

目录

盐泥中铁、镁、钙含量的测定.....	1
锰铁矿中锰、铁含量的测定.....	3
磷矿石粉中 Cu、Cd、Ti、Zn 含量的测定.....	4
煤中 Pb 含量的测定.....	6
棕刚玉中铝、铁、钙、镁、钾、钠含量测定.....	8
稀土粉中 Na 含量.....	11
金矿石粉末中 Au 的检测.....	12
钛铁矿石中钾、铝、锶、钛、等元素含量的测定.....	14
钨粉和钨粉中 K、Na 含量的测定.....	18
矿粉中 Ag 含量的测定.....	19

盐泥中铁、镁、钙含量的测定

1 样品溶液制备:

取样品 0.2g(精确至 0.0001g)置于聚四氟乙烯烧杯内,加硝酸 10 mL,氢氟酸 10mL,高氯酸 3mL,混匀。在控温电热板上加热至消化完全后(若消化不完全可以继续补加氢氟酸 2mL,继续进行消化,重复此步骤直至消化完全),取下冷却,移液定容至 100mL 聚四氟乙烯容量瓶中,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 Fe、Mg、Ca 空心阴极灯,北京东西分析仪器有限公司)

控温加热板

聚四氟乙烯烧杯

聚四氟乙烯容量瓶

硝酸(HNO₃): 优级纯

氢氟酸(HF): 优级纯

高氯酸(HClO₄): 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。

铁单元素标准溶液（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）

钙单元素标准溶液（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
Fe	248.33	0.2	10	1.5	3	乙炔—空气火焰
Mg	285.2	0.2	10	1.5	3	乙炔—空气火焰
Ca	422.7	0.2	10	1.5	3	乙炔—空气火焰

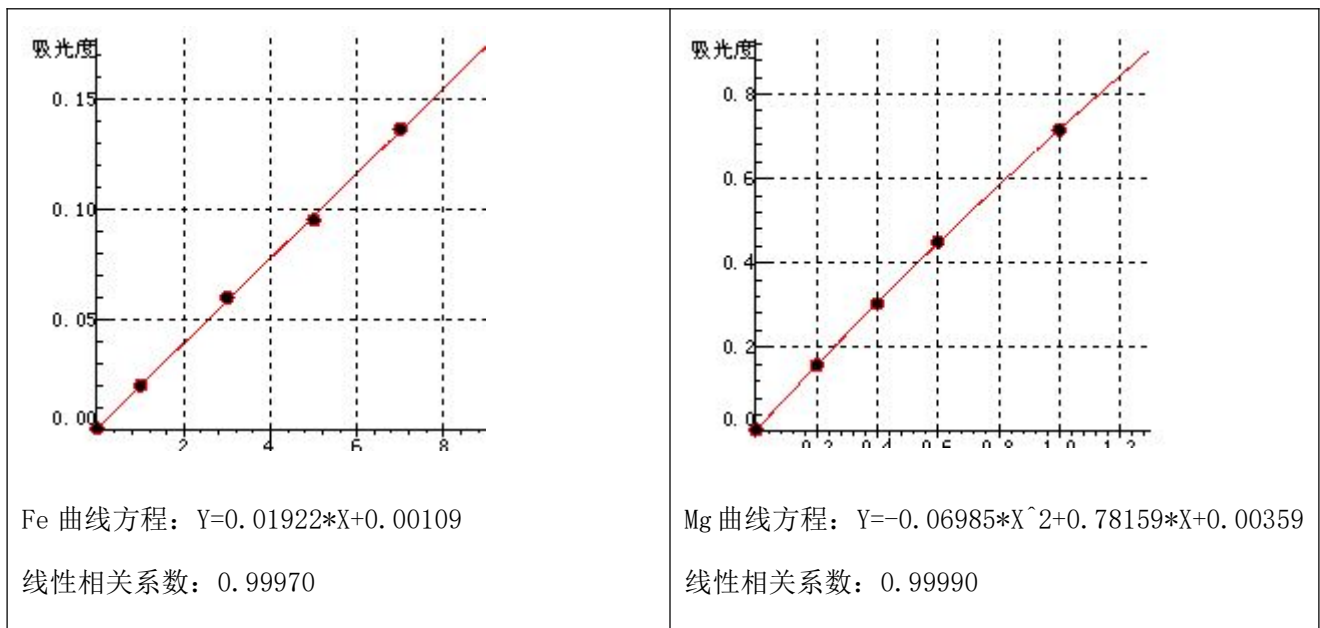
4 标准溶液的配制

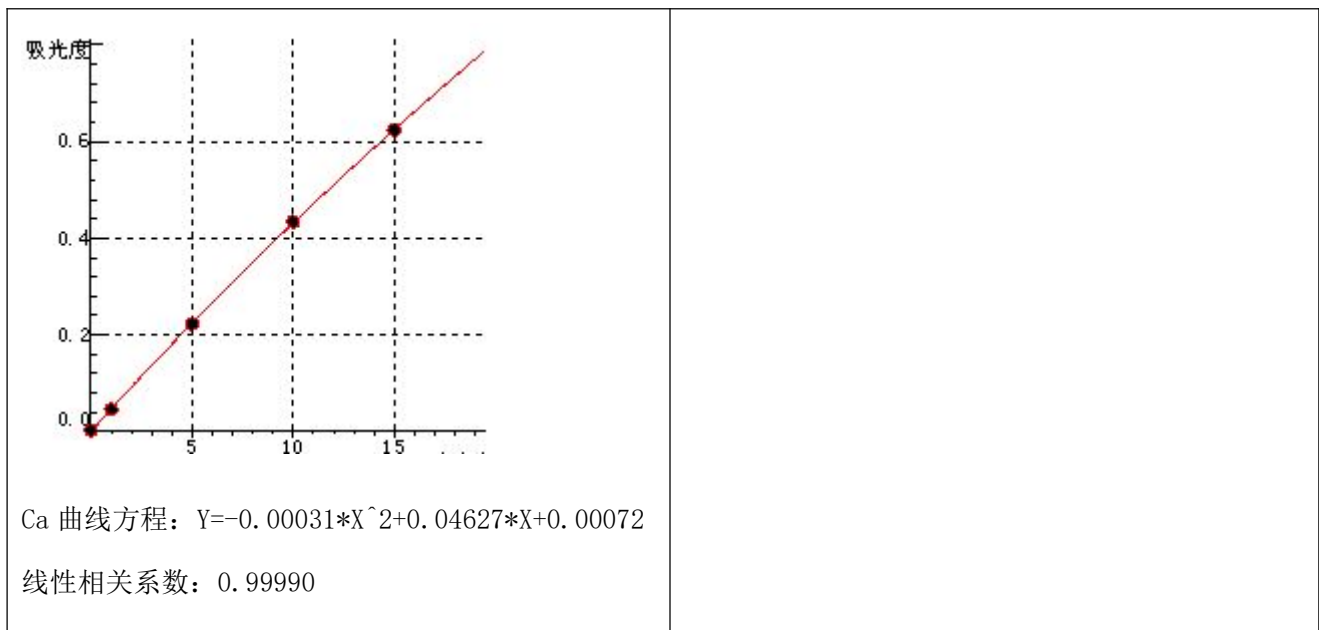
按下表中各元素标准系列溶液的浓度配制标准溶液，其中 Mg、Ca 标液需每 100 mL 溶液中加入 1.5 mL 100g/L 的氯化镧溶液。

元素	浓度 (μg/mL)				
Fe	0	1.0	3.0	5.0	7.0
Mg	0	0.2	0.4	0.6	1.0
Ca	0	1.0	5.0	10.0	15.0

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。





锰铁矿中锰、铁含量的测定

1 样品溶液制备:

将样品粉碎并用研钵研成粉末状，于 110℃ 下烘干两小时，准确称取分析样品 0.2g（精确至 0.0001g）于聚四氟乙烯（PTFE）烧杯中，用少量蒸馏水润湿试样，加 10mL 盐酸低温初步分解试样约 5 分钟，加 5mL 氢氟酸，继续低温加热约 15 分钟，加入 3mL 硝酸、2mL 高氯酸，继续加热至高氯酸冒白烟，再继续加热至近干，取下用水冲洗杯壁，加 5mL 盐酸，5mL 蒸馏水，加热使可溶性盐类溶解，再将溶液蒸发至湿盐状，调低温度继续加热至近干，加 5mL 盐酸，加热使盐类溶解。移至 100mL 容量瓶中，定容至刻度，摇匀静置。吸取上清液 10mL 移到 100mL 容量瓶中，定容至刻度待测。

2 实验设备及试剂:

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

控温加热板

聚四氟乙烯烧杯

聚四氟乙烯容量瓶

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

铁单元素标准溶液 (国家标准物质研究中心)

锰单元素标准溶液 (国家标准物质研究中心)

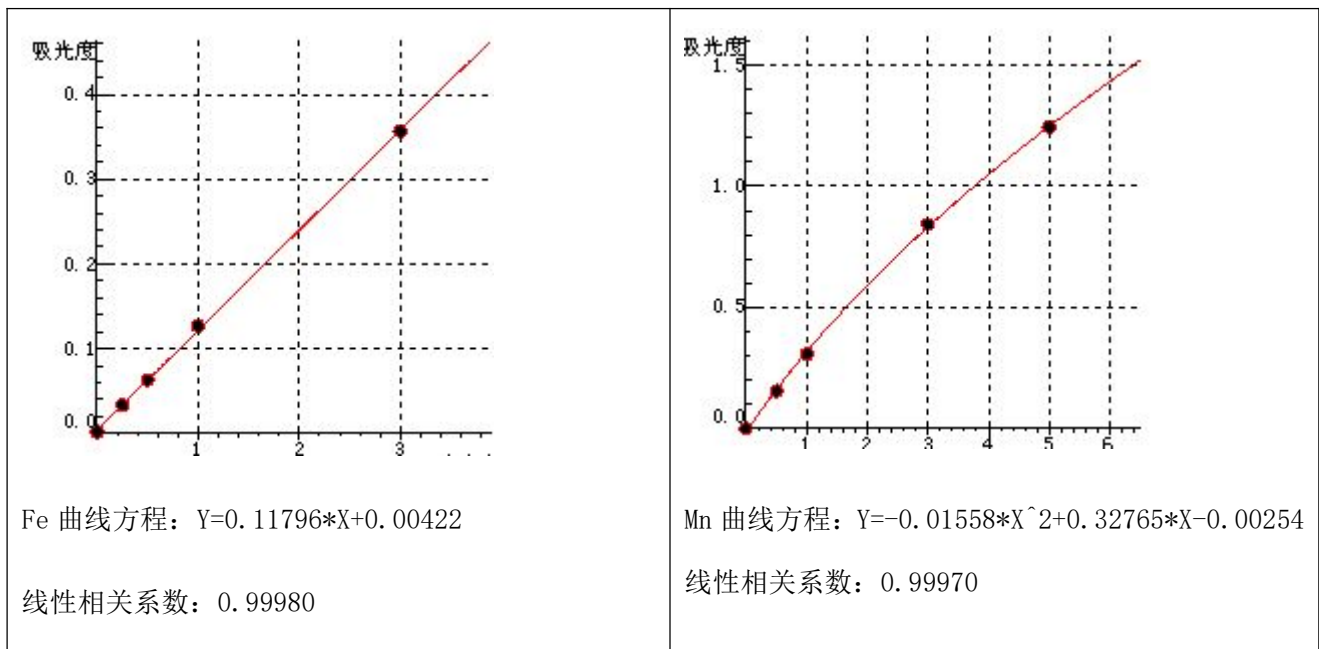
3 仪器条件

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
Fe	248.33	0.2	10	1.5	3	乙炔—空气火焰
Mn	279.48	0.2	10	1.5	3	乙炔—空气火焰

4 标准溶液的配制

元素	浓度 (μg/mL)				
Fe	0	0.25	0.5	1.0	3.0
Mn	0	0.5	1.0	3.0	5.0

5 标准曲线



磷矿石粉中 Cu、Cd、Ti、Zn 含量的测定

1 样品溶液制备:

称取 0.1g 样品（精确至 0.0001g）置于聚四氟乙烯烧杯中，加少量水润湿试样，加入（8~10）mLHF，1mL HClO₄ 加热分解冒白烟至近干。用少量水冲洗内壁，加入 2mL HClO₄，再加热分解冒白烟至近干。稍冷，加入 4mL（1+1）HCl 溶液和适量水，加热溶解可溶性盐类。冷却至室温，移入 50 mL 量瓶中，用去离子水定容，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 Cu、Cd、Ti、Zn 空心阴极灯，北京东西分析仪器有限公司）

控温加热板

聚四氟乙烯烧杯

聚四氟乙烯容量瓶

盐酸（HCl）：优级纯

氢氟酸（HF）：优级纯

高氯酸（HClO₃）：优级纯

铜单元素标准溶液（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）

钛单元素标准溶液（国家标准物质研究中心）

锌单元素标准溶液（国家标准物质研究中心）

3 仪器条件

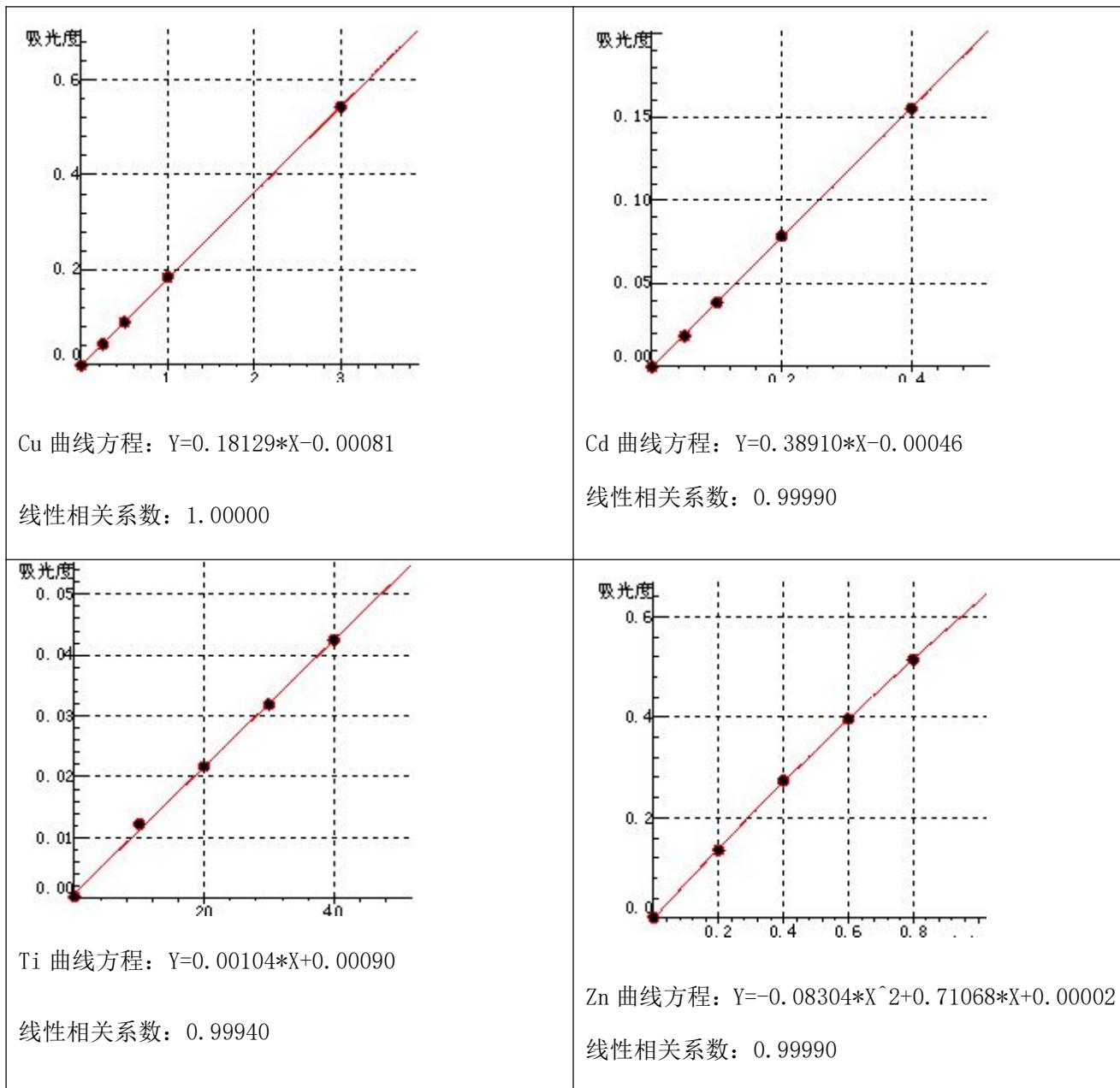
参数设置	波长 (nm)	狭缝宽度 (nm)	燃烧头高度 (mm)	燃气流量 (L/min)	灯电流 (mA)	火焰类型
Cu	324.7	0.2	10	1.5	3	乙炔—空气火焰
Cd	228.8	0.2	10	1.5	3	乙炔—空气火焰
Ti	364.2	0.2	10	3	3	笑气—乙炔火焰
Zn	213.9	0.2	10	1.5	3	乙炔—空气火焰

4 标准溶液的配制

元素	浓度 (μg/mL)				
Cu	0	0.25	0.5	1.0	3.0
Cd	0	0.05	0.1	0.2	0.4

Ti	0	10.0	20.0	30.0	40.0
Zn	0	0.2	0.4	0.6	0.8

5 标准曲线



煤中 Pb 含量的测定

1 样品溶液制备:

将煤样用高速粉碎机粉碎成粉末状。称取待分析煤样 2.0g (准确至 0.0002g) 于瓷

坩埚中，铺平，放入马弗炉中，由室温缓慢加热至 $500^{\circ}\text{C}\pm 10^{\circ}\text{C}$ ，在此温度下灼烧 3h。将灰样全部转入聚四氟乙烯烧杯中，用少量水湿润，加高氯酸 4mL，氢氟酸 10mL，置于电热板上缓缓加热，蒸至近干。取下烧杯，稍冷后用少量水将烧杯内壁的水珠冲下，再加氢氟酸 10mL，继续在电热板上加热至白烟冒尽。取下烧杯，稍冷加入硝酸（1+1）溶液 10mL、水 10mL，放在电热板上加热近沸并保持 1min。取下烧杯，用热水将烧杯中的溶液转移至 25mL 容量瓶中，冷却至室温，加去离子水稀释至刻度，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 空心阴极灯，北京东西分析仪器有限公司）

马弗炉

控温加热板

聚四氟乙烯烧杯

聚四氟乙烯容量瓶

硝酸（ HNO_3 ）：优级纯

氢氟酸（HF）：优级纯

高氯酸（ HClO_4 ）：优级纯

2%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。

铅单元素标准溶液（国家标准物质研究中心）

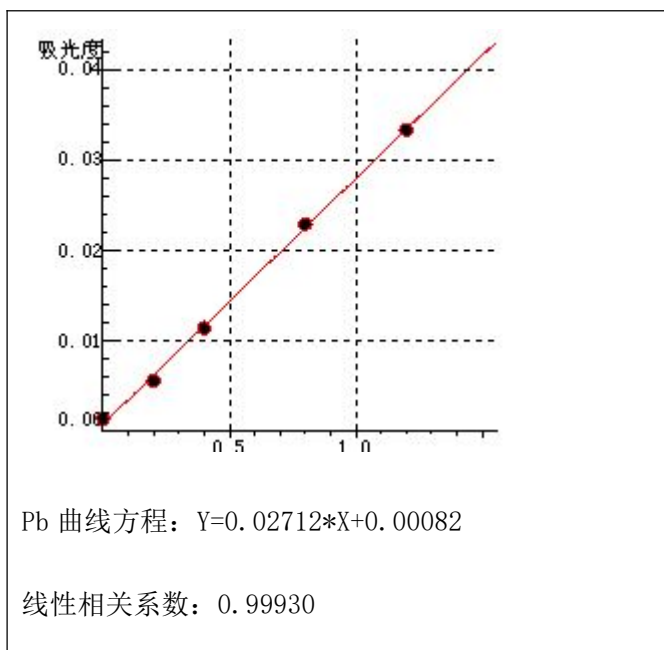
3 仪器条件

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
Pb	283.3	0.2	10	1.5	3	空气—乙炔火焰

4 标准溶液的配制

元素	浓度 ($\mu\text{g/mL}$)				
Pb	0	0.2	0.4	0.8	1.2

5 标准曲线



棕刚玉中铝、铁、钙、镁、钾、钠含量测定

1 样品溶液制备:

准确吸取 0.2g (精确至 0.0001g) 样, 置于聚四氟乙烯烧杯中, 加入 10mL 氢氟酸, 5mL 硝酸, 2mL 高氯酸, 盖盖混匀放置于加热板上低温消解, 至消解完全 (会有一些不容物在烧杯的底部), 开盖赶酸近干, 加入 5mL (1+1) 盐酸加热溶解残渣。将消解液用去离子水定量转移至 100mL 聚四氟乙烯容量瓶中, 定容至刻度, 摇匀备用。(任务书号)

2 实验设备及试剂:

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

控温加热板

聚四氟乙烯烧杯

聚四氟乙烯容量瓶

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

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。

铝单元素标准溶液（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）

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）

钾单元素标准溶液（国家标准物质研究中心）

钠单元素标准溶液（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
Al	309.3	0.2	5	3	3	笑气—乙炔火焰
Fe	248.3	0.2	10	1.5	3	乙炔—空气火焰
Ca	422.7	0.2	10	1.5	3	乙炔—空气火焰
Mg	285.2	0.2	8	1.5	2	乙炔—空气火焰
K	766.5	0.4	10	1.5	3	乙炔—空气火焰
Na	589.0	0.2	10	1.5	3	乙炔—空气火焰

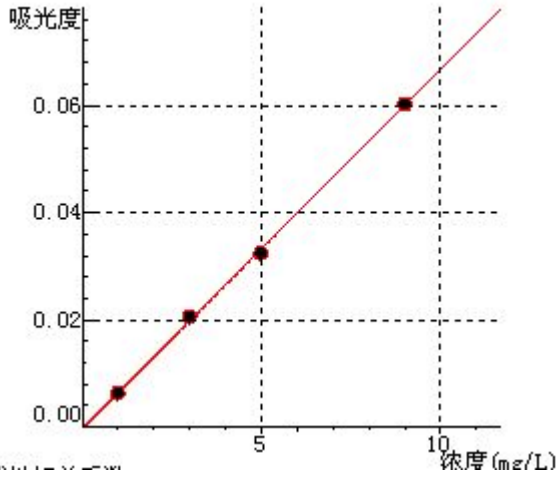
4 标准溶液的配制

Mg、Ca 标液需每 100 mL 溶液中加入 1.5 mL100g/L 的氯化镧溶液，K、Na 标液可配制成混标。

元素	浓度 (μg/mL)				
Al	0	1	3	5	9
Fe	0	0.5	1.0	3.0	5.0
Ca	0	0.25	0.5	1.0	2.0
Mg	0	0.2	0.4	0.6	0.8
K	0	0.2	0.4	0.6	0.8
Na	0	0.05	0.1	0.15	0.2

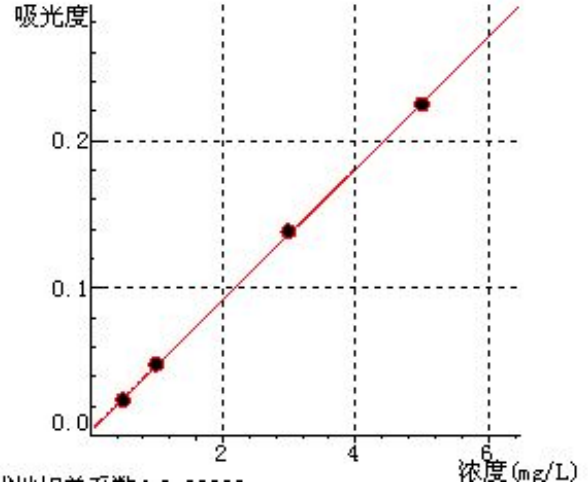
5 标准曲线

测定 Ca、Mg 的样品溶液时氯化镧的浓度需与标准溶液一致。



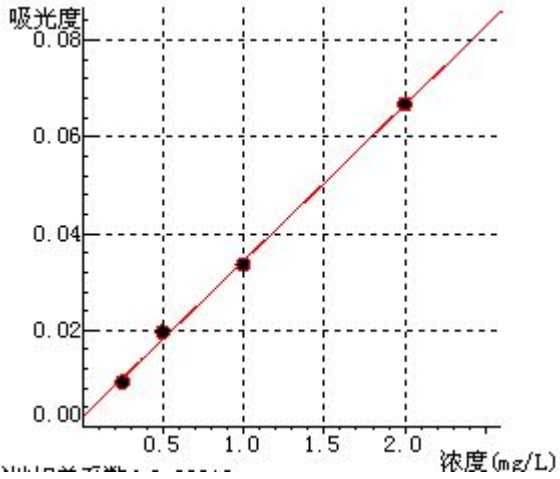
Al 曲线方程: $Y=0.00669*X-0.00027$

线性相关系数: 0.99960



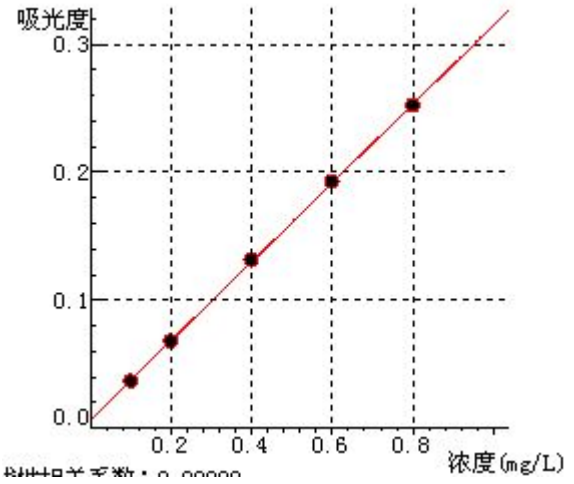
Fe 曲线方程: $Y=0.04447*X+0.00312$

线性相关系数: 0.99990



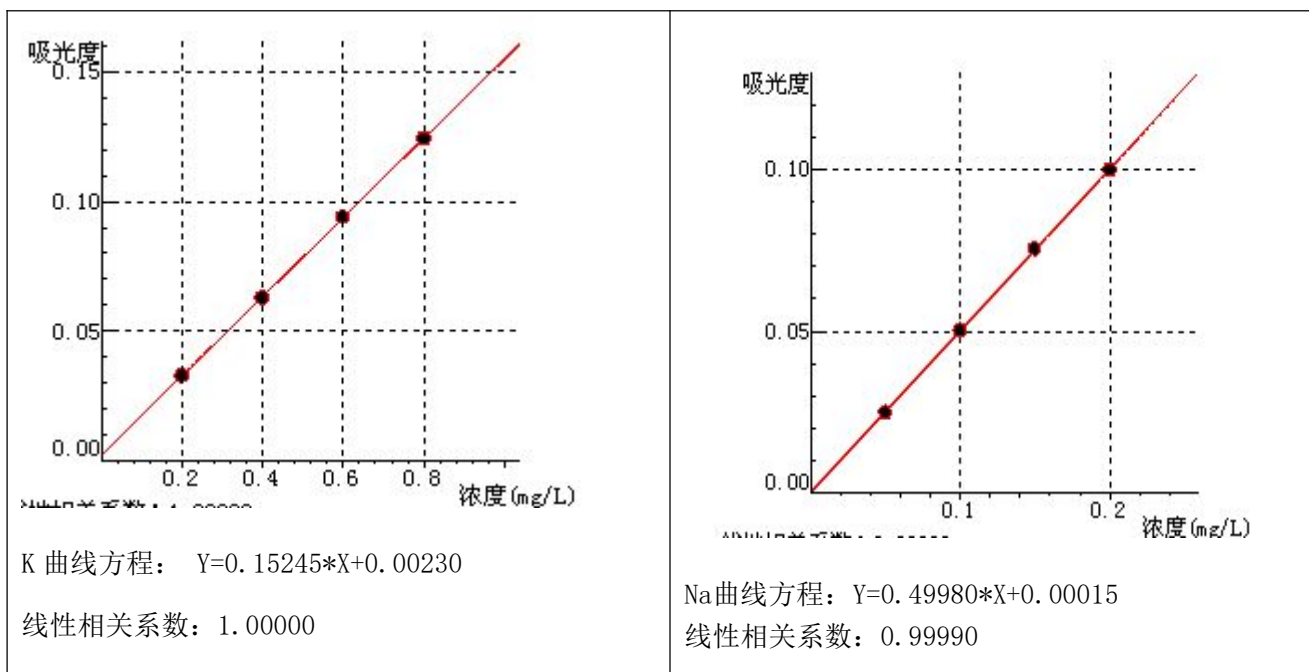
Ca 曲线方程: $Y=0.03228*X+0.00204$

线性相关系数: 0.99910



Mg 曲线方程: $Y=0.30820*X+0.00666$

线性相关系数: 0.99990



稀土粉中 Na 含量

1 样品溶液制备:

称取 0.2g(精确至 0.0001g)左右的样于 100mL 聚四氟乙烯烧杯中,加入 5 mL(1+1)硝酸,于电热板上低温加热,直至样品溶解,继续加热赶酸至 1 mL 左右,取下冷却,用去离子水转移并定容于 25 mL 容量瓶中,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 Na 空心阴极灯,北京东西分析仪器有限公司)

控温加热板

聚四氟乙烯烧杯

硝酸 (HNO₃): 优级纯

钠单元素标准溶液 (国家标准物质研究中心)

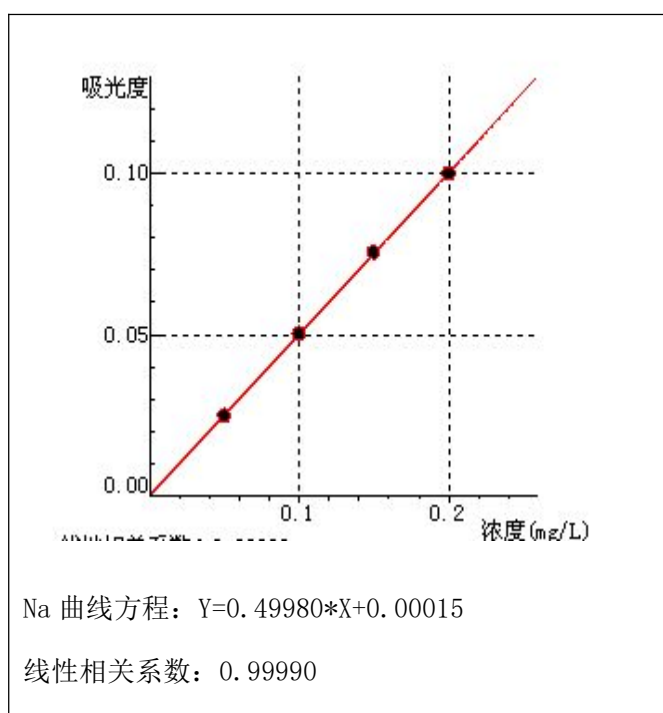
3 仪器条件

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
Na	589.0	0.2	10	1.5	3	乙炔—空气火焰

4 标准溶液的配制

元素	浓度 ($\mu\text{g/mL}$)				
Na	0	0.05	0.1	0.15	0.2

5 标准曲线



金矿石粉末中 Au 的检测

1 样品溶液制备:

准确称取 2.0g (精确至 0.0001g) 样品置于烧杯中, 加入 10mL 硝酸, 3mL 高氯酸, 10mL 氢氟酸, 盖上盖子, 放置电热板上加热消解至样品溶解, 打开盖子赶酸至 1.5mL 左右, 自然冷却至室温, 用去离子水转移洗涤到 10mL 聚四氟乙烯容量瓶中, 并定容至刻度, 摇匀后静置, 取上清液检测。

2 实验设备及试剂:

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

控温加热板

聚四氟乙烯烧杯

聚四氟乙烯容量瓶

硝酸（HNO₃）：优级纯

氢氟酸（HF）：优级纯

高氯酸（HClO₄）：优级纯

金单元素标准溶液（国家标准物质研究中心）

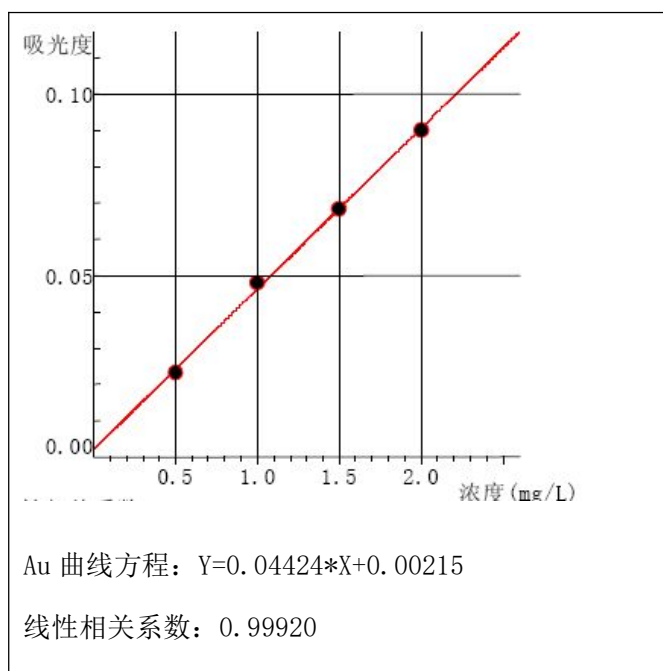
3 仪器条件

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
Au	242.8	0.2	10	1.5	3	乙炔—空气火焰

4 标准溶液的配制

元素	浓度 (μg/mL)				
Au	0	0.5	1.0	1.5	2.0

5 标准曲线



钛铁矿石中钾、铝、锶、钛、等元素含量的测定

1 样品溶液制备:

准确称取样品 0.2g (精确至 0.0001g) 置于聚四氟乙烯烧杯中, 加入 10mL 氢氟酸, 4mL 硝酸, 2mL 高氯酸, 混匀盖盖, 放置于加热板上消解, 待消解完全后, 开盖赶酸近干, 再加入 (1+1) 盐酸 5mL, 加热溶解残渣, 将消解液用去离子水定量转移至 100mL 聚四氟乙烯容量瓶中, 去离子水定容至刻度, 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 K、Mg、Mn、Ni、Fe、Zn、Al、Cr、Sr、Ti 空心阴极灯, 北京东西分析仪器有限公司)

控温加热板

聚四氟乙烯烧杯

聚四氟乙烯容量瓶

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

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。

钾单元素标准溶液 (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)

锰单元素标准溶液 (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)

锌单元素标准溶液 (国家标准物质研究中心)

铝单元素标准溶液 (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)

锶单元素标准溶液 (国家标准物质研究中心)

钛单元素标准溶液 (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
K	766.5	0.2	10	1.5	3	乙炔—空气火焰
Mg	285.2	0.2	10	1.5	2	乙炔—空气火焰
Mn	279.5	0.2	10	1.5	3	乙炔—空气火焰
Ni	232.0	0.2	10	1.5	2	乙炔—空气火焰
Fe	248.3	0.2	10	1.5	3	乙炔—空气火焰
Zn	213.9	0.2	10	1.5	3	乙炔—空气火焰
Al	309.3	0.2	5	3	3	笑气—乙炔火焰
Cr	357.9	0.2	10	3	3	笑气—乙炔火焰
Sr	460.7	0.2	10	3	5	笑气—乙炔火焰
Ti	364.3	0.2	8	3	3	笑气—乙炔火焰

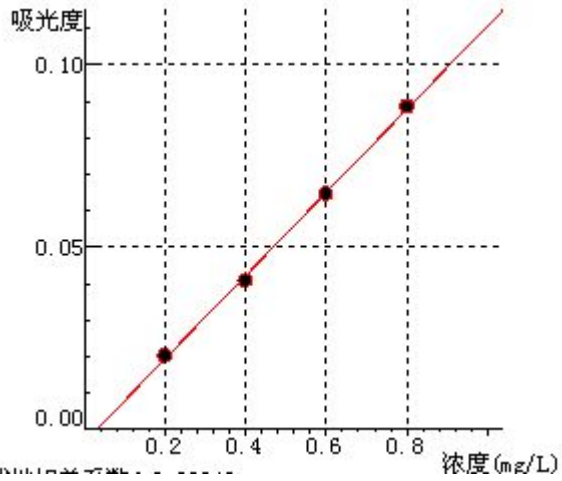
4 标准溶液的配制

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

元素	浓度 (μg/mL)				
K	0	0.2	0.4	0.6	0.8
Mg	0	0.1	0.2	0.3	0.4
Mn	0	0.1	0.3	0.5	0.7
Ni	0	0.1	0.2	0.3	0.4
Fe	0	0.2	0.5	1.0	2.0
Zn	0	0.1	0.2	0.3	0.4
Al	0	1.0	3.0	6.0	9.0
Cr	0	0.5	1.0	2.0	3.0
Sr	0	0.5	1.0	2.0	
Ti	0	5.0	10.0	15.0	

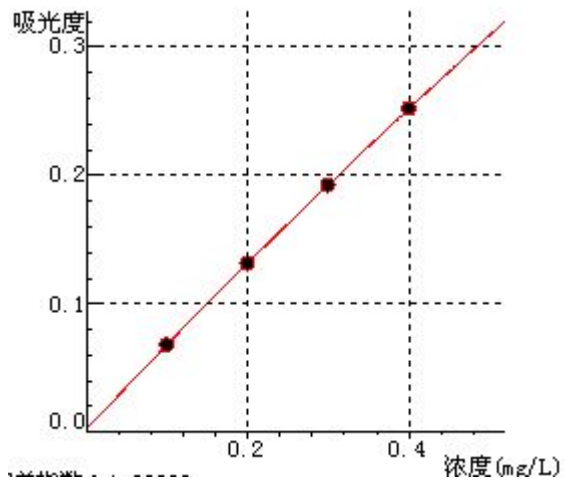
5 标准曲线

测定 Mg 的样品溶液时氯化镧的浓度需与标准溶液一致。



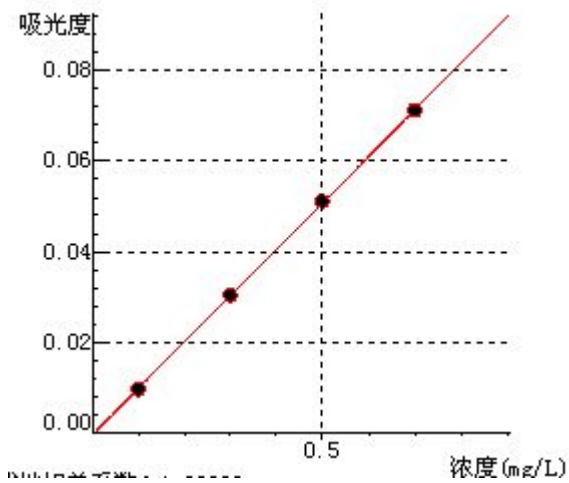
K 曲线方程: $Y=0.11425*X-0.00355$

线性相关系数: 0.99940



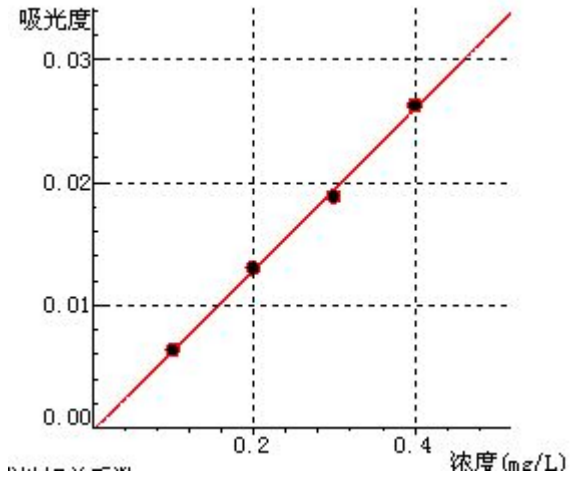
Mg 曲线方程: $Y=-0.10500*X^2+0.66510*X+0.00250$

线性相关系数: 1.00000



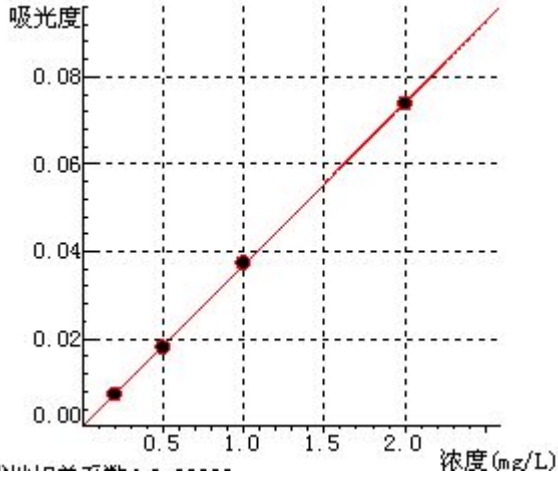
Mn 曲线方程: $Y=0.10245*X-0.00040$

线性相关系数: 1.00000



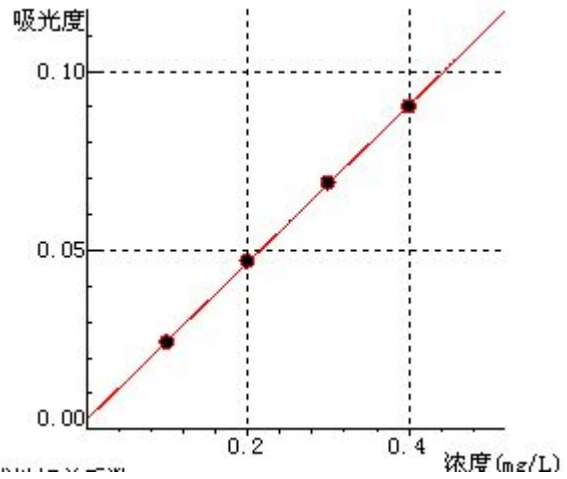
Ni 曲线方程: $Y=0.06560*X-0.00025$

线性相关系数: 0.99910



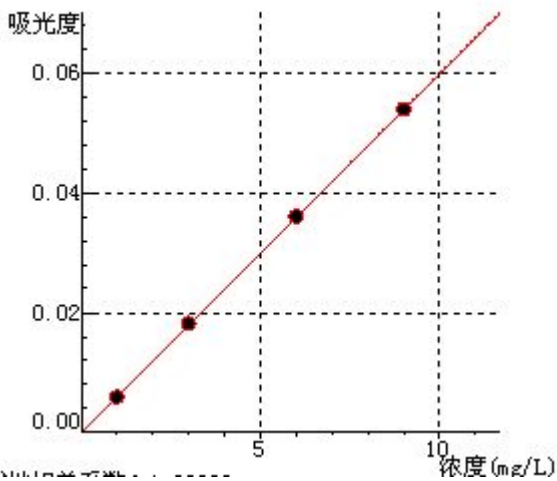
Fe 曲线方程: $Y=0.03705*X-0.00007$

线性相关系数: 0.99990



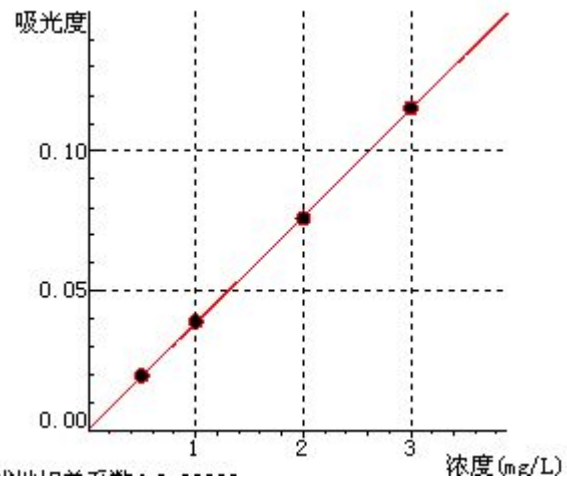
Zn 曲线方程: $Y=0.21960*X+0.00260$

线性相关系数: 0.99990



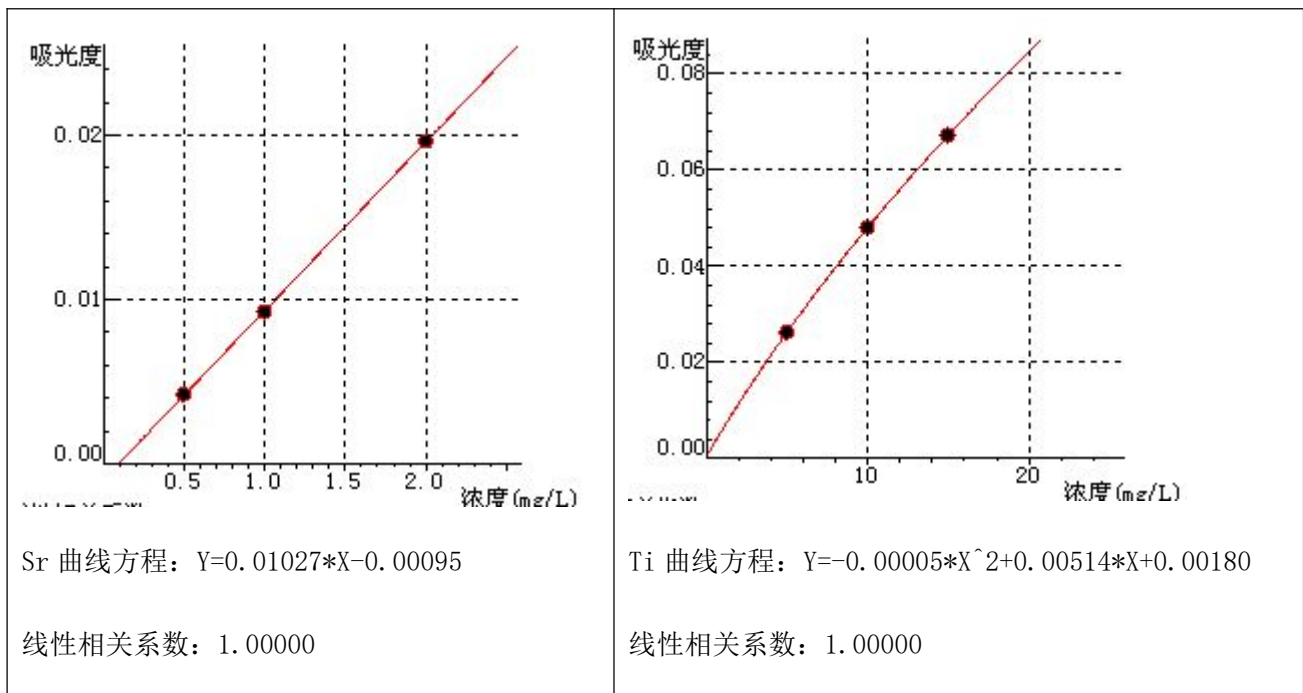
Al 曲线方程: $Y=0.00599*X+0.00006$

线性相关系数: 1.00000



Cr 曲线方程: $Y=0.03811*X+0.00059$

线性相关系数: 0.99990



钼粉和钨粉中 K、Na 含量的测定

1 样品溶液制备:

钼粉: 称取 0.3g (精确至 0.0001g) 的样品于聚四氟乙烯烧杯中, 加入 8mL H_2O_2 , 待剧烈反应后, 放到加热板上低温加热至溶解, 加入 25mL 去离子水, 微沸 10min 后, 取下冷却, 加入 0.5mL 氯化锶溶液, 定容至 50mL。

钨粉: 称取 0.3g 左右的样品于聚四氟乙烯烧杯中, 加入 8mL H_2O_2 , 待剧烈反应后, 放到加热板上低温加热至溶解, 取下冷却, 加入 0.5mL 氯化锶溶液, 定容至 50mL。

2 实验设备及试剂:

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

控温加热板

聚四氟乙烯烧杯

双氧水 (H_2O_2): 优级纯

25g/L 氯化锶溶液: 称取 2.5g 氯化锶 (光谱纯), 用去离子溶解后定容于 100mL 容量瓶中, 摇匀备用。

钾单元素标准溶液（国家标准物质研究中心）

钠单元素标准溶液（国家标准物质研究中心）

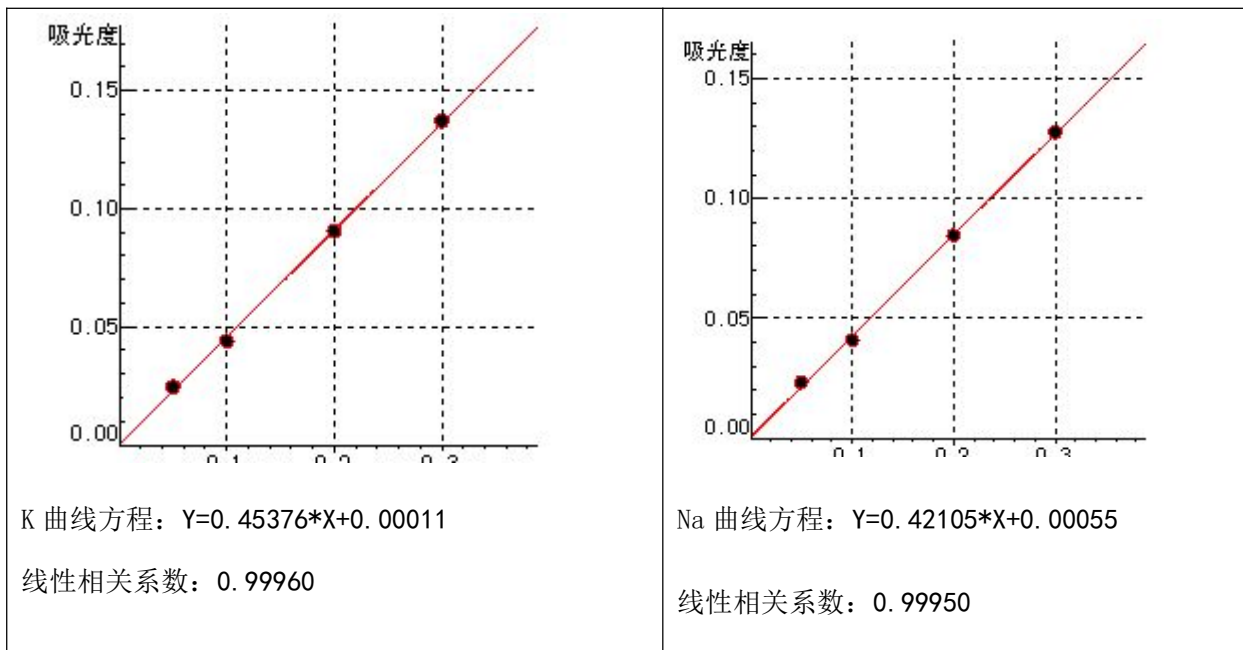
3 仪器条件

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
Na	589.0	0.2	10	1.5	3	乙炔—空气火焰
K	766.5	0.2	10	1.5	3	乙炔—空气火焰

4 标准溶液的配制

元素	浓度 (μg/mL)				
K	0	0.05	0.1	0.2	0.3
Na	0	0.05	0.1	0.2	0.3

5 标准曲线



矿粉中 Ag 含量的测定

1 样品溶液制备:

称取 0.25g（精确至 0.0001g）左右的样于 100mL 聚四氟乙烯烧杯中，加入 10 mL 硝酸，10 mLHF 于加热板上低温加热，直至样品溶解后的残渣不再减少，取下放冷，加

入 5mL 过氧化氢，继续加热赶酸至 1 mL 左右，取下冷却，用去离子水移液并定容于 25 mL 容量瓶中，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 Ag 空心阴极灯，北京东西分析仪器有限公司）

控温加热板

聚四氟乙烯烧杯

聚四氟乙烯容量瓶

硝酸（HNO₃）：优级纯

氢氟酸（HF）：优级纯

双氧水（H₂O₂）：优级纯

银元素标准溶液（国家标准物质研究中心）

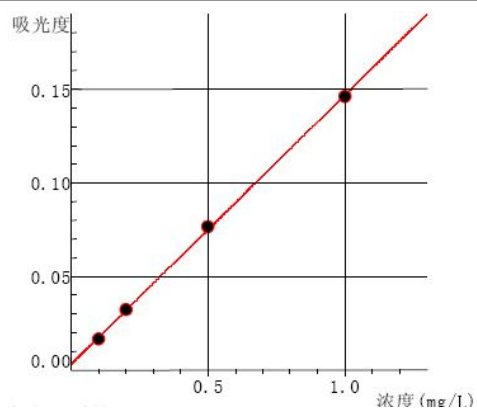
3 仪器条件

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
Ag	328.1	0.2	10	1.5	3	乙炔—空气火焰

4 标准溶液的配制

元素	浓度 (μg/mL)				
Ag	0	0.1	0.2	0.5	1.0

5 标准曲线



Ag 曲线方程: $Y=0.14362*X+0.00324$

线性相关系数: 0.99980