比, 微波消解具有酸雾污染小, 回收率高, 样品空白低等优点。有利于后续检测设备对样品中的金属元素快速准确测定。

## 1 仪器与试剂

### 1.1 仪器

新仪 TANK PLUS 微波消解仪, TK-20 赶酸器, 火焰原子吸收分光光度计, 铬空心阴极灯, 分析天平(十万分之一)等。

### 1.2 试剂

硝酸(68%), 硫酸(98%), 高氯酸(72%), 氢氟酸(40%), 铬标准溶液(1000 $\mu$ g/mL)

## 2 实验方法

### 2.1 微波消解

精确称取 5 组样品, 质量为 0.1g (精确至 0.1mg), 然后分别加入 3mL 硫酸、3mL 硝酸、1mL 高氯酸和 1mL 的氢氟酸, 室温静置一段时间, 待其反应完全后, 则组装消解罐, 按照如下设置参数进行消解, 最高压力 3MPa 以内:

阶段	温度/°C	压力/MPa	升温时间/min	保温时间/min
1	150	2	8	2
2	180	3	3	2
3	220	3	6	30

### 2.2 赶酸定容

冷却后取出消解罐, 在赶酸器上于 150°C 赶酸至 1mL 左右。消解罐放冷后, 将消化液

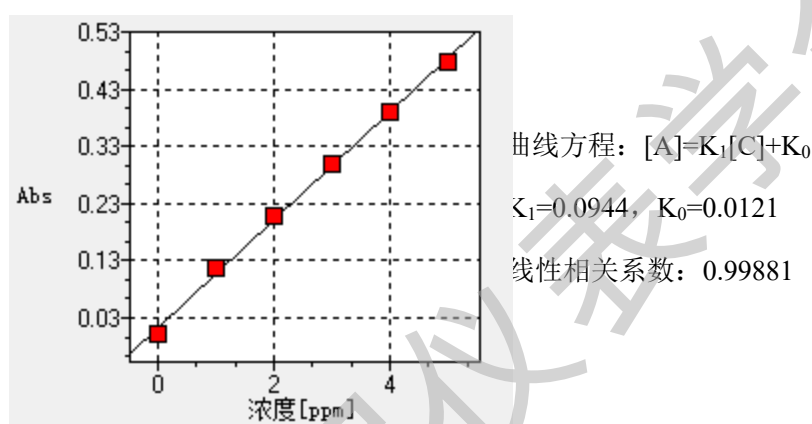
转移至 25mL 容量瓶中，用少量水洗涤消解罐 2 次~3 次，合并洗涤液于容量瓶中并用水定容至刻度，混匀备用。同时做试剂空白试验。

### 2.3 配制标准溶液

分别精密移取 0.0mL、0.1mL、0.2mL、0.3mL、0.4mL、0.5mL 铬标准溶液置于 6 个 100mL 容量瓶中，用 1% 的硝酸溶液稀释至刻度，得到每 1mL 溶液含铬分别为 0 $\mu$ g、1 $\mu$ g、2 $\mu$ g、3 $\mu$ g、4 $\mu$ g、5 $\mu$ g 的系列标准溶液。

### 2.4 标准曲线

波长 357.9nm，光谱带宽 0.2nm，滤波系数 0.3，灯电流 4mA，计算方式为连续法。



## 3 实验结果

样品名称	铬含量( $\mu$ g/g)					平均值( $\mu$ g/g)	RSD/%
焦炭	27.35	26.17	28.26	25.73	27.69	27.04	3.91

焦炭样品中铬含量为 27.04 $\mu$ g/g，测量结果的 RSD 为 3.91%，重复性较好。

## 4 注意事项

实验之前用离子风机处理内罐，减少因静电作用而吸附在罐壁上的样品。

### 参考文献:

- [1] SNT 4369-2015 进出口煤炭中砷、汞、铅、镉、铬、铍的测定 微波消解-电感耦合等离子体质谱法