

## 新型智能环保消解装置在食品重金属分析中的应用

赵启发 王非 赵颖 赵帅伟  
 新乡市产品质量检验检测中心, 河南 新乡 453000

**[摘要]** 样品的前处理是食品重金属分析准确度的保障及前提, 目前样品的前处理方法满足了分析准确度的一般性要求, 但过程复杂、操作要求高、环保性差, 因此选择合适的消解方法是重金属检测的重点。ZXJ-30 新型智能环保消解仪消解速度快、试剂用量小、样品不易被污染、节约能源、废气废液处理方便, 能有效提高食品重金属分析检测的准确度, 为食品安全提供保障。

**[关键词]** 食品重金属分析; ZXJ-30 智能消解仪; 准确度

DOI: 10.33142/sca.v7i9.13406

中图分类号: TS207.51

文献标识码: A

### Application of a New Intelligent and Environmentally Friendly Digestion Device in the Analysis of Heavy Metals in Food

ZHAO Qifa, WANG Fei, ZHAO Ying, ZHAO Shuaiwei  
 Xinxiang Product Quality Inspection and Testing Center, Xinxiang, He'nan, 453000, China

**Abstract:** Sample pretreatment is the guarantee and prerequisite for the accuracy of heavy metal analysis in food. Currently, sample pretreatment methods meet the general requirements of analysis accuracy, but the process is complex, the operational requirements are high, and the environmental friendliness is poor. Therefore, choosing an appropriate digestion method is the key to heavy metal detection. The ZXJ-30 new intelligent environmentally friendly digestion instrument has fast digestion speed, small reagent dosage, less sample contamination, energy saving, and convenient waste gas and liquid treatment, which can effectively improve the accuracy of food heavy metal analysis and detection, providing a guarantee for food safety.

**Keywords:** analysis of heavy metals in food; ZXJ-30 intelligent digestion instrument; accuracy

#### 引言

食品安全问题越来越引起人们的重视, 其中食品中重金属的含量备受关注, 提高检测的准确度是食品重金属检测的关键所在。样品的前处理是食品重金属分析准确度的保障及前提, 而在重金属含量测定的过程中, 消解方法的选择具有重要的意义。合适的消解方法, 可以提高重金属含量测定的准确度、节省时间、简便实验, 进而提高消解效率。目前普遍采用的前处理方法是电热板加热消解法和微波消解法<sup>[1]</sup>。但这两种方法就操作性、环保性、经济性及实用性有以下几点不足: (1) 电热板加热法虽然设备价格低廉, 操作简单, 但是消解时间长、试剂用量大、操作繁琐、分析人员劳动强度大, 同时开放系统的加热消解还会产生如酸蒸汽等大量的有害气体, 对分析人员身体健康非常有害; 微波消解能快速消解样品, 试剂消耗量少, 消解时间短、节约能源, 但消解罐清洗麻烦, 从消解罐转移到容量瓶中费事, 并且易造成样品转移损失或转移污染。

(2) 电热板加热消解是恒温消解, 消解效果不理想; 微波消解可以程序升温, 但温度压力有特殊要求, 压力最高可达 830kPa, 温度最高可达 270℃, 这样的高温高压存在安全隐患, 同时, 微波消解对消解样品量、品种及消解条件(表 1)<sup>[2]</sup>有严格要求, 否则有爆炸危险。(3) 电热板加热消解法和微波消解法都需要赶酸, 赶酸时现场必须有

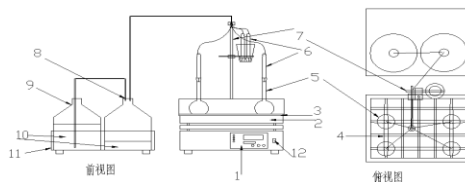
分析人员, 增加了人力成本和劳动时间。通过实验, 用郑州嘉禾仪器设备有限公司生产的 ZXJ-30 型新型智能环保消解装置很好的克服了上述问题。

表 1 消解样品种类、用量、使用条件

样品名称	称量 (g)	样品酸用量及前处理方法	最高压力(MPa)	保持时间 (min)	备注
米	0.5	6ml 硝酸预处理 20 分钟后, 补加 2ml 硝酸、1ml 双氧水	1.7	4	
蔬菜	2.0	5ml 硝酸、1ml 双氧水	1.0~1.5	4	
牛奶	2ml	7ml 硝酸、1ml 双氧水	1.5	5	
新鲜鱼	0.5	5ml 硝酸	2.0	3	

#### 1 实验装置及原理

##### 1.1 ZXJ-30 型新型智能环保消解装置结构



1. 控制面板; 2. 加热系统; 3. 加热板; 4. 消解瓶固定弹簧; 5. 消解瓶; 6. 酸气密封回流装置; 7. 支架; 8. 回收缓冲瓶; 9. 回收废气瓶; 10. 回收废气液体; 11. 回收瓶托盘; 12. 开关

图 1 ZXJ-30 型新型智能环保消解装置结构图

## 1.2 ZXJ-30 型新型智能环保消解装置工作原理

实验室的智能环保电热消解仪有：控制面板，加热系统、加热板、消解瓶固定弹簧、消解瓶、酸气密封回流装置、支架、废气回收管理、回收废气液体、回收缓冲瓶、回收废气瓶、回收瓶托盘等组成；所述控制面板，加热系统在仪器内部，消解瓶固定弹簧在加热板在仪器上端，与加热板相连。固定弹支架与消解瓶固定装置相连，消解瓶放在加热板上，中部用消解瓶固定弹簧固定，瓶口与密封回流装置相连，回流装置与管路一端相连，管路另一端与回收瓶相连，回收瓶内有回收液，回收瓶放在托盘上；其中加热系统与控制面板相接。控制系统设定好消解程序，将消解瓶固定在消解瓶固定弹簧中；酸气密封回流装置放置消解瓶口中；酸气密封回流装置上端接废气回收管路，进入废气回收瓶中；回收缓冲瓶、回收废气瓶中放入回收废气液；回收缓冲瓶、回收废气瓶放在托盘上；消解瓶中样品及所加入酸溶液进行加热，消解开始，过热的酸气通过回流装置回到消解瓶中对样品进行消解，加热后过热的酸气又上升到达回流装置，如此循环达到省酸目的，在回流装置中没有完全冷却回流的过热酸气，通过废气回收管路到达废气回收瓶中，回收瓶中的回收液与酸气作用变成无害液体，酸气被全部回收。程序升温设定消解程序刚好把样品完全消解，而所剩酸量极少，达到不用赶酸目的；所用消解瓶是一个特殊材料的容量瓶，消解完成冷却至室温后直接定容，达到无转移直接定容的目的。

## 2 实验步骤

ZXJ-30 型新型智能环保消解装置对食品重金属样品消解处理与传统消解方法样品消解处理对比<sup>[3]</sup>

现以小麦标准品，检测铅，与传统消解方法对比  
仪器设备：

1. 石墨炉原子吸收            型号：TAS-990AFG
2. 新型智能环保消解        型号：ZXJ-30
3. 微波消解仪                型号：MDS-6
4. 电热板                      型号：TR-2500
5. 试剂：硝酸（优级纯）

样品：取小麦标准样品（批号：GBW10011）含铅标准值：65 μg/kg 不确定度 24 μg/kg

取小麦标准样品称取 0.5 克 18 份，各加 5ml 硝酸溶液作为消解液，其中：电热板消解 6 份，标记为 D1、D2、D3、D4、D5、D6；用微波消解消解 6 份，分别标记为 W1、W2、W3、W4、W5、W6；用新型智能环保消解仪消解 6 份，分别标记：Z1、Z2、Z3、Z4、Z5、Z6。每个消解方法做六

份回收率 60 μg/ml。样品分别是：D11、D21、D31、D41、D51、D61；W11、W21、W31、W41、W51、W61；Z11、Z21、Z31、Z41、Z51、Z61。

(1) 微波消解法：<sup>[4]</sup>在微波消解罐中放入事先称好的 0.5g 小麦标准样品，6ml 硝酸。浸泡 20 分钟，再加入 2ml 硝酸。160℃ 温度保持 40 分钟。冷却至室温后，将消解液转移至 10ml 容量瓶内，多次用水洗涤，洗液合并于容量瓶中，并定容至刻度，混匀备用，同时做试剂空白。

(2) 电热板消解法：在锥形瓶中放入事先称好的 0.5g 小麦标准样品，加入玻璃珠若干和 10ml 硝酸，盖盖后浸泡 20 分钟，然后将一小漏斗覆盖于锥形瓶上，在电热板上，120℃ 进行消解，酸剩余少了继续添加。直至消解液颜色呈无色透明或略带黄色，赶酸近干，进行冷却，之后将消解液转移至 10ml 容量瓶中，用水少量多次洗涤锥形瓶，洗液合并于容量瓶中，并定容至刻度，混匀备用；同时做试剂空白。

(3) ZXJ-30 型新型智能环保消解装置消解法：在仪器配置容量瓶中放入事先称好的 0.5g 小麦标准样品。加入 5ml 硝酸。将酸气密封回流装置放置好。设定升温程序：30℃ 40min；160℃ 180min；200℃ 150min。程序结束冷却至室温，定容至刻度线，混匀备用；同时做试剂空白。

(4) 铅含量测定。采用石墨炉原子吸收分光光度计法。283.3nm 波长，1nm 光谱带宽，7ml 电流，120℃ 干燥温度（20s），800℃ 灰化温度（10s），1900℃ 原子化温度（2s），氘灯扣背景。

标准曲线绘制：吸取浓度为 0、10.0、20.0、40.0、60.0、80.0ng/ml 的铅标准溶液各 10 μl 加入石墨炉，测得吸光度值并求得吸光度值与浓度关系的一元线性回归方程。

试样测定：分别吸取样液和试剂空白液 10 μL，注入石墨炉，测得吸光度值，代入标准系列的一元线性回归方程中求得样液中铅含量： $X = (A1 - A2) V / (1000m)$

公式中的 X 表示小麦样品中的铅含量单位为 mg/kg；A1 表示测定样液中的铅含量单位为 ng/ml；A2 空白液中的铅含量单位为 ng/ml；m 表示样品质量单位为 g；V 表示样品定容总体积单位为 ml。

## 3 结果与讨论

根据实验结果得出，智能环保消解仪检测含量偏高，电热板消解和微波消解转移不彻底，造成含量偏低。三种方法回收率在 90%~105% 之间，非常符合规定要求。证明在样品处理方面，智能环保消解仪可以取代电热板和微波消解仪。

表 2 消解处理情况表

序号	消解仪名称	消解时间(小时)	是否赶酸	硝酸消耗量	是否转移定容	废气回收	人员值守	总时间(小时)
1	电热板	6	是	50ml	是	不回收	要值守	10
2	微波消解仪	1	是	8ml	是	不回收	要值守	8 (含预消解及消解罐处理)
3	智能环保消解仪	6	否	5ml	不转移直接定容	回收	不值守	6.5

**表 3 检测数据结果表**

序号	消解仪名称	标记名称	数值 $\mu\text{g}/\text{kg}$	加标量 $60 \mu\text{g}/\text{kg}$	RSD 值	回收率	备注
1	电热板	D1	69	123	样品: 3.6% 加标: 2.3%	90%	样品平均值: 67.3
		D2	64	126		103%	
		D3	65	124		98%	
		D4	67	129		103%	
		D5	69	128		98%	
		D6	70	127		95%	
2	微波消解仪	W1	72	129	样品: 2.4% 加标: 1.8%	95%	样品平均值: 69.5
		W2	70	125		92%	
		W3	69	127		97%	
		W4	70	129		98%	
		W5	65	127		103%	
		W6	71	130		98%	
3	智能环保消解仪	Z1	71	130	样品: 2.58 加标: 2.3%	98%	样品平均值: 71.3
		Z2	72	128		93%	
		Z3	69	129		100%	
		Z4	73	132		98%	
		Z5	75	133		97%	
		Z6	68	127		98%	

从实验中发现 ZXJ-30 型新型智能环保消解装置采用全封闭模式消解,使消解过程中产生的有毒有害酸气,通过碱溶液全回收;热酸气上升到回流装置中遇冷在回流壁上冷凝,以液体状态又回到了消解瓶中,有效地解决了样品消解时试剂消耗量大的问题,还解决了试剂回收再利用问题,节省了试剂使用量;同时克服了传统消解方法产生的酸气对化验室人员伤害的问题;程序升温很方便使样品的消解即达到彻底消,又自动赶酸,消除了传统消解赶酸必须有人值守的问题。容量瓶耐高温特质材料,直接用容量瓶加热,消解完成后冷却至室温,直接定容,消除了传统消解方法的消解样品必须转移的历史。有了废气回收装置消解不用在通风处,真正做到环保消解,零污染排放。

虽然 ZXJ-30 型新型智能环保消解装置有这么多优点,但是还有其不足之处,就是消解容量瓶材料含有硅元素,

不能使用氢氟酸进行消解。所以做含硅物质消解时,不能做到全消解。希望随着材料科学的继续发展,能找到更好的材质。解决智能环保消解装置的不足。

#### [参考文献]

- [1]肖昕. 重金属在小麦中富集特征的实验研究[J]. 农业环境科学学报,2006,25(5):1133-1137.
  - [2]刘素华. 微波消解在测定食品中金属元素的方法探讨[J]. 中国食品卫生杂志,2004(4):104.
  - [3]高雪琴. 利用微波消解法快速测定小麦粉中痕量铅、镉的含量[J]. 粮食与饲料工业,2010(1):150.
- 作者简介: 赵启发(1965.11—),男,毕业院校:中国人民解放军总后勤部医学专科学校,所学专业:军医专业,学历:大专。当前就职单位:新乡市产品质量检验检测中心,职务:副主任,主要从事实验室体系运行及检测项目规划、筹建工作。