

CEM PHOENIX 微波灰化方法（小麦粉）

美国培安公司版权所有 未经许可 不得复制

样品：小麦粉

摘要：本方法旨在描述利用配备石英纤维坩锅的 CEM PHOENIX 微波马弗炉（微波灰化系统），测量小麦粉中的灰分含量，

仪器要求：CEM PHOENIX 微波马弗炉（微波灰化系统）

石英纤维坩锅、石英纤维坩锅垫、移液管、吸收内衬、坩锅钳、感量 $\pm 0.1\text{mg}$ 分析天平

试剂要求：乙酸镁

乙醇（95%）

方法：

1. 配液：将乙酸镁和 95%乙醇配成 0.015:1（质量：体积）溶液。方法如下：称量 15g 乙酸镁，溶于 1000ml 95%乙醇中。使用前，进行过滤。
2. 程序设定：将 CEM PHOENIX 微波马弗炉（微波灰化系统）温度设定为 935℃，然后等待仪器升温到设定温度。
3. 时间设定：10 分钟

步骤 4-8 来测定灰化方法的空白值。

4. 称量带有三个坩锅垫的坩锅，准确至 $\pm 0.1\text{mg}$ ，记录数值为 A。
5. 将一片吸收内衬放置在顶部坩锅垫的下边，将 3ml 乙酸镁溶液滴在顶部坩锅垫上。液体会渗入坩锅垫并被吸收，由于没有面粉被灰化，其余的坩锅垫用来全部吸收液体，当进行样品分析时，面粉会吸收大部分溶液。
6. 将坩锅放入炉内灰化十分钟，然后拿出坩锅，放置在干燥皿中冷却 2 分钟。
7. 重新称量包含灰分的坩锅，准确至 $\pm 0.1\text{mg}$ ，记录数值为 B。
8. 利用以下公式算出灰分空白值
数值 B - 数值 A = 灰分空白值（数值 C）

注意：

* 应该至少做两个空白重复样，偏差在 0.3mg 之内，如不满足此要求，必须进行评估，判断误差发生的原因。

* 为了判断误差发生的潜在原因，首先应该检查空白的准确值。

* 比如：当面粉样品为 2g 时，若空白值偏差达到 0.0003g，则结果就会因为空白值偏差的原因，产生 0.015% 的误差。如果空白值偏差过高，可以采用添加或不添加乙酸镁溶液，多做几个空白试验来判断此原因是否由添加乙酸镁溶液的方法造成的。若是，则建议采用更加准确的添加办法。CEM 公司的 pipette 系统使用得当，可以帮助降低空白值偏差使其 < 0.015%。

步骤 8-13 用来测量面粉里的灰分。

9. 称量带有坩锅垫的坩锅，准确至 $\pm 0.1\text{mg}$ ，记录数值为 D。
10. 将一片吸收内衬放入坩锅内，并放入天平中称量，称量 2g 样品，放入坩锅，准确至 $\pm 0.1\text{mg}$ ，记录数值为 E，将样品平铺于吸收内衬，加入 3ml 乙酸镁溶液，将样品浸湿。
11. 将带样品的坩锅放置入灰化炉内，灰化 10 分钟，移出坩锅，然后放入干燥器内冷却 1 分钟。炉内一次可以放置四个样品。
12. 重新称量含有灰分的坩锅，准确至 $\pm 0.1\text{mg}$ ，记录数值为 F。
13. 通过以下公式计算灰分值：

$$\% \text{ ash} = \frac{(F - C - D) \times 100}{E}$$

注意：

- * 石英纤维坩锅和垫片在进行样品灰化之前应预灰化 10 分钟，以确保结果的准确性达到 $\pm 0.001\%$ 。
- * 石英纤维坩锅可以重复使用，直至出现小洞或裂缝，然后可弃之不用。重复使用之前石英纤维坩锅要用 CEM 提供的毛刷进行清洁，刷去小颗粒。石英纤维垫片和吸收内衬不能多次使用。
- * 乙酸镁溶液的添加。CEM 公司的 3.0ml 移液器可以准确添加溶液。

MICROWAVE APPLICATION DATA

Application Note 001
 Page 4

Sample: Wheat Flour

Standard Ashing Procedure

Microwave Ashing Procedure

<u>Time</u> (mins)	<u>Temperature</u> (°C)	<u>Ash</u> (%)	<u>Time</u> (mins)	<u>Temperature</u> (°C)	<u>Ash</u> (%)
<u>Flour</u>					
60	871	0.512	10	950	0.508 0.512 0.520
<u>Durum flour</u>					
60	871	0.730	10	950	0.724 0.724 0.739
<u>Wheat flour</u>					
AACC check sample					
60	871	0.530 0.504 0.550	10	950	0.524 0.513 0.539
Average=		0.530	Average=		0.524
<u>Soft wheat flour</u>					
60	871	0.512	10	935	0.514 0.519 0.524 0.514 0.509