



中华人民共和国国家标准

GB/T 26814—2011

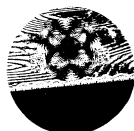
微波消解装置

Microwave digestion equipment

MACY 美析仪器
MACY INSTRUMENT
专业光度计系列生产厂家
HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686

2011-07-29 发布

2011-12-01 实施



中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会

发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国机械工业联合会提出。

本标准由全国工业过程测量和控制标准化技术委员会(SAC/TC 124)归口。

本标准起草单位:北京瑞利分析仪器有限公司、上海新仪微波化学科技有限公司、上海新拓分析仪器科技有限公司、上海屹尧微波化学技术有限公司、国家环境分析测试中心、甘肃出入境检验检疫综合技术中心。

本标准主要起草人:郭振库、王旭兵、王勤华、张和清、倪晨杰、黄业茹、周围。



微波消解装置

1 范围

本标准规定了实验室用微波消解装置的分类、要求、试验方法、检验规则和标志、包装、运输及贮存的要求。

本标准适用于实验室用微波消解装置(以下简称“装置”)。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 191—2008 包装储运图示标志

GB/T 2829—2002 周期检验计数抽样程序及表(适用于对过程稳定性的检验)

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

GB 4793.1—2007 测量、控制和实验室用电气设备的安全要求 第1部分:通用要求

GB 10436—1989 作业场所微波辐射卫生标准

GB/T 11606—2007 分析仪器环境试验方法

GB/T 13384—2008 机电产品包装通用技术条件

GB/T 16607—1996 微波炉在1 GHz以上的辐射干扰测量方法

3 分类

装置按消解容器的密闭性主要分为以下两类(见表1)。

表1 微波消解装置分类

分 类	根据控制方法的装置分类	不同控制方法装置的说明
非密闭常压微波消解装置	无温度控制型	通过不同微波功率和辐射时间控制装置的运行
	温度控制型	通过设置目标温度控制装置的运行
密闭加压微波消解装置	压力控制型	用具有安全保护措施密闭加压容器,通过设置目标压力控制装置的运行
	温度控制型	用具有安全保护措施密闭加压容器,通过设置目标温度控制装置的运行
	温-压双控型	用具有安全保护措施密闭加压容器,通过选择目标压力或温度控制装置的运行

4 要求

4.1 正常工作条件

装置在室内的下列条件下应能正常工作:

- a) 环境温度:5℃~40℃;
- b) 环境相对湿度:应不大于85%;
- c) 供电电源:具有良好接地,电压220V±22V,频率50Hz±1Hz;
- d) 室内应无腐蚀性及易燃易爆气体,应有良好的通风装置;
- e) 装置应放置于平稳的工作台上,装置不应受强光直射、强烈振动和电磁干扰;
- f) 装置周围应至少保留10cm空间,用于空气流通。

4.2 具有压力控制功能的装置

4.2.1 压力控制

在装置标称的压力范围内,装置运行过程中,当检测的压力在设定压力值上下波动时,装置控制功能在设置压力值的压力测量准确度内应及时通过显示响应。

4.2.2 压力测量准确度

根据装置的压力测量系统范围,分别按照下列表2测量点进行测量,并应满足表2的技术要求。

表2 压力测量点及其对应准确度

单位为兆帕

序号	压力范围	选择压力点	对应压力准确度
1	≤5.0	0.5	±0.1
		2.5	±0.1
		$P_{max}-0.5$	±0.2
2	≤10.0	0.5	±0.1
		4.5	±0.2
		$P_{max}-0.5$	±0.5
3	>10.0	0.5	±0.1
		8.5	±0.5
		$1/2(10+P_{max})$	±0.6
		$P_{max}-0.5$	±0.7

注: P_{max} ——装置标称最大压力测量值。

4.2.3 压力控制稳定性

设定压力值为0.5MPa~1.0MPa中任一数值,运行装置进入恒压状态,保持10min,装置显示的压力值应处于设定值的±0.1MPa范围内。

4.3 具有温度控制功能的装置

4.3.1 温度控制

在装置标称的温度范围内,装置运行过程中,当检测到的温度在设定的温度值有上下变动现象时,装置控制功能在设置温度值的温度测量准确度内应及时响应。

4.3.2 温度测量准确度

根据装置的温度测量系统范围,分别按照下列表3测量点进行测量,并应满足表3的技术要求。

表 3 温度测量点及其对应准确度

单位为摄氏度

序号	温度范围	选择温度点	对应温度准确度
1	≤ 100	50	± 2
		$T_{\max} - 10$	± 3
2	≤ 200	50	± 2
		100	± 3
		$T_{\max} - 10$	± 5
3	> 200	50	± 2
		100	± 3
		$1/2(200 + T_{\max})$	± 5
		$T_{\max} - 10$	± 7

注： P_{\max} ——装置标称最大压力测量值。

4.3.3 温度控制稳定性

在设定目标温度值为 $50\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、 $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、 $1/2(200 + T_{\max})\text{ }^{\circ}\text{C}$ 和 $(T_{\max} - 10)\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时，在恒温阶段的温度控制范围应为 $50\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、 $100\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 3\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、 $1/2(200 + T_{\max})\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 和 $(T_{\max} - 10)\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 7\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。运行装置进入恒温状态，保持 10 min，装置显示的温度值应处于设定值的要求范围内。

4.4 密闭加压消解容器

4.4.1 消解容器的耐压和耐热性能

以下两步检测中容器均应无破损、明显变形和泄漏。

- 在室温下，容器在标称最大压力值 1.2 倍下应能够保持 3 min；
- 向容器内注入约 1/3 容量的水，放入微波消解装置内加热，根据容器标称的最大压力值，用水加热到表 4 所要求的压力(温度)下，在恒压恒温状态的耐热压力测试应符合表 4 的技术要求。

表 4 容器耐热和耐压测量点及其要求

序号	标称压力范围 MPa	选择压力点(或温度点) MPa 或 $^{\circ}\text{C}$	恒压/恒温保持时间 min	次数
1	≤ 5.0	≈ 1.0 (或 ≈ 150)	90	3
2	≤ 10.0	≈ 1.5 (或 ≈ 200)	60	3
3	> 10.0	≈ 2.0 (或 ≈ 215)	30	3

4.4.2 消解容器的安全保护

在装置安全操作规定下，消解容器应具备容器内压力超载释放功能，在超过容器标称安全使用压力时，可有效释放容器内的压力，容器超载压力释放后，除安全保护部件外，容器其他部件应无破损，装置主机可以正常运行。

4.5 微波炉腔防腐蚀

微波炉腔经强酸腐蚀后,腔体防腐蚀涂层应无脱落或起泡现象。

4.6 安全

4.6.1 标志和文件

装置的警告标志和文件应符合 GB 4793.1—2007 第 5 章的有关要求。

4.6.2 防电击

4.6.2.1 接触电流

在正常条件下,装置外壳与地之间的接触电流应不大于 3.5 mA。

4.6.2.2 介电强度

电源输入端与可触及导电零部件之间施加频率为 50 Hz 或 60 Hz,试验电压为 1 500 V,历时 1 min 不应出现击穿或飞弧现象。

4.6.2.3 保护接地

装置的保护接地应符合 GB 4793.1—2007 中 6.5.1 的要求。

4.6.3 微波辐射泄漏

装置在满功率正常工作条件下,微波辐射泄漏功率应符合 GB 10436—1989 中 2.4 的要求,操作工位最大辐射强度不应大于 5 mW/cm^2 。

4.6.4 微波炉结构

微波炉的结构应符合 GB 4706.21—2008 第 22 项 102 部分的要求。

4.6.5 微波炉门联锁装置

微波炉门应符合下列要求:

- a) 开启微波炉门的操作至少应包括两个门联锁装置,其中至少有一个是门监控联锁装置;
- b) 两个门联锁装置中,至少应有一个联锁装置必须带有一个断开微波发生器或它的供电电路开关;
- c) 门联锁装置中至少应有一个是隐蔽的而且用手操作不到的。

4.7 电源电压变化对装置运行稳定性的影响

交流电压在 $220 \text{ V} \pm 22 \text{ V}$ 范围内变化,装置应正常运行。在测试期间装置不应因电压变化出现停机、死机或复位现象。如果运行中装置的压力或温度达到一个设定值时,装置的压力或温度显示值不应超出控制稳定性允许值的两倍。

4.8 装置外观

装置外观应符合下列要求:

- a) 装置主机外露部件和随机配套装置外露部件应平整,无锐棱、毛刺、锈蚀和破损现象;

- b) 装置所有喷漆、喷塑或电镀表面应无明显剥落、裂纹、露底、擦伤、起泡及污垢；
- c) 装置可拆部件应能无障碍地拆装；
- d) 装置的警告标志应符合 GB 4793.1—2007 中 5.2 的要求，应置于装置使用者易见部位；
- e) 装置铭牌和标志的文字、符号应端正清晰，并牢固可靠。

4.9 装置的成套性

装置成套标准按出厂必备要求配置，应达到装置正常最低工作需要的全套部件和消耗品要求。

4.10 运输、运输贮存

装置在运输包装状态下，应按 GB/T 11606—2007 中 2.4 试验项目中的交变湿热试验、低温贮存试验、高温贮存试验和跌落试验，其中高温 55℃、低温 -40℃，交变湿热：相对湿度 95%、温度 40℃。倾斜跌落高度 250 mm，试验后，包装箱不应有较大的变形和损坏。受试装置不应有变形松脱，喷、镀或涂层不应有剥落等机械损伤，经试验后的装置各项技术指标应符合本标准 4.2~4.9 的要求。

5 试验方法

5.1 试验条件

装置试验前的条件应符合下列要求：

- a) 装置在试验前应预热 10 min；
- b) 本标准试验均应在 4.1 所规定的工作条件下进行。

5.2 具有压力控制功能的装置

5.2.1 压力控制

5.2.1.1 试验工具

经计量检定合格并满足装置测量范围的压力计。

5.2.1.2 试验程序

将装置的压力测量系统与压力计连接，模拟装置运行。在装置标称压力测量范围的每兆帕区间内，编辑一个装置运行方法，设定压力值分别为 $(P_{\max} - 0.5)$ MPa，运行所编辑的方法，在装置运行过程中，分别调整压力计，使装置显示的检测压力值分别在所设定的每步对应压力数值上下变动，在压力测量准确度内，显示器的程序应及时响应。

5.2.2 压力测量准确度

5.2.2.1 试验工具

经计量检定合格并满足装置测量范围的压力计。

5.2.2.2 试验程序

将装置的压力测量系统与压力计连接，根据装置测量范围，分别选择表 2 的测试点进行试验。

向压力测量系统分别施加压力并达到平衡，观察装置测压系统显示的压力值与压力计压力值间的偏差，并记录对应的试验结果。重复该试验 3 次，取其平均值。

5.2.3 压力控制稳定性

5.2.3.1 试验试剂

纯净水(或去离子水)。

5.2.3.2 试验程序

在测压消解容器中加入约 1/3 体积的纯净水(或去离子水),将该消解容器接装置的压力测量系统。编辑压力控制模式下的装置运行方法(压力值设定为 0.5 MPa,压力恒定时间设定为 10 min),启动微波加热,运行该方法。在装置运行至设定压力值 1 min 后,观察并记录装置所显示的压力值偏离设定压力的最大值和最小值。

5.3 具有温度控制功能的装置

5.3.1 温度控制

5.3.1.1 试验试剂

在装置标称的温度范围内,不沸腾、不分解且无毒的试剂。

5.3.1.2 试验程序

准备玻璃容器,加入约 1/2 体积的试剂,用装置的控制温度测量探头探测玻璃容器中的温度。编辑温度控制模式下的装置运行方法,设置温度值分别为 50 °C、100 °C 和 $(T_{\max} - 10)$ °C,每个温度测量点的恒温时间 2 min,运行该方法。在装置运行至设定温度时,观察装置的运行状态,装置显示温度值高于或低于分别对应的温度设定值的准确内时,在温度控制准确度内,显示器的程序应及时响应。

5.3.2 温度测量准确度

5.3.2.1 试验试剂和工具

在装置标称的温度范围内,不沸腾、不分解且无毒的试剂。

计量检定合格且满足装置测量范围的温度计。

5.3.2.2 试验程序

准备 200 mL 的玻璃烧杯,加入约 1/2 体积的试剂,放入具有温度测量系统的待测装置内,用装置的温度测量系统和温度计同时测量玻璃烧杯中的试剂。编辑温度控制模式下的装置运行方法,设置温度值分别为 50 °C,100 °C,200 °C,每个温度测量点的恒温时间为 2 min,运行该方法。在装置运行至设定温度值 1 min 后,观察装置测温系统显示的温度值与温度计温度值间的偏差,并记录对应的试验结果。重复该试验 3 次,取其平均值。

5.3.3 温度控制稳定性

5.3.3.1 试验试剂

在 220 °C 以内的温度范围内,不沸腾、不分解且无毒的试剂。

5.3.3.2 试验程序

准备玻璃容器,加入约 1/2 体积的试剂,放入待测的装置内,用装置的温度测量系统测量玻璃烧杯

中的试剂。编辑温度控制模式下的装置运行方法,设置温度分别为 50℃、100℃、 $1/2(200+T_{\max})$ ℃和 $(T_{\max}-10)$ ℃,每个温度测量点的恒温时间为 10 min,运行该方法。在装置运行至设定温度值 1 min 后,观察并记录在温度处于恒温期内,装置所显示的温度值偏离设定温度的最高值和最低值。

5.4 密闭加压消解容器

5.4.1 常温下耐压性能

5.4.1.1 试验试剂和工具

液体介质,计量检定合格的压力计。

5.4.1.2 试验程序

室温下将容器内装满液体介质,然后与压力计相连,确保每个连接处密闭良好,加压力到容器标称的 1.2 倍后保持 3 min,泄压后检查容器。

5.4.2 高温下容器耐压性能

5.4.2.1 试验试剂

纯净水(或去离子水)。

5.4.2.2 试验程序

在需要检测的每个消解容器中注入约 1/3 体积的纯净水(或去离子水)后放入装置内,将容器连接压力或温度测量系统。编辑一个运行方法,根据容器的标称压力,按照表 4 设置压力或温度值,恒压或恒温时间,对容器内的纯净水进行微波加热。运行中观察装置的压力显示值或温度显示值在上升中无下降,并在压力或温度设定值上下波动,运行结束和容器泄压后检查容器各部件。

5.4.3 密闭加压容器的安全保护

5.4.3.1 试验试剂

微波加热中安全、无毒且无腐蚀的试剂。

5.4.3.2 试验程序

在需要检测的每个消解容器中注入约 1/3 体积试剂后放入装置内,编辑容器安全保护部件起作用(超过最高安全使用压力时)的装置运行方法。运行该方法对容器内的试剂进行加热,直到容器的安全保护部件发挥作用现象出现,然后停止装置运行,观察此安全部件破坏后的结果,除安全部件被破坏外,确认装置和容器应没有损坏或破裂。

5.5 微波炉腔防腐蚀性能

5.5.1 试验试剂

浓硝酸、浓硫酸、双氧水、高氯酸、浓盐酸和氢氟酸。

5.5.2 试验程序

取两个经防腐蚀涂层处理和清洁后的微波炉腔,在其中的一个内部底板上和另一个内部顶板,分别选择六个不同的点位(包括腔角),分别滴 3 滴浓硝酸、浓硫酸、双氧水、高氯酸、浓盐酸和氢氟酸,静止保

持 24 h 后,观察受强酸腐蚀的炉腔底板防腐蚀涂层,应无脱落或起泡现象出现。

5.6 安全

5.6.1 标志和文件

目视检查。

5.6.2 防电击要求

5.6.2.1 接触电流

5.6.2.1.1 试验工具

泄漏电流测量仪。

5.6.2.1.2 试验程序

将装置置于绝缘工作台上,将泄漏电流测量仪的专用电源输出线接于装置金属外壳与电源火线之间,调节电压输出为 1.06 倍的额定电压,开启耐压泄漏电流测试仪的电源开关,测量泄漏电流值。

5.6.2.2 介电强度

5.6.2.2.1 试验工具

耐电压测试仪。

5.6.2.2.2 试验程序

装置电源插头不接入电网,将耐电压测试仪的高压输出线分别接装置电源插头的火线或零线,低电位输出线(黑色)接装置电源插头的保护接地端。打开装置电源开关,然后打开耐电压测试仪将电压逐渐加大到 1 500 V,保持 1 min,装置各部分应无击穿或飞弧现象。

5.6.2.3 保护接地

应按 GB 4793.1—2007 中 6.5.1.3 规定方法进行。

5.6.3 微波辐射泄漏要求

5.6.3.1 试验试剂及工具

水、1 000 mL 玻璃烧杯或氟塑料杯、1 GHz 以上微波漏能测试仪。

5.6.3.2 试验程序

在装置内放入盛装约 800 mL 水的玻璃烧杯(或氟塑料杯),设置装置的运行时间为 3 min,微波辐射功率 100%,运行装置。在装置运行中,在距离微波消解装置外壳表面 6 cm 的任何点(特别是炉门、微波辐射部件附近和排风口周围)测量,测量方法按照 GB/T 16607—1996 中“6 测量方法 I”的规定进行,并对结果详细记录。

5.6.4 微波炉结构

通过目视检查。

5.6.5 微波炉门联锁装置

通过目视检查。

5.7 外电压变化对装置运行稳定性的影响

5.7.1 试验工具

调压变压器。

5.7.2 试验程序

向 1 000 mL 玻璃烧杯中注入约 500 mL 水后,放入装置内。编辑一个装置运行方法,总时间设定为 10 min~15 min。运行装置,改变输入电压,依次调整电源电压使之在 198 V 和 242 V 的条件下保持数分钟,观察装置运行状态。

5.8 装置外观

通过目视检查。

5.9 装置的成套性

通过目视检查。

5.10 运输、运输贮存

装置在运输包装状态下,按 GB/T 11606—2007 中第 8 章、第 15 章、第 16 章、第 17 章的方法进行。

6 检验规则

6.1 检验分类

装置的检验分为出厂检验和型式检验。

6.2 出厂检验

装置出厂检验应符合下列要求:

- a) 每台装置应经检验合格,并附有装置合格证方可出厂;
- b) 出厂检验应按 4.2,4.3,4.6,4.8 和 4.9 的要求进行。

6.3 型式检验

6.3.1 装置在下列情况之一时,应按 4.2~4.10 的要求进行型式检验。

- a) 新装置和老装置转厂生产试制定型鉴定;
- b) 正式生产后,如结构、材料、工艺有较大改变,可能影响装置性能时;
- c) 正常生产时,积累 500 台产量后,应进行一次型式检验;
- d) 装置长期停产,恢复生产时;
- e) 出厂检验结果与上次型式检验有较大差异时。

6.3.2 型式检验的样品应从出厂检验合格的产品中随机抽取。

6.3.3 型式检验应按 GB/T 2829—2002 的规定进行,采用一次抽样,装置的检验项目,不合格质量水平(RQL),判别水平(DL)按表 5 规定进行。批质量以每百单位产品的不合格数表示。

表 5 型式检验

序号	不合格分类	检验项目及对应章条			不合格质量水平 (RQL)	判别水平 (DL)	抽样方案	
		项 目	要求章条	试验方法章条			样品量 (n)	判定数组 (Ac, Re)
1	A	消解容器的安全保护	4.4.2	5.4.3	30	I	3	(0,1)
2		微波炉腔防腐	4.5	5.5				
3		接触电流	4.6.2.1	5.6.2.1				
4		介电强度	4.6.2.2	5.6.2.2				
5		保护接地	4.6.2.3	5.6.2.3				
6		微波辐射泄漏	4.6.3	5.6.3				
7		微波炉门联锁装置	4.6.5	5.6.5				
8	B	压力控制	4.2.1	5.2.1	65	I	3	(1,2)
9		压力测量准确度	4.2.2	5.2.2				
10		压力控制稳定性	4.2.3	5.2.3				
11		温度控制	4.3.1	5.3.1				
12		温度测量准确度	4.3.2	5.3.2				
13		温度控制稳定性	4.3.3	5.3.3				
14		消解容器的耐压和耐热性能	4.4.1	5.4.1 5.4.2				
15		标志和文件	4.6.1	5.6.1				
16		微波炉结构	4.6.4	5.6.4				
17		电源电压变化对装置运行稳定性的影响	4.7	5.7				
18	运输、运输贮存	4.10	5.10					
19	C	装置外观	4.8	5.8	100			(2,3)
20		装置的成套性	4.9	5.9				

6.3.4 若型式检验不合格,应分析原因找出问题并落实措施,对装置产品改进后,重新进行型式检验。若再次型式检验不合格,则应停产整顿,装置停止出厂,待问题解决,型式检验合格后方可恢复出厂检验。

6.3.5 型式检验合格,经出厂检验合格方可作为合格品出厂或入库。若入库超过 12 个月再出厂,则应重新进行出厂检验。

7 标志、包装、运输及贮存

7.1 标志

7.1.1 装置的标志

装置应粘贴产品标志牌,标志牌应包括下列内容:

- a) 制造厂名称、地址；
- b) 装置型号；
- c) 装置名称；
- d) 装置商标；
- e) 制造日期及编号；
- f) 供电电压、电流及频率；
- g) 微波功率及频率；
- h) 其他必要的标志。

7.1.2 包装箱的标志

装置包装箱应在明显位置标志如下标记：

- a) 制造厂名称及地址；
- b) 装置型号、名称、商标；
- c) 体积：长×宽×高，单位为毫米(mm)；毛重和净重，单位为千克(kg)；
- d) 出厂编号、包装箱序号、数量及出厂日期；
- e) 包装储运图示标志：“易碎物品”、“向上”、“怕雨”等应符合 GB/T 191—2008 规定；
- f) 发货、收货单位名称及地址。

7.2 包装

7.2.1 装置包装

装置包装应执行 GB/T 13384—2008。

7.2.2 随机文件

装置包装箱应有下列文件：

- a) 装箱单；
- b) 合格证；
- c) 使用说明书(关于安全的要求应符合 GB 4793.1—2007 第 5 章有关规定)；为了密闭微波消解装置的使用安全，应在说明书内包含腐蚀性、易燃易爆性或化学反应不稳定性试剂与可能的样品产生剧烈化学反应或其他需要注意安全事项的内容；
- d) 备件清单等。

7.3 运输

装置在包装完整的情况下，可用一般交通工具运输。运输过程中应按印刷的运输标志要求进行运输作业，防止雨淋、翻倒、曝晒及剧烈地冲击。

7.4 贮存

装置在包装状态下，贮存的环境温度 0℃~40℃、相对湿度不应大于 85%、且空气中不应含有酸、碱及腐蚀性气体。