

加压消解腔在环境样品前处理中的应用

配备 PDC(加压消解腔)的 Multiwave7000 提供了消解各种类型环境样品的应用方案，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。

同一次实验中可同时使用 PTFE-TEM，石英和一次性反应管，从而可以在消解样品时同时使用含氢氟酸和不含氢氟酸的消解溶液。



1 简介

环境样品如土壤、沉积物、污泥、飞灰等的常规消解和浸提是环境化学中最常见的应用。

为了展示 Multiwave 7000 在环境样品方面出色的适应性，我们参考 EPA 3051A 标准，消解了标准参考材料，比较了其元素分析的回收率结果。可以认为这是将 7000 应用于消解不同类型环境样品的起点。

2 仪器

本次消解实验使用 Multiwave7000 仪器，配置 30ml 反应管的 9 位支架以及 18ml 反应管的 18 位转子。

使用安捷伦 7900 ICPMS 进行定量分析。使用 He 作为碰撞气体来降低多原子的干扰效应。使用外标法进行定量。使用消解样品时所用的混酸来配制标准溶液。溶液中加 Ge 和 In 作为内标(浓度: 10ug/L)。

3 实验部分

3.1 样品

- 标准参考材料，CRM029 Trace Metals - Sewage Sludge 2

- 标准参考材料：CRM052 Trace Metals - Loamy Clay 1



图 1: Multiwave 7000



图 2: Multiwave 7000 支架

3.2 消解流程

称量大约 0.5g 的样品放入到 30ml 石英管中。另外准备 CRM052 样品至 18ml 石英管中。

30ml 反应管置于 9 位支架上, 18ml 反应管置于 18 位支架上。每根管子分别添加 9ml 硝酸(65%)和 3ml 盐酸(32%)。反应管密封后, 将支架放入到已添加缓冲溶液(150ml 水和 5ml 浓硝酸)的内衬杯中。将内衬杯放入加压消解腔内, 开始消解程序。消解完成后, 将样品离心转移至 50ml 容量瓶内, 定容后分析。分析前使用蒸馏水将待测样品稀释 100 倍。

3.3 温度程序

- 初始压力: 40 bar(运行结束时压力为 50bar)
- 冷却温度: 80 °C
- 压力释放速率: 10 bar/min

Step	Time [min]	Temperature [°C]
1	5.5	175
2	4.5	175

表 1: 升温程序

4 实验结果

测试结果较好的匹配了标准值(详见表 2.与表.3)。

表 3.的数据表明这类样品(土壤)在 9 位支架和 18 位支架的消解效果差异不大。

对于反应剧烈的样品如污泥建议在 9 位支架上使用 30ml 反应管进行消解, 因为在 18ml 小体积的反应管内可能会带来消解溶液爆沸的风险。

Mn	841 ± 78.2	854 ± 91	102 ± 11
Mo	185 ± 18.4	174 ± 2	94 ± 1
Na	886 ± 153	740 ± 12	83 ± 1
Ni	203 ± 8.96	222 ± 1	110 ± 1
Pb	75.5 ± 6.47	75.1 ± 1.8	99 ± 2
Sb	98.0 ± 17.2	110 ± 2	112 ± 2
Se	81.1 ± 7.45	80.7 ± 2.9	99 ± 4
Sn	247 ± 53.1	193 ± 8	78 ± 3
Sr	402 ± 24.2	357 ± 3	89 ± 1
Tl	138 ± 9.62	154 ± 3	112 ± 2
V	179 ± 14.1	166 ± 3	93 ± 1
Zn	935 ± 59.4	1000 ± 12	107 ± 1

表 2: CRM029, 结果和回收率 (n=3)

Element	Reference Value [mg/kg]	Rack 9	
		Measured Value [mg/kg]	Recovery Rate [%]
As	178 ± 15.4	160 ± 3	90 ± 2
Ag	82.5 ± 8.2	87.3 ± 5.8	106 ± 7
Al	17 800 ± 2010	16177 ± 190	91 ± 1
Ba	600 ± 80.4	519 ± 6	87 ± 1
Be	103 ± 9.44	93.7 ± 5.1	91 ± 5
Ca	48 900 ± 3010	50467 ± 305	103 ± 1
Cd	51.3 ± 3.18	50.1 ± 1.3	98 ± 3
Co	127 ± 6.38	133 ± 1	104 ± 1
Cr	279 ± 10.5	291 ± 2	104 ± 1
Cu	481 ± 21.8	494 ± 4	103 ± 1
Fe	22 300 ± 469	23769 ± 190	107 ± 1
K	2 730 ± 250	2714 ± 100	99 ± 4
Li	154 ± 32	144 ± 6	94 ± 4
Mg	9 390 ± 394	10006 ± 204	107 ± 2

Element	Reference Value [mg/kg]	Rack 9		Rack 18	
		Measured Value [mg/kg]	Recovery Rate [%]	Measured Value [mg/kg]	Recovery Rate [%]
As	227 ± 4.54	232 ± 4	102 ± 2	230 ± 3	101 ± 1
Ag	49.7 ± 1.12	52.5 ± 0.3	106 ± 1	52.7 ± 0.6	106 ± 1
Ba	238 ± 6.33	217 ± 3	91 ± 1	226 ± 18	95 ± 8
Be	105 ± 2.93	102 ± 5	97 ± 5	104 ± 5	99 ± 5
Cd	256 ± 6.81	253 ± 1	99 ± 1	255 ± 2	100 ± 1
Co	67.9 ± 2.21	69.7 ± 0.6	103 ± 1	69.4 ± 1.0	102 ± 1
Cr	334 ± 4.32	339 ± 2	102 ± 1	342 ± 8	102 ± 3
Cu	131 ± 2.75	133.2 ± 0.1	101.7 ± 0.1	133 ± 2	101 ± 1
Fe	4 300 ± 206	4727 ± 55	110 ± 1	4909 ± 196	114 ± 5
Hg	6.60 ± 0.281	6.84 ± 0.24	104 ± 4	7.21 ± 1.34	109 ± 20
K	2 500 ± 124	2654 ± 64	106 ± 3	2721 ± 160	109 ± 6
Li	84.7 ± 6.26	93.7 ± 1.4	111 ± 2	94.1 ± 7.7	111 ± 9
Mg	8 850 ± 243	10097 ± 1734	114 ± 20	10571 ± 2181	119 ± 25
Mo	174 ± 6.03	180.6 ± 0.3	103.8 ± 0.2	182 ± 2	104 ± 1
Na	3 760 ± 97.2	3679 ± 38	98 ± 1	3681 ± 109	98 ± 3
Ni	395 ± 9.56	413 ± 3	105 ± 1	411 ± 6	104 ± 2
Pb	108 ± 2.35	111.1 ± 0.3	102.9 ± 0.3	114 ± 2	106 ± 2
Se	275 ± 7.71	281 ± 5	102 ± 2	293 ± 7	107 ± 3
Sn	190 ± 7.04	183 ± 1	96.4 ± 0.4	185 ± 2	97 ± 1
Ti	58.5 ± 6.53	59.5 ± 4.0	102 ± 7	64.7 ± 3.3	111 ± 6
Tl	71.6 ± 2.68	75.2 ± 0.9	105 ± 1	76.1 ± 0.8	106 ± 1
V	279 ± 4.23	282 ± 3	101 ± 1	285 ± 6	102 ± 2
Zn	519 ± 11	533 ± 6	103 ± 1	537 ± 9	104 ± 2

表 3: CRM052, 结果与回收率 Rack 9 (n=3) and Rack 18 (n=6)

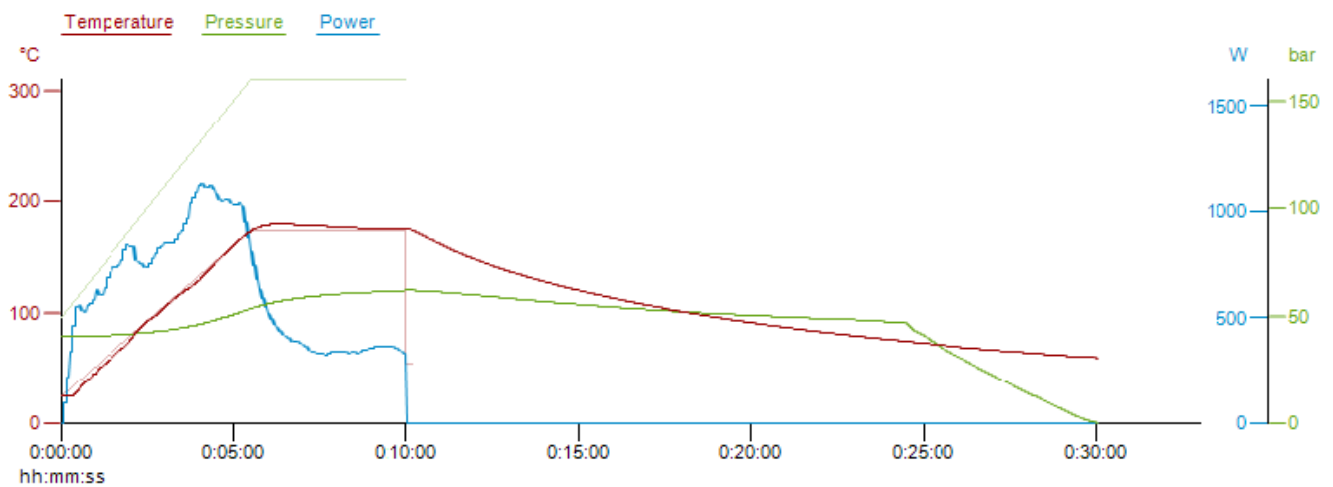


图 3: 运行数据

5 结论

内置的消解方法不仅适合上述的标准样品(土壤和污泥)的消解,另外可以认为这是将 7000 应用于消解不同类型环境土壤和污泥样品的起点,仅需相应的调整重量,时间和温度等参数。



Contact Anton Paar GmbH

Tel: +86 21 6485 5000

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