

微波消解煤灰

1 前言

煤灰是煤燃烧后形成的一种黑色的粉末，可用作肥料。主要成分 SiO_2 、 Al_2O_3 、 Fe_3O_4 、 FeO 、还有少量的 CaO 、 MgO 等。煤灰具有吸附、净化、催化等作用，所以在实验室中可以用煤灰代替很多药品进行各种实验，在日常生活中可以用于救生，净化污水，生产中可以作肥料和改良酸性土壤，在环境保护中可以用来处理工业废水等等。若使用的煤灰中重金属超标，则会对土壤造成污染，未来检测煤灰中的重金属含量，我们采用微波消解的方法进行前处理，此方法消解迅速，酸污染性，空白值低，有利于后续检测。

2 仪器与试剂

2.1 仪器

TANKPLUS 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%)，盐酸(38%)，氢氟酸(40%)，氟硼酸(40%)

3 实验方法

3.1 样品制备

将样品尽量粉碎，去除杂物，粉碎效果越好消解难度越低。

3.2 微波消解样品

本次实验的煤灰中碳含量约占 50%~60%，需要将碳氧化为二氧化碳，选择具有氧化性试

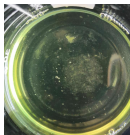
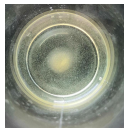
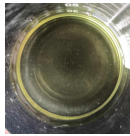
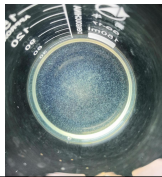
剂。硝酸是重金属消解最常用的酸，同时硝酸具有很强的氧化性，首先使用硝酸进行实验。

煤灰的成分比较复杂，还有一定量的硅元素，还需要添加氢氟酸。

称取煤灰样品 0.1g（精确至 0.1mg），置于消解罐底部，加入混酸（如有样品挂壁，加酸时将样品冲至罐底），静置 15min 左右，组装消解罐，按照如下参数进行消解实验：

阶段	温度/℃	升温时间/min	压力/MPa	保温时间/min
1	150	8	2	2
2	180	3	3	2
3	210	5	3	30

采用不同混酸体系来进行实验，消解效果如下：

混酸体系	消解效果	消解图片
6mL 硝酸+2mL 盐酸+2mL 氢氟酸	白色沉淀	
6mL 硝酸+2mL 盐酸+2mL 氟硼酸	大量白色沉淀	
6mL 盐酸+2mL 硝酸+2mL 氢氟酸	黑色沉淀	
5mL 硝酸+5mL 氢氟酸	大量白色絮状物	
5mL 硝酸+5mL 氟硼酸	少量沉淀	

3.3 取样量

煤灰中的碳元素反应生成二氧化碳，会有较高的压力，消解实验的取样量不宜超过 0.1g。

4 结果与讨论

通过实验发现，硝酸与氟硼酸搭配，样品消解效果最好。推测样品中含有大量的硅，同时含有一定量的钙镁等易与氢氟酸形成氟化物沉淀的元素，在使用氢氟酸进行实验时效果不佳。同时实验发现硝酸的量在低于 5mL 时样品中的碳元素无法完全消解，会存在黑色沉淀，最终选择硝酸与氟硼酸比例为 1 : 1 的混酸体系。

注意事项

1. 煤灰种类较多，要根据样品的具体成分，调整试剂比例，选择最佳的消解方案。
2. 氢氟酸与氟硼酸都会腐蚀玻璃，消解实验后需进行赶酸处理。
3. 煤灰中含有大量的碳元素，反应压力较高，应严格控制实验的取样量。