

螺旋藻中铅、镉含量的测定

1 样品溶液制备:

准确称取样品 0.2g (精确至 0.0001g) 置于聚四氟乙烯塑料内罐中, 加入 5mL 硝酸混匀放置过夜, 加入 3mL 过氧化氢, 盖上内盖放入不锈钢外套中, 旋紧外盖。将消解罐放入烘箱中, 升温至 140℃ 后保持 3.5h, 至消解完全, 自然冷却至室温。取出内罐置于加热板上加热赶酸至 1mL 左右, 取下冷却, 用去离子水转移到 50mL 容量瓶中, 定容至刻度, 摇匀备用。

2 实验设备及试剂:

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

高压消解罐

恒温鼓风干燥箱

硝酸 (HNO₃): 优级纯

过氧化氢 (H₂O₂): 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 (Δλ/nm) | 背景扣除方式 |
|----|--------------|---------------|----------------|-------------------|--------|
| Pb | 283.31 | 1.3 | 100 | 0.2 | 氙灯 |
| Cd | 228.8 | 1.0 | 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 | 90 | 40 | 打开 | 关闭 | 功率 |
| 2 | 干燥 | 90 | 120 | 10 | 打开 | 关闭 | 功率 |
| 3 | 灰化 | 120 | 500 | 10 | 打开 | 关闭 | 功率 |
| 4 | 灰化 | 500 | 500 | 8 | 打开 | 关闭 | 功率 |
| 5 | 灰化 | 500 | 500 | 6 | 关闭 | 关闭 | 功率 |

| | | | | | | | |
|---|-----|------|------|----|----|----|----|
| 6 | 原子化 | 2200 | 2200 | 3 | 关闭 | 关闭 | 功率 |
| 7 | 清除 | 2400 | 2400 | 3 | 打开 | 关闭 | 功率 |
| 8 | 冷却 | 0 | 0 | 25 | 打开 | 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 | 40 | 80 | 30 | 打开 | 关闭 | 功率 |
| 2 | 干燥 | 80 | 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 | 1800 | 1800 | 3 | 关闭 | 关闭 | 功率 |
| 7 | 清除 | 2000 | 2000 | 3 | 打开 | 关闭 | 功率 |
| 8 | 冷却 | 0 | 0 | 20 | 打开 | 关闭 | 功率 |

4 标准溶液的配制

进样量均为 10 μL，再加入 5 μL 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 | 15.0 | 20.0 |
| Cd | 0 | 0.25 | 0.5 | 1.0 | 2.0 |

5 标准曲线

