

# 微波消解仪校准方法的改进探讨

柴龙刚

(深圳天溯计量检测股份有限公司, 广东 深圳 518116)

**摘要:** 基于对微波消解仪工作原理的分析, 结合多年的实践经验, 对比现行的校准依据, 指出了当下校准方法的不足。对微波消解仪的校准参数和校准方法给出了建议, 为微波消解仪校准规范的编制提供了参考。

**关键词:** 微波消解仪; 校准

**中图分类号:** TB99 **文献标识码:** A

## Discussion on the Improvement of Calibration Method of Microwave Digester

Chai Longgang

( Shenzhen Tiansu Calibration and Testing Co.,Ltd; Guangdong Shenzhen City 518116, China )

**Abstract:** Based on the analysis of the working principle of microwave digester, combined with many years of practical experience, and compared with the current calibration basis, the deficiencies of the current calibration methods are pointed out. The calibration parameters and methods of microwave digester are suggested, and the reference is provided for the preparation of calibration specification of microwave digester.

**Keywords:** Microwave digestion instrument; Calibrate

## 1 引言

随着计量发展规划 2021-2035 年的颁布和实施, 整个计量行业将会飞速地发展。在仪器设备计量特性评价方面, 校准方式正逐渐走向主导地位, 除强制检定要求的设备外, 其他仪器均可以根据客户自身需求采取校准方式进行量值溯源。校准结果能够直观的反应出被测仪器示值与参考值之间的关系, 更容易满足市场的需求。

随着我国制造能力地不断提升, 微波消解仪作为前期样品制备的关键设备, 也在不断地技术革新。在实际校准过程中发现, 当前现行的计量校准规范所规定的计量参数并不齐全,

无法满足更多的客户需求。根据微波消解仪的原理和性能要求，参考相关规程、规范，提出了该类仪器校准方法的改进建议，希望能为今后规范的制定提供参考。

## 2 仪器工作原理及其用途

微波消解仪是利用微波的穿透性能和激活反应能力加热密闭容器中的消解溶液和试样，在高温增压条件下使各种样品快速溶解的湿法消化设备。在微波消解过程中，微波加热试剂的同时，系统增压迫使消解溶液和样品充分接触并最终迅速溶解样品。

### 2.1 仪器工作原理

金属材料不吸收微波，只能反射微波。用金属材料做炉膛，可以来回反射微波并作用在试样上。绝缘材料不吸收微波能量也不反射微波，微波可以穿透他们并向前传播。

极性分子可以吸收微波，如水、酸等。当微波通过试样时，极性分子可随微波频率快速变化取向，2450MHz 的微波，分子每秒钟变换方向  $2.45 \times 10^9$  次，分子来回转动，与周围分子相互碰撞摩擦，分子的总能量增加，使试样温度急剧上升。同时，试液中的带电粒子（离子、水和离子等）在交变的磁场中，受电场力的作用而来回迁移运动，也会与临近分子撞击，使得试样温度快速升高。

### 2.2 仪器用途

微波消解仪是一种用于样品前处理的仪器，主要用于将固体样品中的有机和无机物质高效、快速地溶解为溶液。它利用微波能量加热样品，使样品分解和溶解的过程更加迅速和均匀。

微波消解仪常用于以下方面：

1) 样品前处理：微波消解仪能够将固体样品中的有机和无机物质溶解为溶液，以便进行后续的分析。它可以分解样品中的矿物质、金属、有机化合物等。

2) 土壤和环境分析：微波消解仪广泛应用于土壤和环境样品的分析。它可以有效地溶解土壤样品中的有机和无机物质，提高分析结果的准确性。

3) 食品和农产品分析：微波消解仪可用于食品和农产品中有害元素的分析，例如重金属、农药残留等。通过快速的消解过程，可以获得更准确的分析结果。

4) 药物和生物样品分析：微波消解仪也用于药物和生物样品的分析。它能够有效地分解药物样品中的复杂物质，获得准确的测定结果。

## 3 现行校准依据

微波消解仪现行校准技术依据主要为地方计量校准规范，具体如下表 1 所示：

表 1 微波消解仪现行校准依据

校准依据代码	校准依据名称	被校仪器类型	校准项目
JJF（冀）203-2022	微波消解仪温度参数校准规范	密闭式	温度偏差、温度均匀度、温度波动度
JJF（川）142-2017	微波消解仪温度参数校准规范	密闭式	温度示值误差、温度均匀度、温度波动度
JJF（浙）1192-2022	微波消解仪温度参数校准规范	密闭式	温度偏差、温度均匀度、温度波动度
JJF（京）91-2022	微波消解仪校准规范	密闭式	温度偏差、温度均匀度、温度波动度
JJF（晋）49-2021	微波消解仪温度参数校准规范	密闭式	温度偏差、温度均匀度、温度波动度
SL 144.8-2008	微波消解仪校验规范		微波功率检查、压力传感器测试、消解不均匀性、绝缘性能、计时准确性、微波辐射测试

## 4 现行校准依据的不足

### 4.1 规范众多但不统一

对于日渐普及的微波消解仪而言,目前虽有许多省份编制了地方性计量校准规范以及校验规范,但这些规范在校准项目、被校对象以及校准方法上存在一定的差异,这些差异必然会影响到对此类设备计量性能地全面评估,进而无法满足市场对此类设备的计量需求。根据计量法可知,计量是保证单位统一、量值准确的测量活动,计量性能指标的统一性是首要前提。因而,急需编制国家计量校准规范,保证此类设备的计量一致性。

### 4.2 规范的适用范围不全面

由现行的校准技术依据可知,几乎所有的地方性计量校准规范只适用于密闭性的微波消解仪。而根据 GB/T 26814-2011《微波消解装置》可知,微波消解仪包含非密闭常压微波消解仪和密闭加压微波消解仪,其中非密闭常压微波消解仪又可分为无温度控制型和温度控制性,密闭加压微波消解仪可分为压力控制性、温度控制性、温度压力控制性。市面上此两种类型的微波消解仪均有很大的使用率,只针对密闭性微波消解仪编制计量校准规范,显然无法有效地解决非密闭性微波消解仪的计量需求,无法更好地满足市场需求。

### 4.3 规范的校准参数不全面

由现行的校准技术依据可知,大多地方计量校准规范都对温度参数提出了计量需求和校准方法。但对于微波消解仪而言,压力测量的准确性、微波消解功率的准确性、以及计时

的准确性都是很关键的性能指标。消解罐的压力偏低会导致消解罐的温度达不到消解温度、微波消解功率偏低、计时不足,都会严重影响到试样的消解效果或是大大地降低消解的效率。因而,需要明确这些参数的性能指标和计量校准方法,同时为了保证计量的统一性,急需编制唯一且通用的国家计量校准规范。

## 5 改进探讨

### 5.1 推荐的校准项目

根据微波消解仪的类型,推荐的校准项目如下表 2 所示:

表 2 推荐的校准项目

校准项目	非密闭常压微波消解仪	密闭加压微波消解仪
温度偏差	√	√
温度波动度	√	√
温度均匀度	√	√
压力示值误差	-	√
微波功率设定误差	√	√
计时偏差	√	√

注:“√”表示推荐校准的项目,“-”表示免校项目。

### 5.2 校准方法的探讨

对于以上推荐的校准项目,校准方法建议如下:

#### 1) 温度参数的校准

采用分辨力不低于  $0.01^{\circ}\text{C}$ , 最大允许误差满足:  $\pm(0.15^{\circ}\text{C}+0.002\times|t|)$ , 且测量范围满足  $(0\sim 200)^{\circ}\text{C}$  或被校设备实际使用范围的无线温度数据采集记录仪。所选用的无线温度数据采集记录仪不能破坏微波消解仪密封罐的密封性,不干扰消解罐对微波能量的吸收,且自身可以在微波环境中正常使用。

温度测量点的位置应均匀分布在微波消解仪转盘上的各个消解罐中,至少选取 4 个温度测量点,可适当增加测量点。温度测量点的参考布置图如下图 1 所示:

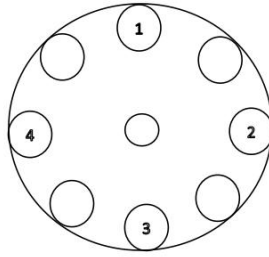


图 1 微波消解仪温度测量点布置图

设置无线温度数据采集记录仪的采样时间间隔和采样时长,将其放入到选中的装有纯水的消解罐中并密闭消解罐。设定微波消解程序,启动微波消解仪,当微波消解仪的温度示值稳定后,记录当前时刻。待消解程序结束后,取出各个无线温度采集记录仪,利用分析软件读取相同时间段内的温度测量数据,共记录  $n$  组数据。通过以下公式,可以计算得到微波消解仪的温度偏差、温度波动度、温度均匀度。

温度偏差计算方式如下:

$$\Delta t_{\max} = t_{\max} - t_s \quad (1)$$

$$\Delta t_{\min} = t_{\min} - t_s \quad (2)$$

式中: $\Delta t_{\max}$ 、 $\Delta t_{\min}$ —被测对象的温度上偏差和下偏差,单位:°C;

$t_{\max}$ 、 $t_{\min}$ —各测量点在测量周期内测得的最髙温度或最低温度,单位:°C;

$t_s$ —被测对象的设定温度,单位:°C;

温度均匀度计算方式如下:

$$\Delta t_u = \sum_{i=1}^n (t_{i\max} - t_{i\min}) / n \quad (3)$$

式中: $\Delta t_u$ —被测对象的温度均匀度,单位:°C;

$t_{i\max}$ 、 $t_{i\min}$ —各测量点在第  $i$  次测量中测得的最髙温度和最低温度,单位:°C;

温度波动度的计算方式如下:

$$\Delta t_f = \pm \max\{(t_{j\max} - t_{j\min}) / 2\} \quad (4)$$

式中: $\Delta t_f$ —被测对象的温度波动度,单位:°C;

$t_{j\max}$ 、 $t_{j\min}$ —测量点  $j$  在  $n$  次测量中的最髙温度和最低温度,单位:°C;

## 2) 压力示值误差的校准

选用经计量检定合格并满足测量范围的压力计作为标准器,将微波消解仪的压力测量系统与压力计连接。根据压力测试点的要求,向压力测量系统施加压力并达到平衡,记录微波消解仪压力显示值和压力计的示值,重复测量三次,以三次测量的平均值计算压力示值误差。

计算方式如下:

$$\Delta F = F - F_0 \quad (5)$$

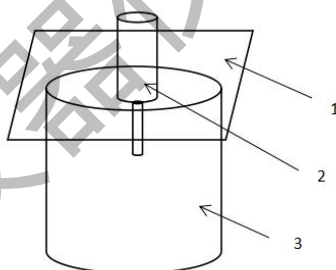
式中:  $\Delta F$ —微波消解仪的压力示值误差, 单位 MPa;

$F$ —微波消解仪的压力示值平均值, 单位 MPa;

$F_0$ —压力计实测压力平均值, 单位 MPa;

### 3) 微波功率设定误差的校准

取一只容量为 1000mL 聚四氟乙烯或聚丙烯烧杯,往烧杯中加入 1000mL 的常温去离子水,用温度计测量并记录当前的水温  $T_i$ ,精确到 0.1°C。将烧杯连同温度记录仪放入到微波消解仪的负载转盘上,烧杯和温度计的布置方式如图 2 所示。设定微波消解功率并启动微波消解仪,待消解程序结束后,利用无线温度采集记录仪的分析软件,读取消解过程中的最大温度数值  $T_f$ ,精确到 0.1°C。



1—盖板,应能固定住无线温度采集记录仪; 2—无线温度采集记录仪; 3—烧杯

图 2 烧杯和温度计的布置方式图

实际功率计算方式如下:

$$P(W) = 47 \times (T_f - T_i) \quad (6)$$

微波消解功率误差计算方式如下:

$$\Delta P = \frac{P(W) - P}{P} \times 100\% \quad (7)$$

式中:  $\Delta P$ —微波消解仪的消解功率设定误差, 单位 W;

$P$ —微波消解仪的设定功率, 单位 W;

$P(W)$ —实际测量功率, 单位 W;

#### 4) 计时偏差的校准

设定微波消解仪的消解程序和消解时间,启动微波消解仪的同时启动电子秒表计时,待消解程序结束时同时结束电子秒表计时,按公式(8)计算计时偏差。

$$\Delta T = T - T_s \quad (8)$$

式中:  $\Delta T$ —微波消解仪的计时偏差,单位 s;

$T$ —实际测量时间,单位 s;

$T_s$ —微波消解仪的设定时间,单位 s;

## 6 结论

文章基于对微波消解仪的工作原理和用途的分析,指出了现有校准技术依据的不足,给出了微波消解仪的校准项目和校准方法,为更好地开展微波消解仪的计量校准工作提供了有价值的参考。

### 参考文献

- [1] 河北省市场监督管理局.微波消解仪温度参数校准规范:JJF(冀)203-2022[S].
- [2] 四川省质量技术监督局.微波消解仪温度参数校准规范:JJF(川)142-2017[S].
- [3] 浙江省市场监督管理局.微波消解仪温度参数校准规范:JJF(浙)1192-2022[S].
- [4] 北京市市场监督管理局.微波消解仪校准规范:JJF(京)91-2022[S].
- [5] 山西省市场监督管理局.微波消解仪温度参数校准规范:JJF(晋)49-2021[S].
- [6] 中华人民共和国水利部.水环境检测仪器及设备校验方法:SL 144.1~11-2008[S].北京:中国水利水电出版社,2008.
- [7] 中国国家标准化管理委员会.微波消解装置:GB/T 26814-2011[S].北京:中国标准出版社,2011.