

微波消解窑渣

1 前言

窑渣是烧窑时产生的尘渣，包括破损的匣钵垫饼等废弃物。也指配制高温釉色的一种原料，是槎窑遗址中的黑色块状物，使用前需经洗净、粉碎。为了检测窑渣中的重金属含量，寻找一种合适的微波消解方法对其进行前处理，有利于后续 AAS、ICP、ICP-MS 等检测设备对窑渣种多种重金属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，TK-12 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%），高氯酸（72%），

过氧化氢（30%），

3 实验方法

3.1 样品图片



3.2 微波消解参数探究

精确称取窑渣样品 0.1g（精确至 0.1mg），置于消解罐底部，加入 6mL 硝酸、2mL 盐酸和 2mL 氢氟酸，静置 30min 左右，组装消解罐，按照如下设置参数进行消解实验：

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

实验结束，待冷却至 60°C 以下后取出，转移到通风橱中打开消解罐，放置在赶酸器上，150°C 赶至 0.5mL 左右，转移至烧杯中，纯水稀释，存在少量沉淀。重新称取窑渣样品 0.1g，加入 2mL 硝酸、6mL 盐酸和 2mL 氢氟酸，静置 30min 左右，组装消解罐，按照上表设置参数进行消解实验，消解液中有大量黑色沉淀。

采用多种混酸体系，按照表一的参数对样品进行消解，均无法将窑渣完全消解。

酸体系	消解结果
6mL 硝酸+2mL 盐酸+2mL 氢氟酸+2mL 过氧化氢	少量白色沉淀
7mL 硝酸+3mL 氟硼酸	少量沉淀
4mL 硝酸+4mL 盐酸+4mL 氢氟酸	沉淀较多
6mL 硝酸+3mL 盐酸+3mL 氢氟酸	少量沉淀
2mL 硝酸+6mL 盐酸+1mL 氢氟酸+1mL 高氯酸	大量黑色沉淀

重新称取样品 0.1g (精确至 0.1mg)，置于消解罐底部，加入 6mL 硝酸、2mL 盐酸、1mL 氢氟酸和 1mL 高氯酸，静置 30min 左右，组装消解罐，按照如下设置参数进行消解实验：

阶段	温度/°C	时间/min	功率/W
1	150	10	400
2	180	5	400
3	210	90	400

实验结束，待冷却至 60°C 以下后取出，赶酸定容后消解液中无明显沉淀物。

3.3 取样量

实验选择的矿渣样品中含有较多的碳，消解过程中会生成大量的二氧化碳，产生较高的压力，在此实验条件下，取样量应控制在 0.1g 左右。

4 结果

实验选取的窑渣样品，在取样量 0.1g，采用逆王水+氢氟酸+高氯酸的混酸体系进行消解，最高温度 210℃，保温 1h 左右，可将样品完全溶解。

注意事项

1. 高氯酸会与有机物剧烈反应，微波消解实验需谨慎使用，在保证样品中不含有有机物成分时，根据情况少量添加，禁止单独使用高氯酸。
2. 窑渣成分复杂，应根据实际的样品组成成分，来适当调整不同试剂的比例，以达到最佳的消解效果。