

# 微波技术在环境试样处理中的应用

尹卫萍, 陈素兰

(江苏省环境监测中心, 江苏 南京 210029)

**摘要:** 综述了微波技术在样品消解、干燥以及溶剂萃取和解吸、生色反应、形态分析、微波雾化等方面的应用。比较了微波技术优于传统预处理技术之处。经分析认为该技术具有广阔的推广和应用前景。

**关键词:** 微波技术; 预处理; 环境样品

中图分类号: X 132 文献标识码: A 文章编号: 1006-2009(2001)02-0022-02

## Application of Microwave Techniques in Environmental Samples' Treatment

YING Wei-ping, CHEN Su-lan

(Jiangsu Provincial Environmental Monitoring Center, Nanjing, Jiangsu 210029, China)

**Abstract:** Microwave techniques applied in sample digestion, drying, solvent extraction and desorption, chromogenic reaction, specificity analysis and microwave atomization were summarized. The improvement of microwave techniques compared with traditional treatment methods was introduced. It can be believed that there had wide application fields of chemical analysis for these techniques.

**Key words:** Environmental samples; Pre-treatment; Microwave techniques

微波技术在处理环境样品中具有快速、简便、热效率高、可自动化的特点。现就微波技术在环境样品消解、样品干燥、溶剂萃取和解吸、生色反应、形态分析和溶液雾化中的应用作一介绍。

### 1 用于常规分析的样品预处理

自 1975 年 Abu-Samra<sup>[1]</sup>报道了微波技术对生物样品的湿法消解后,微波消解用于元素分析得到了迅速发展,这一技术现已被作为常规的、十分有用的样品处理方法。Jardim<sup>[2]</sup>开辟了利用微波能加热消解法取代常规回流法测定化学需氧量的新途径,测定结果和经典法基本一致。史庭安等<sup>[3]</sup>采用微波消解大气颗粒物试样,ICP 光谱法测定铍和铅,测定加标回收率为 96%~105%,表明在密闭条件下微波消解,铍和铅没有挥发损失。经过几年的发展,聚焦微波系统、低进样量微波消解系统、形态分析用微波消解系统、连续流动微波消解已走在该领域的前列。Matusiewicz<sup>[4]</sup>研制了一种聚焦微波加热包,它可和微波源做成一体。低进样量微波消解系统的进样量 < 0.1 g,可满足低进样量分析要求,在微波萃取中,可维持萃取液中的浓度,避免了因稀释而降低灵敏度,提高样品的处理量,减少挥发性物质的损失。连

续流动微波消解可联机或脱机使用。Beary<sup>[5]</sup>使用连续流动微波消解和 ICP-MS 测定环境样品中的铅,系统使用简单且空白值小,可直接导入未处理的样品,得到很好的分析精度,可靠性强。有人将微波消解系统和连续流动注射仪相连快速测定废水中的总氮,结果和标准方法没有明显的差异,而且消解时间(15 s)显著缩短。在线样品消解为分析过程实现自动化提供了可能。

微波干燥可快速简单去除样品中挥发性物质。水是样品中需要除去的最主要的可挥发性物质<sup>[6]</sup>,测定水样中的悬浮物和总固体物以及固体样品中的水分,可通过微波真空技术使水分在较低温度下除去,可防止样品分解或挥发性有机物的损失,样品被氧化的可能性也降至最低。微波真空技术也已用于食品、木材、棉花和海底物质的干燥。

### 2 溶剂萃取、解吸

传统的索氏提取和溶剂萃取已得到广泛的应

收稿日期:2000-10-16; 修订日期:2001-03-10

第一作者简介:尹卫萍(1967-),女,江苏张家港人,工程师,学士,已发表论文 4 篇,现从事分析仪器管理工作。

用,但索氏提取流程长(12 h~24 h),有机溶剂耗量大(几百毫升)。1986 年, Ganzler K 等<sup>[7]</sup>报道了一种新方法—微波萃取法,萃取时间  $t < 30$  min,萃取溶剂量  $< 50$  mL,且可实现多份试样同时处理;对热不稳定的物质,避免了长时间高温引起的分解,有助于被萃取物质从样品基体上解吸出来。该报道还就微波萃取法的回收率与索氏提取法的回收率进行了比较,结果表明微波萃取法能够达到或超过索氏提取法的回收率,而且微波萃取法重现性好,标准偏差明显低于索氏提取法。微波萃取主要用于固体样品,而 Onuska 和 Terry<sup>[8]</sup>成功的采用微波萃取水样中的多氯联苯。利用微波膜固相萃取测定水样中的酚类物质,结果精确,重现性好。

### 3 生色反应

近年来,人们越来越注意用微波进行样品在线预处理。一般在线连续流动注射(FIA),因为反应速度太慢,很难使贵金属离子和生色试剂发生生色反应。经微波辐射后,加快了反应速度,开辟了 FIA 测定贵金属的领域。微波 FIA 测定的元素有 Pt、Pd 和 Rh,其中测定 Rh 的检测限可达 0.05 mg/L。

### 4 形态分析

近 10 年,元素的形态分析引起了越来越多的重视。应用微波消解—HPLC 处理、ICP—MS 可测定 4 种形态的砷。用微波加热将 Se(VI)在线预还原成 Se(IV),然后用氢化物发生原子吸收法,可选择性的测定 Se(IV)和 Se(VI)。最近,Olivas 和 Donard<sup>[9]</sup>介绍了一组用微波还原 Se(VI)成 Se(IV),然后用 ICP—MS 测定无机硒的不同形态。微波消解和 HPLC 或 GC 的联用已在无机或有机硒的形态分析中得到应用。

### 5 微波雾化

原子光谱分析中,样品导入方法已从传统的气动雾化发展到热喷雾(TSP)。TSP 雾化器加热,如果液滴中含有相对较大数量的被分析物,或者温度控制不很精确,被分析样品将沉积在管壁,分析含盐量高的样品和分析悬浊液很困难。用微波辐射加热毛细管,整个液体管路以相同的速率被加热,可减少分析物的沉积,溶剂蒸气和留下的液体也能很好的混合,产生的气溶胶小滴的直径更小。微波

雾化器(MWTN)的毛细管直径可达 1 mm,可在较低的液压下工作。最近, Bordera<sup>[10]</sup>报道了用微波辐射作热源的热控气动雾化器,又有人报道了一种毛细管较粗(1.0 mm 内径, 8 mm 外径),出口较细(内径 0.12 mm)的石英毛细管作 MWTN,应用微波共振腔加热毛细管。使用微波共振腔比使用微波炉能量更集中,雾化液体的微波能只要 80 W。结果显示可产生相当好的气溶胶。

### 6 结论

在一定条件下,使用微波辐射,可加快样品矿化的速度(消解)和化学反应(生色反应),以及加热水的速率(测定水分,雾化),缩短分析物在两相中的平衡时间(萃取),这一技术在样品处理和流动进样分析方面具有较好的前景。

#### [参考文献]

- [1] Abu-Samra A, Morris J S and Koityohann S R. Wet ashing of some biological sample in a microwave oven[J]. Anal chem, 1975, 47: 1475~1477.
- [2] Wilson F, Jardim. Chemical Oxygen Demand(COD) using microwave digestion[J]. Water Res, 1989, 23(8): 1069.
- [3] 史庭安,陈蓉玉. 微波密闭消解感耦等离子光谱法测定大气颗粒物中铍和铅[J]. 化学世界, 1996, (2): 95.
- [4] Matusiewicz H. Development of a high pressure/temperature focused microwave heated teflon bomb for sample preparation[J]. Anal chem, 1994, 66: 751~755.
- [5] Ellyn S, Beary, Paul J. Paulsen, Lois B. Jassie. Determination of Environmental Lead Using Continuous-Flow Microwave Digestion Isotope Dilution Inductively coupled plasma Mass Spectrometry[J]. Anal Chem, 1997, 69: 758~766.
- [6] Smith F E. Microwave-assisted sample preparation in analytical chemistry[J]. Talanta, 1996, 43: 1207~1268.
- [7] Ganzler K, Salgo A and Valko K. Microwave extraction, A novel sample preparation method for chromatography[J]. J Chromatogr, 1986, 371: 299~306.
- [8] Onuska F I, Terry K A. Microwave extraction in analytical chemistry of pollutants[J]. J High Resol Chromatogr, 1995, 18: 417.
- [9] Olivas R M, Donard O F X. Microwave assisted reduction of Se(VI) to Se(IV) and determination by HG/FI-ICP/MS for inorganic selenium speciation[J]. Talanta, 1998, 45: 1023.
- [10] Luis Bordera, Jose L, Todoli, Juan Mora A microwave-Powered Thermospray Nebulizer for Liquid Sample Introduction in Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry[J]. Anal Chem, 1997, 69: 3578~3586.

本刊责任编辑 聂明浩