

## 钼粉中的 Mg、Ni、K、Na 的测定

### 1 样品溶液制备：

称取 2g 样品于聚四氟乙烯烧杯中，加入 10mL 双氧水，放于电热板中低温加热溶解，溶解后取下冷却至室温，加入 3mL 硝酸，待反应完毕后，取下定容至 50mL 容量瓶中，用去离子水冲洗罐壁至少 3 次，再定容至刻度。备用。

### 2 实验设备及试剂：

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

双氧水：优级纯

聚四氟乙烯烧杯

电热板

硝酸 (HNO<sub>3</sub>): 优级纯

Mg 单元素标准溶液（国家标准物质研究中心）

Ni 单元素标准溶液（国家标准物质研究中心）

K 单元素标准溶液（国家标准物质研究中心）

Na 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	空气—乙炔火焰
Na	589.0	0.2	10	1.5	4	空气—乙炔火焰
Mg	285.2	0.2	10	1.5	3	空气—乙炔火焰

元素	波长 ( $\lambda/\text{nm}$ )	灯电流 ( $I/\text{mA}$ )	氙灯电流 ( $I/\text{mA}$ )	光谱通带宽度 ( $\Delta\lambda/\text{nm}$ )	背景扣除方式
Ni	232.0	1.3	100	0.2	氙灯

**[石墨炉温度曲线]**

序号	步骤	开始温度 ( $^{\circ}\text{C}$ )	结束温度 ( $^{\circ}\text{C}$ )	升温时间(s)	内气路	辅助气路	模式	报警
1	干燥	40	100	35	开	关	功率	开
2	干燥	100	120	10	开	关	功率	开
3	灰化	120	1000	10	开	关	功率	开
4	灰化	1000	1000	8	开	关	功率	开
5	灰化	1000	1000	6	关	关	功率	开
6	原子化	2700	2700	3	关	关	功率	开
7	清除	2700	2700	2	开	关	功率	开
8	冷却	0	0	25	开	关	功率	
9	冷却	0	0	1	关	关	功率	开

**4 标准溶液的配制**

K、Na 标液中需每 100 mL 溶液中加入 1.5 mL100g/L 的氯化铯溶液

Mg 标液中需每 100 mL1.5 mL100g/LLa 溶液

元素	浓度				
K ( $\mu\text{g}/\text{mL}$ )	0	0.3	0.6	0.9	1.2
Na ( $\mu\text{g}/\text{mL}$ )	0	0.004	0.008	0.012	0.016
Mg ( $\mu\text{g}/\text{mL}$ )	0	0.03	0.06	0.09	0.12
Ni ( $\mu\text{g}/\text{L}$ )	0	5.0	10.0	20.0	30.0

**5 标准曲线**

