

微波消解炭黑检测硫等多种元素

张绍辉, 贾腾, 陈硕, 王伟伟, 陈京祥

(海能未来技术集团股份有限公司, 山东 250104)

摘要:使用微波消解炭黑检测硫等多种元素, 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: 炭黑;微波消解

炭黑是一种无定形碳, 是轻、松而极细的黑色粉末, 是含碳物质(煤、天然气、重油、燃料油等)在空气不足的条件下经不完全燃烧或受热分解而得的产物。可作黑色染料, 用于制造中国墨、油墨、油漆等, 也用于做橡胶的补强剂。通过微波消解方法对炭黑进行前处理, 可用于后续检测样品中多种元素的含量。

1 仪器与试剂

1.1 仪器

新仪 MDS-15 微波消解仪, 赶酸器, 分析天平(十万分之一)等。

1.2 试剂

硝酸(68%)、硫酸(98%)、高氯酸(72%)

2 实验方法

2.1 消解实验

1) 消解液后期用于检测镍、铬、镉等元素

称取样品约 0.2g (精确至 0.1mg) 于消解罐中, 加入 3mL 硝酸、4mL 硫酸和 1mL 高氯酸, 静置 10min, 组装消解罐, 用 MDS-15 微波消解仪进行消解实验参数如下:

阶段	温度/°C	时间/min	功率/W
1	150	10	300
2	180	5	300
3	210	30	300

实验中最高压力为 2.3Mpa。实验结束后, 待冷却至 60°C 以下, 取出消解罐转移至通风橱中缓慢打开, 160°C 赶酸 2h 后, 消解液为澄清透明液体, 样品被完全消解。



2) 消解液后期用于检测硫元素

称取样品约 0.4g (精确至 0.1mg) 于消解罐中, 加入 10mL 硝酸, 静置 10min 后组装消解罐, 用 MDS-15 微波消解仪进行消解实验参数如下:

阶段	温度/°C	时间/min	功率/W
1	150	10	300
2	180	30	300

实验中最高压力 2Mpa, 实验结束后, 待冷却至 60°C 以下, 取出消解罐, 于 160°C 赶酸约 2h 后, 消解液为黑色浑浊溶液, 需过滤后测定。



3 结果与讨论

使用 MDS-15 进行炭黑消解实验, 因样品需要检测包括 S 元素在内的多种元素, 实验采用硝酸+硫酸+高氯酸消解体系用于后期检测除 S 之外的元素含量。用硝酸消解样品用于检测 S 元素。加入硫酸的消解样根据加入硫酸的量不同, 消解过程中的压力也有所不同, 推荐硫酸加入量为 4mL, 保证实验压力控制在 3Mpa 以内。硝酸消解的样品溶液为黑色浑浊溶液需过滤后检测。