

# 微波消解奶粉

## 1 前言

奶粉是一种常见的冲调饮品，能够补充人体所需的蛋白质，脂肪，糖类，矿物质，维生素等营养物质。国标中对其营养元素如钙、铁、锌、硒等和污染元素如铅、铬、汞、砷等都进行了限量，主要的检测方法为 ICP、原子吸收光谱法和原子荧光光谱法。所以微波消解非常适合奶粉元素含量检测的前处理工作，消解速度快，试剂用量少，不会发生待测元素的损失和污染元素的引入，适于痕量元素检测的前处理过程。本文通过微波消解方法对某种奶粉标品进行前处理后用原吸测得其 Zn 元素的含量均在其给定数值范围内。

## 2 仪器与试剂

### 2.1 仪器

新仪 MDS-15 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%)、过氧化氢 ( 30% )

### 3 实验方法

#### 3.1 样品消解

称取奶粉标品约 0.2g (精确至 0.1mg) 于消解罐中, 加入 8mL 硝酸和 1mL 过氧化氢, 静置 10min 后组装消解罐, 用 MDS-15 微波消解仪按照下列实验参数进行消解实验:

阶段	温度/°C	时间/min	功率/W
1	150	10	800
2	180	5	800
3	200	30	800

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缓慢打开, 于 160°C 赶酸至消解罐内溶液剩余 0.5mL 左右, 用纯水将其定容至 25mL 待测。

#### 3.2 样品检测

配置 Zn 标液范围为 0-0.5ppm, 用火焰原子吸收分光光度计绘制其标准曲线后检测消解定容后的奶粉样品中含有的 Zn 含量为 31.06ppm。

### 4 结果与讨论

奶粉样品取样量 0.2g 时, 使用硝酸+过氧化氢体系在 200°C 下消解 30min 后, 样品经赶酸定容后的溶液为澄清液, 使用火焰原子吸收分光光度计测得其 Zn 含量为 31.06ppm, 标品中 Zn 元素的含量值为  $32 \pm 3$ ppm, 经微波消解后测得的数值在其给定范围内。