

微波消解百合杆

一、前言

百合是百合科、百合属植物，属野百合的一个变种。分布于中国河北、山西、河南、陕西、湖北、湖南、江西、安徽和浙江。生于海拔 300-920 米的山坡草丛中、疏林下、山沟旁、地边或村旁，也有栽培。百合是一种药食兼用的保健食品和常用中药，并具备观赏价值。鲜花含芳香油，可作香料；鳞茎含丰富淀粉，是一种名贵食品，亦作药用，有润肺止咳、清热、安神和利尿等功效。为检测百合杆中的多种重金属元素含量，选择微波消解对其进行前处理，探索最适合的消解参数，该方法还有回收率高、空白低等特点，有利于后续对多种无机元素的快速准确测定。

二、仪器与试剂

2.1、仪器

新仪 TANK 微波消解仪，赶酸器，分析天平(十万分之一)等



2.2、试剂

硝酸(68%)，氢氟酸(40%)

三、实验方法

3.1、消解

称取风干粉碎后的百合杆样品约 0.2g（精确至 0.1mg），加入 8mL 硝酸，静置 30min 左右，待无明显反应，组装消解罐，按照如下设置参数进行实验：

阶段	温度/°C	保温时间/min
1	150	5
2	170	5
3	190	20

实验结束后，待冷却至 60°C 以下，取出消解罐转移至通风橱中缓慢打开，放置在赶酸器上 150°C 赶酸至 0.5mL 左右，转移至烧杯中加水稀释，消解液中含有大量白色沉淀。

3.2、调整消解参数

重新称取百合杆样品约 0.2g（精确至 0.1mg），加入 8mL 硝酸和 1mL 氢氟酸，静置 30min 左右，待无明显反应，组装消解罐，按照如下设置参数进行实验：

阶段	温度/°C	保温时间/min
1	150	5
2	170	5
3	190	30

实验结束后，待冷却至 60°C 以下，取出消解罐转移至通风橱中缓慢打开，放置在赶酸器上 150°C 赶酸至近干，转移至烧杯中加水稀释，消解液中沉淀明显减少。

四、结果与讨论

实验选择的百合杆样品，取样量为 0.2g，加入采用硝酸+氢氟酸的混酸体系进行消解实验，最高实验温度 190°C，保温 30min 左右，溶液中含有少量沉淀，建议过滤后再上机检测。