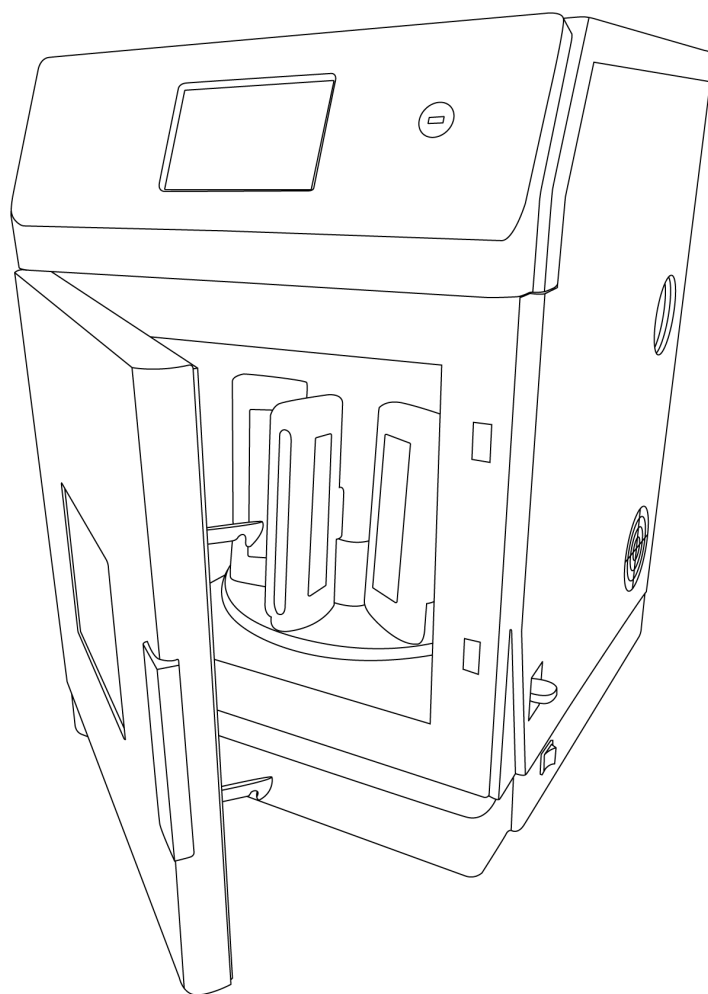


LICHEN



使用说明书

微波消解仪

USER' S INSTRUCTIONS

使用产品前请仔细阅读本使用说明书，并请妥善保管

前言

感谢您选择力辰科技 PMD 系列微波消解仪，为获得更好的使用体验，请认真阅读本使用说明书，并遵守安全操作规范！

请妥善保管本使用说明书以便需要时查阅！

- 请确保只有受过相关训练的人员才能操作使用本仪器。
- 请遵守安全规范、人身安全和事故防止等相关规范。
- 仪器应放置于安全无振动的工作台上使用，以便于观察和操作。
- 当电源接通时，本产品处于预运行状态，其内部的电线电缆端子上都会带有危险电压，严禁对产品 & 电源电缆进行任何维修。
- 当电源接通后，操作本产品进入运行状态后，产品进入微波能释放状态，严禁进行违反本手册安全须知和操作规程的任何操作。
- 未经厂家指导请勿随意拆机，因私自拆机造成的后果由擅自拆机方自己承担。
- 未经厂家指导请勿擅自更换设备元器件及结构配件，因擅自更换设备元器件及结构造成的任何后果由擅自更换方自行承担。
- 请勿使用厂家指导以外的消解罐及组件，因擅自更换非厂家指导的消解罐及组件造成的任何问题由擅自更换方自行承担。
- 厂家原装配套的消解罐均具有编号编码标识，请认准编码编号及连号数字编码，没有编号、编码重复、编码未连号均不属于原厂配件。
- 在断开电源后，对本产品或电源电缆进行检查和维修之前，必须等本产品内部高压电容放电完毕方可进行相关操作。
- 本产品采用 220V 交流电源供电。在对本产品进行使用调整之前，必须保证为本微波设备提供的电源电压在额定范围之内，大幅度的电源电压波动会导致本微波设备微波系统损坏或者仪表故障。
- 本产品必须可靠接地；安装时必须以正确方式接线，且有可靠接地。如果发生了异常情况或者危险情况，应尽快切断本产品工作电源。
- 严禁在炉门未关闭的情况下启动微波，不得在运行过程中打开炉门。
- 严禁在空载或仅放置极少量物料的情况下使用（微波空载的状况不仅仅包括没有放置物料，还包括只有少量物料）。
- 严禁与本产品工作无关的人员在设备运行过程中靠近或触摸。
- 若本产品箱体或炉门发生损坏变形，不得使用。
- 本产品运行中需专人不间断看护，防止过分物料烘干而引发火灾。
- 本产品附近不应有磁性物质，以免干扰设备内部磁场的均匀状态,使工作效率下降。另外也不应在设备周围使用电信号接收或者发射装置，以免信号受到干扰。
- 请勿随意更改产品上各种仪表的出厂设定值。
- 请勿放入与加热物料无关的物品，尤其是金属物。
- 本产品工作结束后，待加热箱体冷却后应将箱体内部打扫干净，确保加热腔无杂物、粉尘

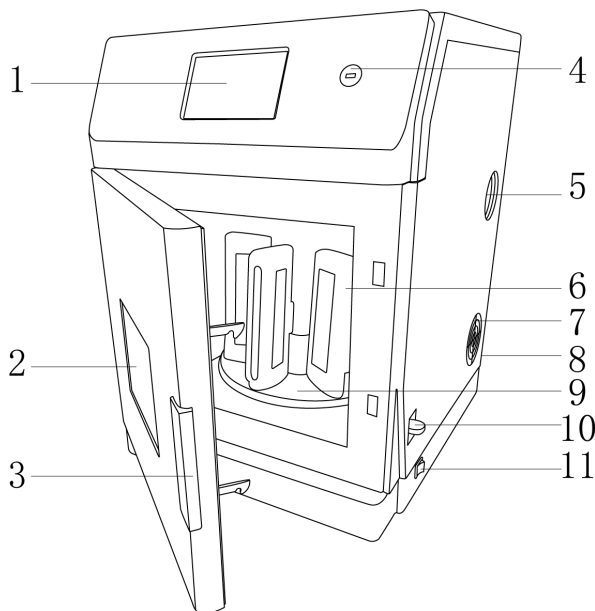
等，防止加热物料残留对箱体造成腐蚀。

- 物料放置要轻拿、轻放，放置物料时注意避免因撞击而损坏。

一、概述

微波消解仪是一款专为化学分析、环境监测、食品检测、生物医药等领域设计的高性能消解设备。该仪器采用先进的微波加热技术和智能化控制系统，能够高效、快速地完成样品的消解过程，确保实验结果的准确性和重复性。

二、结构



- | | | |
|----------|---------|-------|
| 1、显示屏 | 2、观察窗 | 3、门把手 |
| 4、USB 接口 | 5、排风口 | 6、消解罐 |
| 7、散热口 | 8、电源线插口 | 9、置物架 |
| 10、门开关 | 11、电源开关 | |

三、产品特点

- 1、专业工业级设计与智能控制：主机采用工业级磁管发射微波技术，自动变频调节功率，实现连续非脉冲输出，确保微波磁场均匀，样品消解一致；
- 2、高质量关键组件：使用原装日本松下磁控管，保证长时间稳定工作和高负荷下的可靠性；
- 3、多重安全保护与实时监控：基于 PID 控制理论，具备多重保护功能和高分辨率液晶屏，实时显示温度、压力及运行曲线，自动检测和故障报警；
- 4、大容量炉腔与耐腐蚀处理：配备大容量工业级微波炉腔，内胆喷涂 8 层特氟龙，耐腐蚀和高温；
- 5、先进防爆安全设计：六层钢结构自锁式炉门，双重锁定自检，抵御意外爆炸，提升安全性；
- 6、创新微波搅拌技术：采用 360 度单向连续旋转技术（Unid-One-way），减少电机冲击，延长使用寿命；
- 7、高效排风冷却与智能软件：配备大功率排风冷却系统，快速降温，提高效率；10 寸 4K 显示屏实时监控，软件具备温度、压力测控、故障提示和数据导出功能。

四、产品参数

仪器型号	LCA-PMD-2	LCA-PMD-4	LCA-PMD-6	LCA-PMD-8
位数	2	4	6	8
电源电压	AV220V/50Hz			
整机功率	<2500W			
温度范围	0~250℃			
控温方式	PID 变频技术			
控温精度	0.1℃			
炉腔体积	45L			
炉腔材质	316L 不锈钢表面防腐处理			
测压方式	传感器探入			
控压范围	0~6Mpa			
控压精度	0.01Mpa			
微波频率	2450MHz			
温度异常报警	有			
压力异常报警	有			
转盘架材质	PP 塑料			
消解内罐材质	TFM（四氟醚）			
消解内罐体积	100ml			
消解外罐材质	PEEK（聚醚醚酮）			
净重	70Kg			
外形尺寸	540×580×760mm			

仪器型号	LCA-PMD-10	LCA-PMD-12	LCA-PMD-16
位数	10	12	16
电源电压	AV220V/50Hz		
整机功率	<2500W		
温度范围	0~250℃		
控温方式	PID 变频技术		
控温精度	0.1℃		
炉腔体积	50L	80L	
炉腔材质	316L 不锈钢表面防腐处理		
测压方式	传感器探入		
控压范围	0~6Mpa		
控压精度	0.01Mpa		
微波频率	2450MHz		
温度异常报警	有		
压力异常报警	有		
转盘架材质	PP 塑料		
消解内罐材质	TFM（四氟醚）		
消解内罐体积	100ml		
消解外罐材质	PEEK（聚醚醚酮）		
净重	70Kg		
外形尺寸	540×580×760mm		

五、设备安装

1、仪器安装

（1）打开外包装，将仪器平稳地取出，放置在没有腐蚀气体的通风柜内或具备废气排放的样品制备室干净的化学工作平台上；

（2）按下仪器上的开门按钮，取出罐体、电源线及排风管等；

（3）将排风管一头的安装在仪器侧边的风道上（若仪器置于通风柜内，则排风管可以不用安装），然后将排风管另一头放入通风柜内。排风管尽量少或不折弯，以免影响排风散热而损坏仪器；

（4）取出转盘，将转盘放到炉腔中央三角轴上；

（5）将电源线插头一端插在主机右下侧的电源插座内，然后与外界电源接通；

（6）按仪器右侧下方的电源开关接通电源，登入仪器操作界面，仪器进入待机状态；

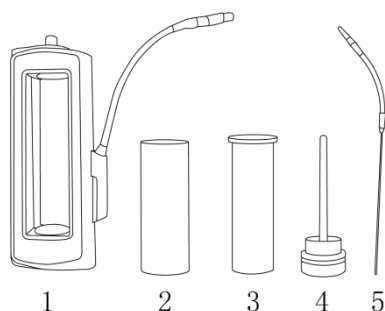
（7）取出温压连接器，将温压连接器上的插口对准炉腔顶部中央插座，转动凹口到合适位置插入插座内，并插到底；

（8）将温压连接器上的固定螺帽旋到插座上，并适当旋紧；若插头没有插到底或固定螺帽没

有旋紧，会影响到温压数字的不稳定，甚至数字会乱跳，无法控制。

2、反应罐的组装及使用

(1) 主控罐的组成（如图）：



①主控罐罐架（含压力传感器）

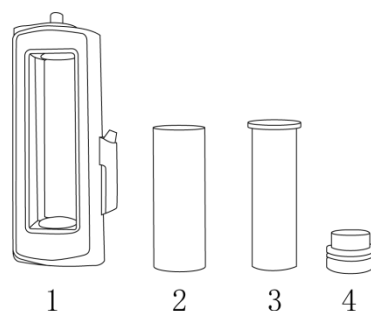
②保护外套

③溶样杯

④测温密封杯盖

⑤温度传感器

(2) 标准罐的组成（如下图）：



①标准罐罐架

②保护外套（外罐）

③溶样杯（内罐）

④密封杯盖（盖子）

(3) 反应罐的装配

主控罐的装配

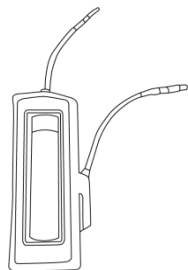
①检查溶样杯是否清洁，溶样杯的清洗方法及注意事项，参考“十四、容器的清洗方法”；

②在干净的溶样杯内加入一定量的样品和溶剂；或加入反应物，总量一般在 10-30ml；

③将密封杯盖扩张器套在测温密封杯盖的密封管上，用手一边向下压，一边旋转一直压到底，使密封杯盖的边缘向外扩张（如图所示）：

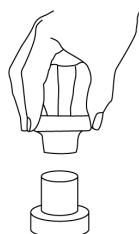


- ④将经扩张过的测温密封杯盖小心地盖入溶样杯中；
- ⑤确认主控罐架：1、无变形；2、罐架干燥无杂质。若罐架有变形，请勿使用；
- ⑥将盖好盖的溶样杯装入保护外套后，竖直放进框架内。用手指拧动爆裂块，使爆裂块正确落入杯盖的定位环内，并用手指拧爆裂块，使爆裂块稍微压紧杯盖。爆裂块必须正确地落入杯盖的定位环内，并且爆裂块压住杯盖，绝对不能让爆裂块骑在杯盖上，否则会造成反应罐泄漏和爆裂块非正常断裂而发生事故。



标准罐的装配

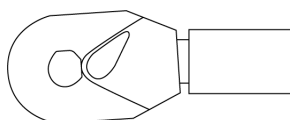
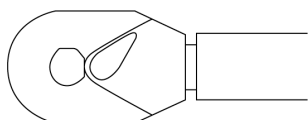
- ①将样品加入已清洗好的溶样杯内，并加入一定量的试剂；或加入反应物，总量一般在10-30ml；
- ②将密封杯盖扩张器压入密封杯盖（如图），并压到底，使密封杯盖的边缘向外扩张；
- ③将扩张过的密封杯盖小心地盖入溶样杯中；
- ④确认标准罐架：1、无变形；2、罐架干燥无杂质。若罐架有变形，请勿使用；
- ⑤将盖好盖的溶样杯装入保护外套后，竖直放进框架内。用手指拧动爆裂块，使爆裂块正确落入杯盖的定位环内，并用手指拧爆裂块，使爆裂块稍微压紧杯盖。



（4）反应罐的密闭

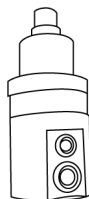
反应罐密闭的好坏将直接关系到反应过程的成败。本公司反应罐的密闭设计为两级密闭，第一级为初级密闭：用手指力量和扭矩扳手即可实现；第二级为“自助式密闭”：当反应罐内形成一定压力时，密封杯盖的裙边会自动实现密闭。反应罐的密闭很重要，扭力扳手遵循出厂设定，未经厂家允许，请勿加大扭力，否则会损坏反应罐的结构；使用扭力扳手的过程中，当听到轻微的“咔嗒”声时，应立即停止旋转，否则，会导致爆裂块非正常爆裂。具体操作如下：

- ①从工具盒中取出扭力扳手（如图）；
- ②扭力扳手上的拨叉处于图 a 位置，然后将扭力扳手套在已经组装好的标准反应罐上的爆裂块六角头上顺时针旋转，当听到轻微的“咔嗒”一声时（此时扭矩扳手头部处于图 b 位置）即可，反应罐即形成初级密闭。



（5）反应罐的运行

①先将主控罐装在腔内的转盘上，分别将温度探针插头（在此之前将温度传感器探头插入测温密封杯盖内）和压力传感器插头插入温压连接器插座内（如图）：



②将已安装好的标准罐放入转盘内，为了确保反应过程中保证一致的加热效果，在运行少于 6 罐的合成实验时转盘大致进行平衡对称式装填；

③选择方案并设置好所需程序后（程序设置见后），关上门，然后按下运行键，仪器即开始运行；

④注意：

- 1) 两个插头必须都要接入，否则仪器不会运行；
- 2) 两芯插头和五芯插头上的“红点”标志应分别对准它们插座上“红点”位置后再插；
- 3) 插入和拔出时须用另一只手扶住温压连接器；
- 4) 插入时必须拿住插头根部；拔出时必须用手捏住插头中部的花纹部分再拔，切勿直接拔电缆；
- 5) 接上两芯和五芯插头后如温度显示出现 255℃或没有数字，压力不显示“0.0”，说明温度探针和压力传感器已失灵或没有插到位。如果插入不到位，会出现温压数字跳动，从而影响正常工作；
- 6) 温度传感器：必须保持干燥清洁，小心操作，避免折压、拉扯。插入主控罐时一定要插到温控套管（测温密封杯盖）底。每次使用前应注意温度指示是否正常。

（6）反应罐的取出

加热程序结束，主机进入冷却程序，冷却到 80℃时，主机会发出播报，同时操作界面会出现提示，表示机内冷却已结束。此时：

- ①按下仪器上的开门按钮，打开门；
- ②按面板上的转盘键，先逐一取下标准罐放入通风柜里；
- ③然后再通过转盘键，使转盘上的主控罐转到时钟“3”点左右的位置（或者选择自己操作舒服位置）；
- ④一手握住温压连接器，一手捏住插头中段花纹部分，平稳地拔出插头；
- ⑤将主控罐移至通风柜里；
- ⑥拔出主控罐架上的温度探针；
- ⑦用略潮湿抹布擦拭内腔和温压连接器，以防酸雾腐蚀，以延长使用寿命。

（7）反应罐的打开（此步操作请做好防护）

反应罐在通风柜内冷却到外套手感在 60℃以下时，用力矩扳手（拨叉反置）拧松爆裂块，当爆裂块拧松到一定高度时，罐内若尚有压力，气体就会自动泄出，使罐内压力完全释放，继续拧松爆裂块（可用手指拧松），直至反应罐从罐架上取下，在通风柜内，逐一将溶样杯盖拔

出，然后用洗瓶将密封杯盖内的残留液滴并入溶样杯内，转移样品溶液，定容待测。

六、设备使用

1、开机登录

开机前，请确保设备已经正确安装到位；用户名：admin 密码：123。

2、程序设置

方案设定：进入样品类别界面后在该界面设定运行程序。

选择方案 Select Program		历史数据 Historical Data	系统设置 System Settings

在点击“选择方案（select program）”后进入程序设定，程序设定分为三种模式。

（1）温度模式（temp mode）（每个方案下最多可预置 5 个工步）；点击“新建方案”，在界面右边依照工步顺序设定：温度（℃）、工作时间（min），功率（w），设定程序完毕后，点击“确认（confirm）”，主机就进入了待运行状态；通过如上操作，可增加新的方案。如果选择已有方案可以进行删除操作或进行修改成为一个新的方案，同样点击“确认”进入待运行状态。

使用人：

方案	温度	时间	功率
1			
2			
3			
4			
5			

新建方案

工步	温度	时间	功率
1			
2			
3			
4			
5			

温度模式 Temp Mode

功率模式 Power Mode

时间模式 Time Mode

确认 Confirm

返回 Return

方案：

工步	温度	时间	功率
1			
2			
3			
4			
5			

时间

温度

压力

温度模式 Temp Mode

曲线图 Curve Graph

改时 Change Time

运行 Start

停止 Stop

注意事项：

①未知样品或含有机物较多的样品在设置温度时，温度升幅不宜过大，否则会造成样品剧烈反应。无机样品的升温幅度可大些；

- ②为了延长仪器和反应罐使用寿命一般情况下建议温度设定在 230℃ 以内工作；
 ③若升温幅度过大，时间则应延长，否则会造成时间已运行结束，而温度尚未升至预置值；
 ④设置微波功率应根据被加热反应罐数量和每个罐中的样品和溶剂而定；

（每批罐中的样品必须为同类型样品）

每个罐加入样品和溶剂量或反应物总量	被加热反应罐数量	选定微波功率 W
8-30 (ml)	1~2	400
	3~5	900
	6	1000-2000

由于分析试样的不同和所加溶剂的差别，在相同微波功率加热条件下，产生的温度和压力值的大小也有差别；如果在加热过程中发现在设定时间内温度或压力达不到预定值时，应及时增加微波功率或延长加热时间，这需要操作者灵活掌握。

⑤在加热升温过程中应经常观察温度上升情况。如果发现升温速度突然变慢，甚至停止升温或温度反而下降，而此时微波功率没有变化，一直维持在高位时，说明主控罐在漏气。如果继续加热下去会造成仪器炉腔发烫进而烧坏磁控管，烧坏主控罐和其他反应罐，这时应立即停止加热，进行检查。

（2）时间模式（time mode）（每个方案下最多可预置 5 个工步）

点击“新建方案”，在界面右边依照工步顺序设定：温度（℃）、升温时间（min），保温时间（min），设定程序完毕后，点击“确认（confirm）”，主机就进入了待运行状态；通过如上操作，可增加新的方案。如果选择已有方案可以进行删除操作或进行修改成为一个新的方案，同样点击“确认”进入待运行状态。此模式适合已有分析标准样品，未知样品请使用温度模式，在温度模式操作后

建立时间模式后，可使用此模式。

使用人:

方案	温度	升温时间	保温时间
1			
2			
3			
4			
5			

工步	温度	升温时间	保温时间
1			
2			
3			
4			
5			

温度模式
Temp Mode

功率模式
Power Mode

时间模式
Time Mode

确 认
Confirm

返 回
Return

方案：

工步	温度	时间	功率
1			
2			
3			
4			
5			

时间

温度

压力

时间模式
Time Mode

曲线图
Curve Graph

修改功率
Change Power

运行
Start

停止
Stop

(3) 功率模式 (power mode)；点击“新建方案”，在界面右边依照工步顺序设定：温度(℃)、工作时间(min)，功率(W)，设定程序完毕后，点击“确认(confirm)”主机就进入了待运行状态；通过如上操作，可增加新的方案。如果选择已有方案可以进行删除操作或进行修改成为一个新的方案，同样点击“确认”进入待运行状态。此模式在达到设定温度前一直为定功率工作，当达到设定温度时功率自动调整以达到保温目的，此方案通常用来进行科学研究。

使用人：

方案	温度	时间	功率
1			
2			
3			
4			
5			

新建方案

工步	温度	时间	功率
1			
2			
3			
4			
5			

温度模式
Temp Mode

功率模式
Power Mode

时间模式
Time Mode

确认
Confirm

返回
Return

方案：

工步	温度	时间	功率
1			
2			
3			
4			
5			

时间

温度

压力

功率模式
Power Mode

曲线图
Curve Graph

修改功率
Change Power

改时
Change Time

运行
Start

停止
Stop

3、开始做样

(1) 放入已装好的反应罐，关上门，按操作屏幕上的“运行(start)”，此时，微波开始加热，程序按照设定运行；注意：加热过程中，建议操作人员不要离开，必须认真观察第一工步升温情况，特别要密切注意温度在90℃~140℃之间的变化。如果在这区间内的温度有规律正常上升，证明主控罐密闭良好，工作正常；如果在这之间温度上升变慢，停顿或有下降，说明主控罐工作不正常，有泄漏现象，应停止加热进行处理。

(2) 运行时，“时间”开始计时，“压力”为实际压力，“温度”为实际温度；可随时按“曲

线图 (curve graph) ” 键切换至升压、升温曲线页面显示 (曲线界面显示图形是对整个微波程序运行时温度、压力等参数的完整记录) ；如需更改当前步骤运行的时间或者功率，可按对应的 “ 改时 (change time) ” 或 “ 修改功率 (change power) ” 键，再键入所需数值即可。

注意：在改变功率或时间的几秒钟内，温度和压力会有所波动是正常的。

(3) 待程序运行结束，主机发出提示音后，进入冷却程序。待机器发出声音提示时表示冷却结束可以开门。打开门 (此时，冷却风机会继续运行) ，取出罐体，冷却。

七、维护保养

1、消解罐清洗

(1) 酸缸浸泡法：采用硝酸浓度为 20~30% 的酸缸浸泡 8~12 小时，浸泡完成后捞出，用纯水反复冲洗 5~7 次后晾干备用。

(2) 微波蒸洗法：将消解罐内加入 8ml 优级纯硝酸溶液，盖上盖子装配好以后放置于装有消解外罐的转子内置于微波消解炉腔内设定清洗程序进行清洗，清洗程序如下：

步骤	目标温度	升温时间	恒温时间
1	120	5	5
2	160	5	15

2、日常维护

频次	描述
每天	清洁仪器表面，炉腔内部清洁。
每周	用柔软的毛巾蘸热水擦拭微波腔体并干燥；清洗排风管路接头；检查门体是否清洁和牢固
使用前	清洗溶样罐、内盖,干燥后备用
必要时	清洁转盘架、外罐

3、保养注意事项

(1) 消解罐内盖与罐体口部之斜面密封部位不要硬物刷洗，不要敲打和有划痕，以免造成密封不良；

(2) 消解罐禁止在电炉上明火加热使用，可在电热仪器上设定温度在 130℃ 以下加热，但熔样罐只能开口或放上内塞使用。禁止旋上外盖密封在电热仪器上加热；

(3) 熔样罐在使用一段时间后，每次在使用前应仔细查看罐体和外盖螺纹是否有裂断、损伤和变形；在强光下仔细查看罐体内壁是否有裂纹，以确定能否继续使用；

(4) 消解罐会随使用时间而逐渐老化。因此本消解罐开始使用后，根据对用户的调查，使用寿命约 1~3 年；

(5) 消解罐使用时可能喷出酸液或卸压泄出腐蚀性气体，应经常用湿抹布擦净微波消解仪炉腔。

八、故障分析

仪器基本上所有故障在操作屏幕都会提示，同时会有语音播报，可以对照提示做相应的故障排除，不能排除时请及时联系售后服务电话进行处理。

九、保修声明

本公司产品保修期一年（从产品售出之日起）。保修期内，用户可凭保修卡、商业发票对质量有问题的产品实行更换或免费维修。属下列情况之一除外：

- 1、保修期已过；
- 2、因用户自己的过失而造成仪器的损坏；
- 3、用户未按说明书规定操作而造成仪器损坏；
- 4、由于仪器暴露在具有放射性或腐蚀性物质的环境中造成仪器损坏；
- 5、用户擅自拆开仪器或非经上海力辰邦西仪器科技有限公司认可的维修人员修理、调试而造成仪器的损坏。

十、开箱检查

请小心拆开包装，并对照本说明书附录装箱单，对仪器各部件进行清点、检查。如发现有任何破损，请及时联系我司。

十一、装箱清单

序号	名称	数量
1	微波消解仪主机	1 台
2	通风管	1 根
3	TFM1700 材质内罐	n 个
4	PEEK 材质外罐	n 个
5	支架	1 套
6	内罐扩孔塞	1 个
7	扭力扳手	1 个
8	电源线	1 套
9	内罐置物架	1 个
10	合格证/保修卡	1 份
11	说明书	1 份

十二、附录

1、消解罐使用的注意事项

（1）消解罐只在微波消解仪制备试样中使用。不能在电炉上直接明火加热，也不能在烘箱中密封增压分解试样；

（2）消解内罐需要罐、盖、塞装配完成才能使用；

- (3) 消解内罐必须和消解外罐组合配套使用，不能单独使用消解内罐；
- (4) 消解外罐请勿使用强酸浸泡；
- (5) 消解罐如果出现鼓包、变形、开裂请勿继续使用；
- (6) 使用微波消解仪时应保证消解罐各部分（除消解罐内壁）为干燥及干净的状态，以防罐体局部吸收微波后温度过高而损坏，加热碱性或者盐分浓度过高的样品时，会加速这些溶质的结晶，聚集于内衬壁上，导致消解罐局部过热而损坏。组装消解罐时应优先放置内圈，内圈放满以后再放置外圈；
- (7) 注意杯盖与溶样杯之间密闭的好坏，将会影响结果，为此每次盖入时必须经过扩口器扩张，达到盖入时有一种密闭感；密封杯盖和溶样杯的接触面必须保持干净，不允许有样品渣粒存在；平时注意保养，避免表面碰伤和磨损，尤其是密封杯盖的碗口很单薄，容易损坏而失去密闭效果，操作时千万要注意保护。

2、消解试剂使用的注意事项

(1) 不允许单独使用高氯酸和高沸点的硫酸、磷酸消解试样，否则会引发严重的安全事故和损坏仪器。密封增压使用硝酸、王水、双氧水已有非常强的消解能力，高氯酸和硫酸可作为辅助酸在特定情况下使用，使用前务必联系安装工程师，在工程师的指导下使用。错误使用高氯酸非常容易引起爆炸，特别是存在有机物时更是如此；

(2) 消解水样测定 COD 时，使用含硫酸混合氧化剂，一定要小心加入罐内，切勿遗留在溶样罐外部、罐口和密封面上。因为这些部位的硫酸或含硫酸溶剂在受到微波加热时会逐渐失去水分，残留的硫酸吸收能量而形成局部高温，使该部位的消解罐材料氧化分解，导致消解罐损坏。对于甘油、三甘油酯、脂肪及脂肪酸、纤维素等物质不允许单独使用浓硝酸在消解罐中进行密封消解。硝化甘油、硝化纤维素、硝化芳香化合物等不可在消解罐中密封消解。对于易挥发有机物、有机溶剂和含大量易挥发的物质不能进行密封消解。如一定要消解，则应预先将样品在开口器皿中加热，除去易挥发物，再进行样品溶剂消解，以确保安全。

3、样品添加的注意事项

(1) 禁止使用密闭罐作微波消解的样品有炸药、引火化学品、航空燃料、乙炔化合物、丙烯醛、漆、双组分混合物、推进剂、二元醇、高氯盐酸、醚、酮、烷烃；

(2) 为保证消解过程的安全性不熟悉样品消解时称样量应严格限制在 0.1g 以内、称样量应尽量保持一致、在同一批反应中，不可同时混用不同型号的反应罐或将不同性质的样品混合消解，加样时不要使样品沾在容器壁上，如有黏附请用溶液或去离子水洗入溶液内；

(3) 易燃易爆物：引火化学品，炸药（TNT、硝化纤维等），雷管，硫磺，航空燃料，火箭推进剂（肼、高氯酸胺等），高氯酸盐，叠氮化合物等；

(4) 无机样品一般称量 0.100g~0.500g 之间，对于高碳或成分复杂、不明样品建议低于 0.100g。有机样品应严格要求 0.200g~1.000g/杯，主要决定于其有机物和水分的含量。对于未知样品从 0.100g~0.200g 开始逐步增加，如果取样量过大可在加热板等先行敞口加热预消化处理，从而提高样品消解过程的安全性。有机/无机混合或受有机物污染的无机样品应视为有机样品处理，通常严格控制在 0.100g 以内摸索条件建立消解程序，等了解具体反应情况后适当增大样品量；

- (5) 消解时试剂和样品总体积范围在 5-30ml；
- (6) 消解罐内必须加入试剂，禁止不加入任何试剂放入消解仪中加热工作。

4、预处理的注意事项

- (1) 大部分固体样品最好经机械方法碎化为粉末、碎屑或小粒径试样，因样品粒径过大或是整块的物质时反应的表面积较小，以致消化反应速率较慢；金属类样品需让其完全浸没在消解试剂中；
- (2) 含有机溶剂的样品必须挥干有机溶剂后，再进行微波消解；
- (3) 含有高有机物（如：油类、脂肪、糖类及塑料等）称量必须严格控制好，最佳用量为 0.100g，若量大时务必适当加以处理（物理方式预消化等）；
- (4) 有些能直接吸收微波能量的无机物包括炭黑、碳化硅与一些玻璃等微波消解必须特别小心，慎重做样，避免局部过热导致容器损坏；
- (5) 遇消解试剂反应剧烈的样品，必须待反应结束或平缓后才能够组装消解罐体；
- (6) 预处理可采用赶酸器加热处理，易挥发元素应控制反应温度。

5、微波消解仪操作注意事项

- (1) 消解试样应放在有抽风排气的通风橱或毒气柜中进行。当由于某种原因产生超压泄气时，可将泄出的腐蚀性气体及时排出，以保护操作人员的健康及良好的工作环境；
- (2) 消解样品时，精确取量样品于消解罐内，加入适量的溶剂，应充分摇匀，勿使黏附于罐壁或浮在面上；可放置一段时间进行预消解。如加入溶剂反应剧烈则应分次加入溶剂，待反应平静后放置内盖并旋上外盖；为保证消解效果，一定要旋紧外盖；
- (3) 消解过程中若出现意外，应紧急按下“停止键”关闭加热。未失败的样品消解罐应取出冷却，待重新设置条件后继续消解，以确保安全和消解效果；
- (4) 样品消解完成后取出消解内罐（高温！应戴上防护手套拿取），使之冷却至 80℃ 以下（可用冷水浸泡，水位在消解内罐的 1/2 高度处即可，勿使冷却水浸入螺旋部位），然后缓慢旋开外盖（此操作应在有抽风的通风橱或毒气柜中进行；操作人员应穿上防护工作服、戴上防护手套和防护口罩，以防被逸出的腐蚀性气体伤害）；
- (5) 为保证消解过程的安全性不熟悉样品消解时称样量应严格限制在 0.1g 以内、称样量应尽量保持一致、在同一批反应中，不可同时混用不同型号的反应罐或将不同性质的样品混合消解，加样时不要使样品沾在容器壁上，如有黏附请用溶液或去离子水洗入溶液内；
- (6) 避免空载，即使微波系统中已设计了过载微波能量的保护转换，但绝对长时间的空载微波依然可能造成磁控管和传感器的衰老和损坏甚至发生爆炸；
- (7) 微波消解完样品后，应待温度下降至 80℃ 以内方可松开消解罐盖，慢慢释放掉压力，待压力释放完毕后再完全打开消解罐，防止在高温高压状态下打开消解罐导致样品喷出，造成事故和损失。

6、消解方式参考

该方法库仅供参考，如与标准方法冲突请以标准方法为主。

样品分类	样品名称	取样量	加酸类型及用量	消解方法参数		
				温度	升温时间	恒温时间
食品类	奶粉	0.1-0.3g	浓硝酸 6-8ml	120℃	5min	5min
	面包			160℃	5min	5min
	牛奶			180℃	5min	15min
	蛋糕					
	面粉					
	番茄酱					
	酱油					
	醋					
	白糖					
	红糖					
环境样品	土壤	0.2g	硝酸 4-6ml	120℃	5min	5min
	垃圾	0.2g	盐酸 1-3ml	160℃	5min	5min
	固废	0.1g	氢氟酸 2-4ml	180℃	5min	35min
	污水	0.2g	硝酸加 5-7ml 双氧水 1ml	120℃ 160℃	5min 5min	5min 15min
	肥料	0.1g	硝酸加 5-7ml 双氧水 1ml	120℃ 160℃ 180℃	5min 5min 5min	5min 5min 15min
	滤膜	0.2g	硝酸 4-6ml	120℃	5min	5min
	滤筒	0.2g	盐酸 2ml	160℃	5min	5min
			氢氟酸 2ml	190℃	5min	25min
Rohs 指令类	ABS	0.05g	硝酸 5-7ml 硫酸 1-2ml	120℃	5min	5min
	PP	0.05g		160℃	5min	5min
	电路板	0.05g		180℃	5min	5min
	合成塑料	0.05g		200℃	5min	35min

农副产品	茶叶 玉米 植物油 茴香 八角 天麻 香叶 豆蔻 山柰 桂皮 藿香 藕粉 薏仁 绿豆 黄豆 红薯 辣椒	0.1-0.3g	硝酸 6-8ml 氢氟酸 0.5ml	120℃ 160℃ 180℃	5min 5min 5min	5min 5min 15min
药品及包装物	空心胶囊 党参 黄芪 山药 人参 灵芝 鹿茸 冬虫夏草 当归 百香果 枸杞 三七 白芷 决明子 白芍 陈皮 丹参 麻黄 黄精 何首乌	0.3-0.5g	硝酸 6-10ml 氢氟酸 0.5ml	120℃ 160℃ 180℃	5min 5min 5min	5min 5min 35min
				按照药典要求浸泡过夜或在电热板/赶酸仪 120 度下预反应 10 分钟，然后再盖盖子进行微波消解。		

	葛根 阿胶 明胶 白芷 石斛 厚朴 莲子 黄芩 藿香					
化妆品类	洁面乳 美白霜 保湿水 保湿霜 口红 香皂 肥皂 粉底 面霜 护手霜 身体乳 眼影 面膜	0.1g	硝酸 5-7ml 氢氟酸 0.5ml	120℃	5min	5min
				160℃	5min	5min
				180℃	5min	20min
				预反应 10 分钟后再盖盖子进行微波消解		
纺织品类	棉花 棉布 丝绸 混合纺 皮革 纤维 麻布 涤纶	0.1-0.2g	浓硝酸 6-8ml	120℃	5min	5min
				160℃	5min	5min
				180℃	5min	15min
其他样品	玻璃	0.1g	氢氟酸 6-8ml	120℃	5min	5min
				160℃	5min	5min
				180℃	5min	25min
	氧化铝	0.1g	硝酸 2ml 盐酸 6ml 氢氟酸 1ml	120℃	5min	5min
				160℃	5min	5min
				180℃	5min	15min
				200℃	5min	35min

	氧化锆	0.1g	硫酸 3ml 硝酸 3ml 高氯酸 3ml	120℃	5min	5min
	钼精矿	0.1g		160℃	5min	5min
	铝土矿	0.1g		180℃	5min	15min
	粉煤灰	0.1g	硝酸 3-5ml 氢氟酸 3-5ml 高氯酸 1-3ml	200℃	5min	35min
	矿渣土	0.1g		120℃	5min	5min
	水泥渣	0.1g		160℃	5min	5min
	石油焦	0.1g		180℃	5min	15min
				200℃	5min	35min

备注：

以上方法仅供参考，使用的酸均为优级纯浓酸，若取样品量大于以上量，建议先在电热板上预处理 20 分钟后（加入 5ml 硝酸，电热板调到 120 度，加热 20 分钟）再进行微波消解。使用高氯酸是应严格按照工程师要求使用，如不确定请先致电售后服务热线咨询后再使用。

6、试剂介绍

（1）在密闭体系中，样品消解的目的是希望选用的消解液能完全分解样品基体，不带来干扰，并且用量少、无后续样品处理的繁琐过程；但要受到许多复杂因素的影响，如酸与容器间的化学作用，酸/碱的沸点或高热反应和容器熔点的考量以及混合溶剂组合使用之间的相互作用等。

（2）传统上大多数无机酸都是良好的微波吸收体，某些酸在密闭容器中受微波辐射后其稳定性、蒸汽压等性质都会引起不同的变化。单一酸及混合酸的性质在许多文献资料上均有详细介绍，但应用时须结合自身的工作经验，根据样品的基体组分和被测元素的化学性质，分解效果，反应后是否获得稳定的可溶性盐或络合盐，溶剂引入空白值的大小，反应的速率等情况来全面考虑选用什么酸。

（3）所谓混合酸是将两种或以上单酸按不同比例组合在一起使用的酸。因为每种酸具备有效分解某一基体中个别组分的能力，混合酸常能起到取长补短的作用，有时还会得到新的、更强的溶解能力，并且有利于把溶解过程中与另一种酸形成的络合盐彻底地分解。许多情况下两种以上的酸所组成混合酸，广泛用于无机或稀少难溶样品的分解。为了方便分析工作者选定恰当的消解溶剂体系，下表概述部分酸/碱的性质和适用范围。

名称	含量或比例	性质	试样的类型及范围
浓硝酸 (HNO ₃)	65%~68%	常压下的沸点为 120℃。在 0.5MPa 下温度可达 176℃，它的氧化电位显著增大，氧化性增强。能对无机物及有机物进行氧化作用。金属和合金可用硝酸氧化为相应的硝酸盐，这些硝酸盐通常易溶于水。部分金属元素，	食品、化妆品及生物组织样品的首选用酸。广泛用于消解有机样品，如饮料、碳水化合物、植物试样、工业废水、糖果、各类调味品、蛋白质、淀粉、油脂、酒类、生活垃圾、一些颜料和有机聚合物等；常用消

		如 Au、Pt、Nb、Ta、Zr 不被溶解。Al 和 Cr 不易被溶解。硝酸可溶解大部分的硫化物。	化易溶于硝酸的金属元素和化合物；也可酸洗土壤、沉积物等；含量高的发烟硝酸适宜消解极难分解的高碳量的试样。
浓盐酸 (HCl)	37%~38%	常压沸点为 108℃，在 0.7MPa 下温度可达 140℃，HCl 不属于氧化剂，通常不用来消解有机物。HCl 在高压与较高温度下可与许多硅酸盐及一些难溶氧化物、硫酸盐、氟化物作用，生成可溶性盐。	溶解弱酸性的盐类：碳酸盐、磷酸盐、硅酸盐和无机氧化物（如 Fe 系氧化物），以及比氢更容易还原的金属或合金（如 Al）；对于水溶液中的胺和生物碱与某些有机金属化合物，也是一种很好的溶剂；将其同硝酸联合使用，应用更加广泛。
过氧化氢 (H ₂ O ₂)	30%	沸点 106.8℃，过氧化氢的氧化能力随介质的酸度增加而增加。H ₂ O ₂ 分解产生的高能态活性氧对有机物质的破坏特别有利。使用时常先加 HNO ₃ 预处理后再加入 H ₂ O ₂ 。	过氧化氢通常必须与其他酸混合使用，以便彻底破坏有机物质。例如，与硝酸一起消化食物试样；与盐酸和氢氟酸一起用于分解无机样品，如矿物、岩层和某些金属、合金等。
氢氟酸 (HF)	38%	常压沸点 112℃，在 0.8Mpa 下温度可达 180℃左右，能有效地使硅酸盐变成可挥发的 SiF ₄ ，而留下其他要测量的元素。少量 HF 与其他酸相结合使用，可有效地防止样品中待测元素形成硅酸盐。	硅酸盐，硅酸盐矿物，Ni-Cr 合金，氧化铌、锆和钨等；使用时请极为小心。
浓硫酸 (H ₂ SO ₄)	98.30%	沸点为 338℃。因为浓 H ₂ SO ₄ 在达到沸点温度时可能熔化聚四氟乙烯内罐，而聚四氟乙烯的使用温度不能超过 250℃，所以一般不单独用浓 H ₂ SO ₄ ，而是与 HNO ₃ 或 H ₃ PO ₄ 一起组合使用。	不单独使用。几乎可以破坏所有的有机物，是许多有机样品、无机氧化物、氢氧化物、合金、金属和矿石等的有效溶剂；但不适用溶解钙、铅为主的试样。
高氯酸 (HClO ₄)	70%~72%	无色吸湿的发烟液体，极不稳定，恒沸点为 203℃，一种极强的腐蚀性酸和强氧化剂，能完全分解有机物质，并能和与其他酸不反应的金属发生反应。但是，当热浓高氯酸同有机物或容易	谨慎使用！ 极少在密闭微波制样中使用高氯酸；可用于样品微波消解完毕后的赶酸过程。

		氧化的无机物剧烈反应时，则有可能产生爆炸，因高氯酸在密闭容器中迅速受热时历经一个不可逆的分解反应，产生大量爆发性的气体而造成压力急剧上升，形成相当大的潜在危险；即使常规方法加热也屡见事故。	
磷酸 (H ₃ PO ₄)	85%	沸点 150℃ 且不稳定，H ₃ PO ₄ 有较低蒸气压，在 0.8MPa 时温度可达 240℃。磷酸加热时会聚合，并失去水分产生为一种无固定分子量和熔点的聚磷酸，此酸在高温下能消解那些用盐酸消解时会使某些特定痕量组分挥发损失的样品。	特别适于分解许多氧化物，多数硫化物矿物和铁基合金；也用于溶解铝炉渣、铁矿石、铬铁矿及碱金属。
氟硼酸 (HBF ₄)	42%~48%	常压沸点为 130℃（分解），在密闭容器中不需要高压就能获得比氢氟酸更高的温度，且酸不分解。特别适宜消解那些需要分解硅酸盐和需高温条件的含无机基体的样品。	硅酸盐，地质样品。
王水 (HCl:HNO ₃)	3 : 1	沸点 112℃，在 0.7Mpa 下温度可达 145℃。一种有效的氧化剂，能产生氯化亚硝酰。王水需现配现用。王水可用来溶解许多金属和合金，也可从硅酸盐基质中酸洗出部分金属，但无法有效地加以完全溶解。除王水外，硝酸和盐酸还常以另外的比例混合在一起使用所谓的勒福特（Lefort）王水，也叫逆王水，是三份硝酸与一份盐酸的混合物。常用来溶解氧化硫和黄铁矿。	适用于无机物，特别是金矿、铂矿，快速分解硫化物、砷化物、硒化物以及铋氧化物；也常用此消化废水，植物样品。
HNO ₃ +H ₂ O ₂	5 : 1	一种优良的强氧化剂组合酸。	主要用于消解各类化妆品，油脂和植物及动物组织；也常消化石油产品。

HN03+H2SO4	3 : 2 或 1 : 1	HN03 虽氧化能力强，但沸点较低，与硫酸二者组合后，易于形成硫酸盐络合物，并具有更强的脱水和氧化能力	聚合物、果酱、油脂和有机材料，使用时需严格遵守微波辅助消化相应的要求。
HN03+HF	1 : 5 或 1 : 1	难溶金属及高硅材料的有效溶剂。	对于溶解金属钛、铌、锆、钎、钨及其合金特别有用，也可用来分解锡及合金、硼化物、钨矿石、硅酸盐、熔岩、灰熔渣以及高含量硅成分的植株体。
HN03+HCl+HF	5 : 15 : 3 或 10 : 3 : 2	用时常先配制王水或逆王水，再与 HF 混合而成。	消解合金、岩石、硅酸盐、煤灰、渣土、冷却水垢，玻璃纤维、高岭土、沸石和陶瓷等。
H2SO4+H3PO4	1 : 1 或 2 : 3	在低压条件下产生极高的温度，需小心使用；H3PO4 有助溶剂的功效。	α -氧化铝、耐火材料，铬铁矿和一些含 Al 高的陶瓷。
氢氧化钾 (KOH)	20%溶液	碱溶首选溶剂。	硅铝合金。
氢氧化钠 (NaOH)	20%溶液	碱溶溶剂。	铝合金。
饱和硼酸 (HBO3)	4%	常用 6 倍于 HF 的用量使其配位反应。	用于配位难溶的氟化物和消解溶液中过量的氢氟酸。

LICHEN

上海力辰邦西仪器科技有限公司

Shanghai Lichen-BX Instrument Technology Co.,Ltd.

地址:上海市松江区三浜路 469 号 9 幢

联系方式 400-840-9177

网站:www.lichenl7.com

本资料内容如有变更，恕不另行通知

最终解释权归本公司所有