

微波消解油脂

一、前言

油脂是油和脂肪的统称，从化学成分上来讲油脂都是高级脂肪酸与甘油形成的酯。其中，油是高级不饱和脂肪酸甘油酯，脂肪是高级饱和脂肪酸甘油酯，都是高级脂肪酸甘油酯，是一种有机物。植物油在常温常压下一一般为液态，称为油，而动物脂肪在常温常压下为固态，称为脂。油脂均为混合物，无固定的熔沸点。油脂不但是人类的主要营养物质和主要食物之一，也是一种重要的工业原料。为检测油脂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%)，过氧化氢(30%)

三、实验方法

3.1、实验参数

选择三类不同的油脂样品，分别称取 0.1g（精确至 0.1mg），加入 8mL 硝酸（保证样品完全浸没于酸中），将消解罐放置在赶酸器上 120℃预处理 30min，待黄烟冒尽后取下冷却，组装消解罐，按照如下设置参数进行实验：

阶段	温度/℃	保温时间/min
----	------	----------

1	150	5
2	180	5
3	200	30

实验结束，待冷却至 60℃ 以下，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℃ 赶酸至近干，消解液转移至烧杯中加水稀释。其中两类样品消解液澄清，可完全消解；另一类样品消解液浑浊，未完全消解。

3.2、调整消解参数

重新称取未消解的样品 0.1g（精确至 0.1mg），加入 8mL 硝酸，将消解罐放置在赶酸器上 120℃ 预处理 30min 左右，待黄烟冒尽取下冷却后，补加 1mL 过氧化氢，静置 10min，组装消解罐，按照如下设置参数进行实验：

阶段	温度/℃	保温时间/min
1	150	5
2	180	5
3	210	30

实验结束后，待冷却至 60℃ 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℃ 赶酸至近干，转移至烧杯中加水稀释，消解液澄清透明，样品可完全溶解。

四、结果与讨论

实验选择的三类油脂样品，因结构和性质不同，所选用的消解参数也有所不同。在取样量均为 0.1g 时，其中两类样品采用硝酸作为试剂，最高消解温度 200℃，保温 30min 即可完全消解；另一类样品需要硝酸+过氧化氢作为试剂，最高消解温度达到 210℃，保温 30min 也可完全消解。因油脂样品反应会生成大量二氧化碳，实验压力较高，可通过预处理的方法释放掉一部分低温反应生成的气体，从而降低微波消解时消解罐内的压力。