

微波消解硒化多糖

1 前言

硒作为人体必需的微量元素之一，有多种免疫与生物学功能，尤其是预防心血管病、抗肿瘤、抗病毒性疾病以及抗衰老等作用。因此，含硒药物和添加剂等材料成为当今许多科研人员的研究热点。在医药、饲料和食品添加剂等方面，与无机硒化合物相比，有机硒化合物生物活性强、毒性低、吸收率高、污染小，利用有潜力的生物活性成分和无机硒制备具有抑制肿瘤等作用的有机硒化合物具有很大的研究意义。我们选择一种硒化多糖类样品，采用微波消解的方法进行前处理，该方法速度快、空白低、污染小，有利于后续检测设备对硒元素的快速有效测定。

2 仪器与试剂

2.1 仪器

新仪 TANK 微波消解仪，TK-12 赶酸器，分析天平(十万分之一)，



2.2 试剂

硝酸(68%)，硫酸(98%)，纯水

3 实验方法

称取硒化多糖样品约 0.02g (精确至 0.1mg) , 置于消解罐底部 , 加入 4m 硫酸和 4mL 硝酸 , 静置 10min 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/Mpa	升温时间/min	保温时间/min
1	150	2	7	2
2	180	2.5	5	2
3	200	3	5	60
4	200	3	1	30

最高实验压力 2MPa , 实验结束后 , 待冷却至 60°C 以下 , 取出消解罐转移至通风橱中打开 , 赶酸稀释后 , 消解液澄清透明。

重新称取硒化多糖样品约 0.02g (精确至 0.1mg) , 置于消解罐底部 , 加入 4m 硫酸和 4mL 硝酸 , 静置 10min 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/Mpa	升温时间/min	保温时间/min
1	150	2	7	2
2	180	2.5	5	2
3	200	3	5	60

实验结束后 , 赶酸稀释后样品也可完全溶解

重新称取硒化多糖样品约 0.02g (精确至 0.1mg) , 置于消解罐底部 , 加入 1m 硫酸、3mL 硝酸和 4mL 纯水 , 静置 10min 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/Mpa	升温时间/min	保温时间/min
1	150	2	7	2
2	180	2.5	5	2
3	200	3	5	60

实验结束后，赶酸稀释后样品也可完全溶解

4 结果

实验选择的硒化多糖样品，取样量在 0.02g，采用硫酸+硝酸的混酸体系进行实验，最高温度 200℃，保温 1h 左右，即可完全溶解；在保证样品完全消解的前提下，也可添加少量水来降低溶液酸浓度。

注意事项

1. 硫酸沸点较高无法通过赶酸去除，因此建议减少硫酸的添加量，加入少量纯水，采用稀酸进行消解实验。
2. 硒化合物成分差别较大，应根据实际要求，选择最佳的实验参数。