

饲料中锰、锌、铁、钙含量的测定.....1
农药中铅、镉含量的测定.....3

饲料中锰、锌、铁、钙含量的测定

1 样品溶液制备:

称取0.5g（精确至0.0001g）样于50mL瓷坩埚中，取10 mL盐酸，开始慢慢滴加，边加边旋动坩埚，直到不冒泡为止(可能产生二氧化碳)，然后再快速加入，旋动坩埚并加热直到内容物近乎干燥，在加热期间务必避免内容物溅出。用5 mL盐酸加热溶解残渣后，分次用5 mL左右的水将试料溶液转移到50 mL容量瓶。待其冷却后，用水稀释定容并用滤纸过滤。

2 实验设备及试剂:

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

可调加热板

盐酸（HCl）：优级纯

锰单元素标准溶液（国家标准物质研究中心）

锌单元素标准溶液（国家标准物质研究中心）

铁单元素标准溶液（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）

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。

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
Mn	279.5	0.2	10	1.5	3.0	空气—乙炔火焰
Zn	213.9	0.4	10	1.5	5.0	空气—乙炔火焰
Fe	248.3	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
----	-------	-----	----	-----	-----	---------

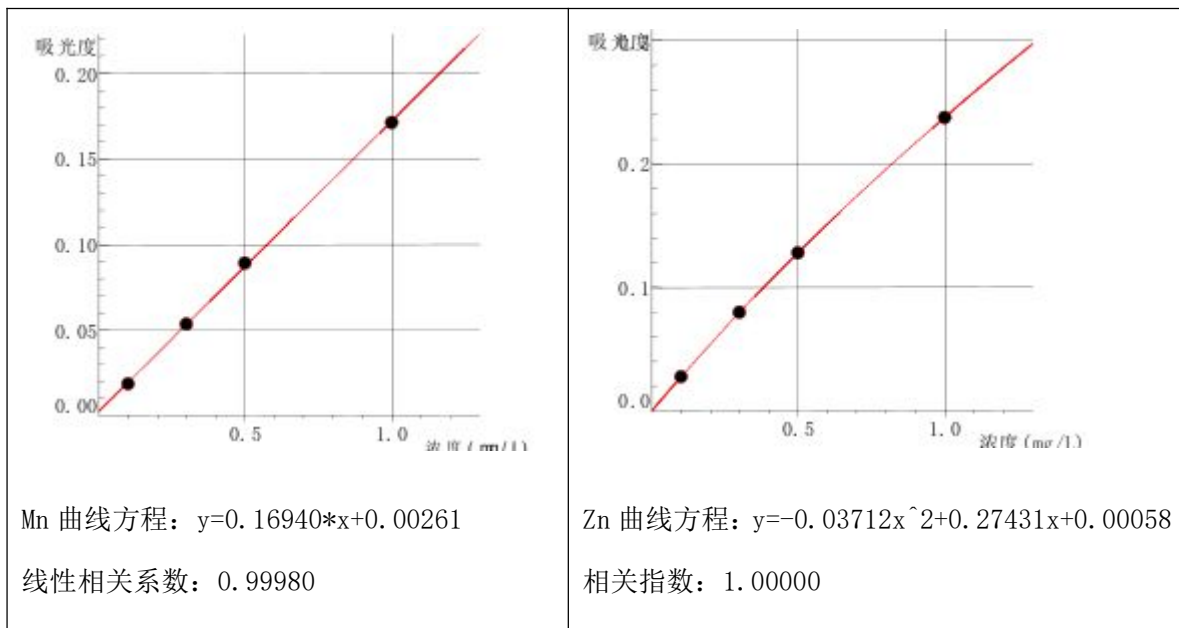
4 标准溶液的配制

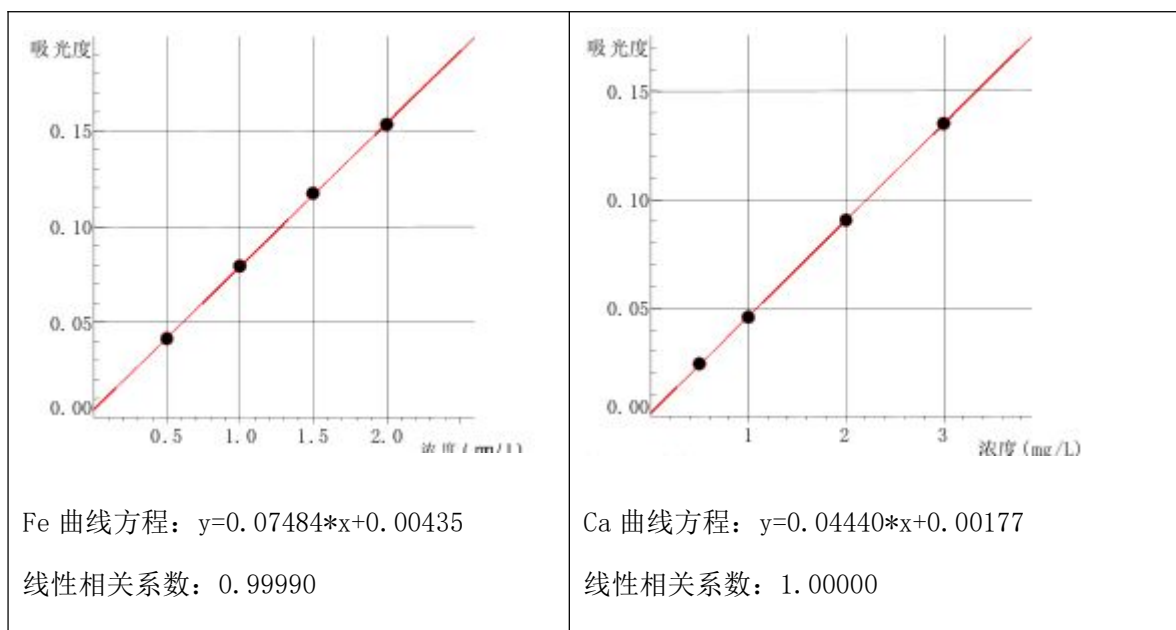
按下表中各元素标准系列溶液的浓度配制标准溶液，其中 Ca 标液需每 100 mL 溶液中加入 1.5 mL 100g/L 的氯化镧溶液。

元素	浓度 (μg/mL)				
Mn	0	0.1	0.3	0.5	1.0
Zn	0	0.1	0.3	0.5	1.0
Fe	0	0.5	1.0	1.5	2.0
Ca	0	0.5	1.0	2.0	3.0

5 标准曲线

测定 Ca 的样品溶液时氯化镧的浓度需与标准溶液一致。





农药中铅、镉含量的测定

1 样品溶液制备:

称取0.5g（精确到0.0001g）样品置于微波消解内罐中，加入5mL硝酸混匀盖盖，置于石墨消解仪上预处理（1-2）h，取下放冷，再向罐内补加（3-5）mL硝酸，套上外罐，旋紧，放入微波消解仪中消解，待程序运行完后，温度降到室温，取出内罐，放置于石墨消解仪上赶酸至小体积后，转移至10ml容量瓶中，用去离子水洗涤，定容，摇匀备用。同时做试剂空白。

2 实验设备及试剂:

AA7000 系列原子吸收分光光度计（配有 Pb、Cd 空心阴极灯，北京东西分析仪器有限公司）

微波消解仪

石墨消解仪

硝酸（HNO₃）：优级纯

铅单元素标准溶液（国家标准物质研究中心）

镉单元素标准溶液（国家标准物质研究中心）

1%磷酸二氢铵：称取 2.0g 分析纯磷酸二氢铵，用去离子水溶解后转移至 100mL 容量瓶中，用去离子水定容至刻度。

3 仪器条件

元素	波长 (λ /nm)	灯电流 (I/mA)	氙灯电流 (I/mA)	光谱通带宽度 ($\Delta\lambda$ /nm)	背景扣除方式
Pb	283.31	1.4	100	0.2	氙灯
Cd	228.8	1.1	100	0.2	氙灯

Pb 石墨炉升温程序

Id	步骤名称	起始温度	终止温度	升温时间	内气路	辅助气路	模式
1	干燥	50	100	50	打开	关闭	功率
2	干燥	100	120	10	打开	关闭	功率
3	灰化	120	450	20	打开	关闭	功率
4	灰化	450	450	8	打开	关闭	功率
5	灰化	450	450	4	关闭	关闭	功率
6	原子化	2000	2000	3	关闭	关闭	功率
7	清除	2200	2200	3	打开	关闭	功率
8	冷却	0	0	25	打开	关闭	功率
9	冷却	0	0	2	关闭	关闭	功率

Cd 石墨炉升温程序

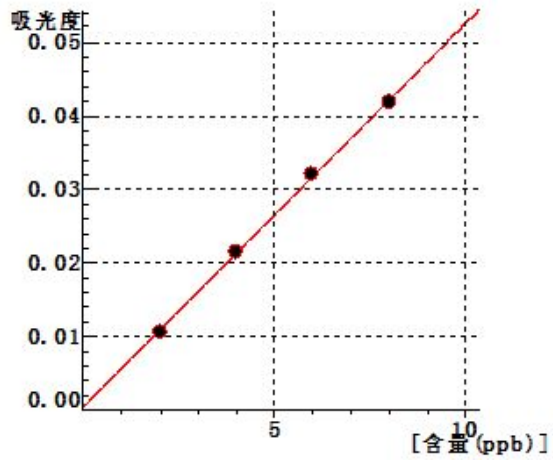
Id	步骤名称	起始温度	终止温度	升温时间	内气路	辅助气路	模式
1	干燥	50	90	40	打开	关闭	功率
2	干燥	90	120	10	打开	关闭	功率
3	灰化	120	350	10	打开	关闭	功率
4	灰化	350	350	8	打开	关闭	功率
5	灰化	350	350	4	关闭	关闭	功率
6	原子化	2200	2200	3	关闭	关闭	功率
7	清除	2200	2200	3	打开	关闭	功率
8	冷却	0	0	20	打开	关闭	功率
9	冷却	0	0	2	关闭	关闭	功率

4 标准溶液的配制

进样量均为 10 μ L, 再加入 5 μ L 1% 磷酸二氢铵溶液作为基体改进剂, 在石墨管中混合消除干扰。

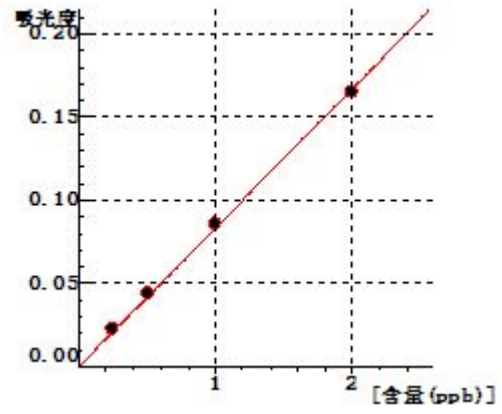
元素	浓度 (ng/mL)				
Pb	0	2.0	4.0	6.0	8.0
Cd	0	0.25	0.5	1.0	2.0

5 标准曲线



Pb 曲线方程: $y=0.0052*x+0.0004$

线性相关系数: 0.99960



Cd 曲线方程: $y=0.0836*x+0.0031$

线性相关系数: 0.99974