

加压消解腔在聚合物样品前处理中的应用

配备 PDC(加压消解腔)的 Multiwave 7000 提供了消解各种类型聚合物的应用方案，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，从而可以消解聚合物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

定量聚合物中特定的微量元素是非常必要的。一方面，依据健康安全环保的要求，聚合物中多种元素的含量应该低于规定值(如 Hg, Ni 和 Pb)。另一方面，需要保证一些元素含量在特定的范围中来确保产品的性能，如阻燃性(例 Sb 和 Mg)，特殊的颜色(如 Cr, Fe 和 Pb)或者导热，导电和机械性能等。

为了展示 Multiwave 7000 在制备聚合物样品方面出色的适应性，我们消解了标准参考材料，比较了其元素分析的结果。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

此次消解实验使用 Multiwave 7000 仪器，30ml 石英和 PTFE-TFM 反应管，支架 9。使用安捷伦 7900 ICP-MS 进行元素定量。使用氦气作为碰撞气体来消除多原子干扰来测量 Cd, S 和 Zn。使用 Multitune 模式对 Hg, Pb 和 Sb 进行测量，不经过碰撞/反应池。为了弥补 16O^{2+} 对 S 的主要同位素 (32S^+ , m/z 32) 的强烈干扰，用 ICP-QQQ-MS(安捷伦 8800 Oxygen 模式)对 S

进行了定量。定量时使用 10% HNO_3 或 10% HNO_3 / 1% HCl (Hg) 的外标溶液。溶液中加入 Be, Ge, In 和 Lu 作为内标(浓度: 10 $\mu\text{g/L}$)。

3 实验部分

3.1 样品

标准参考材料, ERM-EC680k: 掺杂无机金属颜料 (As_2O_3 , Green 36, ZnS/CdS , Green 7, Cr_2O_3 , $\text{PbCrO}_4/\text{PbSO}_4$, HgS, Sb_2O_3 , SnO_2) 低密度聚乙烯 (LDPE)



图 1: Multiwave 7000

3.2 消解步骤

三次称量大约 0.5 g 样品加入到 30mL 石英和 PTFE-TEM 反应管中。将反应管置于支架上，加入 2ml 水 6ml (65%) 硝酸。反应管用塞子封闭后，将支架放入已添加载荷溶液(150ml 水和 5ml 浓硝酸)的内衬杯内。

将内衬杯插入到加压消解腔内，开始反应程序。冷却后将内衬杯插入到加压消解腔内，开始反应程序。冷却后

添加 1ml 盐酸稳定汞元素，接着将样品转移至 50ml 容量瓶中，定容，分析。

将溶液用 10%硝酸溶液(v/v)稀释 50 倍来测量 Cd, Hg, Pb, Sb 和 Zn。对于汞元素需要将溶液配置为 1% 的盐酸体系。对于 S 的测量则需要将溶液用 10%硝酸溶液(v/v)稀释 10 倍。



图 2: Multiwave 7000 支架

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	15	250
2	8	250

表 1: 升温程序

4 结果

实验的测量值与标准值的匹配度较好。

表 2. 的数据表明石英管和 PTFE-TEM 管的消解效果没有差距。依据标准提供的参考信息，Cr₂O₃ 及 SnO₂ 属于混合酸极难消解样品，因此在本应用报告中并未提及。

消解后，PTFE-TEM 管内侧附着了明显的绿色残留，而在石英管中并未出现这种情况。这种残留疑似为未被消解的 Cr₂O₃。

图 3. 的运行数据表明运行的最大压力为 30 bar 左右，低于仪器最高限值。所以仍有增加消解样品的重量的余地。

因为放热反应带来了在 19 和 21 分钟左右的压力增加，消解的样品量的增加(如需)应该缓慢和分步进行

(例每次的样品增加量不超过 0.1g)。

5 结论

内置的消解方法完全适合掺杂的低密度聚乙烯材料的消解。

另外，可以认为这是将 7000 应用于消解不同类型聚合物的起点，仅需相应的调整重量，时间和温度等参数。

元素	标准值 [mg/kg]	石英管		PTFE-TEM管	
		测量值 [mg/kg]	回收率 [%]	测量值 [mg/kg]	回收率 [%]
Cd	19.6 ± 1.4	19.2 ± 0.1	98 ± 1	19.4 ± 0.2	99 ± 1
Hg	4.64 ± 0.20	4.75 ± 0.11	102 ± 3	4.88 ± 0.13	105 ± 3
Pb	13.6 ± 0.5	13.3 ± 0.1	98 ± 1	13.3 ± 0.1	98 ± 1
S	76 ± 4	78.7 ± 0.1	103.5 ± 0.1	78.4 ± 1.4	103 ± 2
Sb	10.1 ± 1.6	8.9 ± 0.1	89 ± 1	9.0 ± 0.3	90 ± 3
Zn	137 ± 20	138 ± 2	101 ± 1	138 ± 1	101.0 ± 0.4

表 2: 分析结果与回收率(n=3)

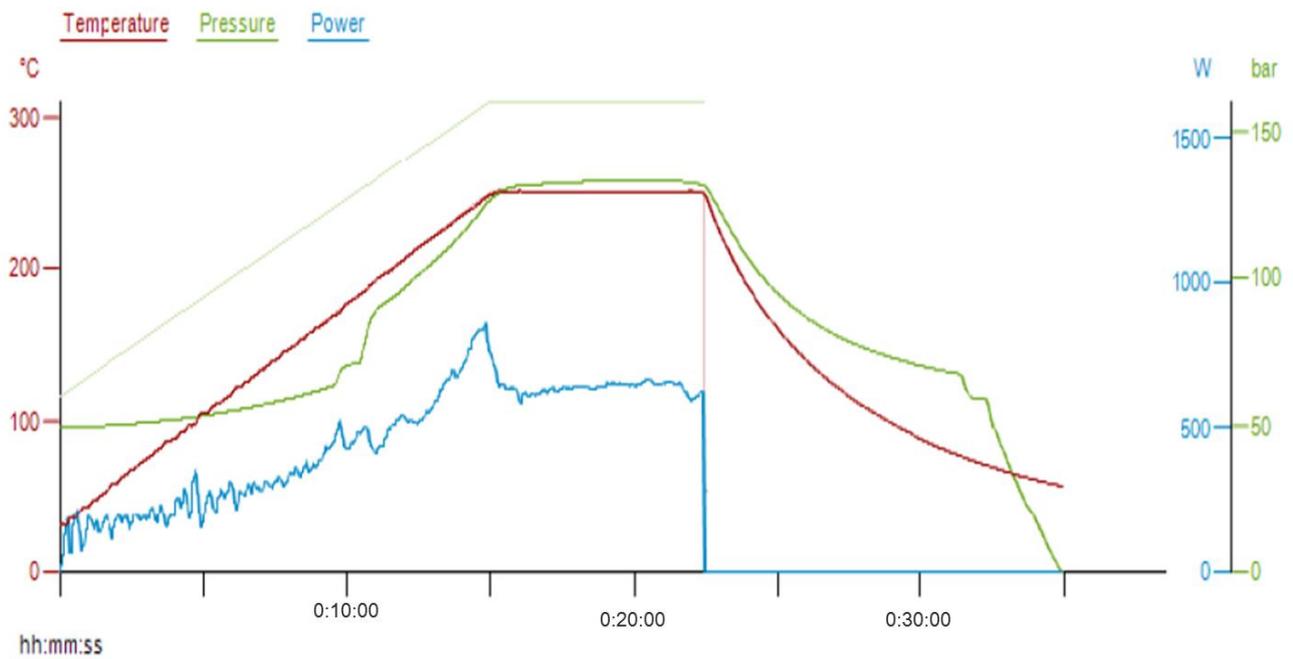


图 3: 运行数据

Contact Anton Paar China

Tel: +86 21 6485 5000

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

