

微波消解中链甘油三酸酯

1 前言

中链甘油三酸酯,是通过化学方法获得的一种产品,被广泛应用于多种食品的配制和加工. C8 和 C10 脂肪酸是辛酸和葵酸,通常认为是中链脂肪酸。中链甘油三酸酯是从椰子油中或者从棕榈油中提取出来的。它们是饱和甘油三酸酯的混合物,主要的是辛酸和葵酸,它们的含量不低于 95%。中链甘油三酸酯具有极好的氧化稳定性、极好的冷却稳定性、低黏度、较好的溶解性、良好的润滑性、独特的代谢途径等特征被用作防黏剂、抗尘剂和润滑剂等。为了对其中的多种无机元素进行检测,寻找一种合适的微波消解方法对其进行前处理,有利于后续 AAS、ICP、ICP-MS 等检测设备对中链甘油三酸酯中的无机元素含量的快速准确测定。

2 仪器与试剂

2.1 仪器

新仪 JUPITER 微波消解仪, TK-12 赶酸器, 分析天平(十万分之一)等



2.2 试剂

硝酸(68%), 过氧化氢(30%)



3 实验方法

3.1 样品图片(来源网络)



3.2 微波消解

精确称取样品 0.1g (精确至 0.1mg), 置于消解罐底部,加入 8mL 硝酸,静置 15min 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/℃	时间/min	功率/W
1	150	10	400
2	180	20	400

实验结束,待冷却至60℃以下后取出,转移到通风橱中打开消解罐,样品未被完全溶解。

重新称取样品 0.1g(精确至 0.1mg), 置于消解罐底部,加入 8mL 硝酸和 2mL 过氧化氢, 静置 15min 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/℃	时间/min	功率/W
-	1	150	10	400
	2	180	5	400
	3	200	25	400

实验结束,待冷却至60℃以下后取出,赶酸定容后消解液呈澄清透明状态。

3.3 取样量

酯类样品在消解时会产生较高的压力,在此实验参数下进行消解实验,当取样量为0.2g,





加酸浸泡过夜后,微波消解实验压力仍超过 3MPa,因此实验选择的中链甘油三酸酯样品的最大取样量不得高于 0.2g。

4 结果

实验选取的中链甘油三酸酯样品,在进行预处理的前提下,最大取样量不得超过 0.2g, 采用硝酸+过氧化氢进行消解,最高温度 200℃,保温 20min 左右,可将样品完全溶解。

注意事项

- 1. 样品通过加酸静置过夜进行预处理,也可将样品与试剂加入消解罐中,将内罐放置在 赶酸器上,120℃敞口加热至黄烟冒尽(约30min),取下冷却后,再进行微波消解(保证液 体体积在不少于8mL)。
- 2. 根据预处理试剂、温度、时间的不同,微波消解实验参数也会有所不同,应根据实际需要选择最合适的实验方法。