

目录

铁粉、锡基合金焊粉中铅、钙、钛、铝含量的测定.....	1
合金中锌、铝含量的测定.....	3
碳酸锶中钠、钡含量的测定.....	5
钨碳中钨含量的测定.....	7
标准物质中痕量 Au 分析.....	8
包芯线芯料中钙、镁、铝、钡含量测定.....	10

铁粉、锡基合金焊粉中铅、钙、钛、铝含量的测定

1 样品溶液制备:

称取 0.2g (精确至 0.0001g) 样于 250mL 高颈烧杯中, 加入 10 mL 王水 (HCl:HNO₃=3:1), 盖上玻璃盖, 于电热板上加热, 直至样品溶解, 取下冷却, 转移至 25 mL 容量瓶中, 用去离子水洗涤并定容, 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 Pb、Ca、Ti、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 (HNO₃): 优级纯

盐酸 (HCl): 优级纯

铅单元素标准溶液 (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)

钛单元素标准溶液 (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）

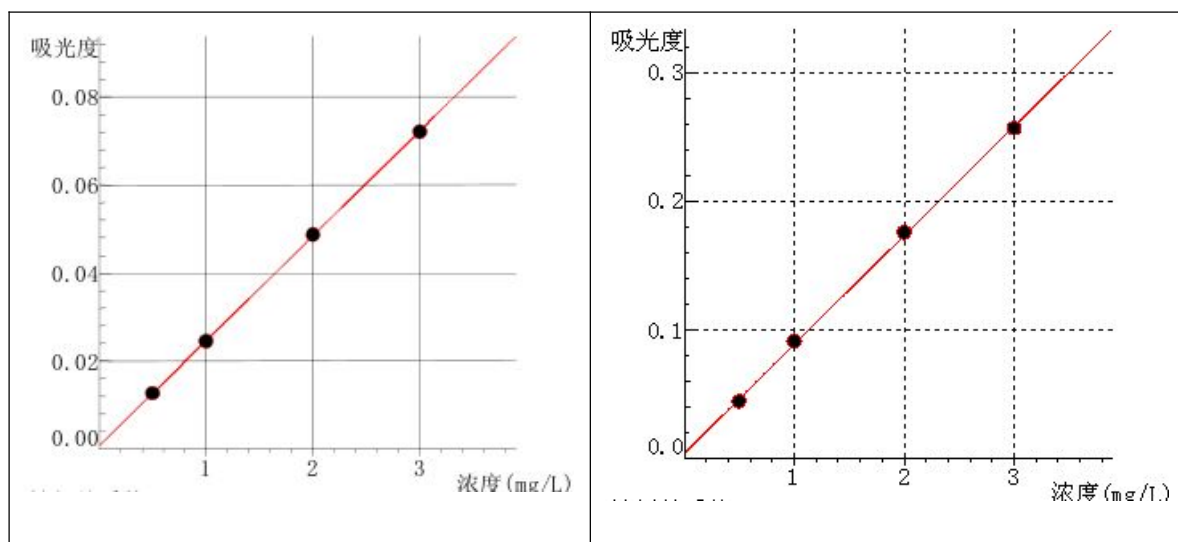
3 仪器条件

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	3.0	空气-乙炔火焰
Ca	422.7	0.2	10	1.5	3.0	空气-乙炔火焰
Ti	364.2	0.2	8	3.0	3.0	笑气-乙炔火焰
Al	309.3	0.2	8	3.0	3.0	笑气-乙炔火焰

4 标准溶液的配制

元素	浓度 ($\mu\text{g/mL}$)				
Pb	0	0.5	1.0	2.0	3.0
Ca	0	0.5	1.0	2.0	3.0
Ti	0	5.0	10.0	15.0	
Al	0	2.0	4.0	8.0	10.0

5 标准曲线

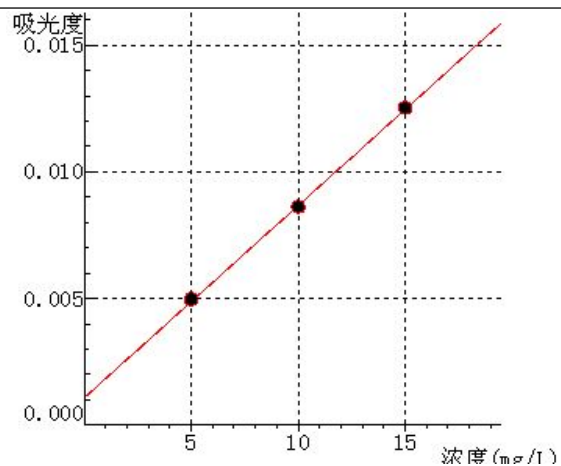


Pb 曲线方程: $y=0.02379*x+0.00086$

线性相关系数: 1.00000

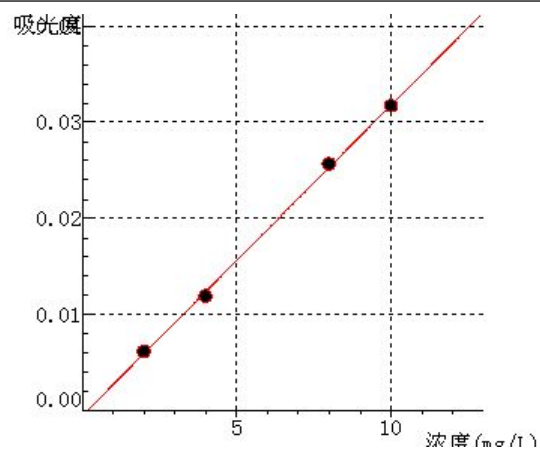
Ca 曲线方程: $Y=0.08469*X+0.00431$

线性相关系数: 0.99970



Ti 曲线方程: $Y=0.00076*X+0.00107$

线性相关系数: 0.99990



Al 曲线方程: $Y=0.00323*X-0.00051$

线性相关系数: 0.99960

合金中锌、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, 少量水润湿, 加入 10mL

氢氟酸、10mL 硝酸、3mL 高氯酸，盖盖，加热至反应完全，开盖再加热至白烟冒尽，取下冷却，再加 5mL (1+1) 盐酸，加热溶解盐类，冷却，移入 50mL 塑料容量瓶中，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 Zn、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（HNO₃）：优级纯

盐酸（HCl）：优级纯

氢氟酸（HF）：优级纯

高氯酸（HClO₄）：优级纯

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）

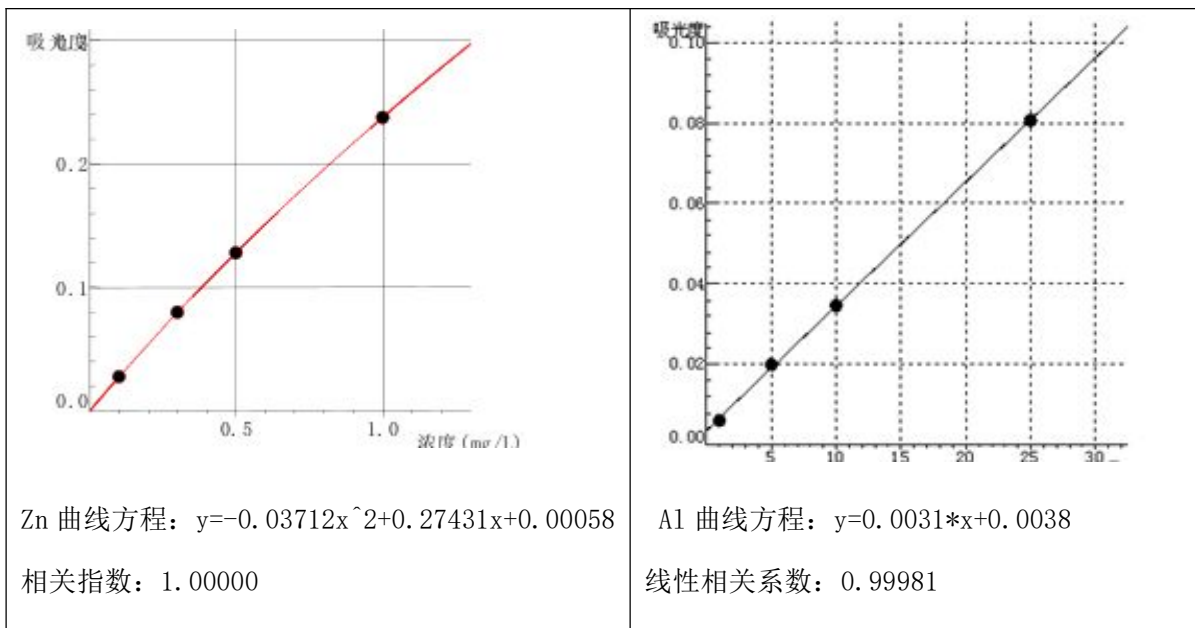
3 仪器条件

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
Zn	213.9	0.4	10	1.5	5.0	空气—乙炔火焰
Al	309.3	0.2	8	3.0	3.0	笑气—乙炔火焰

4 标准溶液的配制

元素	浓度（ $\mu\text{g/mL}$ ）				
Zn	0	0.1	0.3	0.5	1.0
Al	0	1.0	5.0	10.0	25.0

5 标准曲线



碳酸锶中钠、钡含量的测定

1 样品溶液制备:

称取约 0.4g (精确至 0.0001g) 试样置于 250mL 烧杯中, 加入 10mL 去离子水, 盖上表面皿, 滴加 2mL 盐酸溶液溶解, 加热煮沸 2min, 冷却后, 全部移入 100mL 容量瓶中, 加入 1mL 38% KCl 溶液, 1mL 盐酸, 用水稀释至刻度, 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 Zn、Al 空心阴极灯, 北京东西分析仪器有限公司)

可调加热板

盐酸 (HCl): 优级纯

氯化钾 (KCl): 优级纯

钠单元素标准溶液（国家标准物质研究中心）

钡单元素标准溶液（国家标准物质研究中心）

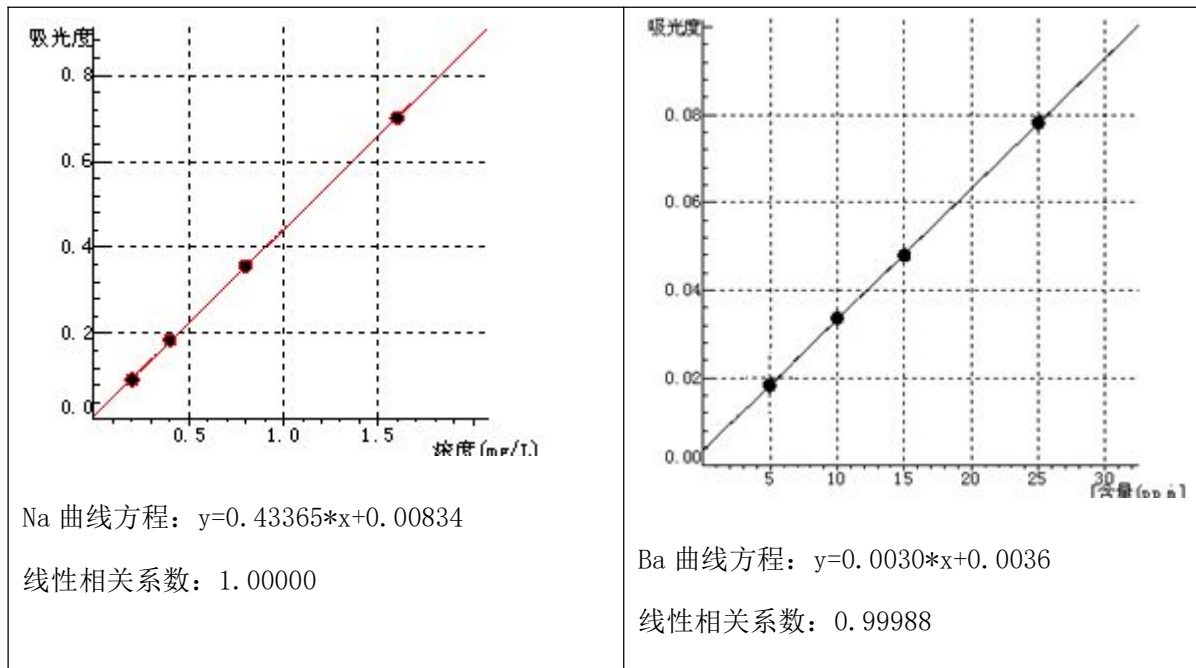
3 仪器条件

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	3.0	空气—乙炔火焰
Ba	553.6	0.2	10	4.0	3.0	笑气—乙炔火焰

4 标准溶液的配制

元素	浓度 (μg/mL)				
Na	0	0.2	0.4	0.8	1.6
Ba	0	5.0	10.0	15.0	25.0

5 标准曲线



钯碳中钯含量的测定

1 样品溶液制备:

称取样品 0.1g (精确至 0.0001g) 于 250mL 烧杯中, 加入 15mL 王水 (HCl:HNO₃=3:1), 电热板上加热溶解后, 转移至 100mL 量瓶中, 用去离子水洗涤并定容, 摇匀后吸取样液 0.25mL 于 100mL 量瓶中, 再用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 Pd 空心阴极灯, 北京东西分析仪器有限公司)

可调加热板

硝酸 (HNO₃): 优级纯

盐酸 (HCl): 优级纯

钯单元素标准溶液 (国家标准物质研究中心)

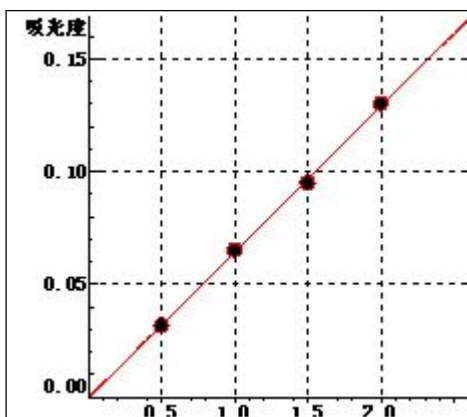
3 仪器条件

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
Pd	244.8	0.2	10	1.5	2.0	空气-乙炔火焰

4 标准溶液的配制

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

5 标准曲线



Pd 曲线方程: $y=0.0646*x-0.0002$

相关指数: 0.99969

标准物质中痕量 Au 分析

1 样品溶液制备:

(1) 分别称取 GAu-9b 样品 10.0 克及 GAu-13a 样品 5.0g 于 40mL 瓷坩埚中, 经 650°C 高温灼烧 1h, 取出冷却。将冷却后样品转移至 250mL 三角瓶中, 加少量水润湿样品, 加新配制的 1: 1 的王水 (HCl: HNO₃=3:1) 约 40mL, 用手摇动三角瓶, 使样品在溶液中散开, 加入 20%三氯化铁 1mL (三氯化铁不好溶的话可加入 1%盐酸), 置于电热板上加热分解样品, 溶解至体积剩有 10mL 左右, 取下。

(2) 用纯水稀释体积至 100mL 左右, 加入已经用 5%盐酸浸泡过夜的海绵, 盖上塞子, 放在振荡器上振荡 30min, 取出海绵, 用去离子水冲洗至中性, 挤干, 在比色管中放入 1%硫脲 (10g/L) 5mL, 使海绵完全浸泡在硫脲溶液中, 沸水浴保持 30min, 取出海绵, 冷至室温, 备用。

(3) 配置标准溶液也需按照步骤 2 进行操作。

2 实验设备及试剂:

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

马弗炉

可调加热板

调速振荡器

硝酸（HNO₃）：优级纯

盐酸（HCl）：优级纯

三氯化铁（FeCl₃）：优级纯

硫脲（CH₄N₂S）：分析纯

金单元素标准溶液（国家标准物质研究中心）

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
Au	242.8	1.3	80	0.2	氙灯

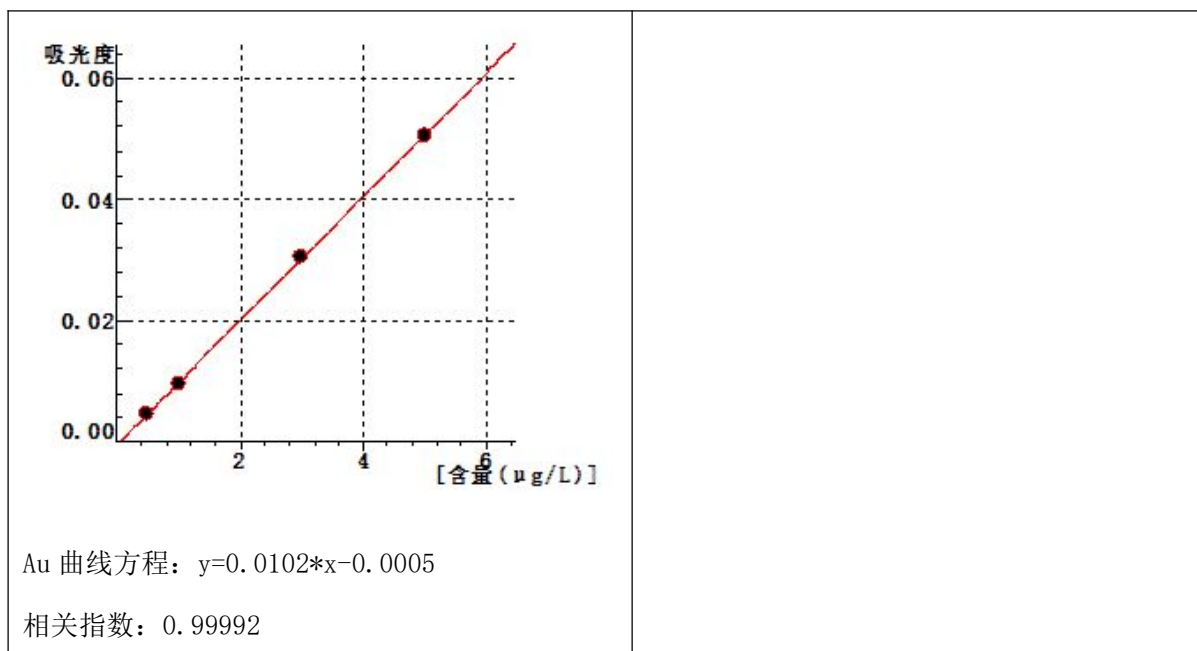
Au 石墨炉升温程序

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	120	40	打开	关闭	功率
2	干燥	120	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	3	关闭	关闭	功率
6	原子化	2400	2400	4	关闭	关闭	功率
7	清除	2500	2500	2	打开	关闭	功率
8	冷却	0	0	30	打开	关闭	功率
9	冷却	0	0	1	关闭	关闭	功率

4 标准溶液的配制

元素	浓度 (ng/mL)				
Au	0	0.5	1.0	3.0	5.0

5 标准曲线



包芯线芯料中钙、镁、铝、钡含量测定

1 样品溶液制备:

称取 0.1000g (精确至 0.0001g) 样置于聚四氟乙烯烧杯中, 加入 5mL 硝酸, 缓慢滴加 HF, 至剧烈反应停止, 加入 5mL 高氯酸, 加热冒烟至近干, 稍冷, 再加 3mL 高氯酸冒烟至近干, 加入 10mL 盐酸加热溶解盐类, 冷却至室温, 移入 50mL 容量瓶中, 以水稀释至刻度, 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 Ca、Mg、Al、Ba 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。

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）

铝单元素标准溶液（国家标准物质研究中心）

钡单元素标准溶液（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	2.0	空气—乙炔火焰
Mg	285.2	0.2	10	1.5	3.0	空气—乙炔火焰
Al	309.3	0.2	8	3.0	3.0	笑气—乙炔火焰
Ba	553.6	0.4	8	4.0	4.0	笑气—乙炔火焰

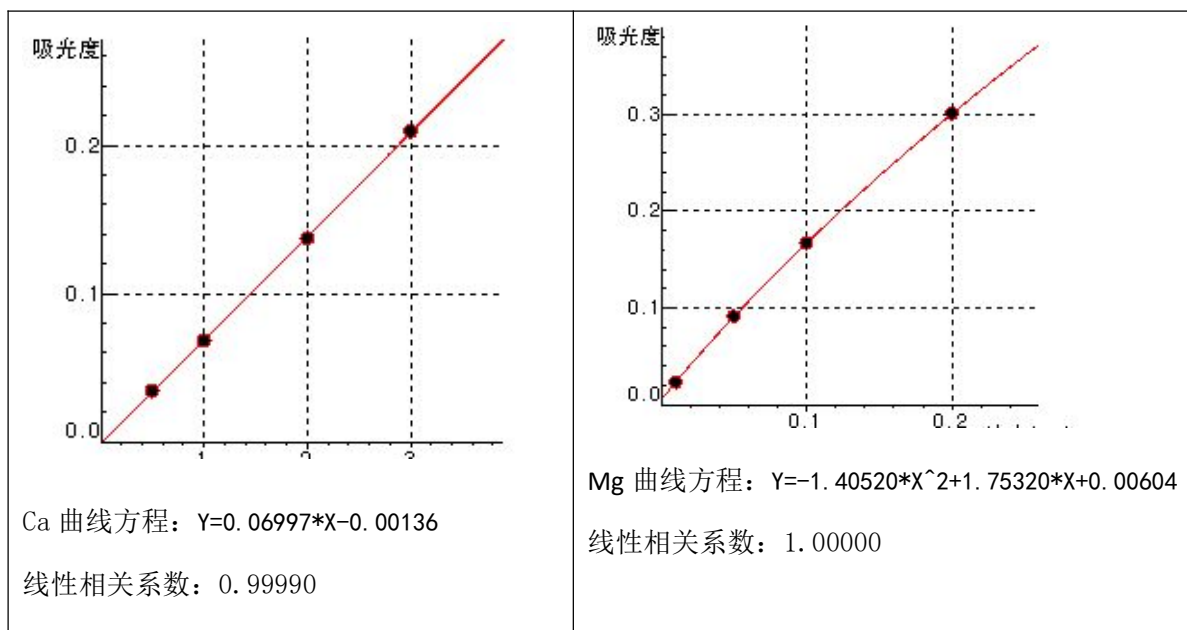
4 标准溶液的配制

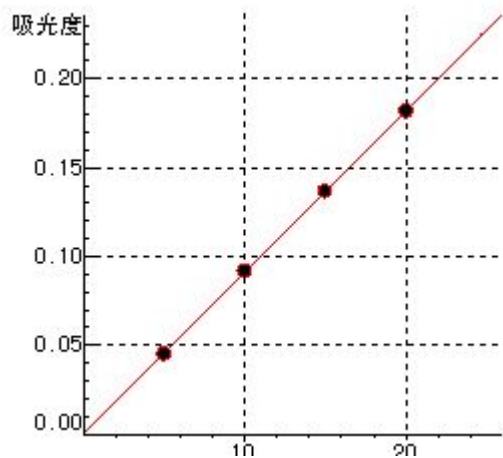
Ca、Mg 标液需每 100 mL 溶液中加入 1.5 mL 100g/L 的氯化镧溶液。

元素	浓度 (μg/mL)				
Ca	0	0.5	1.0	2.0	3.0
Mg	0	0.01	0.05	0.1	0.2
Al	0	5.0	10.0	15.0	20.0
Ba	0	1.0	5.0	10.0	20.0

5 标准曲线

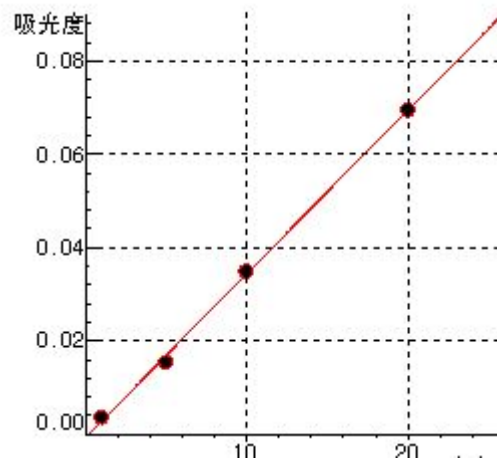
测定 Ca、Mg 的样品溶液时氯化镧的浓度需与标准溶液一致。





A1 曲线方程: $Y=0.00909*X+0.00025$

线性相关系数: 1.00000



Ba 曲线方程: $Y=0.00351*X-0.00076$

线性相关系数: 0.99930