

微波消解纸杯

1 前言

一次性纸杯是一种方便携带和使用，价格低廉的纸质杯子，是许多家庭和公共场所常见的喝水工具。纸杯的一般性原料为：食品级木浆纸+食品级 PE 薄膜。此前一次性纸杯一直只有行业标准，缺乏国家标准。此次的国家标准(GB/T 27590-2011)对纸杯原材料、添加剂、包装、印刷等提出更高要求，保障消费者的安全。我们通过微波消解的方法处理纸杯样品，为了对纸杯中重金属含量进行有效的测定，选择微波消解作为前处理方法，本方法消解迅速，酸用量少，酸雾污染小，有利于后续对痕量元素的准确快速测定。

2 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%)

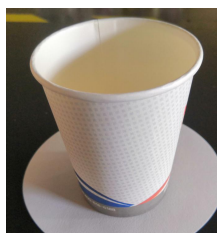
3 实验方法

3.1 国标参数验证

首先将纸杯样品剪碎，然后按照《GB 31604.49-2016 食品安全国家标准 食品接触材料及制品 砷、镉、铬、铅的测定和砷、镉、铬、镍、铅、锑、锌迁移量的测定》要求称取约 0.5g (精确至 0.1mg) 置于消解罐底部，加入 8mL 硝酸，静置 30min 左右，组装消解罐，按照如下设置参数进行消解实验：

阶段	温度/℃	升温时间/min	压力/MPa	保温时间/min
1	120	5	400	5
2	150	5	400	10
3	190	5	400	20

实验压力超过 400psi，实验终止。



样品纸杯



剪碎取样



加酸静置

3.2 优化参数增加预处理

重新称取剪碎的纸杯样品约 0.5g（精确至 0.1mg）置于消解罐底部，加入 8mL 硝酸，放置在赶酸器上 120℃预处理 30min，取下冷却后补加 2mL 硝酸，然后组装消解罐，根据样品属性与仪器性能，优化消解方案使用一步升温进行消解实验：

阶段	温度/℃	升温时间/min	压力/MPa	保温时间/min
1	190	13	400	20

最大试验压力 350psi，实验结束，待冷却至 60℃以下，还存在一定压力，取出泄压后，转移至烧杯中，存在大量白色沉淀。

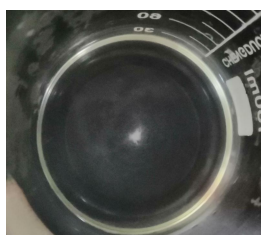


3.3 降低取样量

称取剪碎的纸杯样品约 0.2g (精确至 0.1mg) 置于消解罐底部, 加入 8mL 硝酸, 静置 30min 左右, 组装消解罐, 按照如下设置参数进行消解实验:

阶段	温度/°C	升温时间/min	压力/MPa	保温时间/min
1	200	14	400	20

最大实验压力 300psi, 消解液中仍含有白色沉淀。



3.4 添加氢氟酸

称取剪碎的纸杯样品约 0.2g (精确至 0.1mg) 置于消解罐底部, 加入 6mL 硝酸和 2mL 氢氟酸, 静置 30min 左右, 组装消解罐, 按照如下设置参数进行消解实验:

阶段	温度/°C	升温时间/min	压力/MPa	保温时间/min
1	190	13	400	20

最大实验压力 250psi, 去除氢氟酸后转移至烧杯中, 消解液澄清透明。



消解液



赶酸转移

4 结果与讨论

实验选用的纸杯样品中含有一定的硅元素，需要加入氢氟酸才可完全消解，样品反应会产生较大的压力，建议取样量在 0.2g 左右，如要增加取样量，需加入预处理步骤。

参考文献

[1] GB 31604.49-2016 食品安全国家标准 食品接触材料及制品 砷、镉、铬、铅的测定和砷、镉、铬、镍、铅、锑、锌迁移量的测定

注意事项

实验所用试剂为硝酸+氢氟酸体系，实验后进行赶酸处理，防止氢氟酸对玻璃器皿的腐蚀。一次性纸杯种类较多，成分也存在一定差异，应根据样品实际性质选择最佳方案。