

Микроволновая пробоподготовка – фундамент современных методов химического анализа

А. В. Ващун¹

УДК 543.054

Описан микроволновый метод разложения проб: перечислены основные задачи, принципы, области применения и преимущества по сравнению с другими способами. Рассмотрена микроволновая система пробоподготовки PreeKem U2, отмечены особенности ее работы с широким спектром образцов, представлена схема процесса разложения, приведен конкретный пример определения ртути в пищевых продуктах, подчеркнута высокая степень автоматизации и безопасность при эксплуатации.

Ключевые слова: микроволновое разложение проб, химический анализ, пробоподготовка, минерализация проб, примеси

Разложение проб – первый и очень важный этап химического анализа, который обеспечивает переход твердых или сложных материалов в однородный раствор для дальнейшего исследования. Этот процесс решает несколько ключевых задач, напрямую влияющих на достоверность результатов. Разложение определяет точность анализа. Неполная минерализация приводит к систематическим ошибкам, а современные методы, такие как микроволновое разложение, стандартизируют процесс, повышая воспроизводимость. Это особенно важно для атомно-абсорбционной спектроскопии (ААС), масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой (ИСП МС) и других методов, для которых требуются жидкие пробы.

Основные задачи разложения проб

Разложение направлено на эффективное разрушение матрицы с сохранением аналитически значимых элементов. Разрушение матрицы приводит к минерализации органических веществ или деструкции кристаллической решетки неорганических материалов. Сохранение аналитически значимых элементов достигается путем предотвращения

улетучивания или разложения компонентов при нагревании. Мешающие примеси удаляются благодаря окислению органических веществ и разрушению комплексных соединений. Следующий этап состоит в подготовке к определенному методу анализа: получение растворов с нужной кислотностью, окислительно-восстановительными свойствами или концентрацией.

Правильное разложение минимизирует систематические ошибки, такие как неполная минерализация или потери элементов.

Методы кислотного разложения

Кислотное разложение – наиболее распространенный подход, использующий сильные минеральные кислоты и их смеси для полной минерализации проб разного состава.

Соляная кислота (HCl): разлагает карбонаты, фосфаты и гидроксиды.

Азотная кислота (HNO₃): универсальный окислитель для органики, сульфидов и металлических порошков.

Серная кислота (H₂SO₄): дегидратирующий и концентрирующий агент, особенно для органических материалов.

Фтороводородная кислота (HF): разрушает силикаты и минералы, устойчивые к другим кислотам.

¹ «КР-Аналитика», Москва, РФ.

Смеси кислот: «царская водка» ($\text{HNO}_3 + \text{HCl}$), комбинации с HClO_4 или H_2SO_4 обеспечивают минерализацию сложных проб.

Работа с концентрированными кислотами, особенно HF и HClO_4 , требует строгого соблюдения техники безопасности из-за их токсичности и взрывоопасности.

Принципы микроволновой пробоподготовки

Микроволновая пробоподготовка использует энергию микроволнового излучения для быстрого разложения. Цель – получить однородный раствор без потерь элементов и примесей.

Метод основан на поглощении энергии дипольными молекулами (воды, кислот), что вызывает локальный нагрев, рост давления и ускорение реакций. В результате эффективно разрушается органическая матрица и растворяется неорганика.

Реагенты и химические среды при пробоподготовке

Выбирают кислоты высокой чистоты в зависимости от матрицы образца: HNO_3 – окислитель для биоматериалов, пищи, полимеров; HCl – растворяет металлы в смеси с HNO_3 – «царская водка»; HF – для силикатов, минералов, стекол; H_2SO_4 – для концентрированного окисления при высоких температурах. Комбинации кислот расширяют спектр их применения.

Области применения

Метод универсален для: экологических образцов (почвы, воды, аэрозоли и др.); биологических материалов (ткани, кровь, препараты и др.); промышленных проб (сплавы, руды, нефтепродукты и др.); пищевых продуктов (зерно, мясо, напитки и др.).

Преимущества микроволновой пробоподготовки

Этот метод превосходит традиционные по ключевым параметрам:

- **скорость:** минуты вместо часов или суток;
- **производительность:** автоматика минимизирует человеческий фактор;
- **безопасность:** закрытые системы предотвращают выброс паров, максимальная защита оператора;
- **универсальность:** для органики и неорганики;

- **чистота:** высокочистые реакторы снижают загрязнение.

Микроволновая пробоподготовка стала стандартом в современной аналитической химии, особенно в пищевой промышленности и экологии.

Микроволновая система пробоподготовки PreeKem U2

Это усовершенствованная система для микроволнового синтеза и разложения проб. Инновационная разработка позволяет безопасно и эффективно работать при температуре до $300\text{ }^\circ\text{C}$ и давлении до 200 бар при точном контроле этих параметров в процессе разложения. При этом очевидно расширяются возможности работы со сложными образцами, которые раньше были ограничены по температуре и давлению из-за традиционных сосудов.

PreeKem U2 – идеальное решение для трудноразлагаемых образцов, а также для автоматизации процессов в лаборатории. Это простая и удобная в эксплуатации система микроволнового разложения, которую можно использовать при работе с различными типами проб (рис. 1). Реакционная

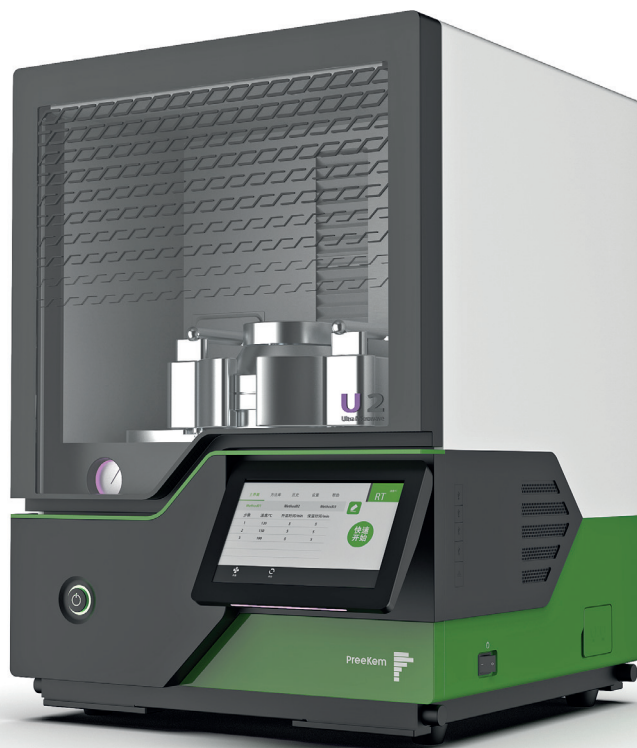


Рис. 1. Микроволновая система пробоподготовки PreeKem U2

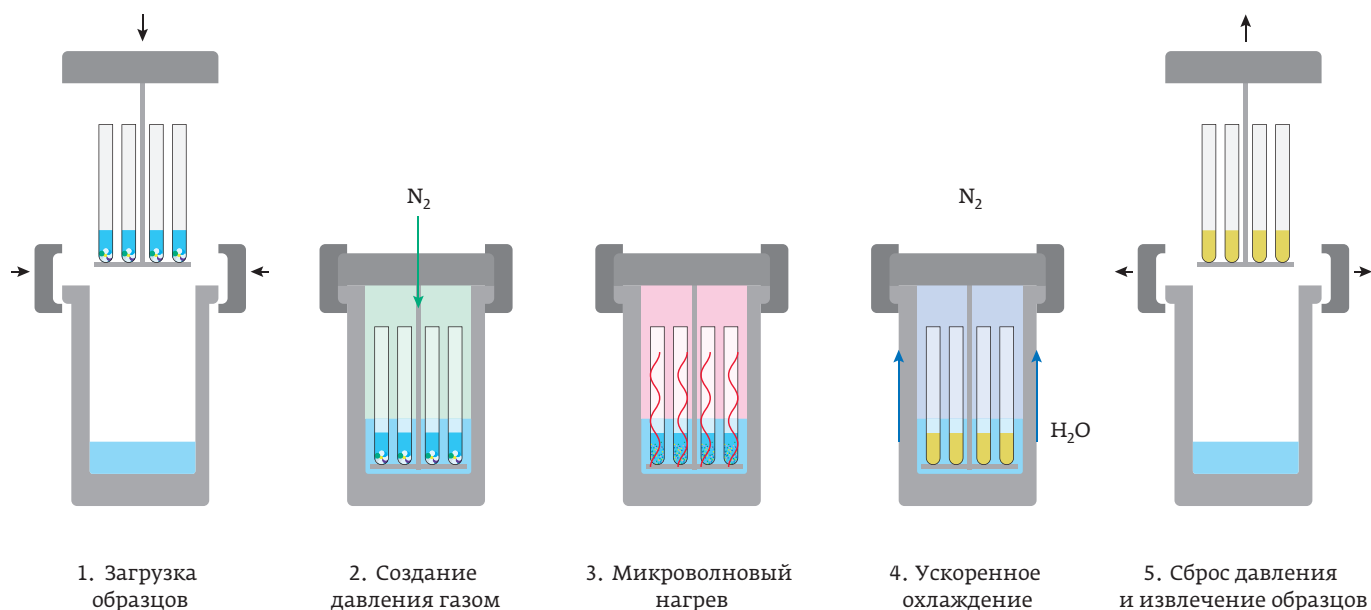


Рис. 2. Схема работы PreeKet U2

камера с предварительным повышением давления, микроволны подаются в камеру снизу, а вода поглощает микроволновую энергию для нагрева образца. Охлаждение происходит за счет циркуляции воды (рис. 2). Можно анализировать образцы массой от 100 мг до 5,0–6,0 г, что расширяет спектр объектов исследования.

Преимущества и особенности системы:

- образцы не нуждаются в сортировке, различные типы можно обрабатывать одновременно, а инертная атмосфера в автоклаве позволит избежать контаминации;
- масса образца от 100 мг до 5,0–6,0 г, возможность работы с объектами большого объема;
- снижено влияние на экологию;
- снижен расход кислот при разложении за счет уменьшенного объема пробирок в автоклаве;
- минимизирована работа оператора: сосуд автоматически поднимается после завершения работы. Быстрая очистка и обслуживание. Удобная и быстрая замена роторов при необходимости;
- точный контроль температуры и давления. Датчик температуры установлен на дне реактора, давление измеряется высокоточными датчиками;
- устойчивость к экстремальным условиям анализа;
- безопасность и эффективность при работе с материалами под высоким давлением и температурой. Автоматическая система

отключения. В экстремальных случаях при давлении > 200 бар включается предохранительный клапан для отключения микроволновой печи. Для обеспечения безопасности экспериментов включается охлаждающая вода и центробежный вентилятор;

- простое и понятное русифицированное ПО;
- высокая точность и эффективность;
- широкий выбор роторов и возможность кастомизации;
- снижение эксплуатационных расходов за счет возможности использования альтернативных одноразовых пробирок из стекла и уменьшения количества вносимой кислоты в пробы.

Пример разложения для определения ртути в пищевых продуктах

Подготовили образцы с высоким содержанием жиров, белков и углеводов: рис, соевые бобы, порошок спор китайского гриба, чай, анис, сушеные бобы, печенье, растительное масло, концентрированная основа для бульона, масло чили, сахар, молоко, сухое молоко, сгущенное молоко. Поместили образцы в пробирки, добавили в 35 пробирок 4 мл 2% раствора азотной кислоты, а в другие 7 – по 4 мл стандартного раствора ртути (100 мкг/л), перемешали, поместили в штатив для образцов и установили в прибор U2

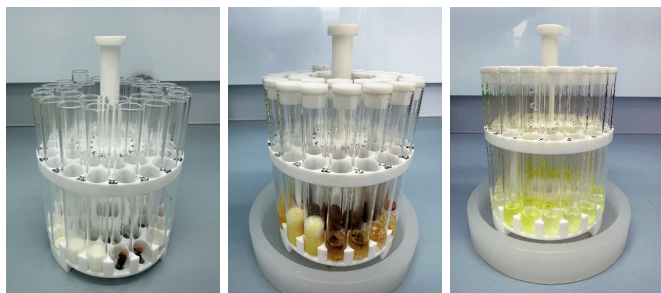


Рис. 3. Загрузка проб

Рис. 4. Добавление кислоты

Рис. 5. После разложения

для разложения при 230 °С в течение 20 мин, после чего провели анализ методом ИСП-МС. По результатам содержание Hg в 35 пробирках составило менее 0,005 мкг/л (рис. 3–5).

Это доказывает отсутствие перекрестной контаминации элементами с высокими и низкими концентрациями при использовании системы микроволнового разложения U2 (рис. 6).

Заключение

Представленные в работе данные свидетельствуют о том, что микроволновая система пробоподготовки PreeKem U2 полностью отвечает современным требованиям проведения химического анализа. Сочетание высокой энергоэффективности, точного контроля параметров (температура до 300 °С, давление до 200 бар) и возможности работы с образцами различного состава и массы (от 100 мг до 6 г) делает метод универсальным. Автоматизация процессов и использование герметичных автоклавов сводят к минимуму влияние оператора, исключают потери летучих компонентов и перекрестное загрязнение, что подтверждено экспериментально на примере определения ртути. Благодаря этим особенностям система демонстрирует высокую воспроизводимость, отсутствие контаминации, чистоту минерализации и безопасность при работе с агрессивными средами. Совокупность перечисленных преимуществ делает PreeKem U2 прекрасным решением для эффективного применения в широком спектре лабораторных задач: от экологического мониторинга и контроля качества пищевой продукции до фармацевтических исследований, анализа геологических и промышленных материалов. Простота обслуживания, русифицированное программное обеспечение и гибкость в выборе расходных материалов позволяют легко интегрировать систему в рабочий

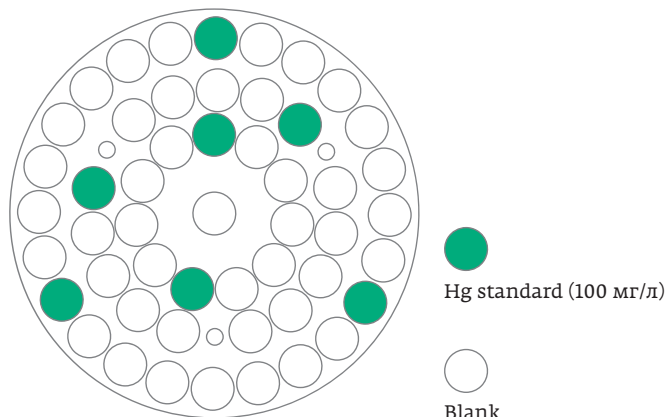


Рис. 6. Оценка возможной перекрестной контаминации

процесс как научно-исследовательских, так и рутинных аналитических лабораторий. Таким образом, PreeKem U2 может быть рекомендован в качестве надежного и универсального решения для пробоподготовки, обеспечивающего достоверность результатов при соблюдении высоких стандартов безопасности и производительности.

Компания «КР-Аналитика» – официальный представитель PreeKem на территории Российской Федерации – приглашает заинтересованных специалистов посетить собственную демо-лабораторию и познакомиться на практике с работой оборудования, в том числе, для пробоподготовки.

Авторы / Authors

Вашун Артём Вадимович, специалист по аналитическому и лабораторному оборудованию, компания «КР-Аналитика», Россия, 117105, Москва, Варшавское ш., 1, стр. 6. Область научных интересов: аналитическая химия, пробоподготовка образцов, микроволновое разложение, атомно-абсорбционная спектроскопия, масс-спектрометрия с индуктивно связанной плазмой, валидация методик.
Vashchun Artem Vadimovich, Analytical and Laboratory Equipment Specialist, KR-Analytics, Russia, Moscow, 117105, Varshavskoe sh., 1, building 6. Research Interests: Analytical Chemistry, Sample Preparation, Microwave Digestion, Atomic Absorption Spectrometry, Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry, Method Validation.
Sales@kr-analytical.ru

Конфликт интересов / Conflict of interest

Автор заявляет об отсутствии конфликта интересов.
The author declares no conflict of interest.

Статья поступила в редакцию 20.03.2026
Принята к публикации 30.03.2026