

微波消解大葱

1 前言

大葱味辛，性微温，具有发表通阳，有解毒调味，发汗抑菌和舒张血管的作用。在东亚国家以及各处华人地区中，葱常作为一种很普遍的香料调味品或蔬菜食用，在东方烹调中占有重要的角色。。为了检测大葱中的多种金属元素含量，选用微波消解对其进行前处理，有利于后续检测设备快速准确测定。

2 仪器与试剂

2.1 仪器

新仪 MASTER-18 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%)，氢氟酸 (40%)

3 实验方法

3.1 样品制备

将实验选择的大葱样品，脱水晾干后，切碎备用。

3.2 微波消解参数探究

精确称取切碎后的大葱样品 0.1g (精确至 0.1mg) , 置于消解罐底部, 加入 8mL 硝酸, 静置 20min 左右, 组装消解罐, 按照如下设置参数进行消解实验:

表一

阶段	温度/℃	时间/min	功率/W
1	150	10	400
2	180	5	400
3	200	30	400

实验结束, 赶酸稀释后溶液中含有少量白色沉淀。

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 1mL 氢氟酸, 静置 20min 左右, 组装消解罐, 按照如下设置参数进行实验:

表二

阶段	温度/℃	时间/min	功率/W
1	150	10	400
2	180	5	400
3	200	35	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, 放置在赶酸器上, 150℃赶至 0.5mL 左右, 转移至烧杯中, 纯水稀释, 溶液澄清透明无明显杂质。

3.3 取样量

通过实验验证, 当取样量达到 0.3g 时, 需要对样品进行预处理后才可上机微波消解, 否则实验压力过高带来安全隐患。

4 结果

实验选取的大葱样品, 为了保证实验的安全性, 取样量应控制在 0.3g 左右 (添加预处理

步骤)，采用硝酸+氢氟酸的混酸体系进行消解，最高温度 200℃，保温 30min 左右，可将样品完全溶解。