



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 116773318 A

(43) 申请公布日 2023. 09. 19

(21) 申请号 202310745145.3

(22) 申请日 2023.06.21

(71) 申请人 中国科学院地球化学研究所
地址 550081 贵州省贵阳市观山湖区林城西路99号

(72) 发明人 张辉

(74) 专利代理机构 北京劲创知识产权代理事务
所(普通合伙) 11589
专利代理师 王闯

(51) Int. Cl.

G01N 1/40 (2006.01)

G01N 1/44 (2006.01)

G01N 27/626 (2021.01)

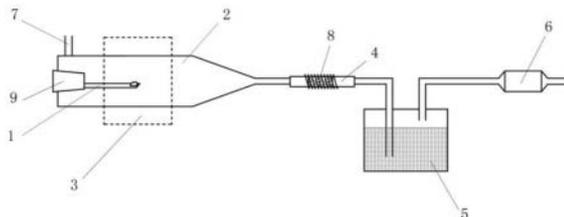
权利要求书1页 说明书4页 附图1页

(54) 发明名称

一种用于固体样品汞同位素分析测定的预处理装置及方法

(57) 摘要

本发明涉及汞取样分析技术领域,尤其涉及一种用于固体样品汞同位素分析测定的预处理装置及方法。该装置包括样品托、加热管、加热炉、催化管、反应槽以及零气罐,所述样品托设置在所述加热管一端,且所述加热管上设置有进气口,所述加热管另一端与所述催化管连接,所述催化管外设置有第二加热装置,所述加热炉设置在所述加热管中部,并对所述加热管进行加热,所述催化管通入封闭的所述反应槽中,所述反应槽顶部出口与所述零气罐连通。通过引入样品的二次加热和催化过程,统一了固体样品汞同位素分析的样品预处理方法,保证了样品中汞的充分和完全转化以及氧化保存,提高了固体样品汞同位素分析测量的精度和准确性。



1. 一种用于固体样品汞同位素分析测定的预处理装置,其特征在于,包括样品托、加热管、加热炉、催化管、反应槽以及零气罐,所述样品托设置在所述加热管一端,且所述加热管上设置有进气口,所述加热管另一端与所述催化管连接,所述催化管外设置有第二加热装置,所述加热炉设置在所述加热管中部,并对所述加热管进行加热,所述催化管通入封闭的所述反应槽中,所述反应槽顶部出口与所述零气罐连通。

2. 根据权利要求1所述的用于固体样品汞同位素分析测定的预处理装置,其特征在于,所述第二加热装置为套设于所述催化管外的加热丝,所述加热丝用于对所述催化管进行二次加热。

3. 根据权利要求1所述的用于固体样品汞同位素分析测定的预处理装置,其特征在于,所述样品托一端设置有密封塞,所述加热管一端设置有与所述密封塞相匹配的楔型插口,所述样品托通过密封塞插入所述楔型插口与所述加热管一端连接。

4. 根据权利要求3所述的用于固体样品汞同位素分析测定的预处理装置,其特征在于,所述密封塞和/或所述楔型插口处涂有凡士林。

5. 根据权利要求3所述的用于固体样品汞同位素分析测定的预处理装置,其特征在于,所述样品托另一端设置有凹槽。

6. 根据权利要求1所述的用于固体样品汞同位素分析测定的预处理装置,其特征在于,所述催化管中的催化剂采用碳化硅。

7. 根据权利要求1所述的用于固体样品汞同位素分析测定的预处理装置,其特征在于,所述反应槽中的氧化试剂采用反王水。

8. 根据权利要求1所述的用于固体样品汞同位素分析测定的预处理装置,其特征在于,所述零气罐中的吸汞材料采用活性炭。

9. 一种用于固体样品汞同位素分析测定的预处理方法,其特征在于,包括步骤:

S1, 将已经磨成粉末的固体样品放入样品托前端的凹槽中;

S2, 将样品托与加热管连接,使样品位置处于加热管位于加热炉加热区的中央位置;

S3, 通过加热管的进气口通入高纯氧气;

S4, 启动加热炉升温使得固体样品被高温加热和充分的燃烧,使固体样品中的各形态汞转化为单质汞;

S5, 汞被氧气携带进入催化管,载有汞的氧气在经过催化管时,催化管始终被加热丝加热,使氧气中的汞被充分的催化还原为单质汞;

S6, 经过催化管后的单质汞随氧气进入到反应槽的氧化溶液中,将单质汞氧化为二价汞溶解于溶液中保存待测;

S7, 反应槽析出气体中的汞通过零气罐过滤后排入大气,同时阻止外界大气中的汞进入反应槽。

10. 根据权利要求9所述的用于固体样品汞同位素分析测定的预处理方法,其特征在于,所述加热炉的加热温度为900℃,所述催化管始终被所述加热丝加热并保持在500℃。

一种用于固体样品汞同位素分析测定的预处理装置及方法

技术领域

[0001] 本发明涉及汞取样分析技术领域,尤其涉及一种用于固体样品汞同位素分析测定的预处理装置及方法。

背景技术

[0002] 随着近年来汞同位素分析技术的快速发展,已经被广泛应用于地质、环境和考古等领域。根据汞同位素的分馏机制可以分析样品中汞的迁移转化过程,从而研究各种环境过程和特征。然而,在使用多接收电感耦合等离子体质谱仪(MC-ICP-MS)进行汞同位素分析测定前,需要对样品进行一系列的预处理。对于固体样品,首先需要将样品中的汞通过湿化学方法消解提取,或者通过高温热解析全部转移到氧化性的溶液中保存,然后再通过还原试剂将汞还原为单质汞,再进入MC-ICP-MS进行汞同位素测定。而固体样品预处理方法还没有统一的标准,也没有较为完善的预处理装置。因此,导致了在固体样品汞同位素测定的过程中,因进样和加热方式不统一,样品中汞氧化还原不充分、容易被外界大气污染,样品处理的效率不高,容易产生误差。

[0003] 目前,固体样品汞同位素分析的预处理方法主要包括两类:一是化学消解法,包括电热板消解、微波消解和水浴消解等,其原理主要都是取一定量的样品,加入特定的强酸溶液(盐酸、硝酸、硫酸、氢氟酸、高氯酸等),然后再通过加热和微波等方式使样品充分的溶解,样品里面的汞被充分氧化后,再将上清液或者洗涤液转移到容量瓶后加入固定液,定容后摇匀,待下一步上机分析汞同位素。二是高温热解法,主要就是将样品放入马弗炉中,以500-1000℃进行高温加热,通过高温将样品中的汞全部转化为单质汞析出,然后再通过载气载入强酸溶液中氧化固定,最后再取样经过还原剂还原为单质汞上机测量汞同位素。

[0004] 由于固体样品中汞的形态复杂,因此消解法对固体样品进行预处理步骤繁琐、需要准备大量的化学试剂、容易引入人为误差和试剂空白,不同的样品需要采样不同的酸消解,而且存在消解不完全,样品中的汞没有完全被氧化等风险。另外消解过程需要专业的实验人员和在通风橱内进行,普通人很难完成,而且实验过程中产生的废气和废液对人体有伤害。高温热解法是固体样品汞分析的一种有效预处理方法,然而目前存在样品进样方式和加热管结构不统一,在进入氧化溶液之前没有对解析气(载气)进行二次加热和催化,导致样品中汞转化为单质汞不完全,而且氧化溶液与外界大气没有隔离,环境中的大气汞溶液溶解到氧化溶液中,从而影响汞同位素的分析和研究。

发明内容

[0005] (一)要解决的技术问题

[0006] 本发明要解决的是因进样和加热方式不统一,样品中汞氧化还原不充分、容易被外界大气污染的技术问题。

[0007] (二)技术方案

[0008] 为解决上述技术问题,本发明提供了一种用于固体样品汞同位素分析测定的预处

理装置,包括样品托、加热管、加热炉、催化管、反应槽以及零气罐,所述样品托设置在所述加热管一端,且所述加热管上设置有进气口,所述加热管另一端与所述催化管连接,所述催化管外设置有第二加热装置,所述加热炉设置在所述加热管中部,并对所述加热管进行加热,所述催化管通入封闭的所述反应槽中,所述反应槽顶部出口与所述零气罐连通。

[0009] 进一步地,所述第二加热装置为套设于所述催化管外的加热丝,所述加热丝用于对所述催化管进行二次加热。

[0010] 进一步地,所述样品托一端设置有密封塞,所述加热管一端设置有与所述密封塞相匹配的楔型插口,所述样品托通过密封塞插入所述楔型插口与所述加热管一端连接。

[0011] 进一步地,所述密封塞和/或所述楔型插口处涂有凡士林。

[0012] 进一步地,所述样品托另一端设置有凹槽。

[0013] 进一步地,所述催化管中的催化剂采用碳化硅。

[0014] 进一步地,所述反应槽中的氧化试剂采用反王水。

[0015] 进一步地,所述零气罐中的吸汞材料采用活性炭。

[0016] 另一方面,本发明提供了一种用于固体样品汞同位素分析测定的预处理方法,包括步骤:

[0017] S1,将已经磨成粉末的固体样品放入样品托前端的凹槽中;

[0018] S2,将样品托与加热管连接,使样品位置处于加热管位于加热炉加热区的中央位置;

[0019] S3,通过加热管的进气口通入高纯氧气;

[0020] S4,启动加热炉升温使得固体样品被高温加热和充分的燃烧,使固体样品中的各形态汞转化为单质汞;

[0021] S5,汞被氧气携带进入催化管,载有汞的氧气在经过催化管时,催化管始终被加热丝加热,使氧气中的汞被充分的催化还原为单质汞;

[0022] S6,经过催化管后的单质汞随氧气进入到反应槽的氧化溶液中,将单质汞氧化为二价汞溶解于溶液中保存待测;

[0023] S7,反应槽析出气体中的汞通过零气罐过滤后排入大气,同时阻止外界大气中的汞进入反应槽。

[0024] 进一步地,所述加热炉的加热温度为900℃,所述催化管始终被所述加热丝加热并保持在500℃。

[0025] (三)有益效果

[0026] 本发明的上述技术方案具有如下优点:通过引入样品的二次加热和催化过程,统一了固体样品汞同位素分析的样品预处理方法,保证了样品中汞的充分和完全转化以及氧化保存,提高了固体样品汞同位素分析测量的精度和准确性。摒弃了传统的湿化学消解方法,极大地减少了样品和试剂的消耗以及废液废气的产生,减少了人为误差和试剂误差。

附图说明

[0027] 图1为本发明一种用于固体样品汞同位素分析测定的预处理装置的结构示意图;

[0028] 图中:1、样品托;2、加热管;3、加热炉;4、催化管;5、反应槽;6、零气罐;7、进气口;8、加热丝;9、密封塞。

具体实施方式

[0029] 下面结合附图和实施例,对本发明的具体实施方式作进一步详细描述。以下实施例用于说明本发明,但不用来限制本发明的范围。

[0030] 本发明的描述中,需要理解的是,术语“中心”、“纵向”、“横向”、“上”、“下”、“前”、“后”、“左”、“右”、“竖直”、“水平”、“顶”、“底”“内”、“外”等指示的方位或位置关系为基于附图所示的方位或位置关系,仅是为了便于描述本发明和简化描述,而不是指示或暗示所指的装置或元件必须具有特定的方位、以特定的方位构造和操作,因此不能理解为对本发明的限制。此外,术语“第一”、“第二”仅用于描述目的,而不能理解为指示或暗示相对重要性。

[0031] 在本发明的描述中,需要说明的是,除非另有明确的规定和限定,术语“安装”、“相连”、“连接”应做广义理解,例如,可以是固定连接,也可以是可拆卸连接,或一体地连接;可以是机械连接,也可以是电连接;可以是直接相连,也可以通过中间媒介间接相连,可以是两个元件内部的连通。对于本领域的普通技术人员而言,可以根据具体情况理解上述术语在本发明中的具体含义。

[0032] 请参考图1,本发明提供了一种用于固体样品汞同位素分析测定的预处理装置,包括样品托1、加热管2、加热炉3、催化管4、反应槽5以及零气罐6。所述样品托1设置在所述加热管2一端,且所述加热管2上设置有进气口7,进气口7可以连接1/4英寸的特氟龙管与氧气管连通,保证氧气的连续通入,所述加热管2的出口被设计为可连接1/4英寸特氟龙管,所述加热管2另一端通过特氟龙管与所述催化管4连接,所述催化管4外设置有第二加热装置,所述加热炉3设置在所述加热管2中部,并对所述加热管2进行加热,所述催化管4通入封闭的所述反应槽5中,所述反应槽5顶部出口与所述零气罐6连通。样品托1、加热管2和反应槽5均采用石英材质制作、其他的管件和连接件都采用石英或者特氟龙材质,防止材料对汞的吸附;加热炉3被设计成适用于新型加热管2的管式加热炉3,并且可以程序控温。

[0033] 使用时,通过加热炉3对加热管2内样品托1上的固体样品进行加热,使固体样品中解析出来汞转化为单质汞,然后跟随进气口7通入的氧气一起进入催化管4,由于催化管4设置有二次加热装置,通过引入样品的二次加热和催化过程,统一了固体样品汞同位素分析的样品预处理方法,保证了样品中汞的充分和完全转化以及氧化保存,提高了固体样品汞同位素分析测量的精度和准确性。同时摒弃了传统的湿化学消解方法,通过零气罐6可以将反应槽5析出气体中的汞过滤后排入大气,也可以将进入反应槽5的外界大气中的汞过滤掉,从而保证了外界大气汞对氧化溶液的污染和干扰,极大地减少了样品和试剂的消耗以及废液废气的产生,减少了人为误差和试剂误差。

[0034] 在一些实施例中,所述第二加热装置为套设于所述催化管4外的加热丝8,所述加热丝8用于对所述催化管4进行二次加热,加热丝8可以采用电阻式加热,通过通入直流电使电阻发热,达到加热目的。

[0035] 在一些实施例中,所述样品托1一端设置有密封塞9,所述加热管2一端设置有与所述密封塞9相匹配的楔型插口,所述样品托1通过密封塞9插入所述楔型插口与所述加热管2一端连接,保证了外界大气无法进入到加热管2中。进一步地,所述密封塞9和/或所述楔型插口处涂有凡士林,凡士林加强了所述密封塞9和所述楔型插口之间的密闭性。

[0036] 在一些实施例中,所述样品托1另一端设置有凹槽,所述凹槽用于盛放已经磨成粉末的固体样品。

[0037] 在一些实施例中,所述催化管4中的催化剂采用碳化硅或者适应碎片等高温耐火材料。

[0038] 在一些实施例中,所述反应槽5中的氧化试剂采用反王水(浓硝酸和浓盐酸按体积比1:3的混合物),也可以根据后续的分析要求采样其他强氧化试剂。

[0039] 在一些实施例中,所述零气罐6中的吸汞材料采用活性炭,或者其他吸汞材料。

[0040] 另一方面,本发明提供了一种用于固体样品汞同位素分析测定的预处理方法,包括步骤:

[0041] S1,将已经磨成粉末的固体样品放入样品托1前端的凹槽中;

[0042] S2,将样品托1与加热管2连接,使样品位置处于加热管2位于加热炉3加热区的中央位置;

[0043] S3,通过加热管2的进气口7通入高纯氧气(解析气);

[0044] S4,启动加热炉3升温,所述加热炉3的加热温度为900℃,使得固体样品被高温加热和充分的燃烧,使固体样品中的各形态汞转化为单质汞;

[0045] S5,汞被氧气携带进入催化管4,载有汞的氧气在经过催化管4时,催化管4始终被加热丝8加热,所述催化管4始终被所述加热丝8加热并保持在500℃,使氧气中的汞被充分的催化还原为单质汞,从而保证了固体样品中解析出来汞被充分和完全转化为单质汞,也不会因为还有部分氧化汞而被管路吸附;

[0046] S6,经过催化管4后的单质汞随氧气进入到反应槽5的氧化溶液中,将单质汞氧化为二价汞溶解于溶液中保存待测;

[0047] S7,反应槽5析出气体中的汞通过零气罐6过滤后排入大气,同时阻止外界大气中的汞进入反应槽5。

[0048] 以上所述仅是本发明的优选实施方式,应当指出,对于本技术领域的普通技术人员来说,在不脱离本发明技术原理的前提下,还可以做出若干改进和变型,这些改进和变型也应视为本发明的保护范围。

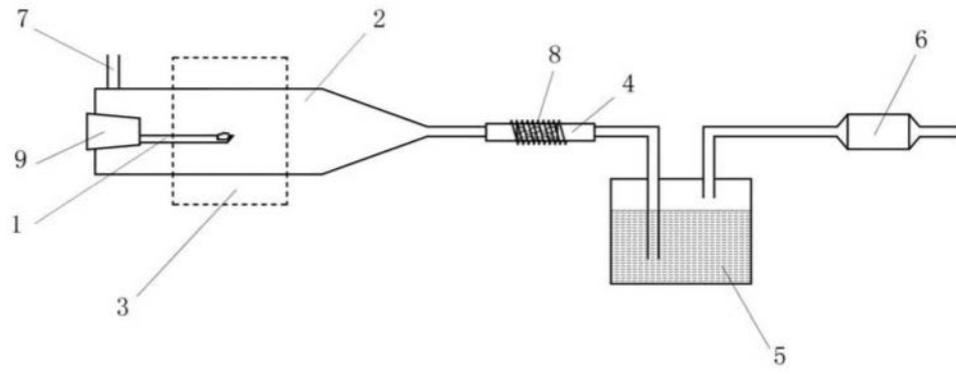


图1