

微波消解羊奶粉

1 前言

羊奶粉指的是用羊奶制作的奶粉，奶食品有牛奶，马奶，山羊奶等。在欧美国家羊奶被视为乳品中精品，称作“贵族奶”，国际学界誉为“奶中之王”。如今，在美国山羊奶被放在药房和超级市场销售，从全世界范围来看，山羊乳在全部乳类中有迅速发展的趋势。羊奶矿物质含量为 0.86%，比牛奶高 0.14%。羊奶比牛奶含量高的元素主要是钙、磷、钾、镁、氯和锰等。为了对羊奶粉中的多种无机元素进行检测，寻找一种合适的微波消解方法对其进行前处理，有利于后续 AAS、ICP、ICP-MS 等检测设备对羊奶粉中的无机元素含量的快速准确测定。

2 仪器与试剂

2.1 仪器

新仪 JUPITER 微波消解仪，TK-12 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

3.1 样品图片



3.2 微波消解

羊奶粉中含有大量的蛋白质成分，选择具有氧化性的强酸来进行氧化。硝酸具有很强的酸性与氧化性，而且硝酸盐大部分是可溶性的，方便后续检测，因此选择硝酸作为本次实验的首选用酸。

精确称取样品 0.1g（精确至 0.1mg），置于消解罐底部，加入 8mL 硝酸，静置 15min 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/℃	时间/min	功率/W
1	150	10	400
2	180	20	400

实验结束，待冷却至 60℃以下后取出，转移到通风橱中打开消解罐，消解液中无明显沉淀，放置在赶酸器上，150℃赶至 0.5mL 左右，转移至烧杯中，纯水稀释，出现白色絮状物。

样品中的大分子蛋白质消解不彻底，当溶液酸度降低时会重新凝聚析出，适当升高温度与延长保温时间重新进行实验。称取样品 0.1g（精确至 0.1mg），置于消解罐底部，加入 8mL 硝酸，静置 15min 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/℃	时间/min	功率/W
1	150	10	400
2	180	5	400
3	200	35	400

实验结束，待冷却至 60℃以下后取出，赶酸定容后消解液呈澄清透明状态。

3.3 取样量

样品反应会释放二氧化碳，产生较高的压力，实验发现在此实验参数下进行消解实验，当取样量为 0.3g，加入预处理步骤，压力达到 3.2MPa，因此实验选择的羊奶粉样品的最大取样量不得高于 0.3g。

4 结果

实验选取的羊奶粉，在进行预处理的前提下，最大取样量不得超过 0.3g，采用硝酸进行消解，最高温度 200℃，保温 30min 左右，可将样品完全溶解。

注意事项

1. 羊奶粉的种类不同，所需要的温度、时间等条件也有差异，应根据实际需要选择最为合适的实验参数。
2. 根据待测元素的性质，适当调整赶酸温度。
3. 预处理步骤是将样品与试剂加入消解罐中，将内罐放置在赶酸器上，120℃敞口加热至黄烟冒尽（约 30min），取下冷却后，再进行微波消解（保证液体体积在不少于 8mL）。