

目录

高纯盐水中钙、镁、镍、铁、锶含量的测定.....	1
土壤中铅、镉含量的测定.....	3
原子吸收光谱法测定饮用水中的锰、铜、铅、镉、银、钴、钼、镍、铍、铬.....	5

高纯盐水中钙、镁、镍、铁、锶含量的测定

1 样品溶液制备:

取 401 型螯合离子交换树脂装入内径 10mm 的交换柱中约 10cm 高，用 1mol/LHCl 转型后，用去离子水洗至中性，再用 50mL (PH=12.0) 水淋洗后备用。取 100mL 样液，用浓碱处理到 PH=12.0，以 1mL/min 的速度通过处理后的树脂，再用 1mol/LHCl 以 0.5mL/min 的速度淋洗树脂，并收集 50mL 淋洗液待测。

2 实验设备及试剂:

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

带玻璃砂芯的交换柱

盐酸（HCl）：优级纯

氢氧化钠（NaOH）：优级纯

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。

钙单元素标准溶液（国家标准物质研究中心）

镁单元素标准溶液（国家标准物质研究中心）

镍单元素标准溶液（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）

锶单元素标准溶液（国家标准物质研究中心）

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
------	---------	-----------	------------	--------------	----------	------

Ca	422.7	0.2	10	1.5	3	空气—乙炔火焰
Mg	285.2	0.2	10	1.5	2	空气—乙炔火焰
Ni	232.0	0.2	10	1.5	3	空气—乙炔火焰
Fe	248.3	0.2	10	1.5	3	空气—乙炔火焰
Sr	460.7	0.2	10	1.5	3	空气—乙炔火焰

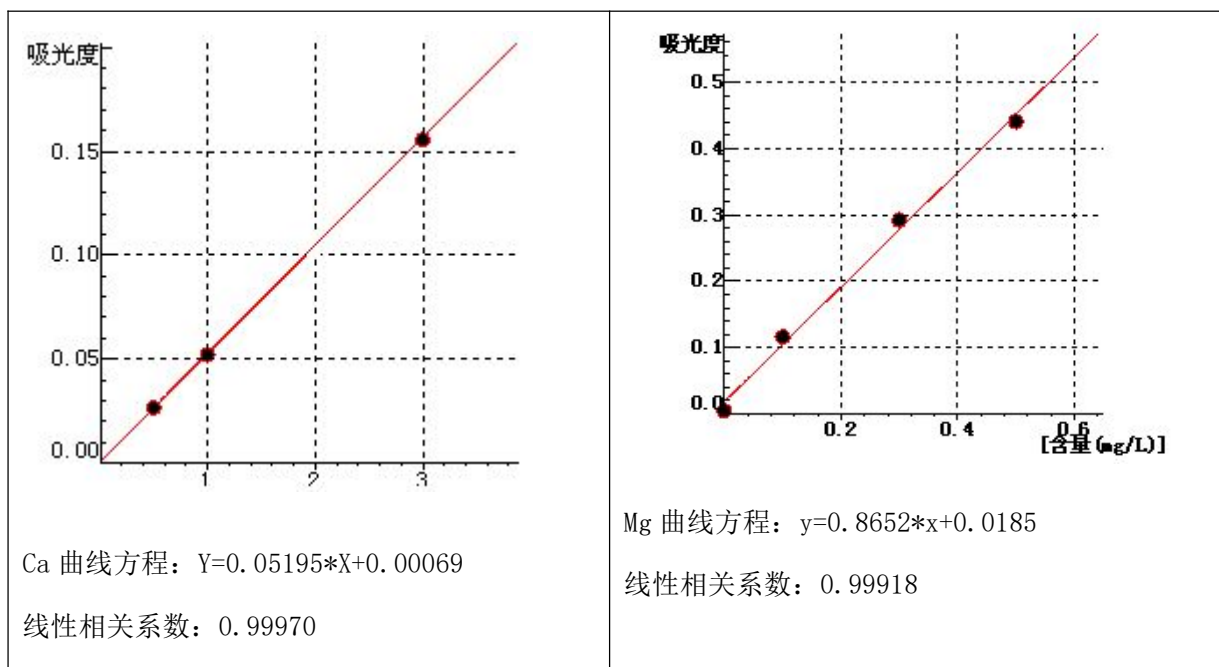
4 标准溶液的配制

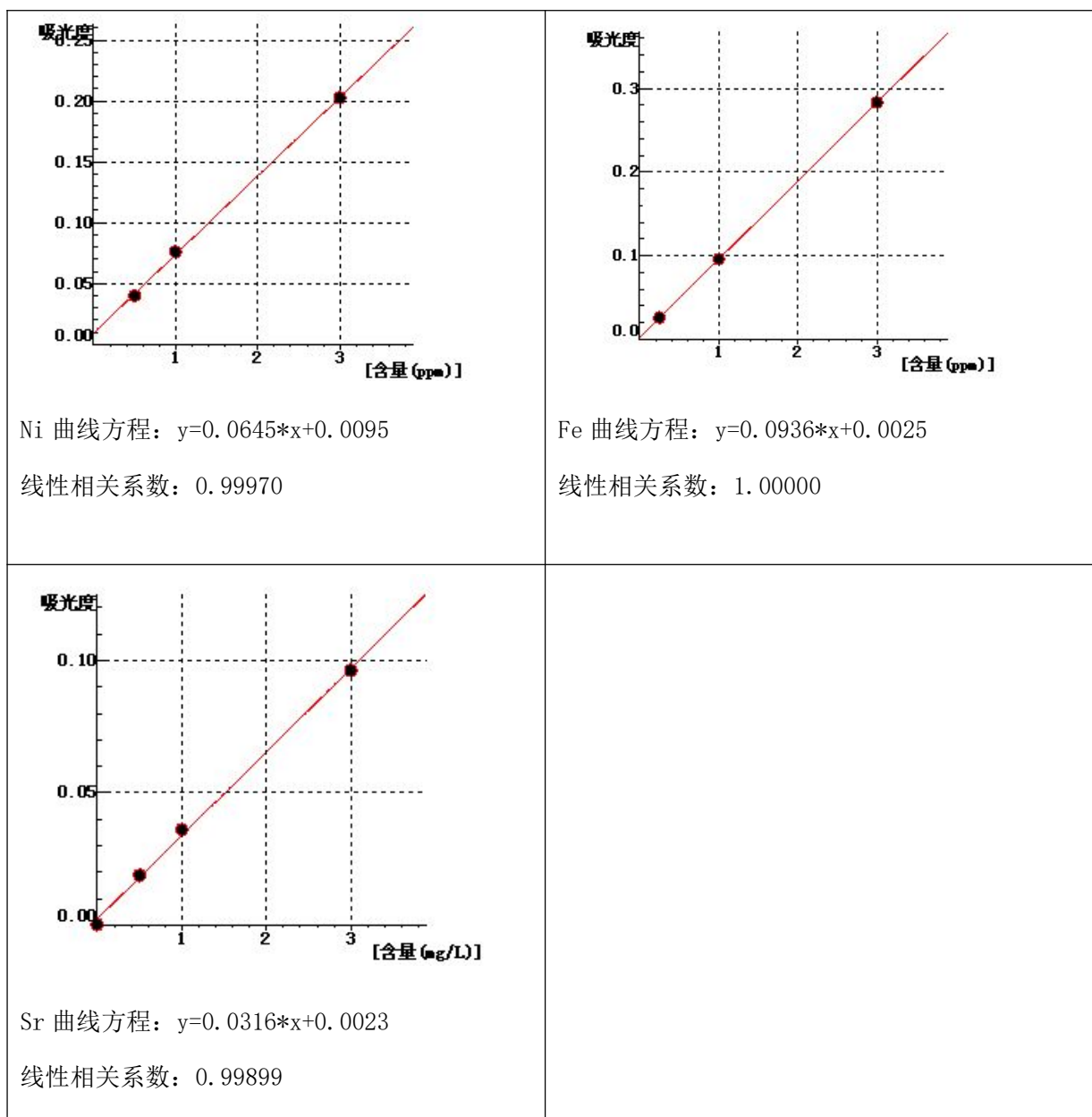
Mg、Ca 标液需每 100 mL 溶液中加入 1.5 mL100g/L 的氯化镧溶液。

元素	浓度 (μg/mL)			
Ca	0	0.5	1.0	3.0
Mg	0	0.1	0.3	0.5
Ni	0	0.25	1.0	3.0
Fe	0	0.1	0.3	0.6
Sr	0	0.5	1.0	3.0

5 标准曲线

测定 Ca、Mg 的样品溶液时氯化镧的浓度需与标准溶液一致。





土壤中铅、镉含量的测定

1 样品溶液制备:

准确称取(0.1~0.15)g 样品(精确至 0.0001g)于 50mL 聚四氟乙烯烧杯中,用水润湿后加入 5mL 盐酸,于电热板上低温加热,使样品初步分解,当蒸发至约(2-3)mL 时,取下稍冷,然后加入 5mL 硝酸,4mL 氢氟酸,2mL 高氯酸,加盖后于电热板上中温加热 1 小时左右,然后开盖,使黑色有机碳化物充分分解,待坩埚上的黑色有机物消失后,开盖驱赶白烟并蒸至内容物呈黏稠状,取下稍冷,用水冲洗坩埚盖和内壁,加入 1mL 硝酸温热溶解残渣,然后转移至 50mL 容量瓶,

用水定容至刻度，摇匀，备用。同法同时制备试剂空白溶液。

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）

可控加热板

盐酸（HCl）：优级纯

硝酸（HNO₃）：优级纯

氢氟酸（HF）：优级纯

高氯酸（HClO₄）：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	1.9	80	0.2	氙灯
Cd	228.8	1.6	80	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	40	打开	关闭	功率
2	干燥	90	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	6	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

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	40	打开	关闭	功率
2	干燥	80	120	10	打开	关闭	功率
3	灰化	120	300	10	打开	关闭	功率

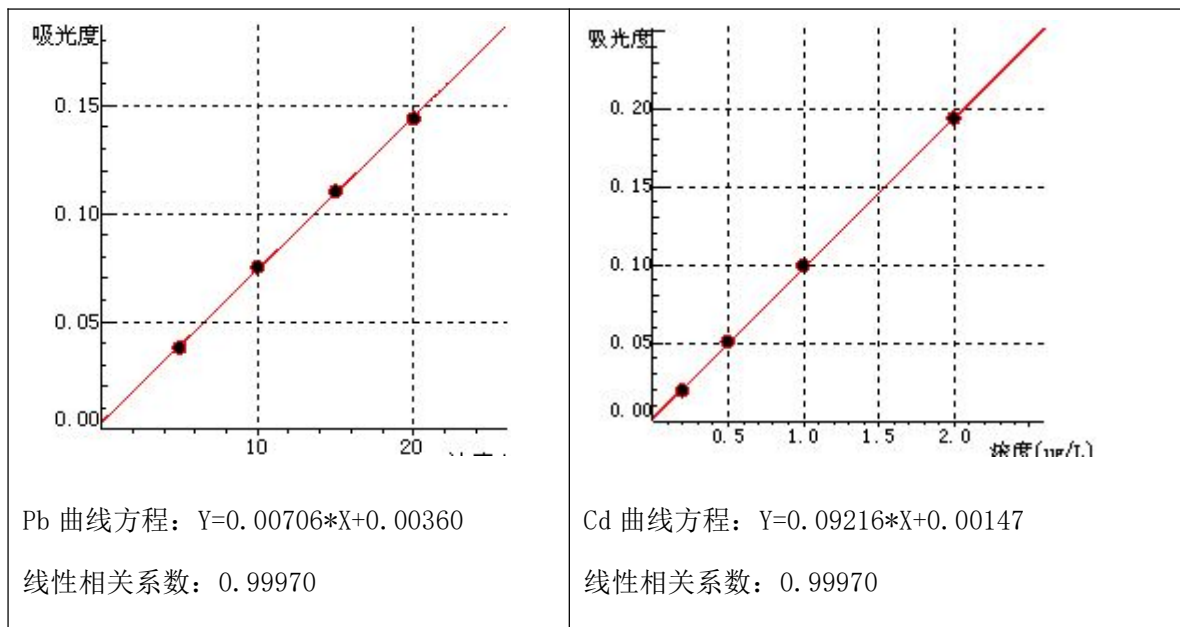
4	灰化	300	300	8	打开	关闭	功率
5	灰化	300	300	4	关闭	关闭	功率
6	原子化	1800	1800	3	关闭	关闭	功率
7	清除	2000	2000	3	打开	关闭	功率
8	冷却	0	0	20	打开	关闭	功率

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	0.2	0.5	1.0	1.5

5 标准曲线



原子吸收光谱法测定饮用水中的锰、铜、铅、镉、银、钴、钼、镍、铍、铬

1 样品溶液制备:

量取 49mL 的饮用水于 50ml 容量瓶中，加入 1.0ml 硝酸，酸化水样，摇匀，备用。

2 实验设备及试剂:

AA7000 系列原子吸收分光光度计（配有锰、铜、铅、镉、银、钴、钼、镍、铍、铬空心阴极灯，北京东西分析仪器有限公司）

硝酸（HNO₃）：优级纯

锰单元素标准溶液（国家标准物质研究中心）

铜单元素标准溶液（国家标准物质研究中心）

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）

银单元素标准溶液（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）

钼单元素标准溶液（国家标准物质研究中心）

镍单元素标准溶液（国家标准物质研究中心）

铍单元素标准溶液（国家标准物质研究中心）

铬单元素标准溶液（国家标准物质研究中心）

3 仪器条件

锰：灰化温度 400， 原子化温度 2600

铜：灰化温度 500， 原子化温度 2500

铅：灰化温度 300 ， 原子化温度 1600

镉：灰化温度 300 ， 原子化温度 1600

银：灰化温度 500， 原子化温度 2100

钴：灰化温度 500， 原子化温度 2600

钼：灰化温度 600 ， 原子化温度 2600

镍：灰化温度 600， 原子化温度 2600

铍：灰化温度 1100， 原子化温度 2600

铬：灰化温度 500， 原子化温度 2600

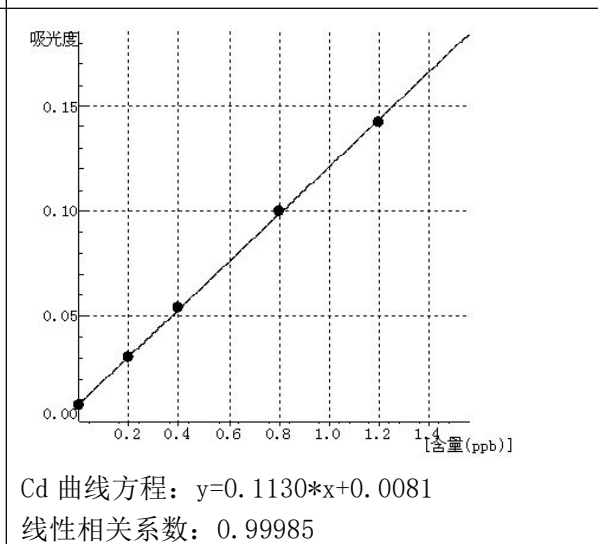
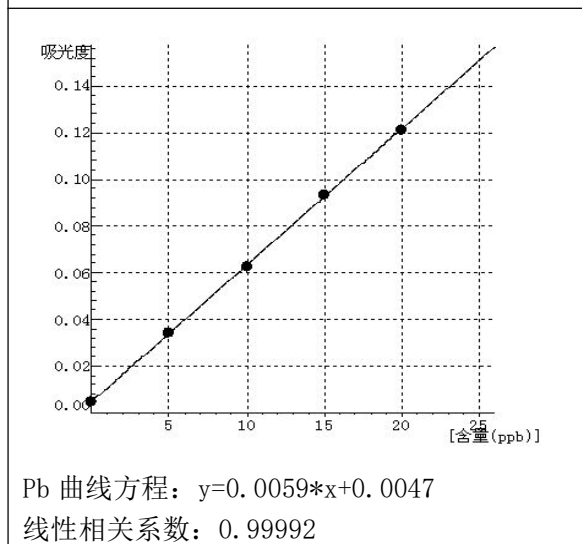
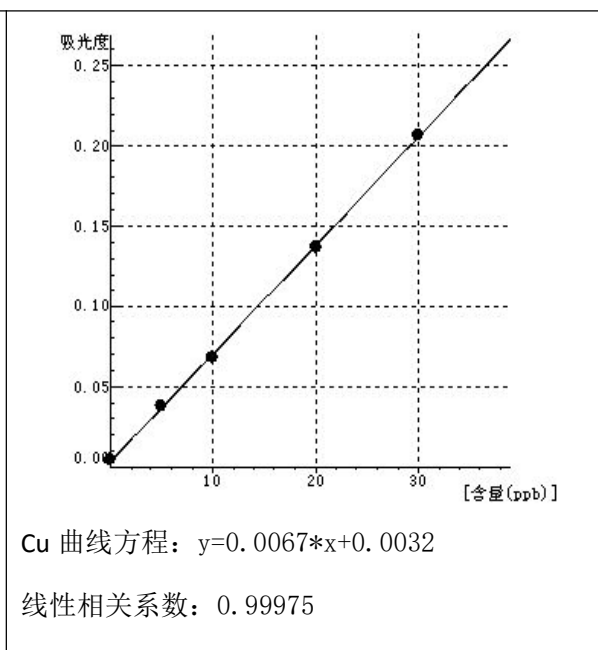
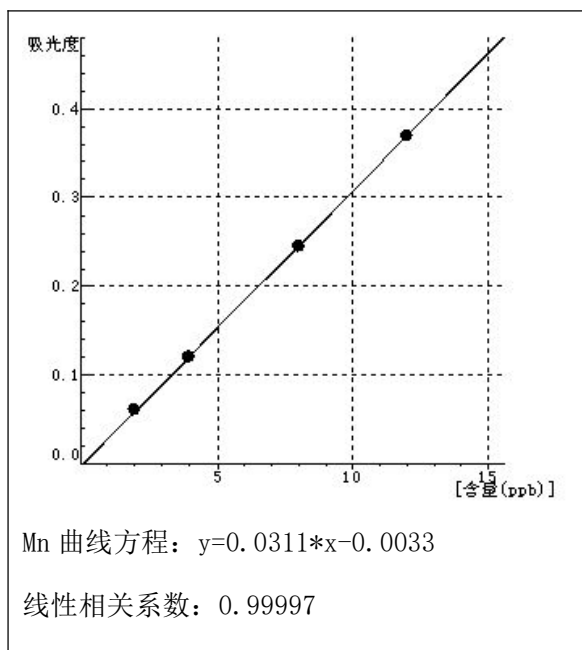
4 标准溶液的配制

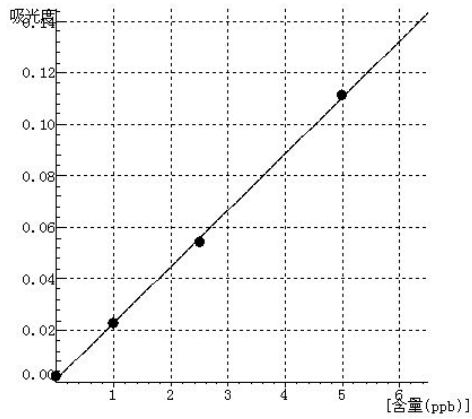
测量 Pb、Cd 时进样量均为 10 μL，再加入 5 μL 1%磷酸二氢铵溶液作为基体改进剂，在石墨管中混合消除干扰。

元素	浓度（μg/L）				
Mn	0	2.0	4.0	8.0	12.0
Cu	0	5.0	10.0	20.0	30.0

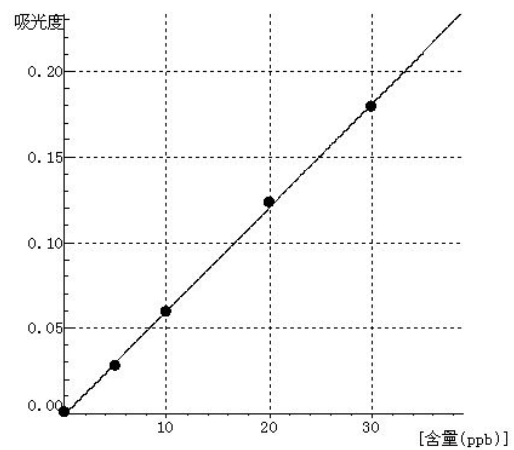
Pb	0	5.0	10.0	15.0	20.0
Cd	0	0.2	0.4	0.8	1.2
Ag	0	1.0	2.5	5.0	
Co	0	5.0	10.0	20.0	30.0
Mo	0	5.0	10.0	20.0	30.0
Ni	0	5.0	10.0	20.0	30.0
Be	0	0.2	0.6	1.0	1.4
Cr	0	5.0	10.0	15.0	20.0

5 标准曲线

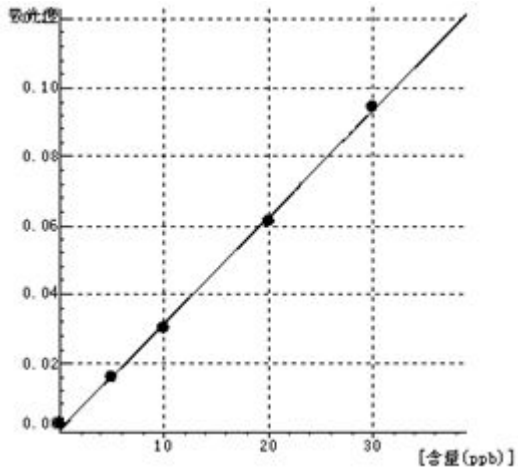




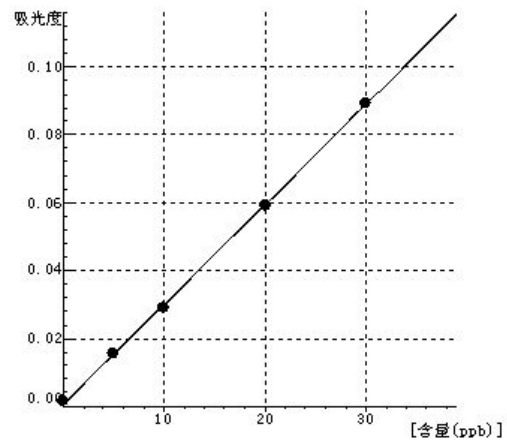
Ag 曲线方程: $y=0.0219*x+0.0011$
 线性相关系数: 0.99960



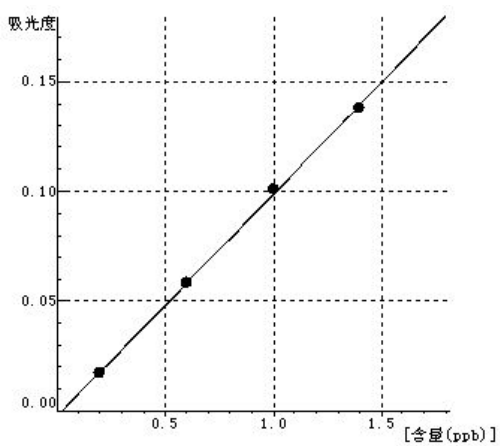
Co 曲线方程: $y=0.0061*x-0.0005$
 线性相关系数: 0.99973



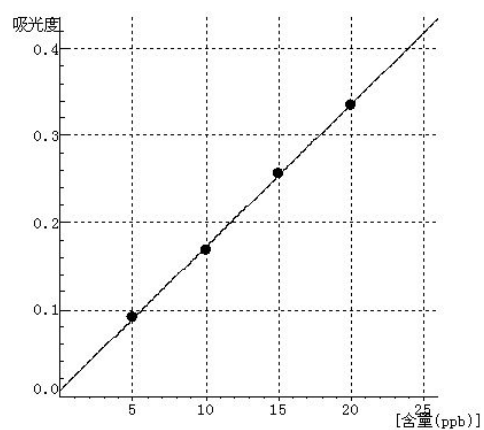
Mo 曲线方程: $y=0.0031*x+0.0007$
 线性相关系数: 0.99930



Ni 曲线方程: $y=0.0029*x+0.0007$
 线性相关系数: 0.99982



Be 曲线方程: $y=0.1011*x-0.0023$
 线性相关系数: 0.99971



Cr 曲线方程: $y=0.0164*x+0.0074$
 线性相关系数: 0.99962