

微波消解香草香精

1 前言

香草香精是一种从香草提炼的食用香精，是众多香精中其中一种，分为纯天然香精与人工香精两类。常用于糕点类去除蛋腥味或是制作香草口味点心使用。因为是浓缩香精，所以用量不宜太多，以免过於浓重的香草味覆盖了糕点原本应有的味道。除了浓缩香精，还有粉末状的香草粉及药片状的香草片，香草片需压碎成粉状之后使用，用量和香草粉相当。但香草粉用量应比香草精略多一点。为了对其中的金属元素含量进行分析，我们采用微波消解作为前处理方法，本方法消解迅速，酸用量少，酸雾污染小，有利于后续对痕量元素的准确快速测定。

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

3.21 消解实验

称取香精样品 1g (精确至 0.1mg) 置于消解罐底部, 加入 8mL 硝酸 (样品反应剧烈), 静置 15min, 组装消解罐, 按照如下设置参数进行消解实验:

阶段	温度/°C	压力/psi	升温时间/min	保温时间/min
1	150	400	8	2
2	180	400	3	20

实验结束, 待冷却至 60°C以下, 压力为零时, 取出消解罐转移至通风橱中打开, 放置在赶酸器上, 赶酸至近干, 转移至烧杯中, 加水稀释后溶液澄清透明。

3.2 取样量探究

为满足检测需求, 增加样品取样量至 5g, 加入 5mL 硝酸, 数秒后样品剧烈反应, 会有液滴飞溅出消解罐, 实验终止。

重新称取香精样品 5g (精确至 0.1mg) 置于消解罐底部, 加入 1mL 硝酸, 静置 5min 左右后分三次补加硝酸, 每次补加 2mL, 间隔约为 5min, 继续静置 20min 左右, 组装消解罐, 按照如下设置参数进行消解实验:

阶段	温度/°C	压力/psi	升温时间/min	保温时间/min
1	150	400	8	2
2	180	400	3	20

实验结束, 赶酸稀释后消解液澄清透明。



加酸后（反应释放二氧化氮）



消解后

4 结果

实验选取的香草香精样品的取样量在 5g 以内，采用硝酸进行消解实验，最高实验温度 180°C，保温 20min，样品可完全消解。

注意事项

1. 香草香精样品取样量为 5g 时，需多次加入硝酸，防止反应过于剧烈而造成液体飞溅