

# 山药中铅、镉含量的测定

## 1 样品溶液制备:

准确称取干样 0.5g (精确至 0.0001g) 置于聚四氟乙烯塑料内罐中, 加入 4mL 硝酸, 混匀后放置过夜, 再补加 3.0mL 过氧化氢, 盖上内盖放入不锈钢外套中, 旋紧密封。然后将消解器放入恒温鼓风干燥箱中加热, 升温至 140℃ 后保持 3h, 至消解完全, 自然冷却至室温后开盖赶酸。将消解液用去离子水定量转移至 10mL 容量瓶中, 去离子水定容至刻度, 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 (HNO<sub>3</sub>): 优级纯

过氧化氢 (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>): 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	1.2	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	40	100	20	打开	关闭	功率
2	干燥	100	120	10	打开	关闭	功率
3	灰化	120	600	10	打开	关闭	功率
4	灰化	600	600	8	打开	关闭	功率
5	灰化	600	600	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	20	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	100	30	打开	关闭	功率
2	干燥	100	120	15	打开	关闭	功率
3	灰化	120	300	15	打开	关闭	功率
4	灰化	300	300	8	打开	关闭	功率
5	灰化	300	300	3	关闭	关闭	功率
6	原子化	1800	1800	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

#### 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

