

# 样品前处理介绍

Labtech Ltd  
胡建文

# 内容

- 全自动电热消解样品前处理
- “预加压” 微波消解技术

# 全自动电热消解仪介绍

---

## AutoDigiBlock

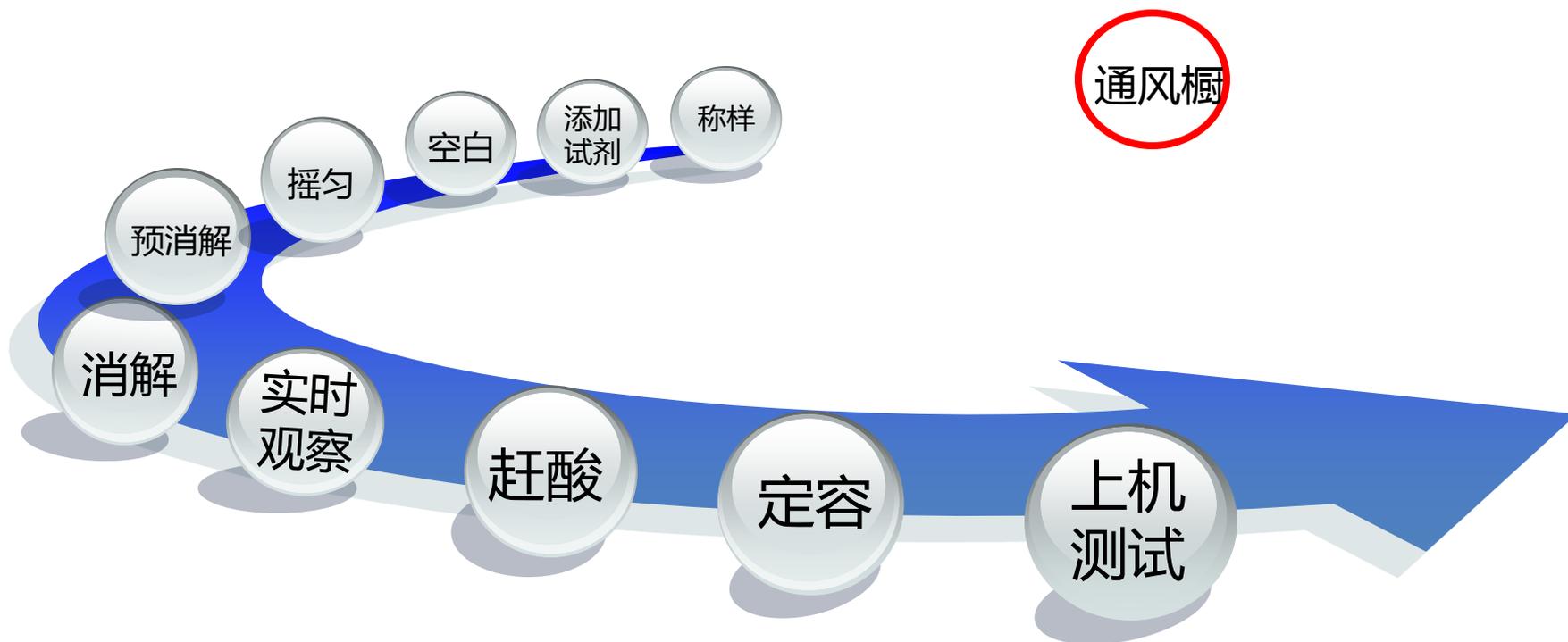
# 全自动电热消解技术简介

全自动消解仪是在常压状态下消解样品，采用电加热方式，操作者只需向消解管中称量所测样品，输入消解步骤，仪器按照软件指令自动**添加试剂**、**摇匀**样品、程序**升温**、**赶酸**、提升**冷却**和**定容**。

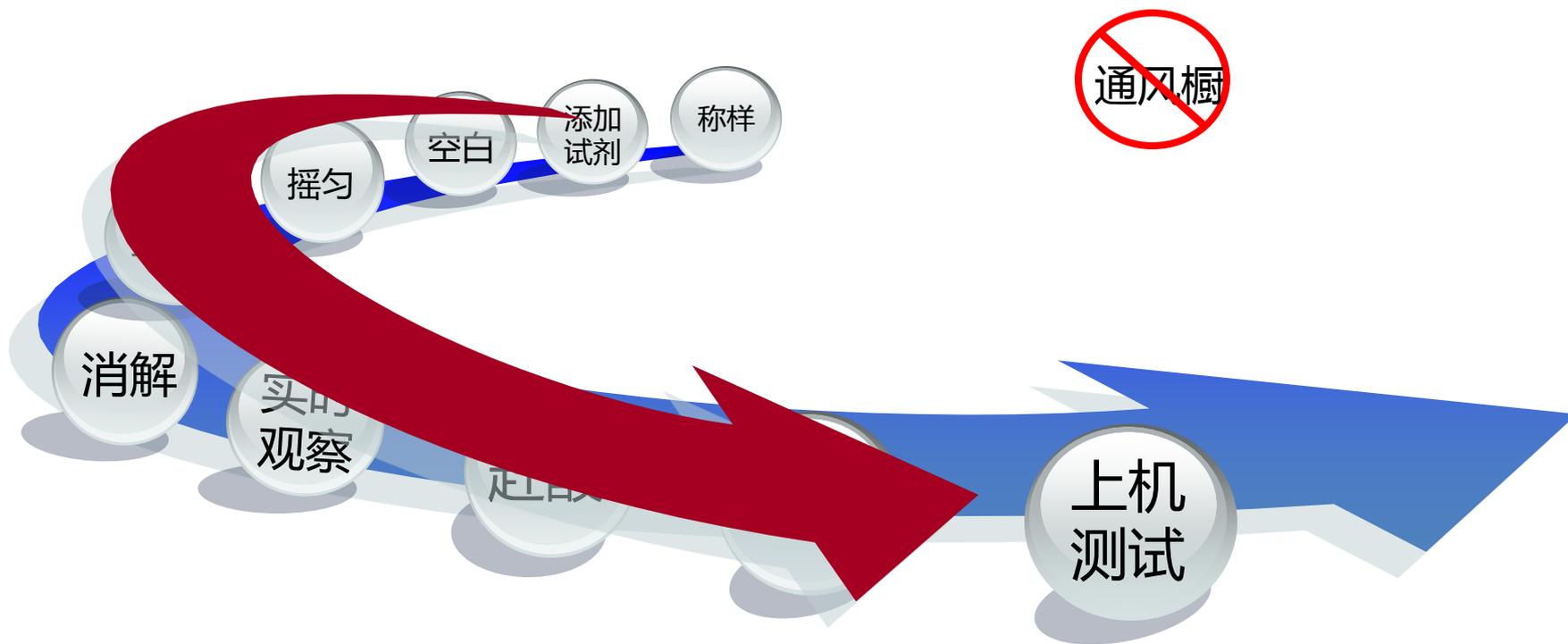
## 主要用途：

元素分析：用于AA、ICP、ICP-MS、原子荧光等的样品消解前处理。

# 样品消解过程

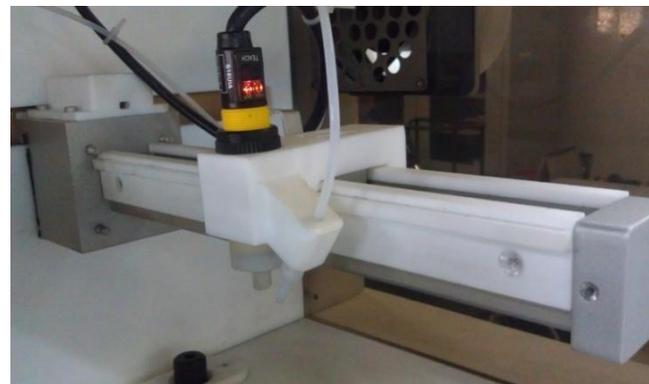


# 样品消解过程



# 全自动技术—自动加酸

- 有6个试剂通道
- 蠕动泵精确添加试剂
- XY轴全方位移动机械臂
- 全PFA管路，可操作腐蚀性试剂（包括HF）
- 管路自动清洗功能，清洗次数和清洗量可设
- 加液速度可调



# 全自动技术—自动加酸

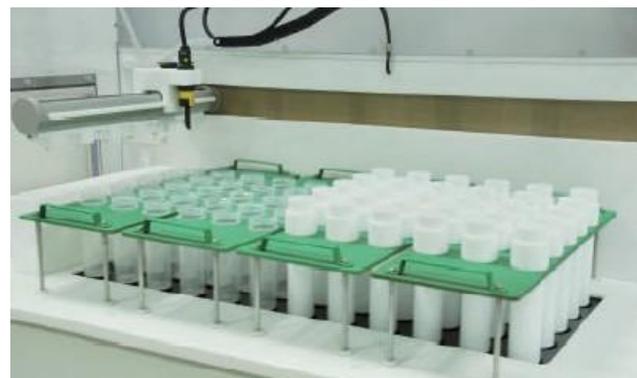
- 有6个试剂通道
- 蠕动泵精确添加试剂
- XY轴全方位移动机械臂
- 全PFA管路，可操作腐蚀性试剂（包括HF）
- 管路自动清洗功能，清洗次数和清洗量可设
- 加液速度可调





# 全自动技术—自动升降振荡

- 模块设计，可单独升降/摇匀
- 升降、摇匀自动复位
- 振荡强度/时间可设
- 可设定提升加酸冷却时间
- 多种振荡摇匀模式（加样、冷却、消解时、定容）



# 全自动技术—自动程序升温

- 石墨喷涂特氟龙的加热材质，防酸
- 温度范围：室温 ~ 230°C
- 升温速度可调，有利于消解过程控制

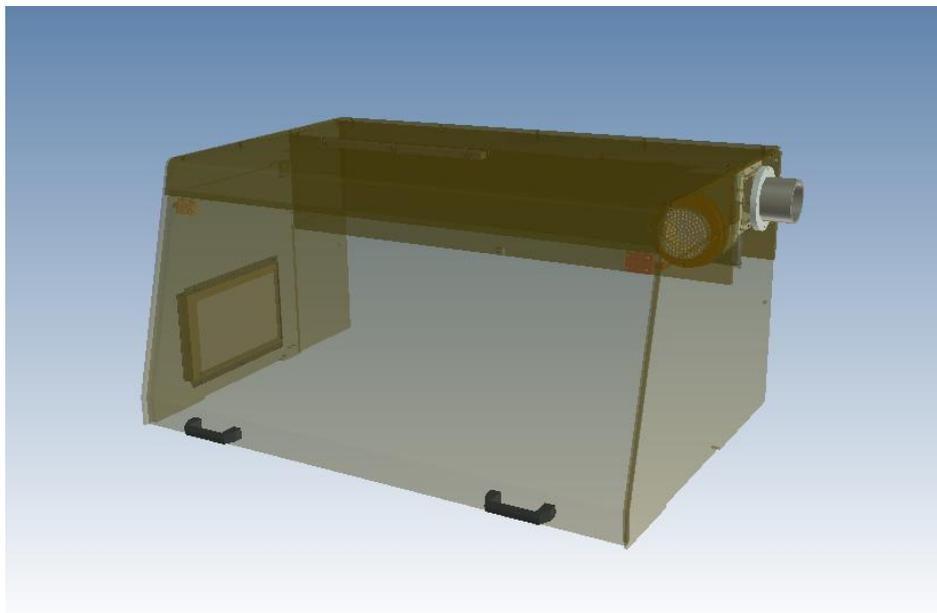


# 全自动技术—自动定容

- 超声波传感器测量精确
- 定容范围10ml-50ml
- 定容精度高



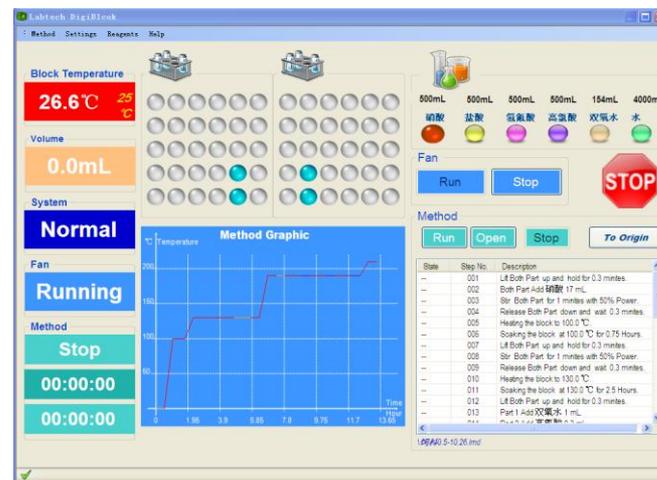
# 全自动技术—自动排风



- 自带通风系统，可直接排走酸雾

## 智能化远程监视系统

- 通过Wi-Fi或有线网络实现对消解过程的远程实时监控与紧急停机



软件操作界面

- 用手机连接Wifi: TP-LINK\_
- 打开浏览器, 输入网址:

# 食品中硒的测定

- 样品：富硒米、富硒盐、鸡蛋
- 标准品：GBW07602(灌木枝叶)、GBW08552（猪肉）
- 试剂：HNO<sub>3</sub>、HClO<sub>4</sub>，实验用水为去离子水
- 仪器： AutoDigiBlock全自动电热消解仪  
双道原子荧光光谱仪
- 硒标准溶液使用硒标准溶液储备液当天新鲜配置。

# 消解步骤

称样：2.0g打撒搅匀的鸡蛋  
0.085g富硒盐  
2.0g富硒大米

**AutoDigiBlock**  
**自动完成**

仪器分析

- ① **加酸**：15mL硝酸+3mL高氯酸；
- ② **摇匀**：50%强度振荡1min；
- ③ **程序升温消解**：100°C预消解30min；  
130°C消解60min；  
150°C消解60min；
- ④ **赶酸**：190°C赶酸15min；
- ⑤ **定容**：用超纯水定容至50mL.

检测项目：硒 Se

# 标准曲线绘制

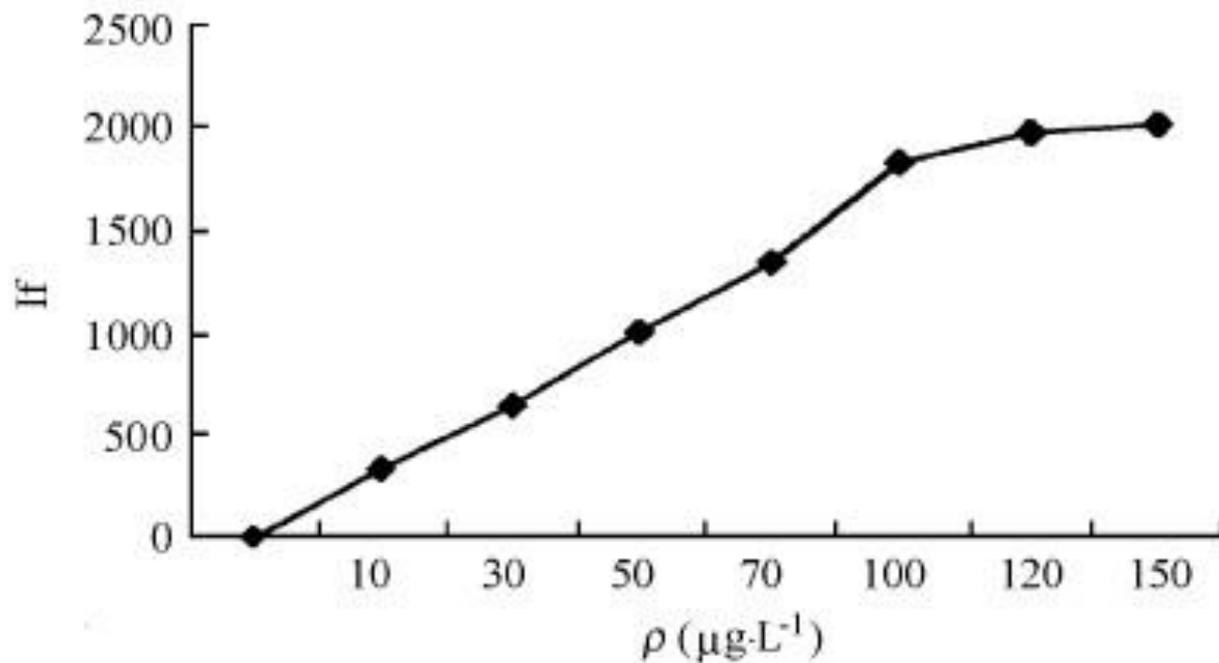


图 1 标准曲线线性范围

# 测试结果

## 标准品测试结果

| 样品名称↕           | 标准值↕       | 测定值↕       | 平均值↕  | 偏差↕  |
|-----------------|------------|------------|-------|------|
| GBW07602(灌木枝叶)↕ | 0.31±0.02↕ | 0.27-0.31↕ | 0.29↕ | 4.9↕ |
| GBW08552(猪肉)↕   | 0.49±0.05↕ | 0.44~0.50↕ | 0.47↕ | 5.3↕ |

## 样品测试结果

| 样品↕   | 测定值↕                        | 平均值↕   |
|-------|-----------------------------|--------|
| 鸡蛋↕   | 0.157, 0.148, 0.155, 0.148↕ | 0.152↕ |
| 富硒大米↕ | 0.163, 0.141, 0.157, 0.140↕ | 0.150↕ |
| 富硒盐↕  | 5.34, 5.07, 4.84, 4.80↕     | 5.01↕  |

- 精确控温，温度均匀
- 防腐、耐用

### • 电热板

- 无人值守
- 全自动
- 软件全程控制，消解过程智能化、程序化

### • 全自动消解仪

### • 电炉子

样品消解效果很大程度上依赖于实验人员的经验

### • 电热消解仪

- 环绕式加热
- 一站式消解，消解过程程序化

## 结论

- 应用全自动电热消解技术处理样品，用氢化物原子荧光测定食品中的硒的含量，操作简便，快速，回收率为89%~104%，灵敏度较好，回收率高，可以满足食品分析要求。使用全自动消解进行前处理，试剂用量少，消化完全，空白值低，是一项全新的样品前处理技术。

# “预加压” 样品的前处理技术

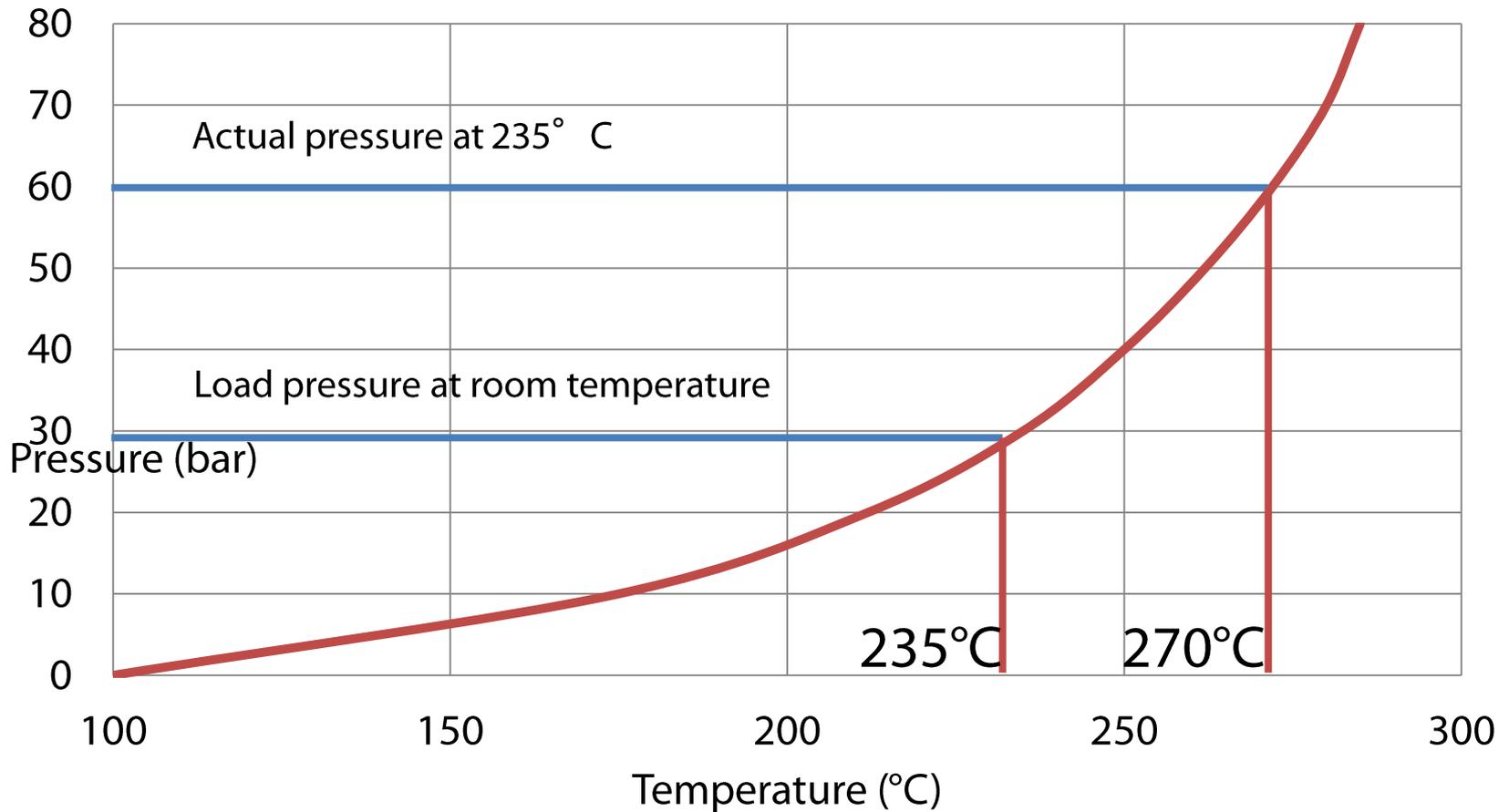
## 下一代微波消解 UltraWAVE

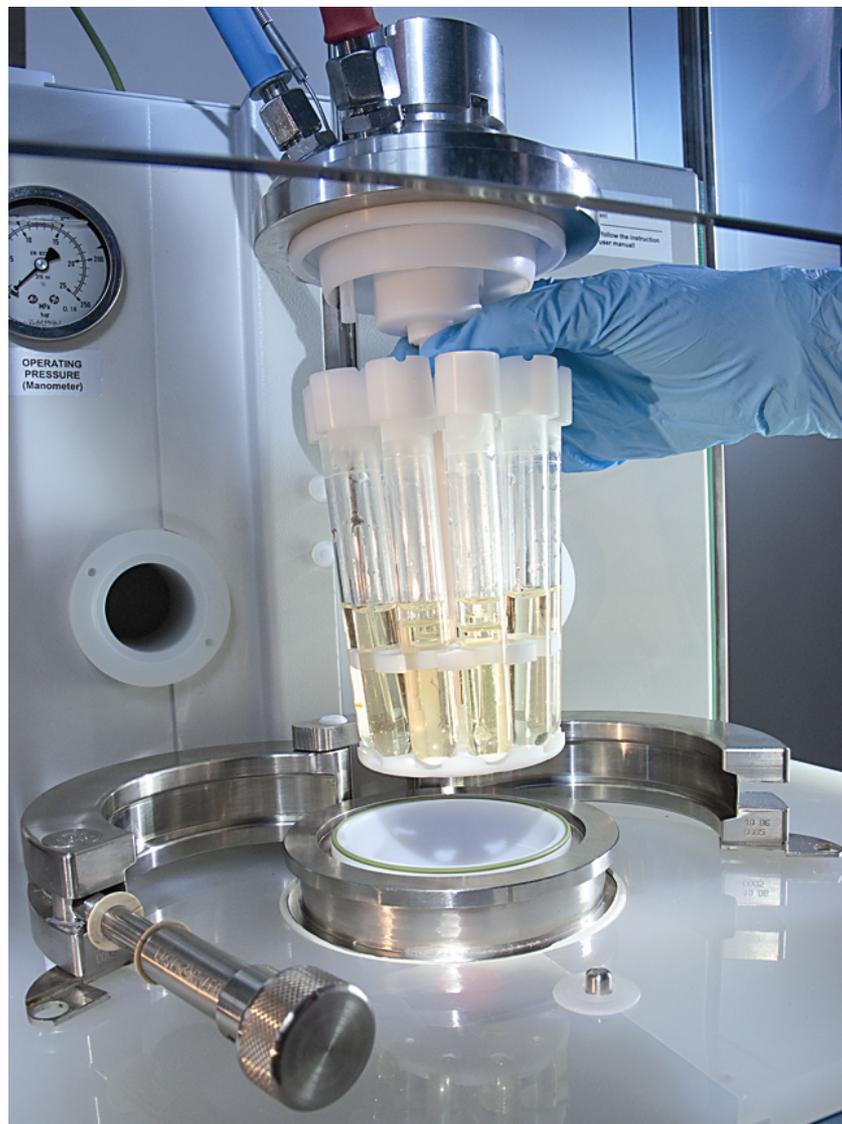


# 预加压微波消解技术

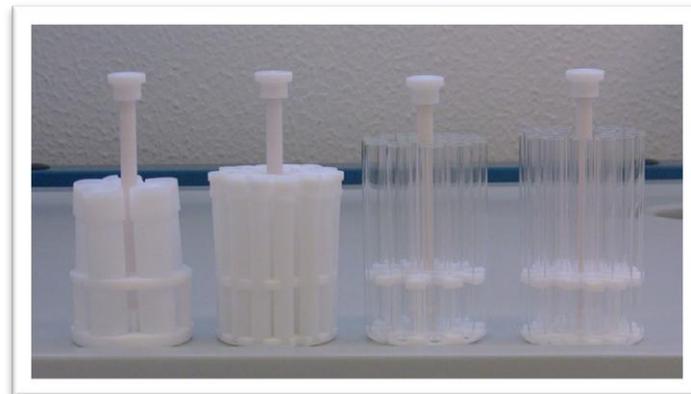
- 预加压技术
- 与常规微波消解不同，预加压微波消解系统的核心是一个“单反应室”，这个反应室既是样品的消解罐又是微波的工作腔，微波直接从底部发射到腔体内，而不是像常规微波消解那样在腔体内漫反射后才射向罐子，其能量密度和均匀性是常规微波消解无法相比的，放置在该反应腔体的所有样品是严格在相同的温度和压力下进行消解。
- 在操作中，反应室预先充上约40-50bar氮气，再通过微波加热，实现了超高温、超高压、超大样品量和超高通量批处理。
- 同时用同一种方法消解不同的样品

# H<sub>2</sub>O P&T

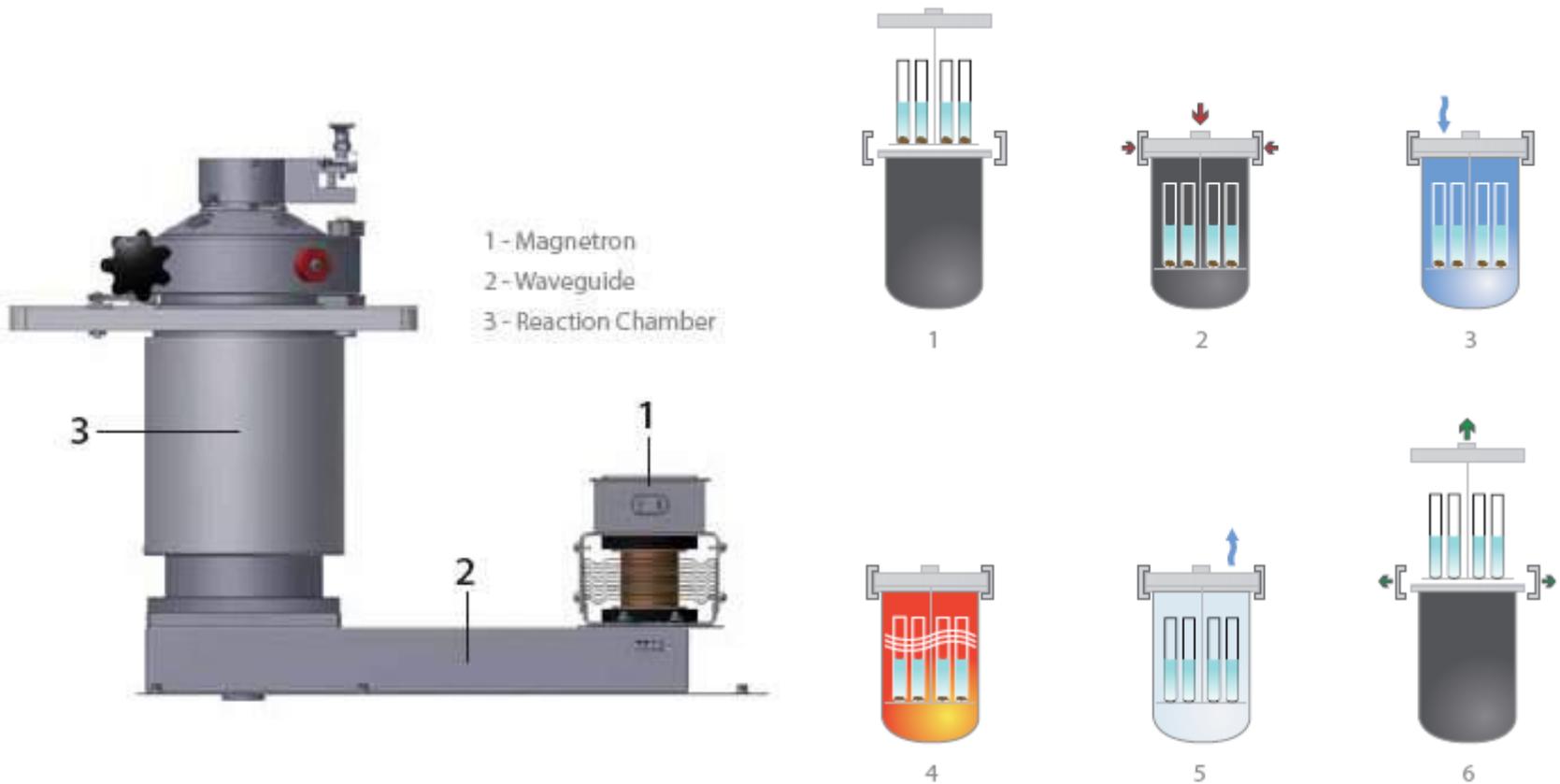




# TFM 反应腔&消解罐



# 预加压微波消解示意图



# 多种类样品同时微波消解

- 样品、试剂及仪器：
- 样品：鲜奶、奶粉、咖啡、甘菊、枸杞
- 称样量：各1g
- 反应腔：100mlH<sub>2</sub>O+5mlH<sub>2</sub>O<sub>2</sub>
- 消解罐：各8mlHNO<sub>3</sub>+2mlH<sub>2</sub>O<sub>2</sub>
- 仪器：ultrawave预加压式微波消解仪

# 多种类样品同时微波消解

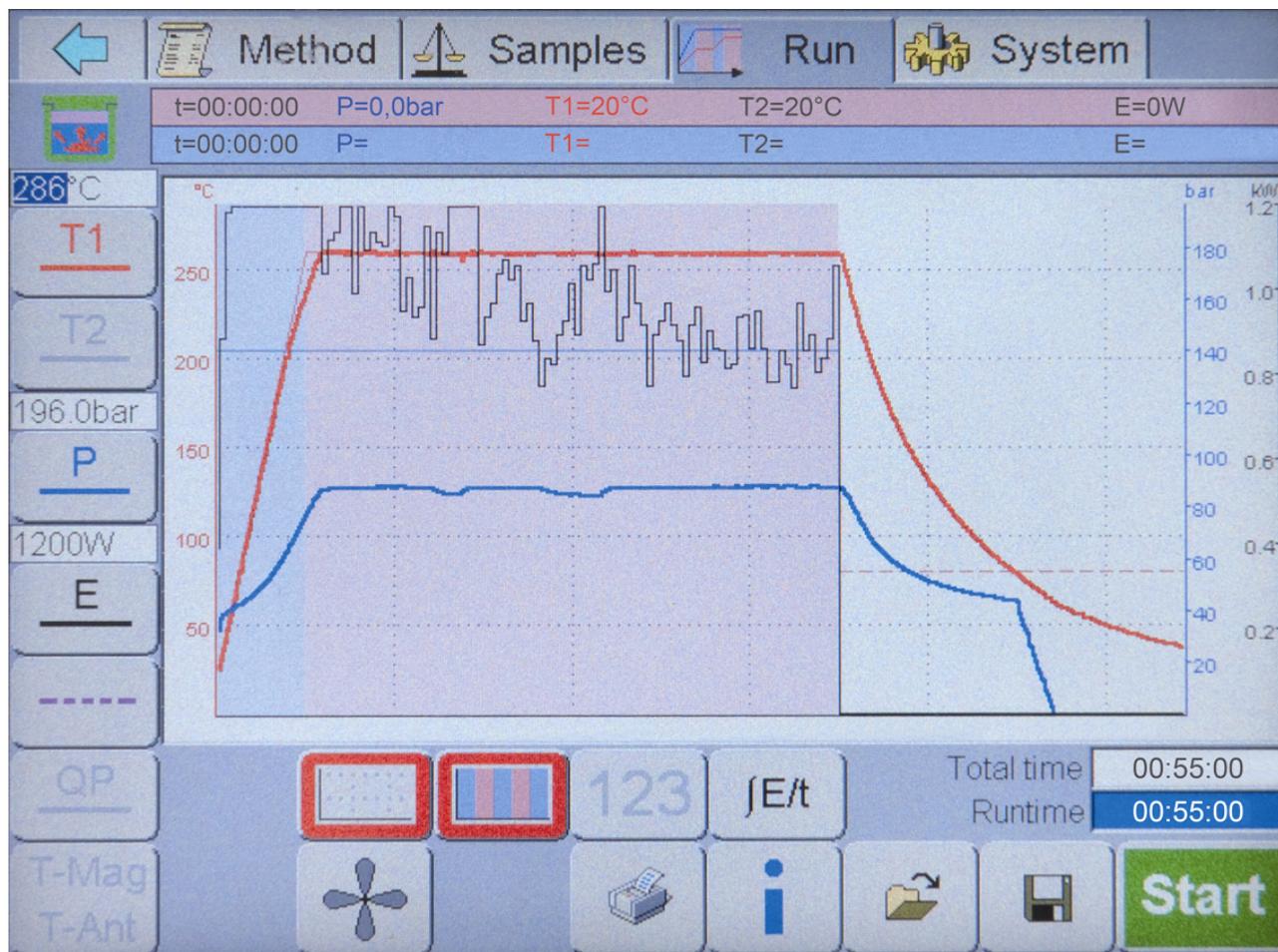
- 称取样品量

| Sample | Amount (g) | Acid Mixture                                |
|--------|------------|---|
| 1      | 1,5479     | 8ml HNO <sub>3</sub> + 2ml H <sub>2</sub> O |
| 2      | 1,3085     | 8ml HNO <sub>3</sub> + 2ml H <sub>2</sub> O |
| 3      | 0,8658     | 8ml HNO <sub>3</sub> + 2ml H <sub>2</sub> O |
| 4      | 0,9265     | 8ml HNO <sub>3</sub> + 2ml H <sub>2</sub> O |
| 5      | 0,4748     | 8ml HNO <sub>3</sub> + 2ml H <sub>2</sub> O |

# 多种类样品同时微波消解

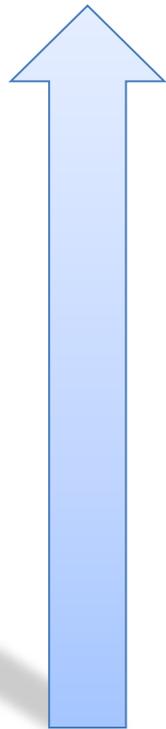
- 设置反应条件

| <b>Step</b> | <b>Time (min)</b> | <b>Temperature (° C)</b> | <b>Power (W)</b> |
|-------------|-------------------|--------------------------|------------------|
| 1           | 5                 | 120                      | 1200             |
| 2           | 15                | 250                      | 1200             |
| 3           | 20                | 250                      | 1200             |



# 预加压设置

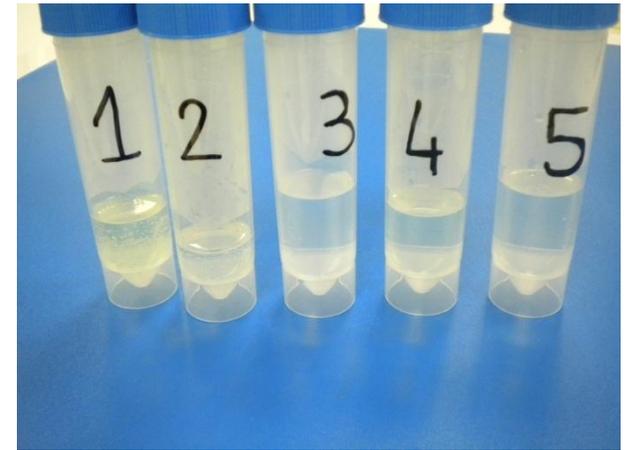
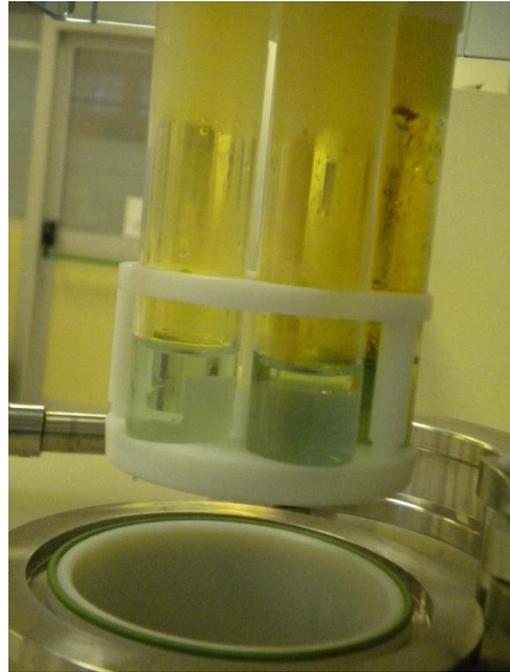
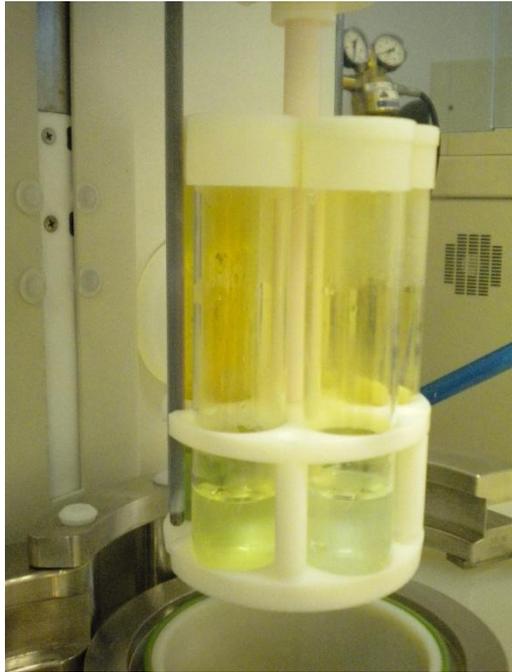
40-50 bar



Moderately reactive samples  
(organics such as food, feed,  
biological...)



# 实验结果



# 胶囊的消解—卫生标准



整粒消解

## 结论及特点

- 消化能力高
- 使用同一种方法同时消解不同的样品
- 可使用不同的样品量和不同的酸量
- 无需组装/拆卸的样品罐
- 使用任意容器消解样品
- 更少的试剂使用量
- 减少耗材成本和劳动力成本

谢谢大家!