

微波消解明胶

1 前言

明胶，没有固定的结构和相对分子量，由动物皮肤、骨、肌膜、肌魅等结缔组织中的胶原部分降解而成为白色或淡黄色、半透明、微带光泽的薄片或粉粒；是一种无色无味，无挥发性、透明坚硬的非晶体物质，可溶于热水，不溶于冷水，但可以缓慢吸水膨胀软化，明胶可吸收相当于重量 5-10 倍的水。明胶是非常重要的天然生物高分子材料之一，已被广泛应用于食品、医药及化工产业。为检测明胶中的多种金属元素含量，选择微波消解对其品进行前处理，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。

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

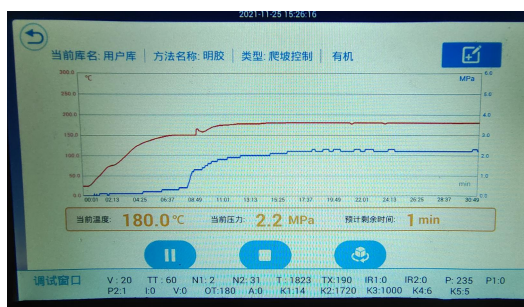
硝酸(68%)

3 实验方法

称取明胶约 0.3g (精确至 0.1mg) , 加入 10mL 硝酸 , 静置过夜 , 组装消解罐 , 按照如下设置参数进行实验 :

阶段	升温时间/min	温度/℃	压力/MPa	保温时间/min
1	7	150	3	2
2	3	180	3.5	20

最高实验压力 2.3MPa , 实验结束后 , 待冷却至 60℃以下 (为了进一步降低罐内压力 , 可继续冷却至 30℃左右 , 再打开消解罐) , 将消解罐取出转移至通风橱中缓慢打开 , 放置在赶酸器上 150℃赶酸至 1mL 左右 , 将消解液转移至烧杯中加水稀释后 , 溶液澄清透明 , 样品可完全消解。



温压曲线图



消解液

重新称取明胶和蛋白样品各约 0.5g (精确至 0.1mg) 置于消解罐底部 , 加入 10mL 硝酸 , 将消解罐放置在赶酸器上 100℃预处理 2h , 取下冷却后 , 组装消解罐 , 按照如下设置参数分别进行消解实验 :

阶段	升温时间/min	温度/℃	压力/MPa	保温时间/min
1	7	150	3	2
2	3	180	3.5	20

最高实验压力 3.2MPa , 实验结束后 , 待冷却至 60℃以下 (为了进一步降低罐内压力 , 可

继续冷却至 30℃左右，再打开消解罐），将消解罐取出转移至通风橱中缓慢打开，放置在赶酸器上 150℃赶酸至 1mL 左右，将消解液转移至烧杯中加水稀释后，溶液澄清透明，样品可完全消解。



温压曲线图



消解液

4 结果

实验选择的明胶样品，采用硝酸进行微波消解实验，最高温度 180℃，保温 20min，即可完全溶解。当取样量为 0.3g 时，120℃进行预消解，最高实验压力 2.3MPa；当取样量增加至 0.5g，按照中国药典（2020 版）中方法，100℃预消解 2h，最高实验压力达到 3.2MPa。实验中还发现样品在 150℃左右会有剧烈反应，压力上冲明显，为保证实验安全性，建议取样量控制在 0.3g 以内。