

硫磺---微波消解法

【前言】

工业硫磺是一种重要的化工产品和基本工业原料，广泛用于化工、轻工、农药、橡胶、染料和造纸等工业部门。硫磺中铁含量是硫磺产品检测的重要项目，国家标准 GB/T 2449—2006 中规定工业硫磺优等品中铁的质量分数不得超过 0.003%。工业硫磺中铁含量的测定方法有火焰原子吸收光谱法、邻菲罗琳分光光度法、电感耦合等离子体原子发射光谱法（ICP-AES）等。火焰原子吸收光谱法的检出限较高，邻菲罗琳分光光度法操作繁琐、预处理时间长、试剂用量大且易造成试剂的二次污染。ICP-AES 则需要价格昂贵的仪器，测定成本高。采用石墨炉原子吸收光谱法测定硫磺中的铁含量尚未见文献报道。硫磺样品通常采用湿法分解，国内先后报道了四氯化碳-浪法、发烟硝酸法、硝酸-高氯酸溶解“等方法，这些方法在使用过程中要使用大量的四氯化碳、硝酸和高氯酸等试剂，给环境造成污染，耗时长、耗酸量大且空白值高。目前微波消解法是一种比较安全、有效的样品前处理方法，它结合了高压消解和微波快速加热两方面的性能，能消解许多湿法难以消解的样品，具有简单快速、试剂用量少、环境污染轻和空白值低的优点，适合各类分析试样 的前处理，尤其适合检测微量和痕量成分。

本工作采用微波消解处理硫磺样品，以硝酸钐为基体改进剂，消除了样品中复杂基体的干扰，建立了微波消解-石墨炉原子吸收光谱法测定硫磺中铁的含量。方法操作简单、灵敏度高、数据准确。

【实验方法】

1. 称样品：准确称取干燥硫磺样品 0.2g（精确至 0.0001g），置于微波消解罐底部
2. 加酸：加入 10ml 硝酸
3. 微波消解：将消解罐置于微波消解仪中，按照以下程序进行消解实验。

步骤	温度/℃	升温时间/min	保温时间/min	功率/(×100W)
1	120	5	5	10
2	150	5	10	10
3	190	5	30	10

4. 赶酸：冷却后开罐，取出微波消解内罐，置于石墨消解器上设定温度 140℃ 赶酸至近干。
6. 定容：将消解液转移至 50ml 容量瓶中，用纯水多次溶解并洗涤消解内罐，合并洗液至容量瓶，用超纯水定容至刻度，待测，同时做空白实验。

