

## 配备高性能20SVT50转子的Multiwave 5000消解重油产品

采用SmartVent技术的高性能转子20SVT50可以在高温下安全方便地消解反应性石油产品。



### 1 简介

石油实验室大多使用传统方法进行痕量金属分析。直到最近，人们对密闭容器微波酸消解的认识才有所提高。难消解的反应性材料需要复杂和快速响应的控制过程，可以快速释放过量反应气体（SmartVent）或可靠的压力检测（转子8NXF100）。

在传统的密闭容器酸消解中，样品量产生的反应压力限制了可达到的温度。因此，排放过量的反应气体是克服这一限制并能够处理更高样本量的安全和方便的方法。

Multiwave 5000中的转子20SVT50在先进的压力水平上提供了已经成熟的SmartVent技术，并允许反应气体的受控释放。这确保了可以达到更高的消解温度，并且即使对于难以消解的样品，也能获得优良的消解质量。

Multiwave 5000智能温度传感器能够快速、准确地测量内部温度，这对于反应性样品的可靠控制尤为重要。

20SVT50转子一次运行可提供多达20个样品，具有无与伦比的效率。

### 2 仪器



图1：带有20SVT50转子的Multiwave 5000

消解在SVT50容器中进行，使用Multiwave 5000中的20SVT50转子，配备SmartTemp温度测量SmartVent检测，以监测排气强度。

定量分析是在ICP-OES上进行的，轴视模式下的光谱配备有抗HF的样品导入系统。

### 3 实验

对于重质燃料油，只有少数具有合理数量认证元素的参考材料可用。从能力验证中选择了三个样品（由ASTM组织，2010-2014年；F61001、F61105、F61401），以及铝、铁、镍、硅和钒的可用数据，进行消解。由于样品在室温下具有很高的粘性，因此在称重前将其加热至80°C并剧烈摇晃，以使含有二氧化硅含量的沉淀细颗粒物均匀化。然而，这种混合与推荐的高剪切混合不可比。

### 3.1 消解程序

使用巴斯德吸管将500 mg样品直接称重到消解容器中。小心避免样本污染消解管壁或密封表面。10毫升浓硝酸。然后将容器密封并放入转子中。

在第一个消解步骤之后，小心地打开容器，让溶解的氧化亚氮蒸发。然后加入1ml高氯酸，开始第二次消解。

### 3.2 消解温度

优化了样品消解方法，使消解效果合适，降低了液体损失。这导致温度从90升至220° C的合适坡度：

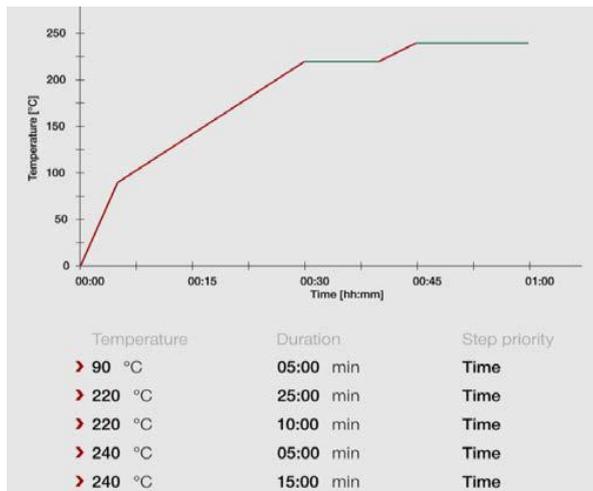


图2：温度模式，重油步骤1

使用了第二段较缓的爬坡（见图3）。添加HClO<sub>4</sub>可使消解过程顺利进行，因为大部分高活性有机物在第一次消解过程中已被分解。

只有当样品成分确实需要额外的氧化才能充分消解时，才需要进行第二次运行。

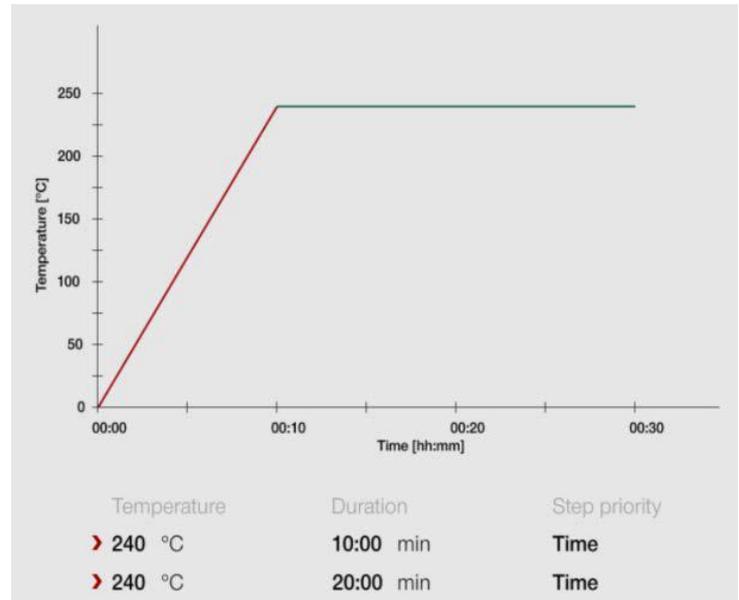


图3：温度模式，重油步骤2

## 4 结果

图4（上图）显示了三种不同重质燃油样品的典型容器温度曲线。从运行数据中可以看出，第一次放热活动在120°C左右开始，随后在150~170°C左右开始适度排气。220°C的保温温度是最合适的，因为它允许利用硝酸的高氧化电位来破坏甚至芳香族结构，同时在不损失大量酸蒸汽的情况下排出反应气体。

红色曲线是所有容器的平均温度，是微波功率的控制参数，与预设的温度程序密切相关。

消解后的溶液在第一步后呈黄色，表明溶液中残留有机碳，可能是由于高含量的非常稳定的多环芳烃化合物造成的。

第二步（图4，下图）后，用蒸馏水稀释至20毫升，溶液无色。

## 5 结论

配备转子20SVT50的Multiwave 5000是高端样品消解的强大配置。

要求高的有机基质可以快速、可靠地消解。可省略此处描述的重质燃料油的第二消解步骤，以便在第一步之后显示出足够消解质量的样品更容易消解。这可能是脂肪族样品的情况，无论是矿物油产品，如润滑油或石蜡。

采用SmartVent技术的SVT50容器允许在不损失分析物的情况下安全地去除反应气体，同时提高的压力水平允许较高的消解温度分解稳定的有机化合物和更多的样品。

SmartTemp技术确保快速可靠的温度控制，即使是对活性样品。

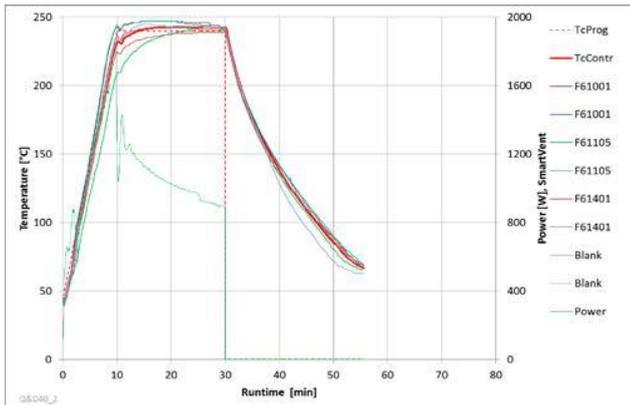
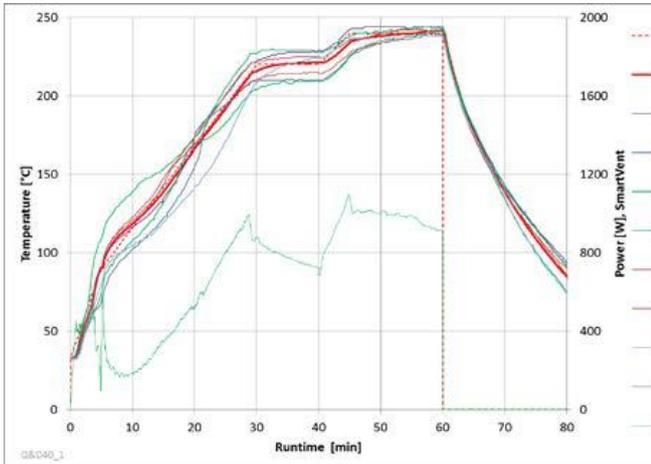


图4: 重质燃料油的温度图像，重油步骤1（上图）重油步骤2（下图）

关于消解样品中元素Al、Fe、Ni和V的测量结果（表2）与能力验证各实验室间比较的实验室值平均值的1-sigma区间很好地匹配。

Element	Al	Fe	Ni	V
F61001	25.6	23.8	23.7	16.7
Reference	23.0 - 27.8	17.1 - 24.3	20.3 - 26.1	16.0 - 18.2
F61105	12.8	17.6	39.8	139.0
Reference	13.4 - 18.0	14.6 - 18.8	36.1 - 41.1	130 - 144
F61401	12.4	80.5	41.7	87.0
Reference	11.8 - 14.8	69 - 85.4	36.8 - 43.7	70.4 - 92.3

Table 1: Measured metal concentrations in comparison to the proficiency reference values (-1 sigma to +1 sigma of the mean value)

**Contact Anton Paar GmbH**

Tel: +43 316 257-0

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

