

微波消解技术在环境化学分析中的应用研究

马培玲

河北正达环保技术服务有限公司 河北 石家庄 050000

摘要: 随着科技水平的提升,越来越多的先进技术被应用于环境化学分析之中,其中微波消解技术是一个重要的组成部分,其具有检测分析速度快、结果准确、仪器设备发展成熟等优势。因此,对微波消解技术在环境化学分析中的应用进行研究,具有重要的理论和实际意义。本文以微波消解技术在环境化学分析中的应用作为主题,在对相关概念进行概述的基础上,深入剖析了微波消解技术在环境化学分析中的应用原理及具体的应用方法,并以土壤中重金属化学分析为例,介绍了使用该方法的具体步骤。

关键词: 微波消解技术;环境化学分析;重金属;微波消解仪

前言

随着人口密度的增加和人类生产活动的逐渐复杂化,生态环境保护方面面临的风险和挑战愈加艰巨,选择运用合适的技术,如何最大程度提升环境化学分析的质量效率,已经成为迫切需求解决的技术难题。其中运用微波消解技术,是当前环境化学分析领域的一种有力手段。

本文按照理论联系实际的研究方法,通篇贯彻问题导向,按照“是什么,为什么,怎么办”的顺序,在简要介绍相关概念的基础上,对微波消解技术在环境化学分析中的应用原理、应用方法进行了重点分析,在此基础上以土壤中重金属分析为例进行了案例分析。

1 微波消解技术概述

1.1 微波消解技术的定义

由二十世纪三十年代微波电子管的出现开始了微波技术的发展,直到现在微波消解技术已经广泛应用于分析化学领域。对比传统的加热方式,微波能量传递方式显得快捷又清洁,因此在土壤、固废和废水COD的测定等方面深受各个环境检测的实验室青睐。

1.2 微波消解技术的优点

与传统的技术相比,微波消解技术兴起的时间并不是很久远,但因为具备如下的优点而得到了快速发展。

一是可以做为操作简捷的预处理手段,配合原子吸收光谱等分析仪器使用。二是具有污染小以及损失少的特点,从而利用率较高,对环境损害小;三是易于实现自动监控,能够起到事半功倍的作用;四是应用广泛,不仅涉猎环境分析化学领域,还广泛应用于冶金学、物理、生物学、社会学、医学等领域的分析;五是适用程度较高,尤其是在易挥发元素的分析检测中更具有优势^[1]。

1.3 微波消解技术的缺点

微波消解法的缺点主要表现在样品量有限制,仪器经济成本过高、操作使用人员专业性要求高、仪器维护保养难度大、仪器设备更新快、测量误差受主观影响大、仪器设备难以移动机动性差等方面^[2]。当然,这些缺点基本上属于从属性质的,只要不超过必要限度,与优点相比,使用者还是热衷于使用该方法。

2 微波消解技术在环境化学分析中的应用原理分析

综合微波消解支撑理论及应用实践情况,在环境化学分析中应用微波消解技术的应用原理主要有以下几个方面。

2.1 微波原理

电磁场和微波技术是电子工程和物理学领域中的重要概念。以下是一些相关知识:

电磁场: 电磁场是由电荷和电流所产生的电场和磁场的相互作用而形成的。电磁场是许多电子设备的基础,包括无线通信、雷达、电视、电脑等。

微波: 微波是电磁辐射的一种形式,具有高频率和短波长。它们通常被定义为波长在1毫米到1米之间的电磁波。微波技术在通信、雷达、医疗、食品加工、材料加工等领域得到广泛应用。

电磁辐射: 电磁辐射是指电磁场在空间中传播的能量,可以分为非电离辐射和电离辐射。非电离辐射是指能量较低的电磁辐射,如可见光、红外线和微波。电离辐射是指能量更高的辐射,如X射线和 γ 射线^[3]。

反射、折射和散射: 当电磁波遇到介质界面时,会发生反射、折射和散射。反射是电磁波在界面上反弹的过程,折射是电磁波通过介质界面时改变传播方向的过程,散射是电磁波在物体表面或介质中分散的过程。

天线: 天线是用于发送和接收电磁波的装置。天线的设计和选择对于无线通信系统的性能至关重要,因为

它们决定了天线的增益、方向性、频率响应等参数。

以上是一些与电磁场和微波技术相关的知识,这些知识在电子工程、通信工程和物理学等领域中都有广泛的应用。

2.2 微波消解仪的原理

微波消解仪主要由磁控管、波导管、微波炉腔、负载盘、自动监控系统、排风系统、安全防护门、微波消解罐和温压控制罐等部分组成^[4]。微波消解技术具有省时、省酸、安全、污染小以及损失少、空白值低、易实现自动监控等独特优点,已经广泛应用于食品、环境样品、人体及动物样品、农产品、中草药样品、纺织品、合金、化妆品以及矿物质样品中的重金属元素的分析,尤其是在易挥发元素的分析检测中更具有优势^[5]。能够与之配合使用的分析仪器也很广泛,它可适用于原子吸收光谱(AAS)、原子发射光谱(ICP-AES)、原子荧光(AFS)、等离子体质谱(ICP-MS)等仪器分析方法的样品前处理^[6]。

传统消解仪器即使内配尾气吸收装置,也很难避免消化中尾气泄漏而产生刺激气体的气味。以GDANA A8微波消解仪(广州格丹纳仪器有限公司,全自动石墨型)为例,其拥有超压自密闭智能控压技术,正常工作状态下消解罐完全密闭无泄露,超压状态下自动安全泄压,释放多余反应气体(CO₂和NO_x)后瞬间密闭,保证后续实验顺利进行。

2.3 MDS微波消解仪介绍

本文使用MDS微波消解仪(上海新仪微波/SINEO),其具有的特点如下。

工业级稳固反应耐腐蚀炉腔:腔体内外多层进口PFA防腐涂层;超安全炉门,自锁式结构,保证运行安全;双磁控管连续微波发射技术,顶部微波发射,保证消解罐温度均匀一致,样品消解更彻底;大功率高效排风系统,及时排除酸雾,避免设备内部腐蚀,持续低强度冷却,延长使用寿命;液晶显示智能软件系统,7英寸超大触摸彩屏控制器,大容量内置方法库,可任意编辑、修改和存储多种消解程序,方法调用更方便;外设急停按钮按键,确保当意外发生时,能迅速及时有效地切断电源,保证操作人员的安全;多种通量的消解罐转盘组合,可适配常规需求的12罐、20罐、24罐、40罐高通量转盘,满足不同的应用需求;全罐温度监控系统,采用先进的非接触式中红外测温技术,监控所有消解罐内部温度,测温真实一致,使消解一目了然。

3 微波消解技术在环境化学分析中的应用方法分析

在第2章中对应用原理进行分析的基础上,下面论述

具体的应用方法。

3.1 微波消解技术在生物样品检测中的应用方法

本文所说的生物化学及样品的检测,不是狭义的而是广义的,多个工业领域都会涉及,例如食品工业与环境是须臾不可分离的。微波消解是目前生物样品检测中广泛使用的一种重要而有效的前处理方法,微波消解仪可针对食品中的一些微量金属元素进行检测,其中包括Fe、Mn、Hg、Cr、Ca等。在针对这些元素进行检测的时候,比较适合的方法包括AAS、AFS、ICP-AES等。

同时,对比进口和国产微波消解仪各方面,发现部分国产设备在性能和质量上并不输给进口的。比如国产品牌GDANA A8微波消解仪(广州格丹纳仪器有限公司,全自动石墨型),其微波消解仪具备优异的耐高压特点,对于一些难消化的物质(如乳粉和油)也能消解完全,而且耗材也便宜。

此外,微波消解技术既能实现快速的加热、冷却又能保证微波的单一性和均匀性,当遇到到紧急检测的情况下有望成为样品前处理过程中不可或缺的“利器”。

3.2 微波消解技术在环境化学分析中的应用方法

3.2.1 材料及设备的准备

材料及设备的准备是决定化学分析能否成功的关键一步。最核心的设备是使用微波消解仪,一般使用的是符合GB/T 26814—2011的要求及相关行业标准的设备,水质不低于GB/T 6682—2008规定的二级水,用于前处理所有步骤都不能使用自来水。

3.2.2 消解分析方法

在正式消解之前先加入1000毫升的超纯水,称取约80克氢氧化钠,搅拌溶解后倒入消解管中,浸泡20分钟,将浸泡溶液倒掉;换一次性橡胶手套将消解管取出并放进物证袋中,加入500毫升超纯水,进行摇晃洗管,充分摇晃后将超纯水倒掉,重复上一步骤两次;取其中一根清洗后的消解管加满超纯水,把管内超纯水倒入到下一根消解管中,依次进行,最后留取空白样。

3.2.3 消解分析步骤

检查消解罐的型号,出品单位有无附着物,消解管是否变形等;向装有待测物质的每个塑料试管中加入7或者8毫升浓硝酸(优等纯,河南新乡昊龙化工有限公司出品),再将每一塑料试管里的检材按顺序依次倒入每个消解管中,记录每个消解管对应的脏器类型和量;盖好消解管的密封盖,装好套筒,然后将消解罐安装到旋转架上;安装完毕,检查每个消解罐是否固定好;将装有消解罐的旋转架放入仪器后开启程序,运行仪器。

3.2.4 设备维护方法

消解完成后,将消解罐放在通风橱里,并用专用扳手依次将每个消解管的固定旋钮扭松,排出酸气;待消解管里面的酸气排尽后,取出消解管并按顺序依次放在试管架上,向每个消解管中添加适量的超纯水进行稀释。

3.3 微波消解技术在土壤重金属检测中的应用步骤分析

以土壤重金属检测分析为例,微波消解技术的应用步骤如下。

步骤1:于分析天平称取样品0.2克(精确到0.001克);

步骤2:加入少量水润湿样品,加入6毫升硝酸、3毫升盐酸和2毫升氢氟酸(优等纯,鲁西化工股份有限公司出品)

步骤3:拧紧罐盖,套罐放入消解仪

步骤4:微波消解程序,样品消解;

步骤5:加入2毫升硝酸(优等纯,鲁西化工股份有限公司出品)、1毫升氢氟酸(优等纯,鲁西化工股份有限公司出品)、1毫升高氯酸(优等纯,鲁西化工股份有限公司出品),煮沸状态下加盖反应30min,重复操作,直至无黑色残渣;

步骤6:200摄氏度赶酸至白烟冒尽,液体呈粘稠状;

步骤7:用1%硝酸定容至25毫升,静置1小时后取上清液测试。

在使用微波消解法进行土壤样品处理时,注意事项如下。

微波启动后15分钟内不能关掉,微波停止后5分钟之内不得关机;不要空转仪器;必须保证红外温度传感器、转盘检测、反应罐计数传感器的窗口干燥清洁;严禁使用高氯酸、乙醇、甘油、高氯酸盐、二元醇、酮、烷烃;溶液量不小于5毫升,不大于10毫升;加样时不要使样品沾在容器壁上;如沾附,在加入试剂时冲洗到溶液内;加入试剂时,保证试剂顺着内衬壁缓缓流下,轻轻晃动内衬,使样品与试剂充分接触。

3.4 微波消解技术在固体废弃物消解中的应用步骤分析

第一步是称样。对于固态或可干化的半固态样品,称取0.1克~0.5克过筛样品;对于液态或无需干化的半固态样品,直接称取0.5克样品(含油固体废物应适当少

取)。置于微波消解罐中,用少量水润湿后加入9毫升浓硝酸、2毫升浓盐酸、3毫升氢氟酸及1毫升过氧化氢(优等纯,鲁西化工股份有限公司出品)。

第二步是消解。按照升温程序进行消解。微波消解后的样品需冷却至少15分钟后取出,将微波消解罐加入2毫升高氯酸,置于赶酸仪上加热至160摄氏度~180摄氏度,驱赶至白烟冒尽,且内容物呈黏稠状。

第三步是定容。取下消解罐稍冷,加入2毫升硝酸溶液,温热溶解残渣。冷却后转移到25毫升容量瓶中,用适量硝酸溶液淋洗消解罐,将淋洗液全部转移至25毫升容量瓶中,用硝酸溶液定容至标线,混匀,待测。

第四步是计算分析。对所有测量数据进行处理,得出最终结论。

结束语

本文在相关概念的基础上,重点分析了应用原理与应用方法,最后进行了设计案例分析。应该看到的是,实际应用过程中需要按照具体问题具体分析的原则,使用合适的应用步骤。下步研究重点是针对不同的应用场景,提出具体的设计策略,比如针对不同地区不同环境条件下微波消解技术的具体使用策略及注意事项,另外要注意仪器设备的更新换代与相关科研创新,尽量把最新的科技成果运用进来。综合来看,本文立意新颖、观点突出、研究方法正确,对于在实践中提升环境化学分析的质量效益,具有一定的指导意义。

参考文献

- [1]吴仕明.微波消解技术在环境化学分析中的应用探讨[J].皮革制作与环保科技,2023,4(07):180-182.
- [2]李楠,张延辉.微波消解技术在环境化学分析中的应用研究[J].科技创新与生产力,2023(01):55-57.
- [3]李娇丽,赵斌.微波消解溶样技术在冶金化学分析中的应用探究[J].冶金与材料,2019,39(04):38+40.
- [4]姚宏颖,段文博.微波消解技术在环境化学分析中的应用[J].皮革制作与环保科技,2022,3(07):93-95.
- [5]韩晋忠.微波消解溶样技术在冶金化学分析中的应用[J].世界有色金属,2020(23):5-6.
- [6]李媛媛,纪轶.微波消解技术在环境化学分析中的应用研究[J].中国资源综合利用,2020,38(10):74-76.