

	Servicio General de Apoyo a la Investigación - SAI Universidad Zaragoza	<u>INSTRUCCIÓN</u> UTILIZACIÓN DEL HORNO DE MICROONDAS. SERVICIO DE ANÁLISIS QUÍMICO	Versión: 1 Fecha: 15/06/2020 Código: IT02/PSAQ Página 1 de 5
---	--	---	---


UTILIZACIÓN DEL HORNO DE MICROONDAS

SERVICIO DE ANÁLISIS QUÍMICO

ÍNDICE:

1. OBJETO
2. ALCANCE
3. RESPONSABLES
4. DESCRIPCIÓN DEL PROCESO
5. DIAGRAMA DE FLUJO
6. DOCUMENTOS RELACIONADOS
7. ANEXOS

Elaborado por: Ana Guitart de Juan Responsable técnico del Servicio de análisis químico	Revisado por: Josefina Pérez Arantegui Directora división caracterización física y química	Aprobado por: Javier Sesé Monclús Director SAI
Fecha:	Fecha:	Fecha:

	Servicio General de Apoyo a la Investigación - SAI Universidad Zaragoza	INSTRUCCIÓN UTILIZACIÓN DEL HORNO DE MICROONDAS. SERVICIO DE ANÁLISIS QUÍMICO	Versión: 1 Fecha: 15/06/2020 Código: IT02/PSAQ Página 2 de 5
---	--	--	---

1. OBJETO

Esta instrucción tiene por objeto describir las pautas que hay que llevar a cabo para preparar una muestra en el horno microondas.

El horno de microondas del SAQ es de la casa CEM, modelo Mars-X Press.

2. ALCANCE

Esta instrucción se aplica a todo el personal del Servicio de análisis químico.

3. RESPONSABLES

Responsable técnico y técnicos especialistas del Servicio de análisis químico.

4. DESCRIPCIÓN DEL PROCESO

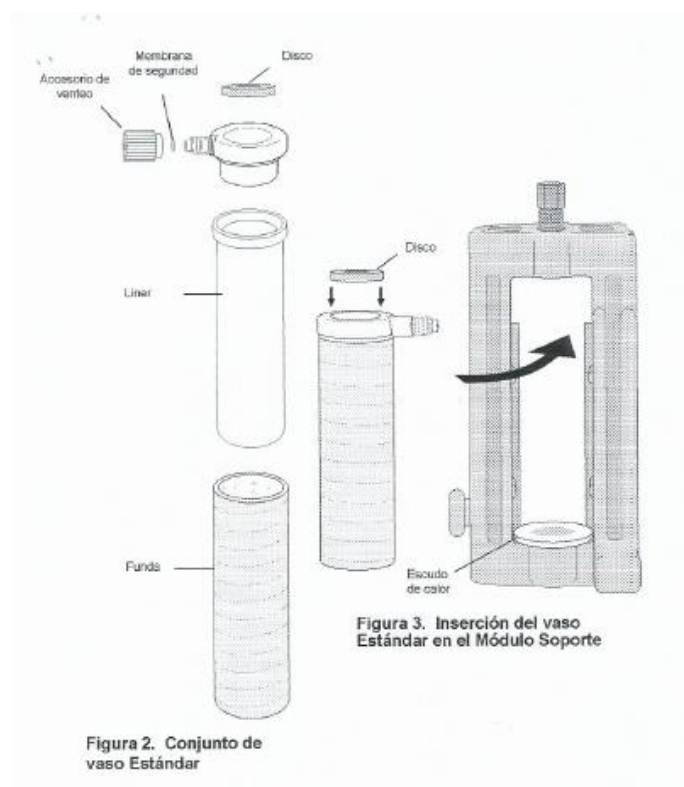
4.1. Vasos a utilizar y condiciones ambientales

Vasos de teflón OMNI vessel / XP-1500 Plus.

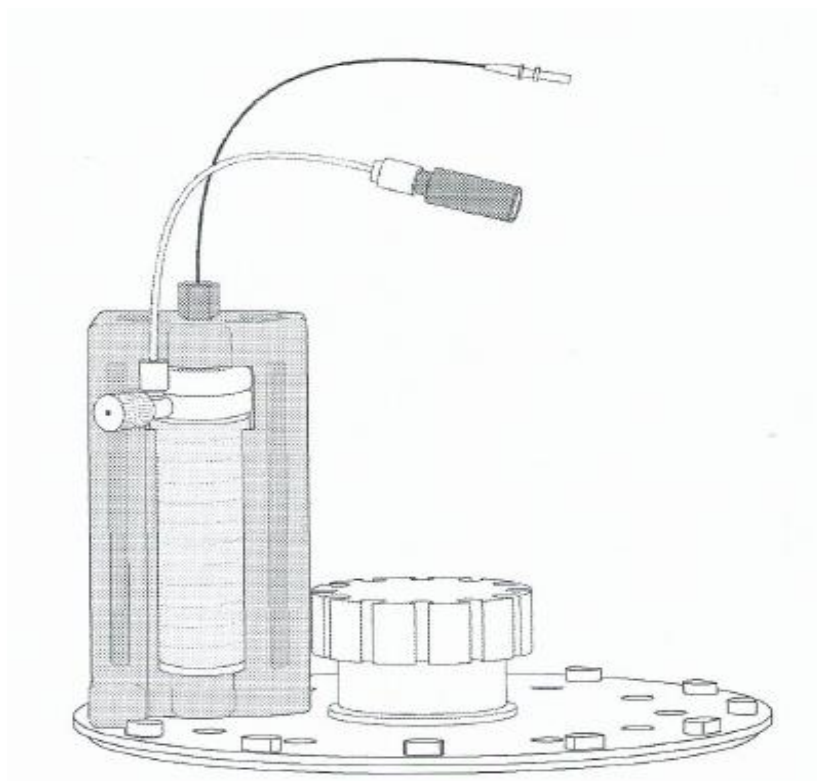
Temperatura y Presión máximas: 240°C y 800 PSI.

4.2. Dispositivo

A continuación, se muestra una representación del horno de microondas.



 <p>1542</p>	<p>Servicio General de Apoyo a la Investigación - SAI Universidad Zaragoza</p>	<p><i>INSTRUCCIÓN</i> UTILIZACIÓN DEL HORNO DE MICROONDAS. SERVICIO DE ANÁLISIS QUÍMICO</p>	<p>Versión: 1 Fecha: 15/06/2020 Código: IT02/PSAQ Página 3 de 5</p>
---	--	---	---




4.3. Precauciones


- 4.3.1. Utilizar siempre los vasos indicados.
- 4.3.2. No pesar cantidades de muestra superiores a 0,5 g.
- 4.3.3. No utilizar compuestos no apropiados para digestión por microondas en vaso cerrado tales como: explosivos, mezclas hipergólicas, grasas animales, acroleína, glicoles, éteres, percloratos, lacas, alcanos, cetonas, ...
- 4.3.4. El tiempo máximo de mantenimiento de temperatura es de 30 minutos a 240°C.
- 4.3.5. Dejar un tiempo de reacción y de eliminación de vapores en aquellos casos que se considere necesario, dentro de la campana de extracción.
- 4.3.6. No calentar ácidos con un punto de ebullición alto (ácido sulfúrico o fosfórico concentrados) sin utilizar un control de temperatura limitado al máximo recomendado.

4.4. Preparación de las muestras para atacar

- 4.4.1. Pesar en los vasos de teflón la cantidad estipulada de las muestras.
- 4.4.2. Añadir en una campana de extracción de gases los ácidos necesarios para llevar a cabo la puesta en disolución de la muestra.

 <p>Servicio General de Apoyo a la Investigación - SAI Universidad Zaragoza</p>	<p><i>INSTRUCCIÓN</i> UTILIZACIÓN DEL HORNO DE MICROONDAS. SERVICIO DE ANÁLISIS QUÍMICO</p>	<p>Versión: 1 Fecha: 15/06/2020 Código: IT02/PSAQ Página 4 de 5</p>
--	---	---

- 4.4.3. Dejar un tiempo de reacción y de eliminación de vapores en aquellos casos que se considere necesario, dentro de la misma campana de extracción.
- 4.4.4. Colocar el tapón de los vasos, cerrar la válvula de venteo e introducirlos en la carcasa, antes de colocar cada vaso en su módulo soporte completo. Cerrar utilizando una llave dinamométrica.
- 4.4.5. Colocar en el vaso de control los sensores de Presión y Temperatura.
- 4.4.6. Insertar el módulo soporte completo de cada vaso en el carrusel (máximo 12 módulos).
- 4.4.7. Seleccionar y completar el programa adecuado para llevar a cabo el ataque de las muestras.
- 4.4.8. Dejar funcionar el programa seleccionado hasta la finalización del mismo.
- 4.4.9. Dejar enfriar las muestras hasta que alcancen la temperatura ambiente.
- 4.4.10. Desmontar los módulos soporte de todos los vasos, con la ayuda de una llave fija destinada a tal fin.
- 4.4.11. Lavar 3 veces con agua Milli-Q los tapones de los vasos de teflón arrastrando el líquido de lavado al vaso, para evitar pérdidas de analito.
- 4.4.12. Enrasar el contenido de los vasos de teflón al volumen requerido (normalmente de 25-50 ml) en una balanza analítica. Habitualmente se utiliza agua Milli-Q o bien HNO₃ al 1 o 2 % de la calidad requerida en el análisis. Dicha operación se lleva a cabo en tubos cónicos de 50 ml con faldón.
- 4.4.13. Las muestras están ya preparadas para ser analizadas.
- 4.5. Lavado de los vasos de teflón de microondas
- 4.5.1. Lavar los vasos y los tapones con agua jabonosa, enjuagar bien y homogeneizar con agua Milli-Q.
- 4.5.2. Añadir a todos los vasos 10 ml de ácido HNO₃ al 30% (v/v).
- 4.5.3. Repetir los pasos 4.4.4, 4.4.5 y 4.4.6.
- 4.5.4. Seleccionar como programa de lavado el mismo que se ha utilizado para el ataque de las muestras (apartado 4.4.7.).
- 4.5.5. Dejar funcionar el programa seleccionado hasta la finalización del mismo.
- 4.5.6. Dejar enfriar las muestras hasta que lleguen a temperatura ambiente.
- 4.5.7. Desmontar los módulos de todos los vasos, con ayuda de la llave fija.
- 4.5.8. Lavar los tubos y los tapones de teflón con agua Milli-Q y dejar secar para que estén preparados para la siguiente utilización.

 <p>1542</p>	<p>Servicio General de Apoyo a la Investigación - SAI Universidad Zaragoza</p>	<p><i>INSTRUCCIÓN</i> UTILIZACIÓN DEL HORNO DE MICROONDAS. SERVICIO DE ANÁLISIS QUÍMICO</p>	<p>Versión: 1 Fecha: 15/06/2020 Código: IT02/PSAQ Página 5 de 5</p>
---	--	---	---

5. DIAGRAMA DE FLUJO

No necesario.

6. DOCUMENTOS RELACIONADOS

- Procedimiento del Servicio de Análisis químico PSAQ: “Análisis y caracterización de muestras y emisión de resultados. Servicio de Análisis químico”.
- Instrucción IT01/PSAQ: “Pesada de la muestra. Servicio de análisis químico”.
- Instrucción IT03/PSAQ: “Medida en el ICP-OES. Servicio de análisis químico”.
- Instrucción IT04/PSAQ: “Medida en el ICP-MS. Servicio de análisis químico”.