

微波消解轮胎块

1 前言

轮胎是在各种车辆或机械上装配的接地滚动的圆环形弹性橡胶制品。通常安装在金属轮辋上，能支承车身，缓冲外界冲击，实现与路面的接触并保证车辆的行驶性能。轮胎常在复杂和苛刻的条件下使用，它在行驶时承受着各种变形、负荷、力以及高低温作用，因此必须具有较高的承载性能、牵引性能、缓冲性能。同时，还要求具备高耐磨性和耐屈挠性，以及低的滚动阻力与生热性。世界耗用橡胶量的一半用于轮胎生产，可见轮胎耗用橡胶的能力。轮胎通常由外胎、内胎、垫带 3 部分组成，我们选择一种轮胎外胎，将其剪碎后进行微波消解，探索最适合的消解参数，有利于后续对多种无机元素的快速准确测定。

2 仪器与试剂

2.1 仪器

新仪 MASTER-18 微波消解仪，赶酸器，分析天平(十万分之一)等。



2.2 试剂

硝酸(68%)，氢氟酸(40%)，硫酸(98%)

3 实验方法

称取剪碎的轮胎块样品约 0.1g (精确至 0.1mg) , 加入 8mL 硝酸 , 静置 5min 左右 , 待无明显反应后 , 组装消解罐 , 按照如下设置参数进行实验 :

表一

阶段	温度/℃	时间/min	功率/W
1	150	10	400
2	180	5	400
3	210	30	400

实验结束后 , 待冷却至 60℃以下 , 取出消解罐转移至通风橱中缓慢打开 , 赶酸定容后 , 溶液中存在大量白色沉淀 , 样品未被完全溶解。

重新称取样品约 0.1g (精确至 0.1mg) , 加入 2mL 硫酸 , 将消解罐放置在赶酸器上 120℃ 预处理 30min , 取下冷却后补加 8mL 硝酸 , 静置 15min 左右 , 待无明显反应后 , 组装消解罐 , 按照如下设置参数进行实验 :

表二

阶段	温度/℃	时间/min	功率/W
1	150	10	400
2	180	5	400
3	210	60	400

实验结束后 , 待冷却至 60℃以下 , 取出消解罐转移至通风橱中缓慢打开 , 赶酸稀释后 , 消解液中仍含有少量白色沉淀。

重新称取样品约 0.1g (精确至 0.1mg) , 加入 2mL 硫酸 , 将消解罐放置在赶酸器上 120℃ 预处理 30min , 取下冷却后补加 6mL 硝酸和 2mL 氢氟酸 , 静置 15min 左右 , 待无明显反应后 ,

组装消解罐，按照表二的参数进行实验，样品可完全消解至澄清透明状态。



硝酸消解



硫酸+硝酸消解



硫酸+硝酸+氢氟酸

4 结果

剪碎后的轮胎块样品取样量为 0.1g，加入硫酸碳化后补加硝酸和氢氟酸，最高实验温度 210℃，保温 1h 左右，样品可完全消解。

5 注意

1. 硫酸沸点较高，无法通过赶酸去除。
2. 添加氢氟酸进行实验后，需进行赶酸处理，防止氢氟酸对玻璃器皿造成腐蚀，也可能对实验结果造成影响。