

透析液金属元素检测

1 样品溶液制备：

Co、Cd 的处理方法：

称取 5g(精确到万分之一)左右样品(利奈唑胺注射液)于玻璃烧杯中,加入 10mL 硝酸(优级纯),盖上玻璃皿,静置过夜,后置于电热板上低温加热,待硝酸烟冒尽,加入 1mL 双氧水,煮沸过量的双氧水后开盖赶酸,液体剩余 1mL 左右时,冷却至室温,用去离子水反复冲洗 3 次,定容于 10mL 容量瓶中,备用.

Pb 的处理方法：

称取 5g(精确到万分之一)左右样品(利奈唑胺注射液)于聚四氟乙烯烧杯中,加入 3mL 硝酸(优级纯),2mL 双氧水,密封好后放于不锈钢外罐中,140°C,消解 2h,冷却至室温,取出高压消解罐开盖赶酸,液体剩余 1mL 左右时,取出放凉,用去离子水反复冲洗 3 次,定容于 10mL 容量瓶中,备用.

2 实验设备及试剂：

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

电加热板

高压消解罐

烘箱

硝酸 (HNO_3) : 优级纯

双氧水 (H_2O_2) : 优级纯

铅单元素标准溶液 (国家标准物质研究中心)

钴单元素标准溶液 (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	3	80	0.2	氙灯
Cd	228.8	3	80	0.2	氙灯
Co	240.7	3	80	0.2	氙灯

Cd【石墨炉升温曲线】

序号	步骤	开始温度 ($^{\circ}$ C)	结束温度 ($^{\circ}$ C)	升温时间(s)	内气路	辅助气路	模式	报警
1	干燥	40	120	30	开	关	功率	开
2	干燥	120	120	15	开	关	功率	开
3	灰化	120	400	10	开	关	功率	开
4	灰化	400	400	8	开	关	功率	开
5	灰化	400	400	6	关	关	功率	开
6	原子化	2000	2000	2	关	关	功率	开
7	清除	2200	2200	2	开	关	功率	开
8	冷却	0	0	18	开	关	功率	
9	冷却	0	0	2	关	关	功率	开

Pb【石墨炉升温曲线】

序号	步骤	开始温度 ($^{\circ}$ C)	结束温度 ($^{\circ}$ C)	升温时间(s)	内气路	辅助气路	模式	报警
1	干燥	40	120	30	开	关	功率	开
2	干燥	120	120	15	开	关	功率	开
3	灰化	120	500	15	开	关	功率	开
4	灰化	500	500	10	开	关	功率	开
5	灰化	500	500	6	关	关	功率	
6	原子化	2000	2000	3	关	关	功率	开
7	清除	2100	2100	2	开	关	功率	
8	冷却	0	0	18	开	关	功率	
9	冷却	0	0	2	关	关	功率	开

Co【石墨炉升温曲线】

序号	步骤	开始温度 (°C)	结束温度 (°C)	升温时间(s)	内气路	辅助气路	模式	报警
1	干燥	40	120	30	开	关	功率	开
2	干燥	120	120	15	开	关	功率	开
3	灰化	120	500	15	开	关	功率	开
4	灰化	500	500	10	开	关	功率	开
5	灰化	500	500	6	关	关	功率	
6	原子化	2600	2600	3	关	关	功率	开
7	清除	2700	2700	2	开	关	功率	
8	冷却	0	0	18	开	关	功率	
9	冷却	0	0	2	关	关	功率	开

4 标准溶液的配制

进样量均为 20 μ L，再加入 10 μ L1%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	5.0	10.0	20.0	40.0
Cd	0	0.5	1.00	1.50	2.00
Co	0	2.5	5.00	10.0	15.0

5 标准曲线



