

上海新仪微波消解核心技术 (2012 年)

一. 消解罐技术:

1. 宇航复合纤维材料外罐:

近年来复合纤维材料的应用越来越广，据报道，波音 787 和空客 380 机身外壳上 40% 以上是复合纤维材料制成，那是因为这种材料硬度超过金属，刚性好，又轻又薄，还有一点弹性。另外在汽车车身防撞板上也大部分是复合纤维材料。所以它是替代金属的理想选择。在微波消解高压反应外罐材料的选择上，各厂商经历了从聚砷，到陶瓷，再到 PEEK（聚醚醚酮）的演变，CEM 公司和新仪公司都想到了复合纤维材料。CEM 公司用 PFA 包裹复合纤维制成消解外罐，但罐口的上下两个端面没有包住是敞口的，容易受酸气渗透腐蚀，时间一长靠近上下开口处质地疏松变形，强度降低，容易造成内罐泄气。新仪公司针对此问题，采用 PFA 完全包裹和喷涂 PFA 等工艺，将复合纤维完全包裹，达到了更好的防腐保护能力。



PEEK 材料外罐

复合纤维材料耐压能力超过 PEEK，PEEK 本身耐酸性差，使用过程中酸雾慢慢渗透到内壁深处，使内壁质地变松，失去强度，在高压工作下会碎裂成片状。而复合纤维材料是高密度编织而成，很难被撕裂。在破坏性高压试验中，即使罐体承受 20MPa (200 个大气压) 以上的高压，外罐依然完好无损。可以称得上爆不破，炸不裂和撕不烂的高强度复合材质。



上海新仪全 PFA 包裹复合纤维外罐

全 PFA 喷涂复合纤维外罐

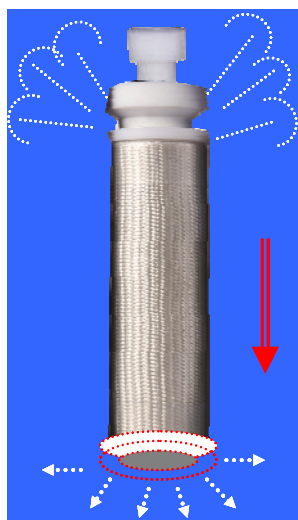
2. 自动安全泄压爆裂块

国外产品在被动安全保护中以前采用防爆膜破裂泄压技术，但化学反应时瞬时产生的力量很难估算，不当操作产生的爆破力无法快速从细小的泄气孔中释放。所以现在很多厂家采用非金属弹簧帽等自动泄气阀结构，超压后自动泄气泄压。可是罐盖和非金属弹簧帽因为经常超压泄气导致疲劳变形，无法复原；而且很多挥发元素随着自动泄气就泄走了，测定回收率下降了。



自动泄气阀部件

为了克服这些缺陷，新仪公司研制了安全泄压爆裂块（专利）技术，由于外罐采用高强度宇航复合纤维材料能够承受很高的压力，在垂直方向上设计了这种安全泄压爆裂块（片），爆裂块的结构设计成当压力到达指定的强度时自动破裂，罐盖自动上升释放压力。正常工作时消解罐密闭良好，只有当罐内压力大到对安全构成威胁时爆裂块才会破裂泄压。这在一定程度上将化学反应中不可掌控的垂直方向爆破力量限制在一定范围内，从而可以避免因无限增大的爆破力带来不必要的伤害。

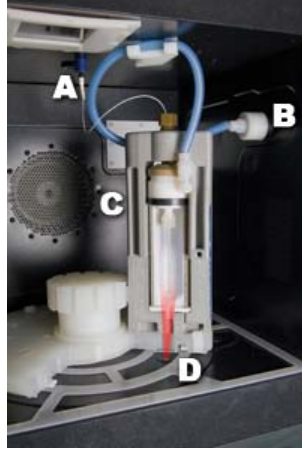


安全泄压爆裂块工作原理图

二. 独特的测压技术:

1. 压电晶体测压技术:

目前国内外普遍采用导气管导压测控罐内压力，导气管的缺点显而易见，长度很长，一般在400-600mm，容易扭曲折断，密封要求高，主控罐样品交叉污染，承压不能太高，不然导气管会破裂，消解转盘必须360度来回旋转，才能避免导气管缠绕。



导气管测压，转盘必须360度来回旋转，不然导气管要缠绕

为了解决这些技术难题，新仪公司经过多年研发，掌握了炉腔内压电晶体测压技术，性能可靠耐用，可测控12MPa以内的压力。测控电缆很短只有120-140mm，不存在扭曲折断现象，没有密封接口，不存在漏气现象，操作特别简单。最大优点是测压元件与样品完全隔绝，不存在交叉污染的可能。



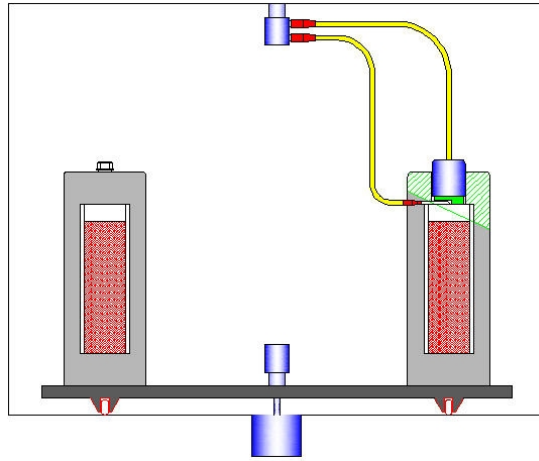
压电晶体像电子天平装在罐架底部或顶部，压力参数通过电信号传输

2. 测控装置和消解罐随转盘同方向同步旋转:

目前国内外现有微波消解装置，只要有管线连接，都是要求转盘360度来回旋转（除了安东帕无线传输信号或CEM 40罐只有红外底部测温，不测压。）。其缺点是：温压测控管线长，管线必须随转盘来回换向，转动频繁容易缠绕折断。每转一圈，存在调换转向的停顿区，造成消解罐吸收微波不均匀。转盘电机频繁地来回启动停顿，容易损坏并影响使用寿命。

新仪公司开发的测控连接装置可以让温压测控电缆随消解罐转盘同步旋转，具有以下优点：

1. 温压测控电缆很短，只有140-200mm，运转中没有任何缠绕扭曲，运转顺畅。
2. 可以让转盘始终朝一个方向不停顿地旋转，改善了微波加热的均匀性，
3. 转盘电机负荷小，不易损坏，使用寿命长。
4. 结构简单，安装拆卸都很方便，消解罐深度冷却可以移到炉腔外，加快炉腔周转利用率。



通过一个专利的接线盒将压力和温度电信号传输到炉腔外的计算机，
接线盒可以让消解罐在炉腔内一个方向连续旋转。

三. 高通量 40 罐以上组合罐架

随着用户对检测样品数量的需求越来越高,高通量多样品同时消解的微波消解仪器成为发展方向。而现在国外高通量微波消解产品在消解罐的承压能力上存在不足,主要问题在于罐架结构的设计不尽合理。

1. 罐架只起到消解罐的安放定位,对消解罐没有起到压力支撑作用,因此消解罐承压不高,只能在 2MPa 以下工作,工作温度不能超过 210℃;
2. 由于消解罐垂直方向得不到压力支撑,容易造成溶样杯口螺纹被拉断;
3. 消解罐的安全保护是依靠罐盖面的形变来达到泄压,但由于罐盖面是非金属材料,在温度和压力作用下,形变后不容易恢复,几次用后就失去了弹性,丧失了继续密闭功能,所以经常会出现消解罐内样品减少和干涸现象。



安东帕 48 罐转子



CEM 40 罐转子



麦尔斯通 41 罐转子

针对这些问题,新仪公司开发了新型高通量消解罐架,设计原理如下:

1. 罐架由若干新型高强度合金材料拉杆连接成一个整体,具有强大的压力支撑作用 ($\geq 10000\text{Kg}$),每个消解罐顶部和底部的垂直方向上受到罐架的强大支撑,保证了消解罐在承受压力 $\leq 4\text{MPa}$, 温度 $\leq 250^\circ\text{C}$ 情况下不会变形,不会泄漏。
2. 这个罐架设计可以让炉腔内的微波场随着罐架的旋转而搅拌,使多达 40-70 个高通量消解罐在微波场分布均匀的状态下加热。
3. 罐架设计有安全泄压爆裂片装置,可以实现定量垂直爆破泄压,保证运行安全。
4. 这个罐架设计可以让消解罐实现温度压力双重控制。



新仪 40 罐高通量转子由高强度合金材料支撑

四. 精巧灵活的工具小车

高通量消解罐及其转盘（子）大都包含 40 个及以上数量的消解罐，当这些消解罐放满样品和溶剂后，总重量可达 15-20kg，实验室里操作的大多是女同志，这样的重量要她们很难将其放入和取出微波炉腔。



安东帕 48 罐转子



CEM 40 罐转子

新仪公司针对这一现状开发了一款精巧灵活的工具小车，它可以轻松地将高通量消解转盘放入和取出微波炉腔，减轻操作者的劳动强度，避免操作者直接与高温高压消解罐接触，防止酸雾损伤，保证操作安全。该小车还可机动灵活地搬动消解罐到实验室的任何地方，方便称样，定容等前后道工序的开展。同时新仪公司还为高通量消解罐配备了电动密闭和开启工具，为操作提供了轻松和方便。

