

加压消解腔在滤膜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的过滤空气颗粒物的滤膜的应用方案，其酸的消耗量较少，可直接用于后续元素分析。



1 简介

通常以灰尘滤膜中相关元素(如 As, Cd, Ni, Pb 等)的浸提结果作为控制空气污染的相关指标。

为了展示 Multiwave 7000 对样品制备方面的适应性，测试了消解标准参考材料元素的回收率，另外使用 Multiwave 3000，8SXQ80 转子消解同样样品做参考，比较了大量的常规样品，来建立和验证了实验室的标准方法。

2 仪器

本次实验是在 Multiwave 7000 上使用 9 位支架，30ml 石英反应罐进行的消解实验。对比实验是使用配备 8SXQ100 转子的 Multiwave 3000。

依据 EN ISO 17294-2 使用 ICP-MS 对元素进行定量的标准，使用 Perkin-Elmer Nexion 350D ICP-MS 系统进行定量分析。使用氦气作为碰撞气体来消除多原子干扰。

3 实验部分

3.1 样品

- NIST 1648a 标准参考材料 城市微粒物质

- 石英纤维过滤片，切割为直径 40mm 大小(大约 100mg)用于 Multiwave 7000 和 3000 的浸提。



图 1: Multiwave 7000



图 2: Multiwave 7000 支架

3.2 消解步骤

称量大约 100mg 的参考材料放入 30ml 石英管中。将滤膜片折叠放到石英管中。

必须将滤膜完全浸入到酸中才可以达到完全的浸提效果。对于 30ml 石英管放入 4ml 硝酸即可，对于

Multiwave 3000 的 80ml 石英管则需要 8ml 硝酸加上 2ml 双氧水。

将反应罐放入到 9 位支架上。反应罐用管盖封闭后，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。冷却后将消解溶液转移至 50ml 样品管中，冲洗三次残留滤膜后合并溶液，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	short...15 long...30	260

表 1: 温度模式“长”与“短”

4 结果

标准参考材料的分析数据表明所有的测试元素均取得了较好的回收率，即使是仍残留未溶解的硅酸盐晶体。

元素	回收率[%]		NIST 1648a 标准值 [mg/kg]
	短方法	长方法	
As	106	87	95
Cd	112	100	124
Ni	113	102	107
Pb	106	87	95

表 2: 过滤样品的回收率

消解后石英纤维并未溶解，呈海绵状，但完全回收到了所有的元素。而且在 15 分钟的浸提时间时，仪器便可以达到完全的回收，即使是两倍的浸提时间下所提取到的元素质量已不再增长。由于反应管的体积所需要的酸比 80ml 石英管需要用的酸要少，可以明显地节省昂贵的高纯度酸。

5 结论

内置的消解方法不仅完全适合空气灰尘滤膜的消解，此外可以认为这是消解各类灰尘滤膜样品的起点。

衷心感谢 Umweltbundesamt (奥地利环境机构)对此次报告提供的数据支持。

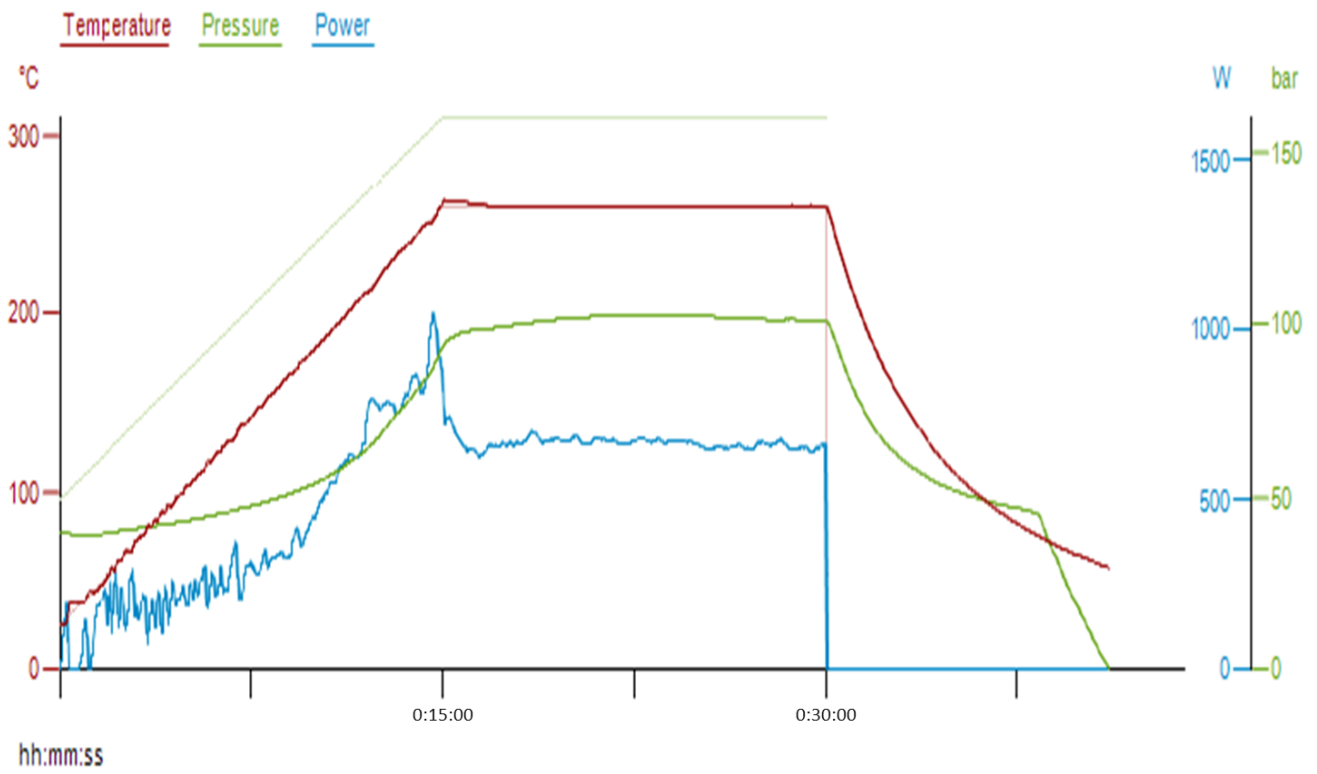


图 3: 短方法的消解数据图

Contact Anton Paar China

Tel: +021-6485 5000

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