

《微波消解仪温度参数校准规范》

编写说明

规范编写小组

2022. 5

1 概述

微波消解仪是利用微波的穿透性和激活反应能力加热密闭容器内的试剂和样品，使容器内压力增加、反应温度升高，在高温增压条件下使样品快速溶解，从而大大提高反应速率，缩短样品制备时间的装置。在微波消解过程中，微波加热试剂的同时，增压迫使试剂和样品充分接触并最终迅速溶解样品。

微波消解仪主要由磁控管、波导管、微波炉腔、负载盘和样品架、自动控制系统、排风系统、安全防护门、微波消解罐等组成。按消解罐的密闭性可分为非密闭常压微波消解装置和密闭加压微波消解装置。

微波消解仪主要应用于实验室各类样品中无机微量元素和有机污染物如食品、动植物、药品、烟草、造纸、化妆品、环境土壤、大气和水等样品分析的消解前处理。

目前微波消解仪校准规范尚未建立，用户对于微波消解仪计量溯源有较大需求。国家标准 GB/T 26814-2011 微波消解装置内容不适用于计量校准。

温度是微波消解仪过程控制的关键参数，如果温度达不到设定值，会导致样品消解条件不满足，影响前处理效果，样品消解不完全，从而影响定量分析的结果。温度过高造成消解罐内压力增大，影响消解罐的使用寿命甚至造成消解罐爆罐等安全问题。因此微波消解仪温度参数的计量校准至关重要。

2 任务来源

2021年7月全国温度计量技术委员会向中国计量科学研究院下达了“微波消解仪温度参数校准规范”的制定任务，计划任务书为国家市场监督管理总局市监计量发[2021]50号，完成时间为2022年四季度。

3 编制过程与计划安排

根据任务要求，在大量调研和征求意见基础上，起草小组针对微波消解仪温度参数校准等内容，参考国内外有关技术依据、文章和标准，进行了有针对性、长时间、多频次的试验工作，积累大量实验数据。

主要试验厂家和仪器设备：CEM、Anton Paar、莱伯泰科 LabTech、上海新仪微波化学科技有限公司、Milestone、长沙永乐康仪器设备有限公司、湖南昊德仪器设备有限公司、上海屹尧、奥普乐等。参与本规范编写的各单位进行了试验验证，确保规范的可行性。

在此基础上编写了本规范，规范编写工作计划安排如下：

2021年10月~2021年12月，调研、走访或线上沟通国内微波消解仪生产厂家、微波消解仪用户等，就技术指标和校准需求与现状进行沟通和了解。

2022年1月~2月，完成初稿。

2022年3月，起草小组进行讨论、试验验证，对初稿进行修改。

2022年4月，根据讨论意见进行修改并完善，完成征求意见稿。

2022年5月，征求意见。

2022年6月~7月，起草小组召开会议，根据征求意见稿进行修改及试验验证。

2022年8月，召开预审会，规范进行预审。

2022年9月，根据预审会议提出的问题进行修改，完善试验报告、不确定度报告等，形成规范报审稿。

2022年10月，规范审定，对规范进行审定，形成审定意见。

2022年12月，根据审定会提出的意见进行修改，整理试验报告、不确定报告、编写说明、征求意见汇总表等，完成并提交报批稿。

4 主要制定内容

4.1 范围

本规范适用于实验室用微波消解仪温度参数的校准，其他类型的消解仪或微波消解装置温度参数的校准可参照本规范进行。

4.2 名词术语

名词术语主要参考了《JJF 1101-2019 环境试验设备温度、湿度参数校准规范》、《GB/T 26814-2011 微波消解装置》等国家标准、行业标准。

名词术语包含了微波消解仪、微波消解技术、消解罐等微波消解仪设备相关的的专用术语，也包含了计量特性的解释说明，标准温度、稳定状态、温度示值误差、温度均匀度、温度波动度、温度最大过冲量。

4.3 计量特性

微波消解仪技术要求给出了微波消解仪温度参数的通常要求，主要包括温度示值误差、温度均匀度、温度波动度、温度最大过冲量，并按照温度范围给出相应的技术要求。根据使用的温度要求，计量特性分为 100°C和 200°C的上限温度

分别给出。

4.4 校准条件与介质

微波消解仪工作过程中，必须添加介质才可进行校准，一般选择纯净水，容量为 10ml，最大不超过消解罐容量的 1/3。消解介质的选择应慎重，添加前应注意消解罐是否清洗干净并保持干燥。

4.5 测量标准及其他设备

应采用微波专用温度记录器（或微波用温度采集仪等）作为测量标准，标准器应能在微波条件下正常工作，温度记录器数量不少于 4 个。

表 1 测量标准技术指标

序号	名称	技术要求
1	微波专用温度记录器	测量范围：0℃~200℃（或满足校准所需温度范围） 分辨力：不低于 0.1℃ 最大允许误差：±0.2℃。
2	移液器或量筒	测量范围：0ml~10ml 分度值：不低于 1ml 最大允许误差：±10%

测量标准校准时不能破坏消解罐的密封性能，不能干扰消解罐对微波的吸收性能等，保持微波消解仪的正常工作。

4.5 校准项目

校准项目为温度示值误差、温度均匀度、温度波动度、温度最大过冲量。

4.6 校准方法

温度测量点数量不少于 4 个，如图 1 所示，也可根据客户需求或消解仪内部消解罐的数量适当增加测量点。测量点的位置应均匀分布于微波消解仪内的转盘上。

温度标准器探头朝下放入消解罐中，应确保标准器温度探头浸没于消解介质中。

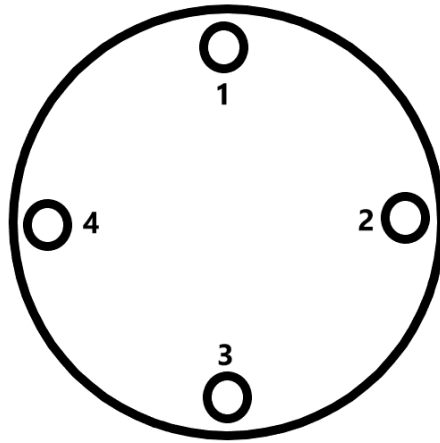


图 1 测量点布点示意图

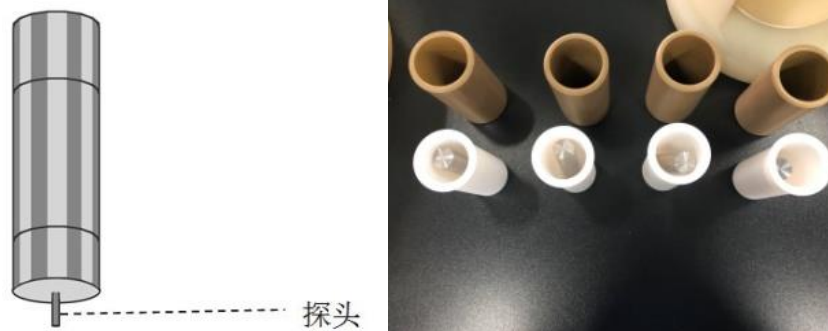


图 2 温度记录器放置示意图

4.7 校准程序设置

微波消解仪在不同行业、消解不同样品时加热和控制程序千差万别，通过了解和分析相关标准及规定，如 HJ680-2013 土壤和沉积物 汞、砷、硒、铋、锑的测定 微波消解原子荧光法、GB5009.268-2016 食品中多元素测定、HJ 678-2013、HJ700-2014 水质 65 种元素的测定、HJ803-2016 土壤和沉积物 12 种金属元素的测定等国家和行业标准，温度范围一般在 (80~180) °C，控制时间一般为 (5~30) min。为保证规范的可操作性和适用性，校准时采用标准控制程序，程序中给出了控制温度和持续时间，以达到校准过程中的一致性和有效性。

表 3 为微波消解仪校准时标准控制程序，也可按照用户需求设定控制程序进行校准。

表 3 微波消解仪控制标准程序

步骤	设定温度	持续时间
1	80℃	10 min
2	100℃	10 min
3	150℃	10 min
4	180℃	10 min

4.8 数据采样选择

微波消解仪升温过程中，温度达到设定值后经过一段时间趋于稳定，通常情况下在进入设定温度 1min~3min 可达到稳定的状态。校准过程中选择微波消解仪温度达到设定温度 3min 后的数据作为稳定状态的开始阶段。稳定阶段温度记录器记录不少于 30 组数据。设定温度记录器采样时间间隔为 10s，稳定后采样时间不少于 5min。校准工作可在设定标准控制程序中持续时间 10 分钟内完成。

4.9 校准结束

微波消解仪校准程序运行完成后，应等待消解仪显示温度低于 80℃后方可选择停止运行。取出消解罐，冷却到室温后缓慢打开消解罐上盖，取出温度标准器，将标准器和消解罐清洗并擦拭干净。操作过程应予以注意，保证安全。

4.10 数据处理

按照校准项目分别进行。包括温度示值误差、温度均匀度、温度波动度、温度最大过冲量。

4.11 复校时间间隔

复校时间间隔为 1 年，如更换或维修关键部件等应重新校准。

4.11 附录

附录给出了数据记录格式和证书参考内容。因消解仪记录数据量较多，推荐原始数据为电子文档保存。

不确定度的评定给出了温度示值误差的评定示例，供参考使用。

5 规范与国内外标准的比较说明

《GB/T 26814-2011 微波消解装置》、《GB 4706.21-2008 家用和类似用途电器的安全 微波炉，包括组合型微波炉的特殊要求》给出了微波消解仪的基本要

求，按照温度范围有对应温度点和温度准确度。《HJ 678-2013 水质 金属总量的消解 微波消解法》、《HJ 680-2013 土壤和沉积物 汞、砷、硒、铋、锑的测定 微波消解/原子荧光法》等给出了微波的试验要求，主要为温度控制、升温 and 温度保持时间等。综合来看，对于微波消解仪温度参数的校准，没有对应的内容。本规范的制定，可以为相关设备温度参数的校准提供参考和依据，为微波消解仪温度控制的溯源提供技术基础。