

加压消解腔在二次回收石化样品中的应用

配备 PDC(加压消解腔)的 Multiwave 7000 提供了消解不同组分二次回收石化产品的应用方案，可以在一次运行过程中完全消解样品直接用于后续元素分析



1 简介

二次回收燃料(SRF)是来自于回收垃圾中含不同组分的材料，是一种具有挑战性的混合材料。因为其在燃烧焚化后是直接排放到空气中的，许多国家在重金属方面对这种类型的燃料的使用具有很多的限制。

因为二次回收燃料的组分复杂，包含聚合物、木屑和磨损的橡胶轮胎等，所以其材料的化学反应变化较大，与其来源，主要成分，填料等均有关联。这也使样品的取样均匀性成为了一个问题。而且，因为二次回收燃料成分复杂，极难预判，所以要求仪器的方法应该具有通用性，能够在没有回收率偏差的基础上处理多样的样品。

一次成功的酸消解实验，需要充足的高温条件来消解难消解的聚合物成分，如芳香结构。另外，对于 SiO_2 类填料和 TiO_2 类颜料，只能使用含 HF 的混酸体系才能消解完全。盐酸的络合有利于其他元素如 Fe, Cd 的回收率。

为了展示 Multiwave 7000 对样品制备方面的适应性，测试了标准参考材料的元素回收率，另外比较了真实样品与 Multiwave 3000 消解的参考验证材料。上述方法可以直接的应用到所用的二次回收燃油样品中，可以认为这是将 7000 应用于消解不同类型聚合物的起点。

2 仪器

本次实验使用 Multiwave 7000，支架 9。含氢氟酸的消解液使用 30ml PTFE-TEM 管，不含氢氟酸的消解液使用 30ml 石英管。

对比试验的仪器是 Multiwave 3000，8SXF100 转子。

依据 EN ISO 17294-2 标准，使用 ICP-MS 对元素进行定量，使用的分析仪器型号为 Perkin-Elmer Nexion 350D ICP-MS。

使用氦气作为碰撞气体来消除多原子干扰(如 As 中的 Cl)。

3 实验部分

3.1 样品

- 标准参考材料，ERM-EC681k: 聚乙烯(LDPE)颗粒
- 二次回收燃料样品 1602-00557，研磨至实验室级别合适粒度大小，充分混匀。



图 1: Multiwave 7000



图 2: Multiwave 7000 支架

3.2 消解步骤

三次称量大约 0.3 g 样品加入到 30mL 石英管和 PTFE-TEM 管中。

每三组样品分别添加如下酸体系：

- (A) 6ml 硝酸
- (B) 6ml 硝酸 + 2ml 盐酸 (=逆王水)
- (C) 6ml 硝酸 + 2ml 盐酸 + 0.5ml 氢氟酸

反应管用管盖封闭后，将支架放入已添加缓冲溶液 (150ml 水和 5ml 浓硝酸) 的内衬杯中。

将外管插入到加压消解腔内，开始反应程序。冷却后将样品转移至 50ml 容量瓶中，定容，分析。

3.3 温度程序

- 初始压力：40 bar
- 冷却温度：80 °C
- 压力释放速率：10 bar/min

Step	Time [min]	Temperature [°C]
1	15	260
2	8	260

表 1: 温度程序

4 结果

对于 CRM 中组成单一的聚合物样品，混合酸的成分对回收率方面没有影响，所有的混酸体系均取得了较好的消解效果。

二次回收燃料的组成非常复杂，可能含有不同含量差别较大的有机物，金属和矿石成分，与其不同的聚合物种类相关。所以消解残留是正常现象。结果还表明了混合酸体系的组成影响了一些金属的回收率。盐酸有利于 As 的回收率，稍有利于 Pb。已知在分析这些元素前需要用盐酸来稳定这些元素。因为硅酸根可以形成各种稳

定的结晶化合物，而氢氟酸对硅酸盐的亲合力则可以增加 Cr 的回收率。

元素	回收率[%]			标准值 [mg/kg]
	酸体系 (A)	酸体系 (B)	酸体系 (C)	
As	92	93	102	29.1
Cd	100	102	100	137
Pb	98	100	98	98

表 2: ERM-EC681k 消解样品的回收率(与标准值对比)

元素	回收率[%]			参考值 MW 3000 [mg/kg]
	酸体系 (A)	酸体系 (B)	酸体系 (C)	
As	67	86	90	11
Cd	86	93	100	1.4
Co	90	85	85	11
Cr	67	79	88	76
Ni	89	86	86	35
Pb	79	84	84	56

表 2: 二次回收燃料消解元素分析(与 MW 3000 对比)

5 结论

内置的消解方法完全适合上述的标准材料(LDPE 颗粒)的消解，可以认为这是将 7000 应用于消解二次回收燃料样品的起点。所使用的混酸体系取决于燃油的种类，待测元素，所归属的二次回收燃料样品大类。

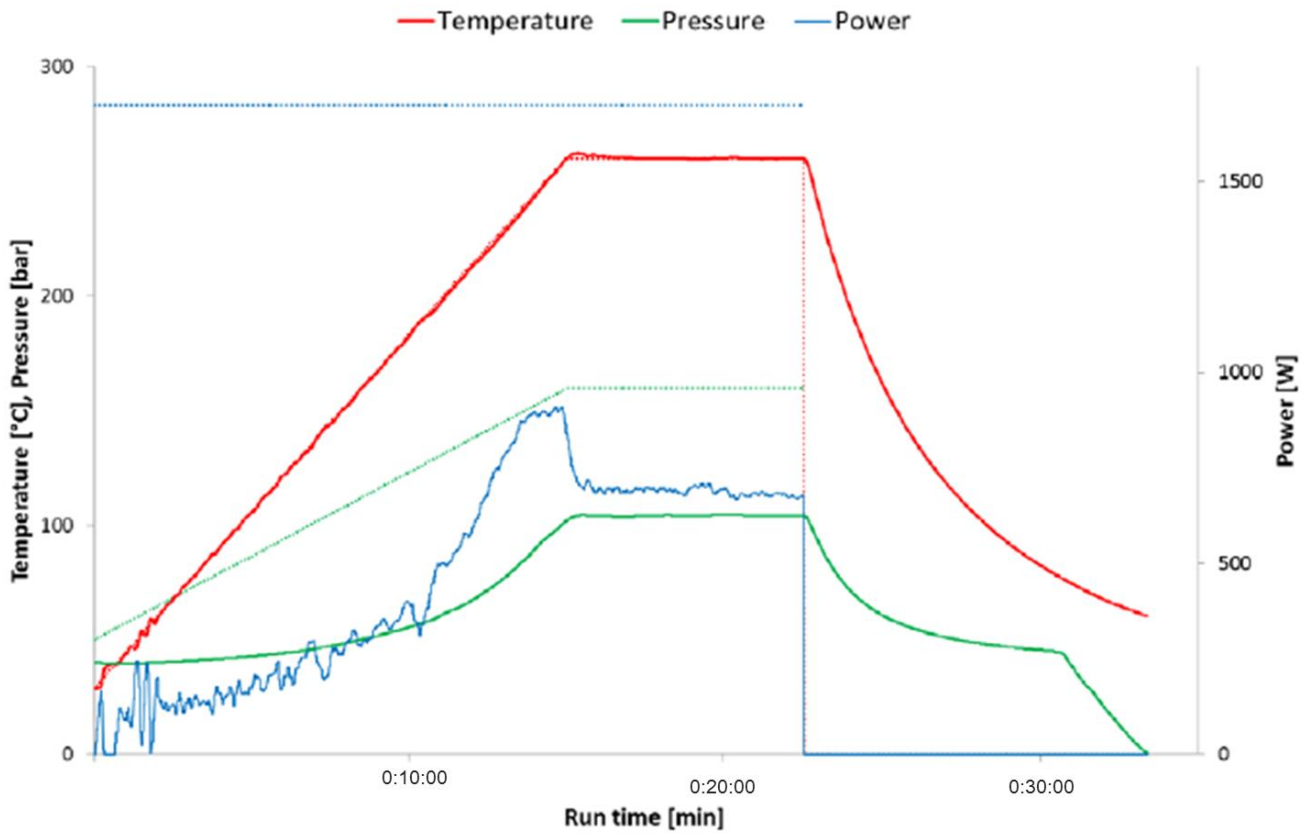


图 3: 运行数据

Contact Anton Paar China

Tel: +86 21 6485 5000

application@anton-paar.com | www.anton-paar.com