

# 微波干燥在实验室中的应用研究

陈金汉

(浙江省杭州市萧山区环保局,浙江杭州)

**摘要:** 本实验以环境化学实验室中常见的9种基准化合物和变色硅胶为研究对象,采用家用微波炉为干燥设备,研究微波照射下各物质的干燥时间,并与常规烘箱干燥理论时间进行对比。实验结果表明,利用微波照射法在中高火档或高火档干燥样品时,样品干燥时间较烘箱干燥可节约时间90%以上,能够极大程度的降低实验室干燥过程的能耗水平,并大幅提高实验效率。

**关键词:** 微波;干燥;基准物质;变色硅胶

**中图分类号:** X830.1      **文献标识码:** A

**文章编号:** 1006-8759(2012)01-0056-02

干燥技术几乎应用于所有产业,它是影响产品质量和产业效益的关键因素,对化学分析实验室来讲,干燥技术直接影响到最终测定结果的准确性。目前,实验室常用的普通干燥技术有烘箱干燥、马弗炉干燥,近来兴起的技术有真空干燥和微波干燥等。但专用的真空干燥设备动辄好几万,价格比较昂贵,就这方面而言,可以采用普通家用微波炉的微波干燥方法相对而言最具有操作性。

作为一种新型加热技术,微波因其具有加热迅速和节能等特点而被广泛应用于食品、矿物、中药材、化学药物和化学试剂等的快速干燥实验研究。在化学实验室中,有多种试剂在使用前往往需要进行干燥处理。对于那些在较高温度下化学性质稳定的基准物质而言,通常采用的方法是在电烘箱中恒温加热1~3 h或在马弗炉中恒温灼烧0.5~1 h,而干燥硅胶从红色变到完全脱水的蓝色至少需要在烘箱中烘烤12 h以上,很明显可以看出普通烘箱干燥的缺点就是耗时耗能。为此,本实验利用微波干燥法代替普通干燥法对实验室中常用的9种基准物质和变色硅胶进行了快速干燥实验,结果表明,不仅干燥效果满意,而且省时省电。

## 1 实验部分

### 1.1 方法原理

微波是指波长在0.0011 m、频率为300 MHz~300 GHz的电磁波,它具有很强的穿透能力。微波加热不同于一般的加热,后者是由外部热源通过热辐射由表及里的传导式加热,而微波加热是材料在电磁场中由介质损耗而引起的体加热。即将电磁能直接传递给被加热的物质分子,使分子以极高的速度震动并产生热效应,使被加热的物质内部和表面的温度同时迅速上升。因此,可使受热物体中水分快速蒸发而达到干燥。

### 1.2 实验仪器和试剂

MM721AAU-PW(X)微波炉(美的,微波输出功率700 W);Sartorius BS 224S 万分之一天平(赛多利斯);变色硅胶;9种基准物质分别为 $\text{KNO}_3$ 、 $\text{NaF}$ 、 $\text{NaCl}$ 、 $\text{Na}_2\text{SO}_4$ 、 $\text{KCl}$ 、 $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 、 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 、 $\text{KBrO}_3$ 和 $\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_4\text{K}$ 。

### 1.3 实验方法

A:称取样品15 g左右(准确至0.0001 g),置于烘干至恒重的30 ml扁平形称量瓶中,然后将称量瓶(瓶盖斜放于瓶口上)放在微波炉中进行微波照射。照射完成后在干燥器中冷却至室温,称重,并与传统干燥法结果比较。

B:在塑料托盘中倒入一瓶已完全呈红色的变色硅胶,将硅胶层摊平,然后将托盘放入微波炉中照射,至变色硅胶完全回复深蓝色,计时,同传统干燥方法进行比较。

## 2 结果与讨论

## 2.1 微波照射功率的确定

由于微波的加热强度和加热速度与其输出功率成正比。本实验所用微波炉功率选择分为5档,分别为低火、中低火、中火、中高火、高火5档,因本实验选择的基准试剂化学性质稳定且耐高温,为了提高干燥速度,实验过程选择了高火档(700 W)对9种基准物质进行了干燥实验。结果表明,当选用高火档微波照射时,基准试剂只需3~6 min,样品便可趋于恒重,完全干燥。在变色硅胶干燥实验中,因变色硅胶在高温下长时间存在容易碎裂,所以分别采用中高火档和高火档照射,在10~15 min后基本呈现深蓝色,硅胶内部结合水基本脱附完全,建议日常分析中采用中高火档,以降低硅胶碎裂的几率。

## 2.2 微波照射时间的确定

每份基准试剂准确称取15 g左右,为使干燥过程更为明显,将该样品至于室内通风放置2 d,使其吸附较多水分。将样品分别放入微波炉中,以中高火档照射,总共照射时间为9分钟,每隔3分钟后取出置于干燥器中,冷却后称重,计算不同时间所对应的失水率。实验表明在照射6~9 min后,失水率基本定值,表明此时的样品已经完全干透。具体数据见下表1:

表1 微波干燥时间与样品失水率

微波照射时间 Min	失水率 %								
	KNO <sub>3</sub>	NaF	Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	NaCl	KCl	Na <sub>2</sub> C <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	K <sub>2</sub> Cr <sub>2</sub> O <sub>7</sub>	KBrO <sub>3</sub>	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> O <sub>6</sub> K
3	2.58	1.66	2.22	3.28	0.93	3.66	2.64	2.78	4.80
6	2.63	1.72	2.27	3.30	0.95	4.00	2.67	2.79	4.91
9	2.63	1.73	2.27	3.30	0.95	4.01	2.67	2.79	4.92

变色硅胶干燥实验方面,本实验采用中高火档和高火档对四份样品进行测试,实验结果表明,在中高火档时测试样品在15 min左右呈现深蓝色,在高火档10 min左右呈现深蓝色,同烘箱干燥12~24 h相对比,微波干燥仅需要不到5%的时间。同时,微波干燥过程中,由于采用内部加热的形式,硅胶颗粒碎裂的比率大幅度下降,损耗进一步降低。

表2 变色硅胶微波干燥和烘箱干燥时间对比

测试样品数 /份	烘箱干燥时间	微波干燥时间
4	50~70℃	高火档 10min
	12~24 小时	中高火档 15min

## 2.3 样品量与干燥时间的关系和其他注意事项

虽然微波加热可以成倍提高样品的干燥速度,但由于实验用的家用微波炉炉腔容量和功率的限制,如果每次称取样品(在同一个容器中)的量太多,造成样品堆放厚度过大,则干燥时间需相应延长。特别是变色硅胶的干燥,建议采用敞口的塑料或玻璃的圆形大托盘,平摊均匀,一次建议干燥一瓶。

另外且由于微波炉中排风性能较弱,干燥后会有部分水份在容器表面,干燥的试剂需趁热取出后至于干燥皿中,冷却后取用;假如干燥变色硅胶,脱附水份会有很大部分残留在硅胶表面,表现为微波干燥好的硅胶很潮湿,这时可将干燥好硅胶在烘箱中排风烘烤10 min左右出去外表水份,以利于长期密封保存。

基于以上实验,基本可以确认微波干燥在实验室中存在可操作的基础,可以有效提高实验效率及大幅度降低实验室干燥过程的能耗水平。