

新型高压湿法消解方法在食品检验中的应用^{*}

李莉¹, 张文东², 龙军标²

(1. 汕头教育学院生化系, 广东 汕头 515041);
(2. 广州市黄埔区卫生防疫站, 广东 广州 510700)

摘要: 利用新型高压湿法消解前处理方法对普通食品, 最佳消解条件为 120 °C 时, 3 h, 样品质量/浓 HNO₃ 体积/H₂O₂ 体积为 1:3:1。铅的回收率在 95.8%~104.5%, 铜的回收率在 96.5%~102.2%, 其准确度完全能够满足食品中微量金属元素分析的要求。

关键词: 高压湿法消解; 新型高压湿法消解; 干法灰化; 微波消解

中图分类号: TS207 **文献标识码:** A **文章编号:** 0529-6579 (2002) 03-0125-02

高压湿法消解也称水热法消化、水热法消解, 是在聚四氟乙烯内衬的不锈钢反应釜密闭体系中, 在一定温度下, 利用溶剂 (水) 的自生压强, 形成高温、高压环境, 其内置样品的有机成分可迅速被氧化剂氧化而分解, 变成澄清的溶液, 再结合其他分析手段定量分析样品中所含的微量金属元素 (Cu、Pb、Sn、Zn、Hg、Cd、As 等)。

本文所采用的新型自紧式高压消解罐由中山大学化学系水热合成实验室提供, 和旧式的普通消解罐相比, 该新型高压消解罐作了许多改进, 设计精巧: 其聚四氟乙烯内衬和不锈钢外罐各个组件可以方便的拆卸、安装和清洗; 设计有安全泄压孔, 还在内衬和不锈钢釜体间有一弹簧, 温度越高, 密闭性越好, 所以又称作自紧式高压消解罐, 能有效保证消解过程安全、可靠。

食品卫生及环境监测要求在样品中检测出极微量的有害金属元素, 灵敏度要求很高, 以往传统的干法灰化检测法^[1], 结果常常不能令人满意。

(1) 法灰化工作流程: 称量→置坩埚中在电炉上炭化至无烟 (2 h) →继续在马弗炉 500 °C 高温灼烧 4 h→降温冷却 2 h 后加酸→电炉上小火加热溶解→测量

(2) 压湿法消解法工作流程: 称量→放高压釜内, 加氧化剂后置恒温箱中 (120 °C, 2 h) →取出冷却→测量。

与传统干法灰化检测法相比, 高压湿法消解法具有: ①样品在密闭体系中无挥发损失, 大大降低了分析误差, 定量更为准确; ②同一样品的多个金属检测项目只用同一个反应釜进行一次消解处理, 简化了工作程序, 提高了工作效率。

样品处理在较低温度 (150 °C) 下进行, 而且需时少, 比干法消解安全、省电, 在消解过程中无污染。设备简单, 价格低廉, 每个新型高压消解罐在 500~800 元之间。使用范围更广, 配合灵敏度高、检测限低的原子吸收分光光度计, 有利于开展新的微量元素监测项目。

现在比较流行的微波消解方法^{2,3}, 其优点同高压湿法消解方法一样, 但微波消解设备昂贵, 进口设备 15 万元以上, 国产的也需要 4 万多元, 而且由于微波加热安全性、准确性差, 一些单位所购置的微波消解设备都因为安全问题已基本弃置不用。

1 仪器设备和试剂

石墨炉原子吸收仪: Perkin Elmer, ZL4100 型。

Cu、Pb、Zn、Mn、Fe、As 标准储备液: 国家标准溶液, 1 000 μg/mL, 介质为 ϕ = 10% HNO₃, 国家钢铁材料测试中心 (冶金部钢铁研究总院)。

30 mL 聚四氟乙烯内衬不锈钢反应釜: 香港科技大学实验设备厂。

电热恒温鼓风干燥箱: 重庆银河实验仪器有限公司。

H₂O₂: AR, 洛阳化学试剂厂。

HNO₃: AR, 广州化学试剂厂。

2 高压消解条件实验

实验样品为普通糕点, 实验步骤: 将称量好的食品放入反应釜的聚四氟乙烯内罐, 加氧化剂, 拧紧, 置恒温烘箱, 数小时后取出, 冷至室温, 开反

^{*} 收稿日期: 2002-03-29

作者简介: 李莉 (1961-), 女, 讲师; E-mail: lilily1231@sina.com

应釜，如消解后为澄清、透明溶液，即视为消解完全。

通过大量的条件（样品量、消解温度、消解时间、氧化剂）试验，比较不同消解条件下的消解结果，得出：

(1) 氧化剂用浓 HNO_3 和 H_2O_2 比其他氧化剂或氧化剂组合更好。

(2) 浓 HNO_3 量/样品质量比例越大，消解越完全，一般需大于 1。

(3) 提高消解温度，延长消解时间，消解越完全，150℃时，需 1 h；120℃时，需 2 h；110℃时，需 3 h。

(4) 加 H_2O_2 的效果不明显，但对一些难消解食品有辅助作用。

综合各种因素，对普通食品，最佳消解条件为 120℃，3 h；样品质量/浓 HNO_3 体积/ H_2O_2 体积为 1:3:1。

3 加标回收率试验

3.1 实验步骤 将称量好的食品放入反应釜的聚四氟乙烯内罐，样品质量为 1.00 g，加 3 mL 浓 HNO_3 ，1.00 mL H_2O_2 ，3 mL H_2O ，拧紧，置恒温烘箱中，消解条件为 120℃，3 h；取出冷至室温，开反应釜，消解后为淡黄色、澄清透明溶液；将消解后的溶液移入 25 mL 容量瓶中，用蒸馏水

少量、多次洗涤，移入 25 mL 容量瓶中，稀释至刻度，用石墨炉原子吸收仪测定金属元素含量。

3.2 铅、铜回收率数据统计铅和铜的加标试验和本底试验所有步骤、试剂、仪器、条件一样，测试了 7 种不同种类的食品，加标试验时多加入 1.00 mL 铅或铜标准溶液，其浓度均为 1.000 0 mg/L，相当于加标浓度比本底浓度高 1.00 mg/kg。

测铅仪器条件：石墨炉，波长 283.3 nm，狭缝宽度为 0.7 nm，灯电流 10 mA，零点校正线性回归定量，进样量 20 μL ，基体改进剂 5 μL $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ ，测得铅的加标回收率在 95.8% ~ 104.5%。

测铜仪器条件：石墨炉，波长 324.8 nm，狭缝宽度为 0.7 nm，灯电流 15 mA，零点校正线性回归定量，测得铜的加标回收率在 96.5% ~ 102.2%。

参考文献:

[1] 马安德,李俊诗.微量元素测定中生物材料的处理[J].广东微量元素科学,2000,7(3):62.
[2] 张兆祥,阎军.FAAS法对三种制备样品方法的研究[J].光谱实验室,1998,15(3):100.
[3] 孙玉岭,王玉萍,卫锋,等.微波溶样原子吸收法测定食品中的元素[J].仪器仪表与分析监测,1999(1):27.

Application Of New High Pressure
Hydrothermal Decomposition method in Food Analy

LI Li¹, ZHANG Wen dong¹, LONG Jun biao²

(1. Shantou College of Education, Shantou 515041, Guangdong, China;
2. Health and Epidemic Prevention Station of Huangpu District, Guangzhou 510700, China)

Abstract: A new convenient high pressure hydrothermal decomposition method for detection of metal element in food and organism materials is reported. The food and organism materials can be decomposed quickly and completely under high pressure hydrothermal condition. Considering all sectors, the best decomposition condition for ordinary food and organism material is 120℃, 3 hours, and the ratio of sample weight (gram) to volume of nitrate acid (millilitre) is 1 to 3, the ratio of sample weight (gram) to volume of H_2O_2 (millilitre) is 1 to 1. The recovery of lead in 95.8% ~ 104.5% and the recovery of copper is 96.5% ~ 102.2% in this experiment. This modthod is proved to be practical, convenient and accurate.

Key words: high pressure hydrothermal decomposition; high temprature decomposition; microwave decomposition