

CEM 密闭微波消解仪系统（MARS6）操作规程

本操作规程为密闭微波样品消解的简单操作参考规程，虽然 CEM 机器有多重保护机制，但因在高温高压的反应条件下存在相当的危险性。保证安全实验是每个操作人员最基本的原则，所以操作者在使用前应认真阅读以避免任何误操作。

1. 注意事项：

1.1 避免在任何没有样品或微波吸收物的情形下，进行微波功率发射的运行。即使 CEM 微波系统中已设计了过载微波能量的保护转换，但绝对的长时间空载微波依然可能造成磁控管和传感器的衰化和损坏。试图在空载状况下，通过施加微波功率以测试温压传感器的性能是错误的，因为空气是非凝聚态物质，不吸收微波。

1.2 以下样品不适合在微波消解容器中使用，禁止在微波系统内随意操作以下物质（根据 CEM 公司和国际上发表的文献材料）：

炸药（TNT、硝化纤维等）	推进剂（肼、高氯酸胺等）	高氯酸盐	二元醇（乙二醇、丙二醇等）
航空燃料（JP-1 等）	易燃化学品	漆	醚（熔纤剂-乙二醇苯基醚等）
丙烯醛	酮（丙酮、甲基乙基酮等）	烷烃（丁烷、己烷等）	炔烃类
双组分混合物（硝酸和苯酚；硝酸和三乙胺；硝酸和丙酮等）		硝酸甘油酯、硝化甘油或其它有机硝化物	

2. 操作步骤:

2.1 开机后及每次运行方法前, 先确认各种传感器是否工作正常。

2.2 称样: 在密闭容器中消解样品, 可能有潜在的危险, 因此在实验初期对不明样品应通过颜色和嗅觉感知鉴别样品的特性, 是否易燃、易挥发, 并且严格控制样品量。按如下准则: 消解有机样品应限制在 ≤ 0.5 克 / 容器, 无机样品应限制在 ≤ 1.0 克 / 容器。

注意事项:

① 不熟悉的样品消解时称样量应严格的限制在: 0.5 克以内。

② 称样量应尽量保持一致。

③ 在同一批反应中, 不可同时混用不同型号的反应罐。

④ 加样时不要使样品沾在容器壁上, 如沾附请用溶剂或去离子水洗入溶液内。

2.3 加酸: 消解时溶剂量至少为 8ml 酸 ($8\text{ml} < \text{溶液总体积} < 30\text{ml}$)。

注意事项:

① 同一批反应中不可同时使用不同的试剂体系 (同一批反应必须使用相同的酸或溶剂)。

② 溶剂的选择: 消解时对 HNO_3 , HCl , HF 的使用无限制; H_2SO_4 , H_3PO_4 会产生高温, 使用时应该有严格的温控; HClO_4 在密闭容器中使用有很大的危险性, 禁止使用。

2.4 容器安装:

① 反应罐密封: 严格确认反应罐的螺帽是否已经拧紧。

② 保证每个内衬罐都已安装好外壳保护套, 同时保证保护套为干燥状态。

③ CEM 仪器均为自动功率输出, 但仍应注意功率与消解罐数的匹配关系, 一般原则: 8-16 (600W); 16-24 (800W); 24-32 (1000W); 32-40 (1200W 及以上)。

2.5 **载入方法** Classic method 或编辑/创建方法 edit/creative method → 选择方法（或新方法）→ 选择样品形式（Organic）→ 选择控制模式（RAMP TO TEMPERATURE）→ 设定反应方法（最大功率、爬坡时间、目标温度、保持时间）→ 方法命名 → 填写实验备忘（可省略）→ 保存方法。

2.6 **摆放消解罐：**

为了规范仪器的操作，应保证反应罐对称放置于转盘上。反应罐按照安放图安装好后，将转盘安放于仪器腔体中。为减少多模微波场的影响，每批反应罐数应 ≥ 8 罐。

2.7 **按 star/pause 键开始消解程序**

2.8 消解过程中如发现有异常现象按 star/pause 键即可暂停程序，再次按下 star/pause 键继续；按 stop 键停止消解。

2.9 消解程序完成后，仪器自动进入冷却过程。

2.10 最后进行相关后续操作，包括赶酸、转移、定容等。

2.11 **关机：**待反应结束 15 分钟后再关机。

注意：开关机间隔至少一分钟。

附录 1 控制模式选择：

- 1、Standard Control 标准温/压控制：根据设定的目标温度和压力值，机器以最快的速度激发反应，达到并控制在所设定的目标值。注意：此模式一般为 CEM 售后服务人员专用。
- 2、Ramp to Temperature “温度/时间”控制：根据设定的目标温度值，通过自动改变微波发射功率，使反应匀速升温达到并控制在所设定的目标温度值。

注意：此模式可帮助化学实验人员清楚的了解化学反应实时的反应情况，找到反应临界点和最佳反应条件。此模式应用广泛，更加适合于不熟悉样品的消解。下面上述温度为样品的临界分解温度。

低糖/淀粉/ 碳水化合物	蛋白质 类	多糖类	类脂/脂肪类	重油类(石油 /沥青)
140℃	145℃— —150℃	150℃	>160℃ -165℃	>180℃ -185℃

3、Power/Time “功率/时间”控制：此模式不可改变功率值和时间，为最原始的控制方法，不适合密闭反应。主要适用于使用烧杯等非密闭容器的特定方法和功率测试，无温压控制的密闭反应，可能会产生严重后果。

附录 2：方法编辑的一般原则：

消解一般推荐使用三步消化：干样取样量控制在 0.5g（ml）以内，湿样根据固型物含量来决定。

简单样品：取样量控制在 0.5g（ml）以内，溶剂为硝酸：

ENTER METHOD PARAMETERS						
STAGE	POWER		RAMP	PSI	℃	HOLD
	MAX	%			CONTROL	
1	600	100	05:00	/	120	01:00
2	600	100	03:00	/	150	05:00
3	600	100	03:00	/	170 - 180	10:00

复杂样品：称样量控制在 0.3g 以内，溶剂为硝酸/盐酸/氢氟酸：

ENTER METHOD PARAMETERS						
STAGE	POWER		RAMP	PSI	℃	HOLD
	MAX	%			CONTROL	
1	600	100	05:00	/	120	01:00

2	600	100	03:00	/	150	05:00
3	600	100	04:00	/	185 – 190	15:00

萃取一般一步即可：目标温度一般最高为萃取溶剂沸点加 30℃
(下面以水为例)

ENTER METHOD PARAMETERS						
STAGE	POWER		RAMP	PSI	°C	HOLD
	MAX	%			CONTROL	
1	600W	100	10:00	0350	130	10:00

编辑方法时一般需要注意以下几点：

1、功率的选择是根据消解罐的个数来确定（上述方法编制以 8-16 罐为例）。

2、消解升温时间由升温速率来确定：第一步控制在 20℃/min 之内，第二、三步 10℃/min 之内。

升温时间应 $> (\text{目标温度} - \text{升温前温度}) / \text{升温速率}$

3、每次消解至少需要 8 罐以上。

4、1600W 功率中 16-30 罐可按照上述升温速率升温，当消解罐大于 30 罐时需延长升温时间以确保溶液能够达到所需温度，彻底消化样品。举例如下：

ENTER METHOD PARAMETERS						
STAGE	POWER		RAMP	PSI	° C	HOLD
	MAX	%			CONTROL	
1	1600	100	07:00	/	120	/
2	1600	100	05:00	/	150	05:00
3	1600	100	10:00	/	185-190	15:00

注意：

- 1、样品经推荐程序消化后若发现没能消化完全，下次实验前应把把原程序适当后调整（适当增加最终保持时间或提高最终温度）。
- 2、为延长罐子的使用寿命，应当作到
 - ① 能用低温消化的样品就不用高温消化
 - ② 升温速率不可过高
 - ③ 高温下保温时间不宜过长

附录 3：上机分析时注意事项

- 1、As/Hg（原子荧光法）：测 Hg 不必全消解，As 不但要全消解还必须赶酸到近干，加盐酸定容与系列酸度相同（还原剂必须用硫脲/Vc 联合还原剂）。
- 2、Pb/Cd/Cr 等重金属如果上石墨炉检测，条件必须优化：
 - ① 消解液先赶酸，根据定容体积大概赶到 0.5-1.0mL；
 - ② 根据石墨炉厂家建议及经验加基体改进剂，如 Pb 建议基体改进剂为浓度 10.0mg/mL 的 $(\text{NH}_4)\text{H}_2\text{PO}_4$ ，有时再加一点浓度 1.0mg/mL 的 $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$ ，效果更好；
 - ③ 必须优化条件，如：灰化温度和原子化温度等。

附录 4：CEM 微波工作站注意事项与日常维护

注意事项：

1. 仪器操作

- 1.1 微波启动后 15 秒内不能关掉，微波停止后 5 分钟之内不得关

机

1.2 必须保持微波腔体、转盘、腔体保护板干燥清洁

1.3 开关机间隔应大于一分钟

1.4 不要空载运行仪器

2. 传感器

2.1 红外温度传感器，必须保持窗口的干燥清洁。必要时，用镜头纸清洁。

2.2 萃取时必须安装溶剂传感器，并在设定菜单中打开溶剂传感器；消解时必须拆下溶剂传感器，并在设定菜单中关闭溶剂传感器。

3. 消解样品准备

3.1 以下样品不适合在微波消解容器中使用，禁止在微波系统内随意操作以下物质（根据 CEM 公司和国际上发表的文献材料）：

3.2 严禁使用高氯酸；使用硫酸、磷酸时应有严格的温控措施

3.3 不得在反应罐内使用碱类、盐类消解样品

3.4 样品未知时或有机物样品，干样品量不得大于 0.5 克，无机物应小于 1g；对于未知样品，应在开口反应罐内预消解 15 分钟；

3.4.1 加样时不要使样品沾在容器壁上。如沾附，在加入溶剂时冲洗到溶液内。

3.4.2 对于加入酸后，即有反应或有起泡现象，要预消解（不盖盖子，放置 15 分钟）。

3.4.3 溶液量不得小于 5ml，不大于 30ml

3.4.4 同一批消解必须保证每个反应罐内试剂一致，样品一致

4. 萃取样品准备：

4.1 不得在微波仪器内萃取带有金属颗粒的样品

4.2 萃取试剂应对微波有较强的吸收，否则应改变试剂体系或使用加热子。

4.3 萃取的样品量不大于 5g

4.4 加样时不要使样品沾在容器壁上。如沾附，在加入溶剂时冲洗到溶液内。

4.5 溶液量不小于 10ml，不大于 30ml

4.6 同一批萃取必须保证每个反应罐内试剂一致，样品一致

5. 反应罐

5.1 使用的反应罐必须与选择方法设定的反应罐相同，否则可能引起传感器或反应罐损坏；在同一批反应中，不可混用不同型号的反应罐。

5.2 转盘、外套必须保证干燥清洁；外套不得浸泡清洗

5.3 注意反应罐使用的温度限制

5.4 装配反应罐时必须保证连接部件严密，特别是所有螺帽每次装配时必须拧紧

5.5 转盘上摆放反应罐时，应尽量均匀对称。使用 Xpress 反应罐时，一批反应至少要六个反应罐；

5.6 反应完成后，仪器自动风冷反应罐。对于 Xpress 反应罐，只需自动风冷 15 分钟，即可从仪器内取出转盘和反应罐，在通风柜内打开反应罐。

5.7 内衬罐清洗不得使用硬质物（如硬质毛刷、去污粉等），以免损伤内衬表面。

5.8 PFA 材质的内衬，在烘箱内加温干燥应不高于 60 度；不得直接放到电热板或电炉上赶酸。

日常维护

频次	描述
使用前	◆ 检查仪器微波腔体、转盘、腔体保护板是否干燥清洁，否则清洁干燥 ◆ 检查反应罐部件特别是外套、转盘、内衬和盖子是否干燥清洁，否则清洁并干燥 ◆ 检查红外温控窗口是否清洁。
使用后	◆ 用镜头纸清洁红外温控窗口。 ◆ 用干净柔软的毛巾清洁仪器表面、微波腔体、转盘、腔体保护板；必要时可以沾热水或使用中性清洁剂，然后用水擦洗干净，干燥 ◆ 内衬、盖子的清洗，与烧杯清洗基本相同，但不要使用硬质毛刷和去污粉，可以酸泡，超声波清洗，清洗后干燥。如果空白要求较高，可以用在反应罐中加入空白酸，运行洗罐程序的方法来清洗。干燥可以晾干，擦干，或在烘箱内 60 度烘干。 ◆ 用干净柔软的毛巾擦拭转盘，外套；转盘可以用水或中性清洁剂清洗，然后用水冲洗干净并干燥；但外套不得用水冲洗
每周	◆ 检查仪器门是否清洁、是否工作正常 ◆ 检查反应罐各个部件，如有变形，腐蚀，即停止使用 ◆ 清洗排风管路接头，注意是否有漏气 ◆ 检查转盘工作是否正常：从仪器取出转盘，放在干燥清洁平面如桌面上，用手转动转盘，转

	盘应在原地平滑转动。如异常，停止使用。
--	---------------------