

## MARS 微波仪消解样品标准操作程序 ——EasyPrep 反应罐（温控）

### 1 目的：

- 1.1 规范使用 MARS 微波仪和 EasyPrep 消解罐消解样品的操作。
- 1.2 规范 MARS 微波仪、EasyPrep 消解罐及其配件的维护。

### 2 适用范围：

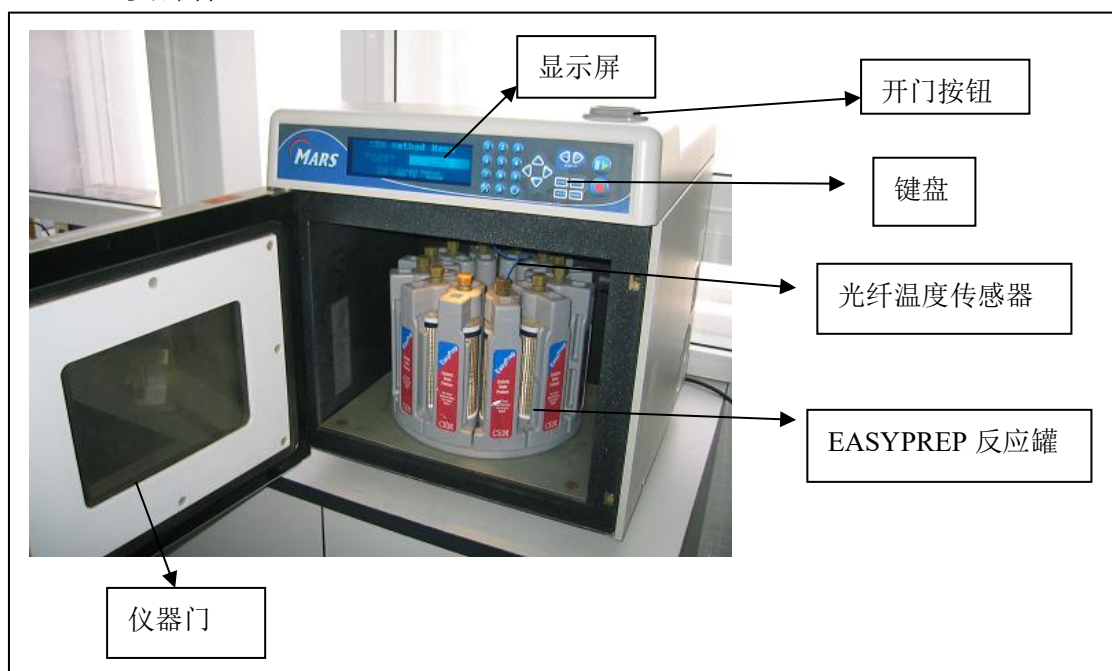
- 2.1 经过 MARS 微波仪操作培训的操作人员和仪器负责人

### 3 职责：

- 3.1 仪器操作人员必须按照本操作程序来操作仪器和反应罐。
- 3.2 仪器维护人员必须按照本操作程序进行仪器和反应罐的维护检查。

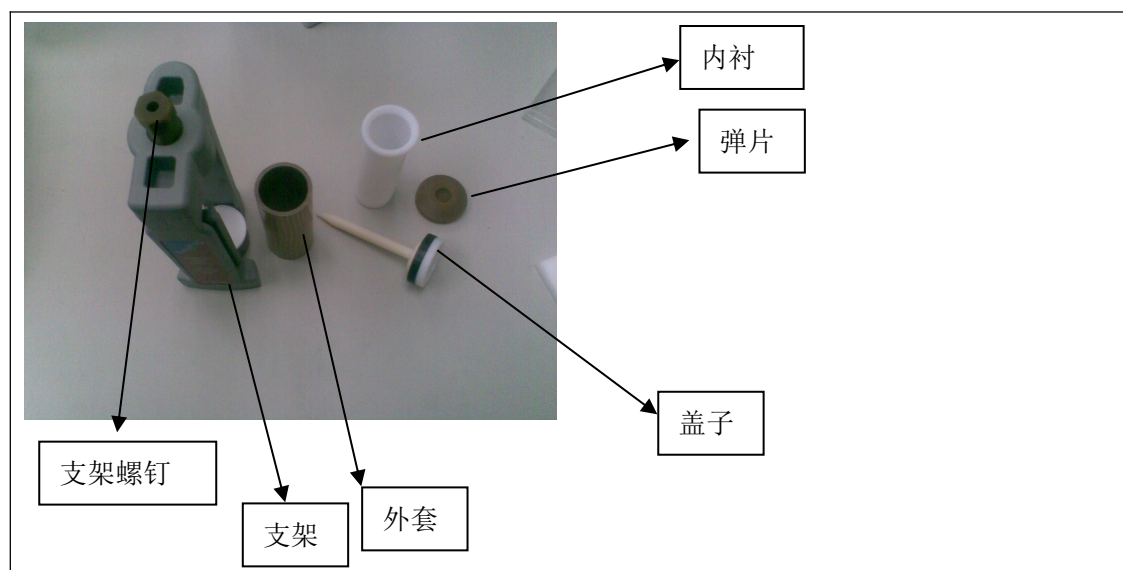
### 4 基础认识

#### 4.1 主要部件：

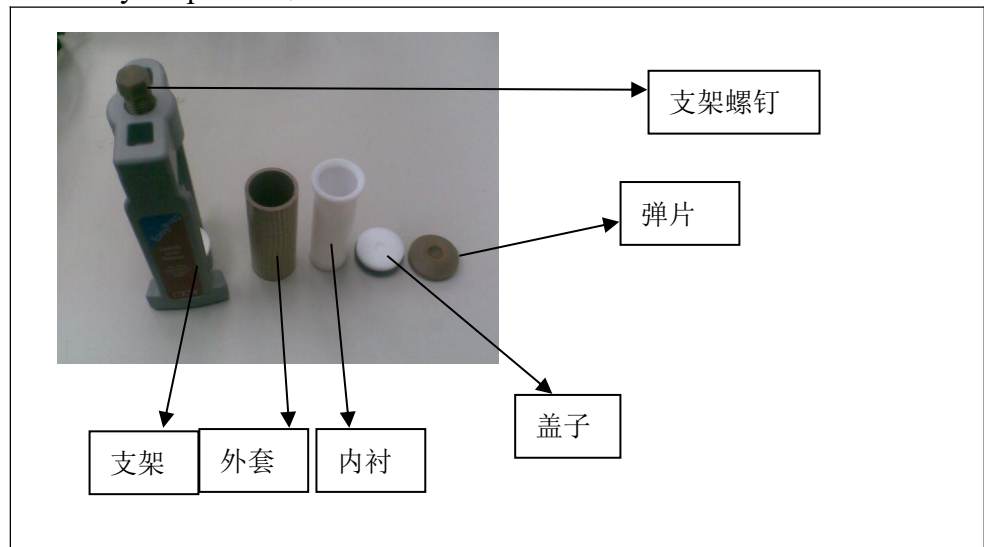


#### 4.1.2 EasyPrep 反应罐组件

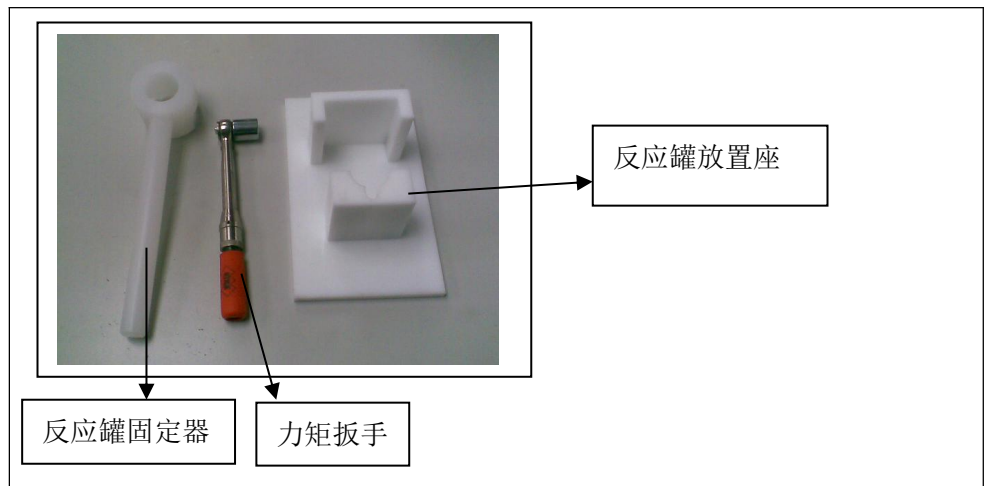
##### 4.1.2.1 EasyPrep 主控罐



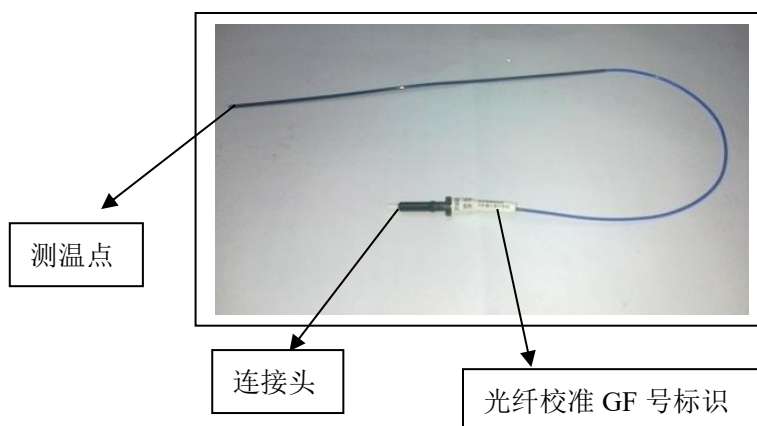
#### 4.1.2.2 Easy Prep 标准罐



#### 4.1.2.3 辅助工具



#### 4.1.3 光纤温度传感器



#### 4.2 工作原理

MARS 微波仪采用微波的方式加热样品，采用光纤温控系统检测反应罐中主

控罐的温度。仪器按照设定的程序，通过调整微波发射功率的大小来控制反应体系的温度。

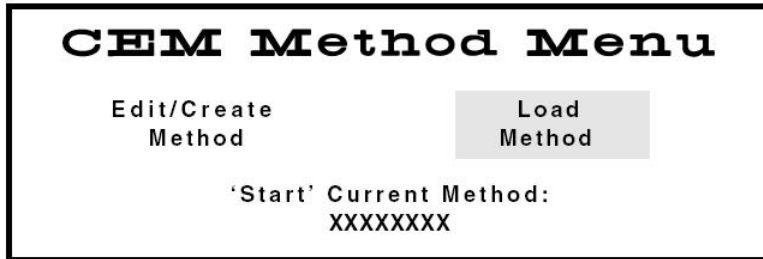
待消解的样品和消解用的试剂加入到反应罐内衬内，内衬和盖子组成的耐压密闭空间保证反应体系的温度可以被加热到较高的温度。这样，在微波和密闭高温条件下，样品消解速度得到极大的提高。

## 5 准备工作

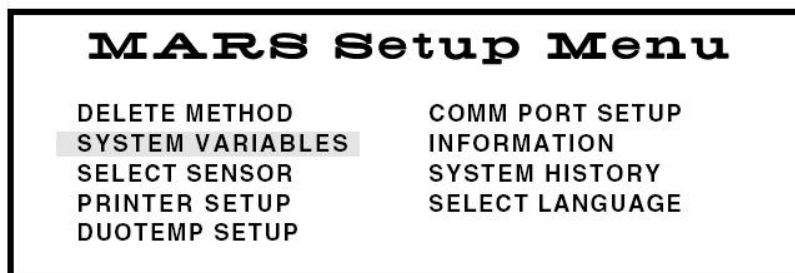
### 5.1 MARS 微波仪参数设置

5.1.1 仪器负责人负责仪器参数设置，其他人员不得随意更改该仪器设置。

5.1.2 打开仪器电源开关，开机，仪器自检后进入主界面：



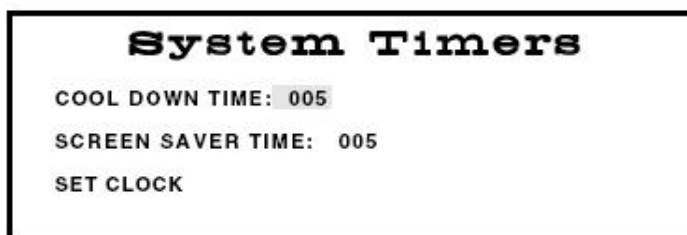
5.1.3 按 SETUP 键，进入仪器设置界面



5.1.4 仪器设置只需要修改 SYSTEM VARIABLES 子菜单下的部分内容，其他子菜单不需要改动。按光标键移动光标到 SYSTEM VARIABLES，按 SELECT 键，进入



5.1.5 按光标键移动光标到 SYSTEM TIMERS，按 SELECT 键



5.1.6 移动光标到 COOL DOWN TIME 键后面的数字，通过数字键输入 15，

冷却时间即为 15 分钟。(一般在 15 分钟内仪器可以冷却到 80 度左右，如果希望取出时反应罐温度再低，可以适当延长冷却时间)

#### 5.1.7 移动光标到 SET CLOCK，按 SELECT 键



5.1.8 移动光标到 DATE 后面数字，通过数字键输入当前时间，如 2008 年 5 月 14 日，即依次按 0、5、1、4、2、0、0、8 即可。

5.1.9 移动光标到 TIME 后数字，相同方式，通过数字键输入当前时间。

5.1.10 移动光标到 DATE FORMAT 后字母，按 SELECT 可以修改日期格式，国内选择 MM/DD/YYYY，即月日年。

5.1.11 按 HOME 键回到主界面，关闭电源开关来关机。

#### 5.2 光纤温度传感器的准备：

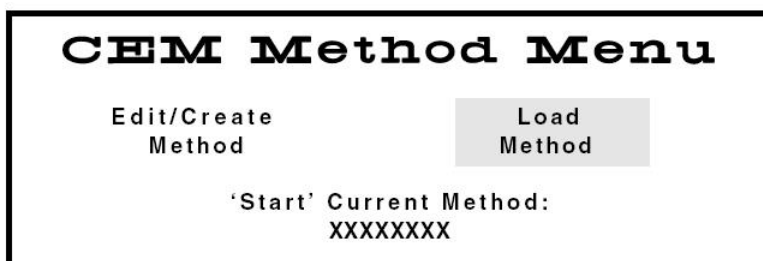
##### 5.2.1 安装拆卸光纤温度传感器：

打开仪器门，把光纤温度传感器接头竖直插入仪器顶板的蓝色光纤接头内，听到咔嚓一声即可。

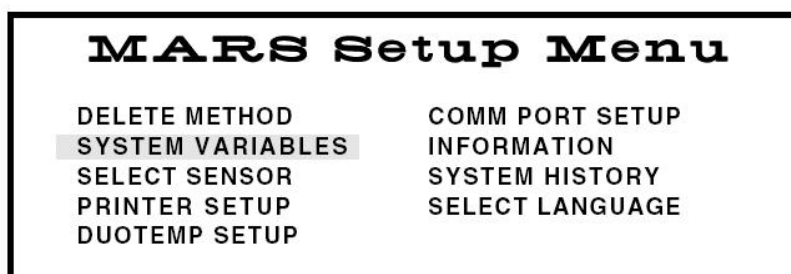
如果要取下光纤温度传感器，用拇指和食指捏住光纤温度传感器接头黑色部分，用手的虎口作为支点，竖直的把光纤传感器接头从仪器顶板的蓝色光纤接头拉出即可。

##### 5.2.2 设定光纤温度传感器 GF 号：

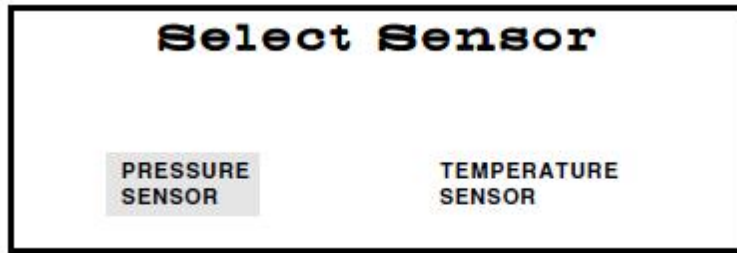
在仪器主界面，



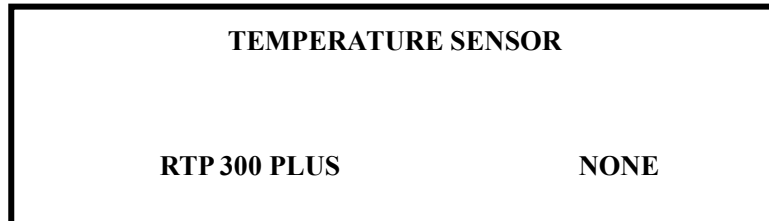
按 SETUP 键，即进入设定界面



移动光标到 SELECT SENSOR，按 SELECT 键。



移动光标到 TEMPERATURE SENSOR,按 SELECT 键



移动光标到 RTP300PULS, 按 SELECT 键,



移动光标到 ENTER GF NUMBER, 按 SELECT 键,



用数字键依次输入光纤温度传感器的 GF 号（见前图光纤 GF 号标记处），按 SELET 键确认即可。



按 HOME 键回到主界面。

- 5.2.3 确认光纤温度传感器工作正常：  
在主界面，打开仪器门，仪器显示：

<b>PRESSURE: ----- PSI</b>
<b>TEMPERATURE: XXX °C</b>
<b>RTP 300PLUS (XXX-XXXX)</b>

这时，XXX °C即为光纤温度传感器检测到的实际温度。

取 500ml 室温去离子水于烧杯中，把光纤温度传感器测温端插入水中，并用另一温度计测量水的温度，两者温差应该在±2°C内。

再取 500ml 90 度左右的热于烧杯中，把光纤温度传感器测温端插入水中，并用另一温度计测量水的温度，两者温差应该也在±2°C内。

### 5.3 样品消解条件的确定：

#### 5.3.1 选择消解试剂：

根据样品的基体选择消解试剂。禁止使用高氯酸。

如样品为有机基体，用浓硝酸来消解；双氧水的氧化效果要优于浓硝酸，但容易发生剧烈反应，应尽量不使用。对于难消解的有机物可以在浓硝酸内再加入 1-2ml 的双氧水来消解。

如样品为无机基体，传统消解方法消解试剂仍适用。通常试剂为：硝酸、盐酸、氢氟酸、硼酸、硫酸等。

含有硅、钛的样品，则需要加入氢氟酸来溶解。

反应罐内溶液的总量应控制在 10-30ml。如果样品为水样，则水样和试剂的溶液总量可以控制在 10-50ml。

#### 5.3.2 选择仪器控制模式：

EASYPREP 反应罐必须采用 RAMP TO TEMPERATURE（线性升温）控制模式。

该模式下，每个升温步骤，需要设定最大功率、升温时间、目标温度、达到温度后的保持时间。仪器在升温阶段会在最大功率范围内，通过调整功率大小，保证恒定的升温速率，在设定的升温时间内把控制温度加热到目标温度，然后在该温度下保持设定的保持时间。

最多允许设定 5 个升温和保持阶段。

#### 5.3.3 确定消解温度和保持时间：

在 RAMP TO TEMPERATURE（线性升温）控制模式下，升温时的速率以 10 度/分钟为宜。

消解温度和保持的时间，应保证样品达到消解。如新鲜蔬菜、水果、生物组织等建议 160-170 度下，用硝酸消解 10 分钟；对于茶叶、中药材、木材等建议 170-180 度下，用硝酸消解 10-20 分钟；对于化妆品、油脂、脂肪、色粉、颜料、塑胶类，建议 180-200 度下，用硝酸消解 10-20 分钟；对于土壤，建议 180 度下，用王水消解 10-20 分钟。

样品消解效果主要与试剂、最高消解温度、消解时间以及样品成分结构有关，如果消解不完全，则可以适当延长消解时间；如果有部分成分不能被消解或有沉淀，则要确认消解试剂是否适当，然后再考虑提高消解温度。

#### 5.3.4 样品称样量：

样品为有机物时，样品称样量应控制在 0.5g 以内（对于新鲜蔬菜、水果等考虑到含水量，应保证干样品量在 0.5g 以内）。

样品为无机物时，样品称样量应控制在 1g 以内。

同一批消解，应保证每个反应罐内试剂种类、试剂量相同，每个反应罐内样品要尽量一致，称样量差异不大于 10%。

### 5.3.5 确定消解功率：

消解功率应保证反应罐在设定时间内达到设定温度，并不是越大越好。一般可以根据罐子的数量来确定初步功率的大小，一般 1-2 个反应罐，400w；3-5 个反应罐，800w；6-12 个反应罐，1600w。

### 5.3.6 消解方法举例：

简单样品：如蔬菜、水果，生物组织，简单的化妆品等

样品量：0.5g（对于含水量较大的样品，以干样品量为准）

控制模式：RAMP TO TEMPERATURE

推荐试剂：10ml 浓硝酸（70%）

Easyprep 反应罐推荐消解程序：

#### ENTER METHOD PARAMETERS

STAGE	POWER		RAMP	°C	HOLD
	MAX	%			
1	1600	100	15:00	170	15:00

简单样品：如粮食、茶叶、奶粉咖啡、奶粉、肉类、木材、纸张等

样品量：0.5g（对于含水量较大的样品，以干样品量为准）

控制模式：RAMP TO TEMPERATURE

推荐试剂：10ml 浓硝酸（70%）

Easyprep 反应罐推荐消解程序：

#### ENTER METHOD PARAMETERS

STAGE	POWER		RAMP	°C	HOLD
	MAX	%			
1	1600	100	20:00	180	15:00

土壤、沉积岩：

样品量：0.5g

控制模式：RAMP TO TEMPERATURE

推荐试剂：10ml 王水

Easyprep 反应罐推荐消解程序：

#### ENTER METHOD PARAMETERS

STAGE	POWER		RAMP	°C	HOLD
	MAX	%			
1	1600	100	20:00	180	10:00

复杂样品：塑料

样品量：0.1-0.2g

推荐试剂：10mlHNO<sub>3</sub>

Easyprep 反应罐推荐消解程序：

ENTER METHOD PARAMETERS					
STAGE	POWER	RAMP	°C	HOLD	
	MAX	%	CONTROL		
1	1600	100	20:00	190	15:00

复杂样品：植物油、脂肪、较难的化妆品，

样品量：0.1-0.2g

推荐试剂：10mlHNO3+1mlH2O2

Easyprep 反应罐推荐消解程序：

ENTER METHOD PARAMETERS					
STAGE	POWER	RAMP	°C	HOLD	
	MAX	%	CONTROL		
1	1600	100	20:00	190	15:00

#### 5.4 样品消解方法编辑：

##### 5.4.1 在主界面



##### 5.4.2 移动光标到 Edit/Create Method，按 SELTET 键



##### 5.4.3 移动光标到 User Directery，按 SELECT 键



5.4.4 移动光标到 NEW METHOD，按 SELECT 键，即新建一个方法。移动光标到下面的已存在方法“\*\*\*\*\*”，按 SELECT 键，即可对该方法进行编辑修改。

5.4.5 仪器显示反应罐类型选择界面：



Select Vessel Type		
HP - 500	OMNI/XP-1500	EASYPREP
ACV/QDV	UDV/HDV	HTV
PFA	BEAKER	SRV
QXP	Xpress	ACV/LEV
CleanChem	GreenChem	

5.4.6 移动光标到 EASYPREP, 按 SELECT 键

5.4.7 仪器显示选择控制模式 (control type) 界面

Select Control Type
STANDARD CONTROL
RAMP TO TEMPERATURE
RAMP TO PRESSURE
POWER/TIME CONTROL
MICROVAP

5.4.8 EASYPREP 反应罐只允许选择 RAMP TO TEMPERATURE, 按 SELECT 键

ENTER METHOD PARAMETERS						
STAGE	POWER	PSI	TIME	°C	HOLD	
	MAX %		CONTROL			
1	400W 000	800	00:00	000	0:00	
Press Select to Change						

STAGE: 仪器升到设定温度, 并保持一定时间即为一 STAGE. 一个程序允许最多设定 5 个 STAGE.

POWER: 该阶段仪器的最大功率。如 MAX 下对应 400W, %下面对应 80, 则该阶段的最大功率为 400\*80%, 即 320W。仪器则根据升温情况和设定程序来在 0-320w 之间来调整仪器微波功率。

PSI: 反应压力限值, 单位 PSI. 一般设定为默认值。

TIME: 升温时间。05:00, 即 5 分 0 秒。

°C: 升温目标温度。

HOLD: 目标温度下保持的时间。05:00 即 5 分 0 秒。

5.4.9 移动光标到 MAX 下的功率项, 按 SELECT,

STAGE	POWER	S	HOLD
	400W		
X	800W	X	XX:XX
X	1600W	X	XX:XX
PRESS SELECT TO CHOOSE			

5.4.10 移动光标到需要的功率，按 SELECT

ENTER METHOD PARAMETERS						
STAGE	POWER	PSI	TIME	°C	HOLD	
	MAX	%	CONTROL			
1	1600W	000	800	00:00	000	0:00
Press Select to Change						

5.4.11 移动光标到对应的数字项，通过数字键输入方法参数

5.4.12 按向右或向下光标键进入下一个 STAGE，最多可以设 5 个 STAGE

5.4.13 按 NEXT 键，仪器进入方法命名界面

METHOD NAME: XXX XXXX

0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	
K	L	M	N	O	P	Q	R	S	T	U	V	W	X	Y	Z	Á	À	Ä	Å	
Â	Ç	É	Ê	Ë	Ï	Î	Ï	Ñ	Ó	Ô	Õ	Ö	Ü	Ù	Û	Ü	Û	Û	.	
SPACE										DELETE										

5.4.14 移动光标到数字、字母、符号，按 SELECT 键输入对应字符；移动光标到 DELETE，按 SELECT 键，删除方法名称最后一个字符。输入该方法的名称后，按 NEXT 键，

### Method Information

SAMPLE DESCRIPTION: \_\_\_\_\_

REAGENTS: \_\_\_\_\_

NUMBER OF VESSELS: 00

AV. SAMPLE WT.: 0.00 GM

AV. SAMPLE VOL.: 000 ML

Press Select to Change

5.4.15 Method Information 界面无需修改。按 NEXT 键，

### CEM Method Menu

Edit/Create  
Method

Load  
Method

'Start' Current Method:  
XXXXXXXX

Start current method: 下面显示的名称即为刚编辑好的方法，仪器自动在方法名称后附加了 Esyprep，即为罐子类型。

5.5 反应罐组件的准备：

- 5.5.1 外套：外套应保持干燥清洁。可以用微湿的毛巾擦拭，然后晾干即可。注意外套不要用水冲洗或浸泡，两个截面要避免沾酸沾水或任何溶剂。
- 5.5.2 支架、弹片：应该保持干燥清洁，可以用湿的毛巾擦拭，然后晾干即可。
- 5.5.3 转盘：转盘应该保持干燥清洁，必要时可以用湿的毛巾擦拭，然后晾干即可。使用前，应确认转盘在桌面上转动正常。

#### 5.5.4 内衬、主控罐盖子、标准罐盖子：

5.5.4.1 使用后的内衬，要把原有的试液倒掉，然后按下面的步骤和盖子一起洗涤。用自来水冲洗；用洗涤剂清洗；再用自来水冲洗；用去离子水淋洗至少 3 次。用洗涤剂洗时，应使用海绵刷或软毛刷蘸取洗涤剂来反复刷洗，或用超声波清洗器来清洗。注意不要使用硬毛刷来刷洗。如果用自来水冲洗后即没有污垢，即可不需要洗涤剂清洗。

5.5.4.2 对于难以洗净的污垢，可以用一些实验室常用洗涤剂或溶剂来洗涤。

5.5.4.3 新的内衬或者空白偏高时，应在罐子洗涤剂清洗干净自来水冲洗后，在 10% 的稀硝酸内浸泡 48 小时，以去除内衬表面吸附的金属离子。然后再用自来水冲洗，去离子水淋洗至少 3 次。

5.5.4.4 如果泡酸仍不能控制好反应罐的空白或时间不允许，可以使用煮罐的方法来清洗罐子：在罐子内加入 10ml 浓硝酸，同消解样品一样，运行最高温度 180 度保持 10 分钟的样品消解方法即可。

5.5.4.5 消解试剂是硝酸时，使用一段时间后氮氧化物会使内衬和盖子发黄。这时应定期把内衬在烘箱内 150 度烘 8 小时左右去除氮氧化物。

5.5.4.6 主控罐盖子操作、清洗时要注意小心轻放，以免损坏内部的蓝宝石套管；主控罐盖子冲洗或泡酸时，要避免液体进入蓝宝石套管内，如果万一有液体进入蓝宝石套管内，应及时烘干。

5.5.4.7 清洗干净的内衬、盖子，晾干或 105 度烘干或用干瓶器吹干即可保存备用。

5.5.5 反应罐固定器、反应罐放置座：应该保持干燥清洁，必要时可以用湿的毛巾擦拭，然后晾干即可。

5.5.6 力矩扳手：力矩扳手应设置力矩为 84 in.lbs. 力矩扳手应该保持干燥清洁，避免沾到酸液，必要时可以用湿的毛巾擦拭，然后晾干即可。

5.5.7 新的内衬和盖子第一次使用时，应消解一次有机物样品，以完成内衬和盖子的定型。

#### 5.6 样品准备：

5.6.1 确认样品安全性：微波仪器不适于消解以下样品：

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



5.6.2 一般液体或粉末样品，混匀后，直接取样即可；块状固体样品，则需要粉碎、剪碎等措施，保证样品的均一性。难消解的固体颗粒样品，样品颗粒越细越有利于消解。

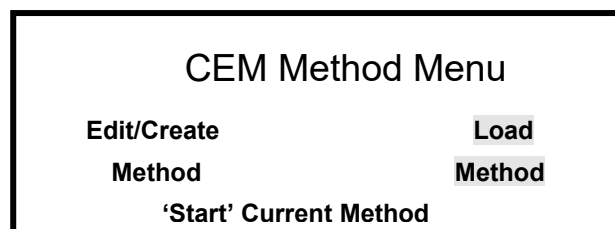
#### 6 消解操作：

6.1 称样：把内衬放在天平上，去皮，加入样品，按应用方法称取一定量的样品，记录样品重量和内衬编号（可以用油性记号笔给内衬标记编号）。同一批消解的样品应保证种类和样品量尽量一致（重量偏差控制在  $\pm 10\%$ ）。称取样品时应把样品加入到内衬底部，避免挂壁。

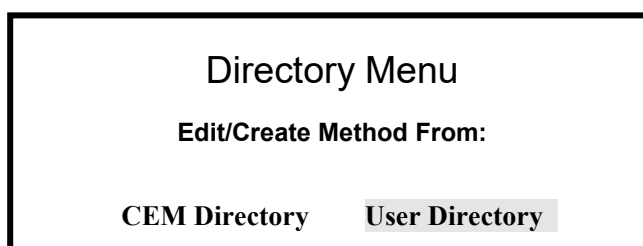
- 6.2 加入试剂：根据应用方法内衬内加入消解试剂，同一批消解的样品试剂种类和配比应相同，试剂量相同。
- 6.3 预消解：加入试剂后，为了避免样品与试剂在微波消解过程中发生剧烈的反应，敞口放置 15-30 分钟后。对于熟悉的样品，已经肯定样品与试剂不会发生剧烈反应，则可以不进行预消解。
- 6.4 反应罐装配：
- 6.4.1 给内衬盖上盖子。把判断最难消解的样品、样品量最大的作为主控罐。
- 6.4.2 确认内衬和盖子外面干燥清洁。把弹片放置在盖子上。注意弹片上下方向。
- 6.4.3 把盖好盖子、弹片的内衬直接插入外套。然后与外套一起放入支架内。注意盖子的泄气孔不要对着支架。用手指拧紧支架螺钉，压住弹片。
- 6.4.4 然后用力矩扳手拧紧支架螺钉，拧到听到咔嚓一声即可。
- 6.5 仪器操作
- 6.5.1 打开仪器电源开关，待仪器自检后，进入主菜单，无需预热。



- 6.5.2 按开门按钮，打开仪器门，同时检查微波腔内、仪器门和光纤温度传感器是否干燥清洁，否则做清洁。并注意，仪器显示温度为室温，否则检查原因。
- 6.5.3 把转盘放置在微波腔内。保证转盘与驱动轴耦合正确。
- 6.5.4 用右手手握住主控罐，用左手把光纤通过支架螺钉插入主控罐，直到插不动为止。左手捏住光纤并贴着支架螺钉上表面，与右手一起把主控罐固定在转盘 1 号位置上。
- 6.5.5 把标准罐按对称均匀的原则，放置在转盘其他位置。
- 6.5.6 按转盘转动键转动转盘 2 圈，确认转盘转动正常。否则检查原因。
- 6.5.7 关好仪器门，根据使用的反应罐数量、样品以及反应类型选择适当的方法。
- 6.5.8 按 HOME 键，按压  或  移动光标至 Load Method，按“SELECT”键。



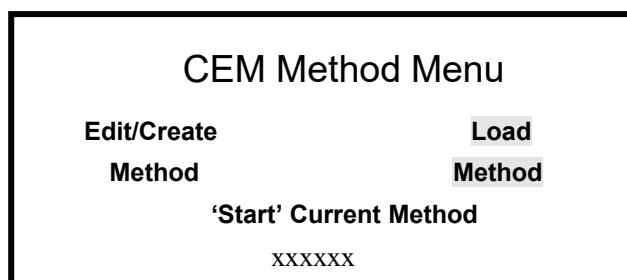
- 6.5.9 按压  或  移动光标到 User Directory 目录，按“SELECT”键。



6.5.10 按压 ▲ 或 ▼ 移动光标到您所要的方法 xxxxx，（方法后缀应为 Easyprep 反应罐）。按“SELECT” 键选择



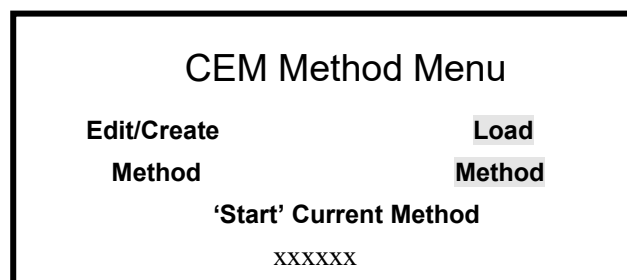
6.5.11 您所调用的方法显示在当前方法(Current Method)，方法名称后缀应该为 EASYPREP。



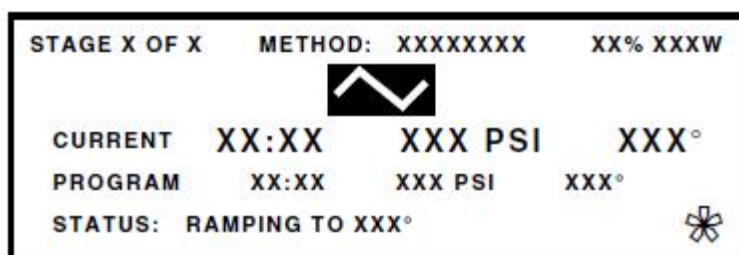
6.5.12 按 1 键

ENTER METHOD PARAMETERS					
STAGE	POWER	TIME	°C	HOLD	
	MAX	%	CONTROL		
1	1600W	100	15 : 0 0	180	15 : 0 0
Press Select to Change					

确认所调用的方法参数设定正确。然后按 HOME 键回到主界面。



6.5.13 按 star/pause 键，仪器开始运行，仪器在运行过程中显示控制温度，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。



- 6.5.14 在升温和保持时间到后，仪器会发出一声蜂鸣。
- 6.5.15 程序开始运行后应注意仪器显示温度，在 2 分钟内应该有明显的变化，否则应按 STOP 键停止运行，检查原因。
- 6.5.16 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。
- 6.5.17 程序完成后，仪器发出蜂鸣声自动进入冷却程序。



- 6.5.18 在冷却程序过程中，仪器显示控制温度，并进行倒计时；按红色 STOP 键可以中断冷却程序。
- 6.5.19 仪器显示温度低于 80 度时，即可打开仪器门，取出反应罐。
- 6.5.20 取出标准罐。
- 6.5.21 取出主控罐：用左手手指贴住主控罐支架螺钉上平面，并捏住光纤，然后用右手握住主控罐。这样用两只手一起把主控罐从转盘上取出，然后把光纤从主控罐内抽出。
- 6.5.22 在通风柜内，把反应罐放置在反应罐放置座内，左手用反应罐固定器固定反应罐，用力矩扳手逆时针缓慢旋动支架螺钉，注意罐子内的带压气体会从盖子的排气孔泄出。待反应罐内压力气体释放完毕，拧松支架螺钉。从支架内取出外套、内衬、盖子、弹片。
- 6.5.23 一只手握住外套并用食指压住弹片和盖子，用另一只手手指把内衬、盖子、弹片从外套中顶起，顺势把内衬盖子、弹片一起从外套中取出。把外套、弹片放置在干燥的地方，把内衬放置在试管架上。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。
- 6.5.24 按 5.1.3 清洁内衬、盖子，备用。
- 6.5.25 用干净柔软的毛巾擦拭仪器表面、微波腔体、腔体保护板。
- 6.5.26 仪器如果不再运行，仪器在主界面时，关闭仪器电源。

## 7 MARS 微波仪维护与校验：

### 7.1 日常维护：

- 7.1.1 每次使用后，做好仪器内外的清洁( 清洁方法见 6.5.25)
- 7.1.2 每次使用后，做好反应罐各个组件的清洁( 清洁方法见 5.5)，并注意检查各个反应罐是否有异常情况

### 7.2 每周的维护

- 7.2.1 每周从仪器后面取下排风管路, 清洁排风管接头, 同时注意是否有漏气。
- 7.3 每年维护与校验
  - 7.3.1 微波功率测试:
    - 每年检测一次仪器微波功率, 按仪器说明书程序进行。
  - 7.3.2 微波泄漏测试
    - 7.3.2.1 微波泄漏测试应该每年检测一次
    - 7.3.2.2 微波泄漏测试应该由仪器厂商或专业部门进行测试。
  - 7.3.3 光纤温度传感器的校验和校准
    - 7.3.3.1 光纤温度传感器应该每年检测一次
    - 7.3.3.2 光纤温度传感器校验按 5.2.3 进行。如果温度差异超过 $\pm 2^{\circ}\text{C}$ 则需要重新校准或维修。
    - 7.3.3.3 光纤温度传感器的校准应有厂商或专业部门进行。