

# 微波消解-火焰原子吸收法测定活性炭中的钙

## 1 前言

活性炭是由木质、煤质和石油焦等含碳的原料经热解、活化加工制备而成，具有发达的孔隙结构、较大的比表面积和丰富的表面化学基团，特异性吸附能力较强的炭材料的统称。活性炭中的灰分组成及其含量对炭的吸附活性有很大影响。灰分主要由  $K_2O$ 、 $Na_2O$ 、 $CaO$ 、 $MgO$ 、 $Fe_2O_3$ 、 $Al_2O_3$ 、 $P_2O_5$ 、 $SO_3$ 、 $Cl$ -等组成，灰分含量与制取活性炭的原料有关，而且，随炭中挥发物的去除，炭中的灰分含量增大。为了检测活性炭中的钙元素，采用微波消解的方法对其进行前处理，本方法消解迅速，酸用量少，酸雾污染小，有利于 AAS 钙元素的准确快速测定。

## 2 仪器与试剂

### 2.1 仪器

TANK PLUS 微波消解仪，TK-20 赶酸器，原子吸收光度计，钙空心阴极灯，分析天平(十万分之一)等



## 2.2 试剂

硝酸(68%)，过氧化氢(30%)，氢氟酸(40%)，钙标液

## 3 实验方法

### 3.1 样品制备

将采集的样品进行干燥处理，烘干或者风干。

### 3.2 取样

称取 3 组样品质量为 0.1g (精确至 0.1mg)

### 3.3 消解

分别加入 6mL 浓硝酸、2mL 过氧化氢和 1mL 的氢氟酸，同时做试剂空白，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：

阶段	温度/°C	压力/psi	升温时间/min	保温时间/min
1	210	400	15	20
2	210	400	0.5	10

### 3.4 赶酸定容

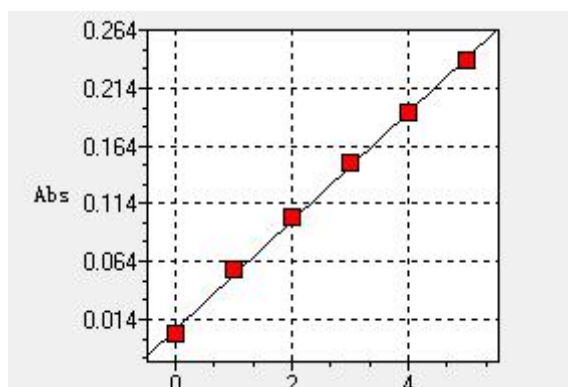
消解完成，冷却后取出消解罐，加入 0.5mL 高氯酸，150°C 赶酸至小于 1mL，冷却、转移至 50mL 容量瓶中。

### 3.5 配置标准溶液

分别精密移取 0.0mL、0.1mL、0.2mL、0.3mL、0.4mL、0.5mL 钙标准溶液置于 5 个 100mL 容量瓶中，用质量分数 1% 硝酸溶液稀释至刻度，得到每 1mL 溶液含钙分别为 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。

### 3.6 标准曲线

波长 422.7nm , 光谱带宽 0.4nm , 滤波系数 0.3 , 灯电流 3mA , 计算方式为连续法。



曲线方程:  $[A]=K_1[C]+K_0$

$K_1=0.0467$ ,  $K_0=0.0065$

线性相关系数: 0.99914

### 4 实验结果

元素	含量 mg/g	均值 mg/g	RSD/%
Ca 钙	1.28	1.27	2.84
	1.30		
	1.23		
	1.27		

该活性炭样品中钙含量为 1.27mg/g , 测量结果的 RSD=2.84% , 重复性较好。