

原子吸收光谱法分析奶粉中铅

1 样品溶液制备:

称取 (1.00~2.00) g 样于聚四氟乙烯内罐, 加入 (2~4) mL 硝酸浸泡过夜, 再加入 (2~3) mL H_2O_2 (总量不能超过罐容积的 1/3)。盖好内盖, 旋紧不锈钢外套, 放入恒温干燥箱, (120~140) °C 保持 (3~4) h, 冷却至室温, 移入 25mL 容量瓶中, 用水少量多次洗涤罐, 洗液合并入容量瓶并定容至刻度, 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 空心阴极灯, 北京东西分析仪器有限公司)

恒温干燥箱

高压消解罐

硝酸 (HNO_3): 优级纯

双氧水 (H_2O_2): 优级纯

Pb 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

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
283.31	1.3	90	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	80	30	打开	关闭	功率
2	干燥	80	120	10	打开	关闭	功率
3	灰化	120	400	10	打开	关闭	功率
4	灰化	400	400	8	打开	关闭	功率
5	灰化	400	400	4	关闭	关闭	功率
6	原子化	2000	2000	4	关闭	关闭	功率

7	清除	2200	2200	3	打开	关闭	功率
8	冷却	0	0	17	打开	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	5.0	10.0	20.0	30.0

5 标准曲线

