

虾粉、辣椒粉、薯片中微量元素的同时消解方法

1 前言

建立虾粉、辣椒粉、薯片中的微量元素的共同消解方法，本方法采用常压湿法消解的原理进行实验，参照食品国标 GB 5009 的系列酸消解体系，消解方法可随时调整，灵活，方便。程序化后的方法更加安全，省力，同时消解完全。

2 实验部分

2.1 仪器

全自动消解仪(北京普立泰科仪器有限公司),

仪器型号: ST 32 聚四氟乙烯消解管:100 mL

仪器型号: ST 60 聚四氟乙烯消解管:50 mL。

2.2 试剂

浓硝酸: 优级纯

高氯酸: 优级纯

实验用水为二次去离子水。(试剂通道一)

2.3 实验步骤

称取样品约 1.0g 于消解管中，放置在消解架上，具体实验步骤如下：

| 步骤 | 方法 | |
|----|-----------|----------------|
| 1 | 加入试剂: 硝酸 | 20ml |
| 2 | 加入试剂: 高氯酸 | 5mL |
| 6 | 震荡 | 1 分钟 |
| 7 | 加热: 120 度 | 30 分钟 |
| 8 | 加热: 160 度 | 60 分钟 (加入回流漏斗) |
| 9 | 加热: 180 度 | 60 分钟 |
| 10 | 加热: 180 度 | 60 分钟 (取下回流漏斗) |

| | | |
|----|------------------|-------|
| 11 | 冷却：室温 | 20 分钟 |
| 12 | 定容：试剂 [通道 1]去离子水 | 50ml |

3 实验讨论

虾粉、辣椒粉、薯片样品消解速度相当，可同时使用一个消解方法完成。实验中使用了回流漏斗，可减少酸试剂的使用量。实验中加入的高氯酸，使实验速度加快，但后续的检测可能会存在检测干扰，故赶酸应彻底，应保证最后消解液剩余量小于 1mL。

提速：选择使用 100mL 消解管和 50mL 消解管，大批量奶粉消解时 ST 32 比 ST 60 先消解完成。100mL 消解管增大样品受热面积，减小消解液高度，从而使得消解速度加快。利用 100mL 的消解管消解速度快的优势，可以减缓了消解速度不同步的显现，最终将虾粉、辣椒粉、薯片等不同的样品同时批量消解，消解完全。

省酸：全自动消解仪可以配合酸试剂回流漏斗使用，增强试剂回流效果，节省酸试剂用量，不影响自动加液、混匀等动作。加入回流漏斗，每个样品酸试剂总量可节省 5mL 以上。

