

固体回收燃料的消解

为了确定固体回收燃料的品质，通过微波辅助消解加入四个标准物质的不均匀馏分的混合样品，然后测定环境相关元素。



1 简介

废物必须达到规定的质量，才能被视为固体回收燃料(SRFs)。根据CEN/TS 15359欧洲固体回收燃料分类系统，净热值、氯含量和环境特性是必需的参数。限值在特定的联合焚化厂的许可证中规定。取样、样品制备和化学测试的规则可在欧洲固体回收燃料标准中找到。

奥地利环境局(Umweltbundesamt)对测试颗粒大小和消解方法对再生燃料的影响做了测试。他们测试了两种消解方法，并确定了10种与环境相关的元素。研究表明，加入硝酸量多的消解方法更适合于含高聚乙烯的样品。

在这项研究中，提出了一种优化的消解方法，该方法最初在EN13656标准(废物特性)中被推荐。

2 样品

对奥地利环境局提供的一份固体回收燃料样品和四种标准材料进行了调查。

样品是人工预分选的，例如金属部件和石头，然而这种样品是一种高度不均匀的固体回收燃料材料。此外，还分析了来自比利时吉尔标准材料和测量研究所的聚乙烯参考材料ERM[®]EC 680、EC 680k、EC 681和EC 681k。用一个配备了1毫米网格大小的铣刀将样品切细。随后在超离心粉碎机中使用插入的钛梯形筛(0.5 mm)进行精细研磨。该材料经过液氮处理后变得易碎。在称重之前，还要特别注意防止样品破裂。

3 仪器

所有的消解都是Multiwave5000的上一代产品

Multiwave3000的转子8SXF100上进行。所有方法都适用于Multiwave5000微波消解仪、8NXF100转子



图 1: Multiwave 5000

4 实验部分

4.1 称样

称取0.2g或0.3g样品放入PTFE-TFM反应管内

4.2 试剂

反应管中分别加入6ml HNO₃(超纯, 65%)、0.5 mL HCl(超纯, 30%)和1ml HF(超纯, 40%)。盖上反应管盖子，装入转子，按下面程序进行消解。

	Power [Watt]	Ramp [min]	Hold [min]	Fan
1	700	0:00	15:00	1
2	1300	5:00	10:00	1
3	0	0:00	15:00	3

表 1: 8 个反应管的消解程序

加入 5mL 饱和硼酸用下列消解程序络合 HF

	Power [Watt]	Ramp [min]	Hold [min]	Fan
1	1500	0:00	15:00	1
2	0	0:00	20:00	3

表 2: 8 个反应管的络合程序

消解完成后，用超纯水定容到 50ml

4.3 样品测试

参照 DIN EN ISO 17294-2 (酸性基质外部校准标准)，将内标加入消解样品和标准材料中，稀释后 ICP-MS 测定镉、铬和锑含量。

5 结果

测得的元素浓度和回收率如下表所示。

	Cr [mg/kg]	Rec. [%]	Sb [mg/kg]	Rec. [%]	Cd [mg/kg]	Rec. [%]
EC 680	125	109	6.6		149	106
EC 680k ^c	3.3		10.2	101	19.4	99
EC 681	18.4	104	0.78		21.3	98
EC 681k ^d			110	111	135	98
Sample	223	99	61.5	87	10.2	102

表 3: 元素含量 **a** 和回收率 **b** 分别为 [mg/kg] 和 [%]

a... $RSD \leq 6\%$; $n = 2$
 b... $RSD \leq 16\%$ (Cr); $RSD \leq 10\%$ (Sb, Cd); $n = 6$
 c... Cr 2.9-16.2 mg/kg – 以 Cr₂O₃ 形式存在
 d... Cr 20-80 mg/kg – 以 Cr₂O₃ 形式存在

元素含量测试结果显示良好的加样回收率和较高的标准偏差，因为固体回收燃料是高度不均匀的，含有大量不同的材料(聚合物，弹性体，膨胀材料，复合材料，纸板包装和木材)。

6 结论

总结，所采用的消解方法适用于固体回收燃料的消解。样品消解完全，不含可见残留物，减少了后续 ICP-MS 测定的干扰，也便于反应管的清洗。

7 参考文献

该报告中提到的结果是由安东帕公司与奥地利环境局 (Umweltbundesamt) 合作进行的一项研究中产生的。

Umweltbundesamt (奥地利环境局) 的报告
www.umweltbundesamt.at/fileadmin/site/publikationen/REP0125.pdf

EN 13656: 2002, Characterization of waste - Microwave assisted digestion with hydrofluoric (HF), nitric (HNO₃) and hydrochloric (HCl) acid mixture for subsequent determination of elements; European standard.

CEN/TS 15359: 2006 Solid recovered fuels — Specifications and classes, Technical Specification.

EN 15411: 2011, Solid recovered fuels – Methods for the determination of the content of trace elements (As, Ba, Be, Cd, Co, Cr, Cu, Hg, Mo, Mn, Ni, Pb, Sb, Se, Ti, V and Zn), European Standard.

M. Zischka, P. Kettisch, P. Kainrath, Microwave-assisted digestion of plastic scrap: Basic considerations and chemical approach, Atom. Spectrosc., 1998, 19, 223-227.

Contact Anton Paar GmbH

Tel: +43 316 257-0

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