

---

# 微波消解仪操作流程

## 1、加入样品和酸

- (1) 固体试样质量不多于 0.5g。
- (2) 消解罐的体积为 100ml，消解液的体积不得超过消解罐的 1/3，也不要小于 8ml。
- (3) 若要使用高氯酸，高氯酸与混合酸的体积比小于 1:5。
- (4) 若要使用双氧水，双氧水体积不超过 1ml。
- (5) 不得单独使用浓硫酸消解。
- (6) 每次消解样品必须为同种样品，如煤，飞灰等。
- (7) 消解测试新样品之前需跟工程师沟通。
- (8) 将消解罐固定在旋转架之前检查压块是否正常，坏了的不要使用，及时更换。

## 2、将消解罐固定在反应罐框架上

- (1) 反应内罐套入反应外罐，盖好密封盖，如果有密封不好的情况，配件盒中有扩孔器。
- (2) 1号主控罐的盖子结构与其他消解罐不同，盖子上有插温度传感器的孔，罐子底部有压力传感器，使用时请注意1号罐不得测量空白样，一定要测样品。
- (3) 不使用的消解罐请取出放好。
- (4) 使用的消解罐尽量对称分布在圆形反应罐框架内。
- (5) 温度传感器在配件盒中，垂直插入1号主控罐密封盖的孔中。
- (6) 消解罐放好后拧紧时使用扭力扳手，扳手力矩  $4\text{N} \cdot \text{m}$ ，不要更改。

## 3、将反应罐框架放入微波消解仪

- (1) 框架上有箭头，放入时箭头方向朝里。
- (2) 反应罐框架推入合适位置时，会与微波消解仪底部的圆卡住，以保证位置放正。
- (3) 连接温度和压力传感器，手握花纹部分，小红点对正即可插好传感器。

## 4、程序的设定

- 
- (1) 电源开关在消解仪右侧底部。
  - (2) 打开仪器后进入方案选择，可以使用之前设置好的方案。
  - (3) 微波消解仪有两种控制方式，温度控制和压力控制，两种控制方式只能使用一种，方案 0 到 39 为温度控制，40 以后为压力控制。
  - (4) 设置新方案时，每个步骤有 N,T,t,W 四个参数，N 为步骤序号，T 为温度，单位℃，t 为时间，单位 min,W 为功率，范围为 300w 至 2200w,设置面板上为 03 至 22，设定没有严格要求，一般根据罐子数大致确定，如 4 个消解罐功率在 600w 左右。
  - (5) 一般情况下温度控制第一步可升高到 130℃，每步温度梯度不超过 50℃。
  - (6) 温度最高可加热到 220℃左右。
  - (7) 每个步骤的时间中包括升温 and 保温时间，无法将升温 and 保温分开设置。
  - (8) 设置时若有个位数前面要加 0，如时间 5min，设置 t 时为 05。
  - (9) 每步设置完成按 ENTER 键进入下一步设置。
  - (10) ENTER 键四周的光标移动键不要使用，易造成程序紊乱，如果出错按 SET 键，重设方案。
  - (11) 最后一步设置后按两次 ENTER，光标调到方案序号处，再按两次 ENTER 后出现 Surface Time 可以按开始键。
  - (12) 使用过程中按 POWER 可以临时修改当前步骤的功率，TIME 修改时间，有效一次。
  - (13) 加热时可看到功率条。
  - (14) 按 PAGE 键可以切换至温度或压力随时间的变化图，再按 PAGE 切换回文字界面。

#### 5、加热程序结束后

- (1) 程序结束后发出警报，冷却到 100℃时仪器会发出警报，为保证安全，请冷却到 60℃再打开安全门，通电情况可按 OPEN，不通电时在仪器右侧的开关后面有一个向上按的开门键，稍用力即可开门。
- (2) 配件盒中有金属扳手，用来拧开反应罐的螺栓。

---

(3) 清洗消解罐时如有粉末状物体附着在罐体内不得使用毛刷，要用脱脂棉或纸巾擦干净，在硝酸溶液中浸泡过夜，然后用自来水，去离子水各清洗三遍，清洗后放入烘箱，烘箱温度不得超过 80℃。

(4) 如果仍有附着在罐内的固体，加入 8ml 硝酸，密封好后放入微波消解仪，150℃加热 2min，顽固残留请在加热前加入 1ml 高氯酸。

(5) 1 号主控罐的盖子上有插温度传感器的孔，孔中不要进水，进酸等任何液体，要立在烧杯中浸泡。