

原子吸收光谱法测定奶粉中铁、锰、钾、钠、钙、镁的含量

1 样品溶液制备:

准确称取 (1.0~1.5) g 样于 250mL 高颈烧杯中, 加入 (20~30) mL 混合酸, 盖盖, 置于电热板上加热消化, 若未消化好而酸液不足时, 可补加混酸继续加热消化, 直至无色透明为止, 加几毫升水加热除去多余酸, 待液体接近 (3~4) mL 时, 冷却, 转移到 25mL 容量瓶中, 用去离子水洗涤, 合并洗液并定容。

2 实验设备及试剂:

AA7000 系列原子吸收分光光度计 (配有 Fe、Mn、K、Na、Ca、Mg 空心阴极灯, 北京东西分析仪器有限公司)

控温加热板

硝酸 (HNO₃): 优级纯

高氯酸 (HClO₄): 优级纯

混合酸消化液: 硝酸+高氯酸=4+1

100g/L 氯化镧溶液: 称取 11.73g 氧化镧, 先用少量水润湿再加 37.5mL 盐酸于 100mL 容量瓶中, 加去离子水稀释至刻度。

铁单元素标准溶液 (国家标准物质研究中心)

锰单元素标准溶液 (国家标准物质研究中心)

钾单元素标准溶液 (国家标准物质研究中心)

钠单元素标准溶液 (国家标准物质研究中心)

钙单元素标准溶液 (国家标准物质研究中心)

镁单元素标准溶液 (国家标准物质研究中心)

3 仪器条件

参数设置	波长 (nm)	狭缝宽度 (nm)	燃烧头高度 (mm)	燃气流量 (L/min)	灯电流 (mA)	火焰类型
Fe	248.3	0.2	10	1.5	3.0	空气—乙炔火焰
Mn	279.5	0.2	10	1.5	3.0	空气—乙炔火焰
K	766.5	0.4	10	1.5	3.0	空气—乙炔火焰
Na	589.0	0.2	10	1.5	3.0	空气—乙炔火焰
Ca	422.7	0.2	10	1.5	3.0	空气—乙炔火焰

Mg	285.2	0.2	10	1.5	2.0	空气—乙炔火焰
----	-------	-----	----	-----	-----	---------

4 标准溶液的配制

按下表中各元素标准系列溶液的浓度配制标准溶液，其中 Mg、Ca 标液需每 100 mL 溶液中加入 1.5 mL 100g/L 的氯化镧溶液。

元素	浓度 (μg/mL)					
Fe	0	0.5	1.0	3.0	5.0	7.0
Mg	0	0.2	0.4	0.6	0.8	1.0
Mn	0	0.025	0.05	0.1	0.2	0.3
K	0	0.4	0.8	1.2	1.6	2.0
Na	0	0.2	0.4	0.6	0.8	1.2
Ca	0	1	5	10	15	20

5 标准曲线

测定 Ca、Mg 的样品溶液时氯化镧的浓度需与标准溶液一致。



