

# CEM 密闭微波消解系统操作规程

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。

## 一、注意事项:

- 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老和损坏。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。
- 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)      引火化学品
  - 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)      乙炔化合物
  - 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

## 二、操作步骤:

- 1、开机后及每次运行方法前,按“P/T”键检查温压指示是否正常: 温度  $T < 50^{\circ}\text{C}$ 。在运行方法前按“1”键检查方法在“ $^{\circ}\text{C}$ ”下必须有“CONTROL”显示。
  - 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到  $\leq 0.5$  克/容器,无机样品应限制到  $\leq 1.0$  克/容器。

注意事项:

    - ① 不熟悉的样品称样量消解时应严格的限制在: 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或者将不同性质的样品混合消解。
    - ④ 加样时不要使样品沾在容器壁上,如果沾附,请用溶剂或去离子水冲洗入溶液内。
  - 3、加酸: 容量为 55ml 的内衬消解时溶剂量为 5ml 酸( $5\text{ml} < \text{溶液总体积} < 20\text{ml}$ )。

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  $\text{HNO}_3$ ,  $\text{HF}$ ,  $\text{HCl}$  为常用酸,  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ,  $\text{H}_3\text{PO}_4$  会产生高温,使用时应该有严格的温控,  $\text{H}_3\text{ClO}_4$  在密闭容器中使用有很大的危险性,禁止使用。
  - 4、容器安装:
    - ① **确保每个罐子有压力弹片,并拧紧各罐的盖子。**
    - 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。
  - 5、载入方法 load method 或 编辑/创建方法 edit/creative method——用户目录 **USER Directory**——选择方法(或新方法)——选择样品种类(Organic)——选择控制模式(RAMP TO TEMPERATURE)——设定反应方法——按 next——方法命名——填写实验备忘(可省略)——按 next 结束回到初始界面(此时初始界面所显示的 CURRENT METHOD 既新编方法)。
- 注意: (1) 在运行方法前按“1”键检查方法在“ $^{\circ}\text{C}$ ”下必须有“CONTROL”显示。

(2) CEM 仪器可自动调节功率输出，但在设定方法时仍应注意功率平台与容器数目的匹配关系：6-25 罐（600W），25 罐以上（1200W），并尽量采用功率最小化原则。

#### 6、摆放消解罐：

- ① 每次实验罐子数量 6 个以上。
- ② 使用 6-16 个罐子时首先排放在内环，尽可能均匀摆放。
- ③ 使用 17-24 个罐子时，可均匀的摆放在外环。
- ④ 使用 25-32 个罐子时，可将一半罐子均匀的摆放在内环，另一半均匀的摆放在外环。
- ⑤ 使用 33-40 个罐子时，首先填满内环，其余的均匀的摆放在外环。

#### 7、按 star/pause 键开始消解程序

8、消解过程中如发现异常现象按 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。

#### 9、消解程序完成后，仪器自动进入冷却过程。

10、容器排气操作步骤：屏幕指示温度低于 80℃（如作 As、Hg 等元素需降至 60℃），取出消解罐在通风橱内缓慢旋开盖子释放剩余压力后，再可全部旋开盖子。

11、最后进行相关后续操作，包括赶酸、转移、定容等。

12、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 比例温度/时间控制：根据设定的目标温度值，通过改变微波发射功率，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：140℃，蛋白质类：145℃——150℃，多糖类：150℃，类脂/脂肪类>160℃-165℃，

3、Ramp to Pressure 比例压力/时间控制：根据设定的目标压力值，通过改变微波发射功率，使反应匀速升压达到并控制在所设定的目标压力值。同时温度传感实时显示对应的升温曲线。注意：此模式适宜熟悉的样品的消解，同时必须拥有压力传感器的情况下才能选用。

4、Power/Time 比例功率/时间控制：因为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：方法内容编辑的一般原则：

消解一般推荐使用两步消化：

植物类样品：取样量控制在 0.5g（ml）以内，溶剂为硝酸

ENTER METHOD PARAMETERS						
STAGE	POWER	RAMP	PSI	°C	HOLD	
	MAX	%		CONTROL		
1	600W	100	05:00	0350	120	03:00
2	600W	100	06:00	0350	170--180 *	10:00 *

土壤及沉积物类样品：称样量控制在 1.0g 以内，溶剂为硝酸或硝酸/盐酸

ENTER METHOD PARAMETERS						
STAGE	POWER	RAMP	PSI	°C	HOLD	

	MAX	%	CONTROL			
1	600W	100	05:00	0350	120	01:00
2	600W	100	05:00	0350	160	03:00
3	600W	100	07:00	0350	180	10:00

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 6 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°C/min 之内，第二步 10°C/min 之内。  
升温时间应 > (目标温度-升温前温度) / 升温速率
3. 压力为默认数值无须修改。

注意：

1. 样品经推荐程序消化（或萃取）后若发现没能消化（或萃取）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 0.5-1mL
  - (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 10mg/mL 的 (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>H<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>，有时再加一点浓度 1mg/mL 的 Mg(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>，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: 如对未知样品、探索性试验及操作等安全性不能确定或有任何疑问请联系 CEM 服务人员：

CEM SERVICE DEP. (CHINA) 北京市朝阳区和平街 11 区甲 34 号办公楼一层 (100013)  
电话：010-64205633 64278205， 传真：010-64205632

微波消解仪操作规程	第 1 页 共 3 页
SOP • I-MARS	FSIDC

### 1 使用准备

- 1.1 检查反应罐部件特别是外套、支架、弹片、内衬、和盖子是否干燥清洁，否则清洁并干燥。
- 1.2 称取样品于反应罐底部，添加试剂，不加盖放置 15 分钟，装配反应罐。详见后反应罐的装配。

1.3 打开仪器门，检查微波腔内和仪器门是否干燥清洁，否则做清洁。

## 2 操作

2.1 打开稳压电源、仪器电源开关，待仪器自检后，进入主菜单，无需预热。

2.2 检查光纤温度传感器是否干燥清洁，确认温度显示为当前环境的温度。

2.3 把光纤温度传感器插入主控罐，注意用手保护光纤，以免主控罐顶到仪器顶板，并保证光纤插入套管底部。把主控罐固定在转盘有箭头标记的 1 号位置。

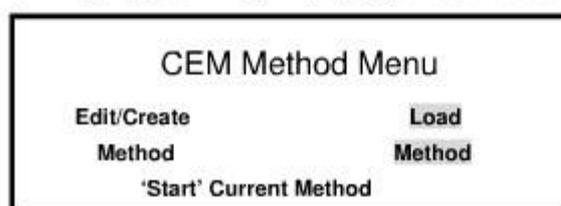
2.4 转动转盘 2 圈，查看转盘转动是否正常，确认光纤温度传感器没有缠绕。

2.5 按均匀对称的原则摆放标准罐，必要时转动转盘以便于摆放反应罐。

2.6 关好仪器门，根据使用的反应罐及数量、样品以及反应类型选择适当的方法。详见 Mars 微波消解常用方法。

2.7 调用方法

2.7.1 按压 HOME 键，按压  或  移动光标 Load Method，按“SELECT”键选择。

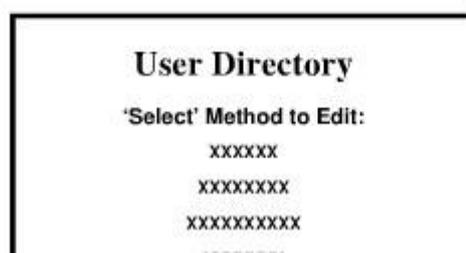


2.7.2 按压  或  移动光标到 User Directory 目录，按“SELECT”键。

微波消解仪操作规程	第 2 页 共 3 页
SOP • I-MARS	FSIDC



2.7.3 按压  或  移动光标到“XXXXX”所要的方法，按“SELECT”键选择



2.8 按 1 键确认所调用的方法参数设定正确；调用的方法在“℃”下必须有“CONTROL”显示；罐子类型与实际使用的罐子相同；功率平台，1-2 个罐子选择 400W，3-5 个罐子选择 800W，6 个及以上选择 1600W；功率%全部输入 100. 然后按 HOME 键回到主界面。

2.9 按 star/pause 键，仪器开始运行，仪器在运行过程中显示控制温度和/或压力，并进行倒计时，微波指示为波浪线时表示有微波发射，横线表示微波停止发射。在升温和保持时间到后，仪器会发出一声蜂鸣。

微波消解仪操作规程	第 3 页 共 3 页
SOP • I-MARS	FSIDC

2.10 程序开始运行后应注意仪器显示温度，在 30 秒内应该有明显的变化，否则应停止运行，检查原因。

2.11 仪器运行过程中按 star/pause 键即可暂停程序，再次按下 star/pause 键继续；按 stop 键停止当前方法，仪器进入冷却程序。

2.12 程序完成后，仪器发出 3 声蜂鸣声自动进入冷却程序。

2.13 在冷却程序过程中，仪器显示控制温度和/或压力，并进行倒计时；按任意键可以中断冷却程序。

2.14 待仪器指示温度低于 80 度并低于溶剂反应体系的沸点时，打开仪器门，转动转盘，取出标准罐；然后从仪器顶部光纤接口取下光纤温度传感器。

2.15 把主控罐连同光纤温度传感器一同取出。从主控罐中取出温度传感器，注意用手保护光纤。在通风柜内通过缓慢旋开排气螺帽释放主控罐内压力，妥善放置。

2.16 将其他罐子在通风柜内缓慢旋开排气螺帽释放剩余压力；用辅助工具旋松罐子支架顶部螺钉。从支架取出罐子，支架放到通风柜外；不要放置罐子到通风柜台面上，即从外套取出内衬和盖子，把外套和弹片放到干燥清洁的地方，把盖盖子的内衬放到支架上，再小心从内衬取下盖子。内衬中的试样即可进行后续的转移，赶酸，过滤，定容，测试。

2.17 关机

2.17.1 关闭仪器电源、稳压电源。

2.17.2 清洁仪器，仪器门，微波腔，转盘，微波腔体保护板。清洁、清洗罐子部件。清洁方法详见《日常维护与注意事项》

微波消解仪注意事项与日常维护	第 1 页 共 2 页
SOP • I-MARS	FSIDC

## 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

光纤温度传感器必须保持干燥清洁，小心操作，用手保护光纤，避免折压、拉扯。插入主控罐时一定要插到温控套管底。每次使用前应注意温度指示是否正常。

## 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）：

- 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）      引火化学品
- 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）      乙炔化合物
- 双组分混合物（硝酸和苯酚，硝酸和三乙胺，硝酸和丙酮等）      乙醇
- 硝酸甘油酯，硝化甘油或其它有机硝化物      甘油

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；

3.5 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。

3.6 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）。

3.7 溶液量不得小于 8ml，不大于 30ml

3.8 同一批消解必须保证每个反应罐内试剂一致，样品一致，空白与样品不要一起消解。

微波消解仪注意事项与日常维护	第 2 页 共 2 页
SOP • I-MARS	FSIDC

#### 4 反应罐

- 4.1 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。
- 4.2 反应罐支架，外套，弹片，必须保证干燥清洁；外套不得浸泡清洗
- 4.3 注意反应罐使用的温度限制，不要超过 200°C。
- 4.4 装配反应罐时必须保证连接部件严密，特别是所有螺帽必须每次装配时用手拧紧
- 4.5 装配主控罐时（特别是 HP 500 或 Greenchem 反应罐，应注意盖子竖直的螺帽（堵头）不要抵到支架，以免变形。
- 4.6 如有防爆膜，装配反应罐时必须保证防爆膜没有破裂，有且只有一片。破裂的防爆膜必须取出后，方可重新安装完好的防爆膜。
- 4.7 安装反应罐使用的力矩扳手力矩应设定在 60in. lb
- 4.8 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；HP, XP, OMNI, GREENCHEM 反应罐可以只有一个，即主控罐一个。
- 4.9 反应完成后，仪器自动风冷反应罐。应在温度低于 80 度并低于溶液沸点时，在通风柜内通过排气螺帽释放压力后，才打开反应罐。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。
- 4.10 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。
- 4.11 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。
- 4.12 主控罐盖子装配好后不要经常拆卸，但清洗时要单独清洗，必须保证温控套管内壁干燥清洁，否则会损坏温度传感器。