

滑石粉中钙、镁、铁、铝含量的测定.....1  
石英砂中钙、钾、铁、铝含量的测定.....3

## 滑石粉中钙、镁、铁、铝含量的测定

### 1 样品溶液制备:

称取0.5g（精确至0.0001g）样于聚四氟乙烯烧杯中，加少量水润湿，加入10mL硝酸，10mL氢氟酸，3mL高氯酸，盖盖，于电热板上加热至白烟冒尽。取下冷却，加5mL（1+1）HCl，加热溶解盐类，冷却至室温，用水移入25mL量瓶中，稀释至刻度并摇匀，备用。

### 2 实验设备及试剂:

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

可调加热板

硝酸（HNO<sub>3</sub>）：优级纯

氢氟酸（HF）：优级纯

高氯酸（HClO<sub>4</sub>）：优级纯

盐酸（HCl）：优级纯

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）

铁单元素标准溶液（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）

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。

### 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          | 3.0      | 空气—乙炔火焰 |
| Mg   | 285.2   | 0.2       | 10         | 1.5          | 2.0      | 空气—乙炔火焰 |

|    |       |     |    |     |     |         |
|----|-------|-----|----|-----|-----|---------|
| Fe | 248.3 | 0.2 | 10 | 1.5 | 3.0 | 空气—乙炔火焰 |
| Al | 309.3 | 0.2 | 10 | 3.0 | 3.0 | 笑气—乙炔火焰 |

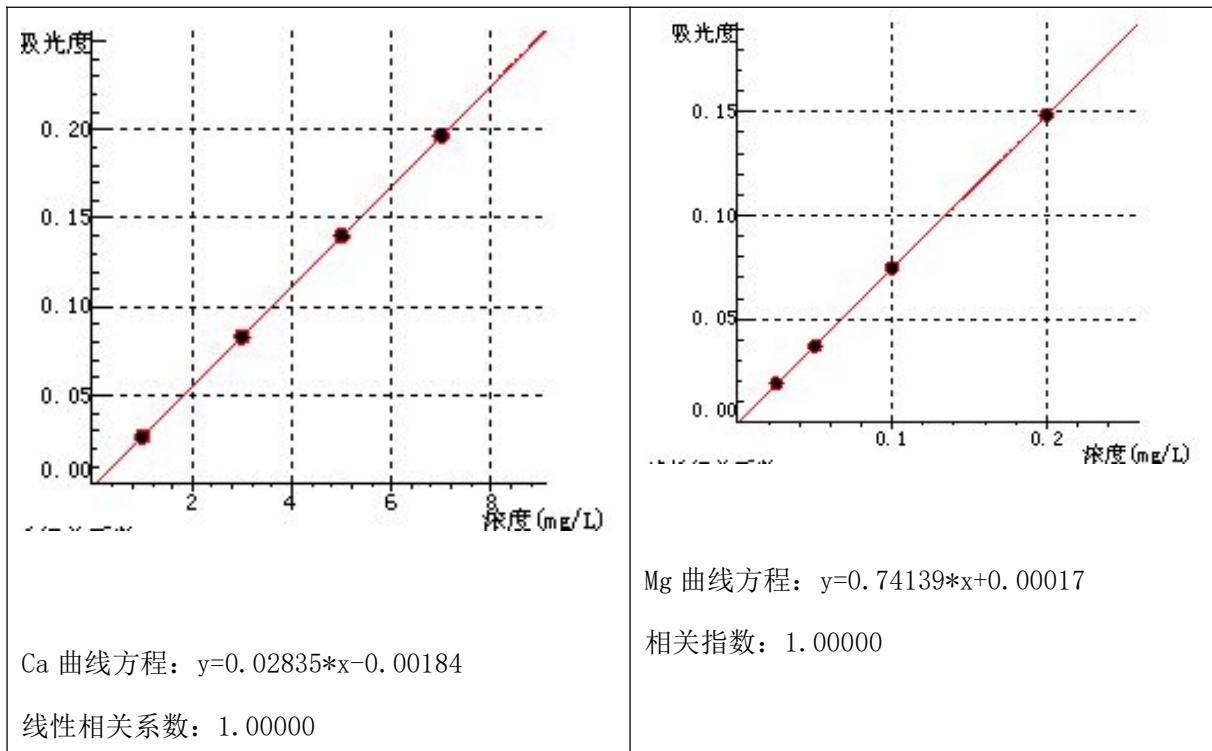
#### 4 标准溶液的配制

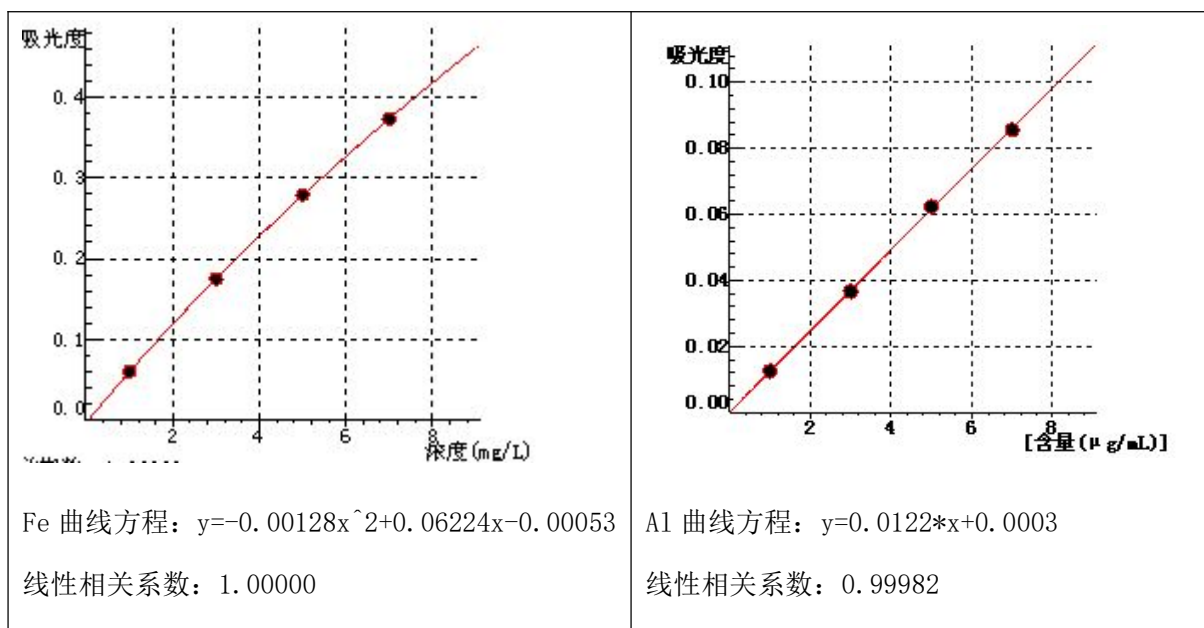
按下表中各元素标准系列溶液的浓度配制标准溶液，其中 Ca、Mg 标液需每 100 mL 溶液中加入 1.5 mL 100g/L 的氯化镧溶液。

| 元素 | 浓度 (μg/mL) |       |      |     |     |
|----|------------|-------|------|-----|-----|
| Ca | 0          | 1.0   | 3.0  | 5.0 | 7.0 |
| Mg | 0          | 0.025 | 0.05 | 0.1 | 0.2 |
| Fe | 0          | 1.0   | 3.0  | 5.0 | 7.0 |
| Al | 0          | 1.0   | 3.0  | 5.0 | 7.0 |

#### 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。





## 石英砂中钙、钾、铁、铝含量的测定

### 1 样品溶液制备:

称取已混匀的样品5.0g（精确至0.0001g）于聚四氟乙烯罐中，加入25mL氢氟酸，盖盖，于电热板上140℃低温加热过夜，第二日继续加热至样品完全溶解。开盖，升高温度至180℃加热赶酸，直至近干，取下，冷却，加入2mL硝酸，继续加热至0.5mL左右，取下冷却至室温，用水移入10mL塑料瓶中，加入0.15mL(100g/L)的氯化锶，加水稀释至刻度并摇匀，备用。

### 2 实验设备及试剂:

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

可调加热板

硝酸（HNO<sub>3</sub>）：优级纯

氢氟酸（HF）：优级纯

钙单元素标准溶液（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）

铁单元素标准溶液（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）

100g/L 氯化锶溶液：称取 10.0g 氯化锶用去离子水溶解后，转入 100mL 容量瓶中，加去离子水稀释至刻度。

### 3 仪器条件

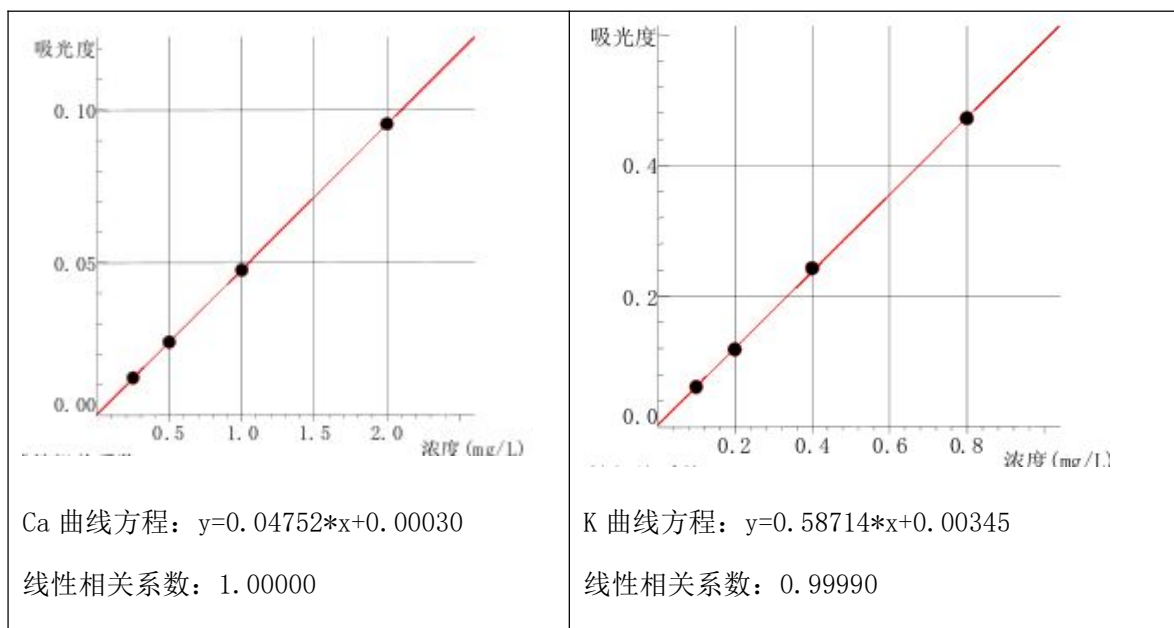
| 参数设置 | 波长 (nm) | 狭缝宽度 (nm) | 燃烧头高度 (mm) | 燃气流量 (L/min) | 灯电流 (mA) | 火焰类型    |
|------|---------|-----------|------------|--------------|----------|---------|
| Ca   | 422.7   | 0.2       | 10         | 1.5          | 3.0      | 空气—乙炔火焰 |
| K    | 766.5   | 0.4       | 10         | 1.5          | 3.0      | 空气—乙炔火焰 |
| Fe   | 248.3   | 0.2       | 10         | 1.5          | 3.0      | 空气—乙炔火焰 |
| Al   | 309.3   | 0.2       | 10         | 3.0          | 3.0      | 笑气—乙炔火焰 |

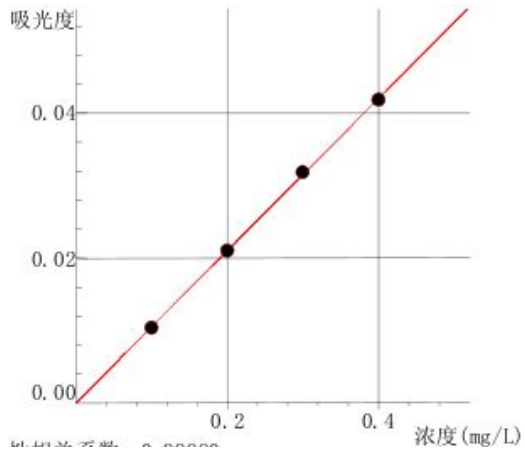
### 4 标准溶液的配制

按下表中各元素标准系列溶液的浓度配制标准溶液，所有标液均需每 100 mL 溶液中加入 1.5 mL 100g/L 的氯化锶溶液。

| 元素 | 浓度 (μg/mL) |      |     |     |     |
|----|------------|------|-----|-----|-----|
| Ca | 0          | 0.25 | 0.5 | 1.0 | 2.0 |
| K  | 0          | 0.1  | 0.2 | 0.4 | 0.8 |
| Fe | 0          | 0.1  | 0.2 | 0.3 | 0.4 |
| Al | 0          | 1.0  | 3.0 | 5.0 | 7.0 |

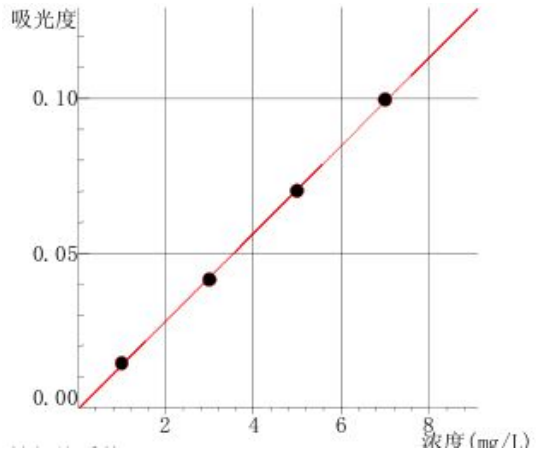
### 5 标准曲线





Fe 曲线方程:  $y=0.10510*x+0.00000$

线性相关系数: 0.99980



Al 曲线方程:  $y=0.01421*x-0.00049$

线性相关系数: 0.99980