

采用PDC（加压消解腔）消解食品与有机样品

Multiwave 7000配置了PDC（加压消解腔），可在一次运行中同时消解各类食品与有机样品用于随后的元素分析
可选各类预算经济的支架用于消解有机样品，且最高称样量可达4g/管



1 简介

工业生产的食品及其主要农产品是日常生活中最具特色且需持续监测的物质。由于食品质量对人体健康的影响，大多数国家的法律都要求进行化学分析。痕量元素分析，例如铅、镉或汞等有毒重金属是工业和政府食品检测实验室的日常工作。

为了证明 Multiwave 7000 对食品和其他有机样品在进行元素分析前处理时的适用性，对标准参考样品的回收率进行了测定。所述条件可用作各类有机样品消解方法优化的起点。

2 仪器

消解采用 Multiwave 7000 配置18位支架，18mL 石英管和聚四氟乙烯管。

定量分析采用 Agilent 7900 ICP-MS, 氦气被用作碰撞气来进行多原子干扰补偿。

采用外标法进行定量。标准溶液与样品消解用酸保持一致，所用溶液均加入Ge和 In用作内标（最终浓度为10 µg/L）。

3 实验

3.1 样品

- 标样：NIST 1566b 牡蛎组织
- 标样：NIST 1570a 菠菜叶中的痕量元素

3.2 消解过程

称取约0.5 g 各样品于18 mL 石英管和聚四氟乙烯管内。管内加入1 mL 水和4 mL 浓硝酸，使用插入式管盖进行密封，各管置于18位支架中，支架则置于已加入了150 mL水和5 mL浓硝酸的内衬管中。



图1: Multiwave 7000



图 2: Multiwave 7000各类支架

所进行的两次运行（一次仅使用石英管，另一次混合使用石英管和聚四氟乙烯管），内衬管置于加压消解腔（PDC）内，启动消解程序。

冷却后，各管内加入1mL 浓盐酸用作Hg的稳定剂。随后样品被转移至50mL 试管，定容待测。

上机前用蒸馏水稀释10倍。

3.3 温度程序

- 启动压力: 40 bar
- 冷却温度: 80 °C
- 压力释放速率: 10 bar/min

步骤	时间 [min]	温度 [°C]
1	20	250
2	10	250

表 1: 温度程序

结果

所测值与标准值均相当。表2和表3的数据证明消解管无论采用石英管或聚四氟乙烯管均可。

图3 显示实验所达最大压力值约130 bar，远低于所允许的最大压力限值。因此仍有可以增加称样量的空间。

由于在加压约7分钟时即开始出现放热反应，因此，称样量的增加（如果需要）需要缓慢、逐步的进行（例如：每次增加不超过0.1g）。

元素	标准值 [mg/kg]	测定值 [mg/kg]	回收率 [%]
Ag	0.666 ± 0.009	0.688 ± 0.009	103 ± 1
As	7.65 ± 0.65	7.63 ± 0.12	100 ± 2
Ca	838 ± 20	887 ± 19	106 ± 2
Cd	2.48 ± 0.08	2.52 ± 0.02	102 ± 1
Co	0.371 ± 0.009	0.353 ± 0.008	95 ± 2
Cu	71.6 ± 1.6	70.5 ± 0.5	98 ± 1
Fe	205.8 ± 6.8	203.3 ± 1.4	99 ± 1
Hg	0.0371 ± 0.0013	0.0328 ± 0.0011	89 ± 3
K	6520 ± 90	6135 ± 70	94 ± 1
Mg	1085 ± 23	1110 ± 12	102 ± 1
Mn	18.5 ± 0.2	18.9 ± 0.2	102 ± 1
Na	3297 ± 53	3069 ± 34	93 ± 1
Ni	1.04 ± 0.09	0.975 ± 0.021	94 ± 2
Pb	0.308 ± 0.009	0.307 ± 0.005	100 ± 2
Rb	3.26 ± 0.14	3.02 ± 0.05	92 ± 1
Se	2.06 ± 0.15	2.11 ± 0.20	102 ± 10
Th	0.0367 ± 0.0043	0.0359 ± 0.0016	98 ± 4
V	0.577 ± 0.023	0.552 ± 0.025	96 ± 4
Zn	1424 ± 46	1441 ± 14	101 ± 1

表 2: NIST1566b, 测定值与回收率, n=15 石英:10, 聚四氟乙烯:5

元素	标准值 [mg/kg]	测定值 [mg/kg]	回收率 [%]
As	0.068 ± 0.012	0.0732 ± 0.0081	108 ± 12
B	37.7 ± 1.2	39.1 ± 1.3	104 ± 3
Ca	15 260 ± 660	15190 ± 272	100 ± 2
Cd	2.876 ± 0.058	2.68 ± 0.06	93 ± 2
Co	0.393 ± 0.030	0.344 ± 0.007	87 ± 2
Cu	12.22 ± 0.86	11.7 ± 0.2	96 ± 2
Hg	0.0297 ± 0.0021	0.0249 ± 0.0015	84 ± 5
K	29 000 ± 260	26984 ± 588	93 ± 2
Mn	76.0 ± 1.2	75.8 ± 1.3	100 ± 2
Na	18 210 ± 230	17215 ± 330	95 ± 2
Ni	2.142 ± 0.058	1.92 ± 0.04	90 ± 2
Sr	55.54 ± 0.50	48.7 ± 0.7	88 ± 1
Th	0.0480 ± 0.0017	0.0438 ± 0.0019	91 ± 4
V	0.568 ± 0.017	0.478 ± 0.034	84 ± 6
Zn	82.3 ± 3.9	77.1 ± 1.4	94 ± 2

表 3: NIST1570a, 测定值与回收率, n=15 石英:12, 聚四氟乙烯:3

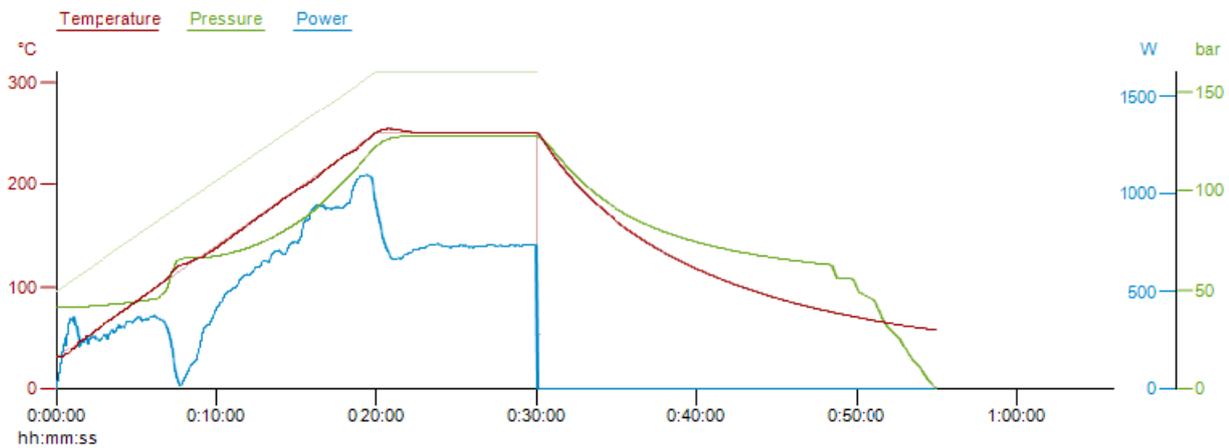


图 3: 运行数据

4 结论

本消解方法适用于食品与有机样品的消解，可作为各类有机样品消解方法优化的起点，相关的参数包括称样量，时间和温度可根据样品种类进行相应的调整。

Contact Anton Paar GmbH

Tel: +43 316 257-0

asc@anton-paar.com | www.anton-paar.com