

初学者必读

原子光谱仪器 操作入门

• 主 编 周西林 韩宗才 叶建平
• 副主编 李 芬 李启华 高正源



国防工业出版社
National Defense Industry Press

原子光谱仪器操作入门

主 编 周西林 韩宗才 叶建平
副主编 李 芬 李启华 高正源

国防工业出版社

·北京·

内 容 简 介

本书主要根据材料化学成分含量检测的需要,结合常用的成分分析光谱仪器(原子吸收光谱仪、电感耦合等离子体发射光谱仪、X射线荧光光谱仪、火花源发射光谱仪、原子荧光光谱仪)专业知识,依据作者二十余年来的生产及科研的光谱分析操作经验和各级光谱学会举办的光谱分析学术交流会及培训班的教学经验等精心撰写而成。本书最重要的特点是将复杂的光谱分析检测技术简单化,通过浅显易懂的语言和图文并茂的方式帮助初学者快速掌握光谱仪器操作技巧,使初学者尽快入门。

全书由标准及标准物质、误差与数据处理、原子光谱分析仪器、原子吸收光谱应用、电感耦合等离子体发射光谱应用、火电直读发射光谱应用、原子荧光光谱应用、X射线荧光光谱应用八章组成。

本书可供学习化学分析专业知识的学生、工业化学分析工和初次接触光谱仪器人员参阅,也可作为仪器厂家和化验室岗位入门培训教材。

图书在版编目(CIP)数据

原子光谱仪器操作入门/周西林,韩宗才,叶建平
主编. —北京:国防工业出版社,2015.8
ISBN 978-7-118-10301-4

I. ①原… II. ①周… ②韩… ③叶… III. ①
光谱仪—操作 IV. ①TH744.1

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2015)第 191106 号

※

国防工业出版社出版发行

(北京市海淀区紫竹院南路 23 号 邮政编码 100048)

三河市众誉天成印务有限公司印刷

新华书店经售

*

开本 710×1000 1/16 印张 20¼ 字数 403 千字

2015 年 8 月第 1 版第 1 次印刷 印数 1—3000 册 定价 43.00 元

(本书如有印装错误,我社负责调换)

国防书店:(010)88540777

发行邮购:(010)88540776

发行传真:(010)88540755

发行业务:(010)88540717

编委会名单

主 编：周西林 韩宗才 叶建平

副主编：李 芬 李启华 高正源

编写成员(按姓氏笔画排序)：

叶建平 重庆市机械工业理化计量中心

李 芬 重庆工业职业技术学院

李启华 重庆长安工业(集团)有限责任公司

范 韬 誉兴世纪(北京)科技有限公司

周西林 重庆市计量质量检测研究院

高正源 重庆市计量质量检测研究院

韩宗才 西宁特殊钢股份有限公司

前 言

为了适应企业现代化生产的快节奏,提高化学分析初学者的快速掌握光谱分析技术能力,提高光谱仪器分析的检测工作效率及质量;本书采用浅显易懂的语言和图文并茂的方式将光谱分析专业技术简单化,通过仪器分析流程,帮助化学分析专业学生、化学分析学员、工业化学分析工和初次接触光谱仪器人员快速掌握光谱仪器应用。本书结合所学光谱专业知识,依据编者二十余年来在生产、科研和教学中光谱操作技术的应用经验精心撰写而成,力求使初学者尽快入门。

本书作者认为做一个合格的光谱分析人员必须掌握以下基本技能:

- (1) 熟悉产品标准和分析方法标准,并利用产品标准对被测样品进行符合性判定;
- (2) 正确检测样品,并保证检测结果的准确度;
- (3) 正确操作光谱仪器,并掌握其日常维护保养;
- (4) 合理进行不确定度评定和数据处理(含可疑数据取舍、有效数字修约及运算)。

全书由标准及标准物质、误差与数据处理、原子光谱分析仪器、原子吸收光谱应用、电感耦合等离子体发射光谱应用、火电直读发射光谱应用、原子荧光光谱应用 X 射线荧光光谱应用八章组成。本书全部覆盖了一个合格的光谱分析人员所具备的技能知识。

本书主要由周西林、韩宗才、叶建平、李芬和李启华共同撰写,李启华、高正源共同整理及审稿,周西林统稿。本书的编写工作分工如下:

- 第 1 章:李启华 1.1~1.2、李芬 1.3~1.4、周西林 1.5。
第 2 章:李芬 2.1~2.4、李启华 2.5~2.8、周西林 2.9~2.10。
第 3 章:韩宗才 3.1~3.5、周西林 3.6~3.9。
第 4 章:周西林 4.1~4.3、叶建平 4.4~4.7。
第 5 章:周西林 5.1~5.5、叶建平 5.6~5.8。
第 6 章:周西林 6.1~6.2、韩宗才 6.3~6.9。
第 7 章:周西林 7.1~7.4、李启华 7.5~7.7。
第 8 章:周西林 8.1~8.4、韩宗才 8.5~8.8、范韬 8.9、高正源 8.10。

在本书的编写过程中，重庆市计量质量检测研究院院长戚宁武先生、西宁特殊钢股份有限公司总工程师陈列先生、重庆钢铁股份有限公司钢研所标样室主任黄启波先生、重庆工业职业技术学院化学工程系主任李应博士等给予了大力支持和鼓励，在此一并致以衷心的感谢。

由于编者水平有限，书中存在不足之处，恳请广大读者批评指正。

编者

2015年7月1日于重庆

目 录

第 1 章 标准与标准物质	1
1.1 标准概述	1
1.2 标准物质	2
1.3 标准溶液配制	4
1.4 标准物质的分类和分级	13
1.5 标准物质管理	16
参考文献	24
第 2 章 误差与数据处理	25
2.1 测量误差	25
2.2 置信度与置信区间	27
2.3 显著性检验	30
2.4 可疑数据的取舍	32
2.5 有效数字及运算规则	34
2.6 极限数值的表示和判定	38
2.7 不确定度评定	40
2.8 分析方法的评价	45
2.9 光谱分析中的不确定评定	54
2.9.1 在原子吸收光谱中的应用	54
2.9.2 在电感耦合等离子体发射光谱中的应用	57
2.9.3 在 X 射线荧光光谱中的应用	62
2.9.4 在光电直读光谱分析中的应用	66
2.9.5 在原子荧光光谱分析中的应用	69
2.10 应用案例	73
参考文献	76
第 3 章 原子光谱分析仪器	78
3.1 分析方法概述	78
3.2 工作原理	82
3.3 原子光谱分析仪器构造	84
3.4 校准曲线	88
3.5 仪器特征参数	91
3.6 计算机软件	93

3.7	仪器外部环境	94
3.8	仪器采购与验收	97
	参考文献	101
第4章	原子吸收光谱应用	102
4.1	原子吸收光谱原理	102
4.2	仪器结构	104
4.3	定量分析方法	112
4.4	干扰效应与校正	116
4.5	灵敏度、检出限和精密度测定	122
4.6	仪器操作基本维护	124
4.7	原子吸收光谱的应用	126
4.7.1	实验1:火焰原子吸收法测定铝合金中的铜含量	127
4.7.2	实验2:石墨炉原子吸收法测定水中的铜含量	131
	参考文献	141
第5章	电感耦合等离子体发射光谱应用	142
5.1	电感耦合等离子体发射光谱原理	142
5.2	仪器构造及用途	144
5.3	样品前处理	150
5.4	定性及定量方法	156
5.5	主要参数	158
5.6	干扰效应与校正	160
5.7	仪器的基本维护	166
5.8	电感耦合等离子体等离子发射光谱的应用	167
5.8.1	应用基本流程	167
5.8.2	典型案例	168
	参考文献	184
第6章	光电直读发射光谱应用	185
6.1	光电直读光谱仪工作原理	185
6.2	仪器结构及其特点	186
6.3	定量分析方法	194
6.4	分析条件选择	203
6.5	误差及其来源	205
6.6	样品制备	208
6.7	附属设备	211
6.8	仪器的基本维护	213
6.9	光电直读发射光谱的应用	216

6.9.1	应用基本流程	216
6.9.2	典型案例——标准试样法测定高铬铸铁中多元素， 控样法测定 45 钢中 C、S、Si、Mn、P	217
	参考文献	234
第 7 章	原子荧光光谱应用	235
7.1	原子荧光光谱原理	235
7.2	仪器结构	238
7.3	定量分析	240
7.4	干扰效应与校正	241
7.5	测量条件及注意事项	242
7.6	仪器的基本维护	245
7.7	原子荧光光谱的应用	246
7.7.1	应用基本流程	246
7.7.2	典型案例——原子荧光光谱法测定铁矿石中的砷、 汞含量	248
	参考文献	253
第 8 章	X 射线荧光光谱应用	255
8.1	X 射线荧光光谱原理	255
8.2	仪器类型	258
8.3	仪器结构及其特点	261
8.4	定性、半定量和定量分析	268
8.5	误差与干扰效应	272
8.6	样品制备	276
8.7	仪器操作基本维护	284
8.8	能量色散型 X 射线荧光光谱在 ROHS 检测中的应用	286
8.9	便携式 X 射线荧光光谱在镀层检测中的应用	294
8.10	波长色散型 X 射线荧光光谱仪的应用	302
	参考文献	312

第 1 章 标准与标准物质

1.1 标准概述

标准是对重复性事物和概念所做的统一规定。它是以科学、技术和经验的综合成果为基础,以促进最佳社会效益为目的,经有关方面协商一致,由公认机构(权威机构)批准,以特定形式发布,便可实施的准则。公认机构有:国家质量监督检验检疫总局、国家标准化管理委员会、国家安全生产监督总局、工业和信息化部等。

标准按照审批权限和作用范围分类可分为国际标准、区域标准、国家标准、行业标准、地方标准和企业标准;按表达形式分类可分为文件标准和实物标准;按约束力分类可分为强制性标准和推荐性标准,强制性国家标准的代号为“GB”,推荐性国家标准的代号为“GB/T”;按成熟程度分类可分为正式标准和试行标准;按性质分类可分为技术标准、管理标准和工作标准。

技术标准又分为基础标准,产品标准,方法标准,安全、卫生 and 环境保护标准。我国国家标准的编号,由国家标准的代号、国家标准发布的顺序号、标准发布的年号构成。

(1) 基础标准:是对一定范围内的标准化对象的共性因素,如概念、通则等所作的统一规定。在一定范围内是作为制定其他技术标准的依据和基础,具有普遍指导意义。例如:GB/T 20001.4—2001《标准编写规则 第4部分:化学分析方法》;GB 3100—1993《国标单位制及其应用》;GB 3101—1993《有关量、单位和符号的一般原则》;GB 3102.8—1993《物理化学和分子物理学的量和单位》等。对化学分析方法的一般要求、构成、内容和表达形式,以及在分析过程中涉及的量、单位和符号都作了明确的规定,分析人员必须严格执行。

(2) 产品标准:是为保证产品的适用性,对产品必须达到的某些或全部要求所制定的标准。如对产品的结构、尺寸、品种、规格、性能、质量、试验方法、检验方法、包装、运输等所作的技术规定。产品标准是产品生产、检验、验收、使用、维护和洽谈贸易的技术依据。例如:GB/T 15114—2009《铝合金压铸件》。

(3) 方法标准:以试验、检验、分析、抽样、统计、测定、作业等各种方法为对象制定的标准。方法标准是为了提高工作效率,保证工作结果必要的准确一致性,对生产技术和组织管理活动中最佳的方法所作的统一规定。例如:GB/T

12689.12—2004《锌及锌合金化学分析方法 铅、镉、铁、铜、锡、铝、砷、锑、镁、镧、铈量的测定 电感耦合等离子体-发射光谱法》；GB 223.46—1989《钢铁及合金化学分析方法 火焰原子吸收光谱法测定镁量》；DB 37/T 1205—2009《畜禽用水中铅的测定 石墨炉原子吸收光谱法》；DB22/T 1985—2013《饲料中无机砷的测定 液相色谱-原子荧光光谱法》；GB/T 11170—2008《不锈钢 多元素含量的测定 火花放电原子发射光谱法(常规法)》；GB/T 223.79—2007《钢铁 多元素含量的测定 X射线荧光光谱法(常规法)》。

(4) 安全、卫生和环境保护标准：

① 安全标准是以保护人和物的安全为目的制定的标准。它主要包括安全技术操作标准、劳保用品的使用标准、安全方面的质量要求、危险品和毒品的使用标准等。例如：AQ 2007.1—2006《金属非金属矿山安全标准化规范 导则》。

② 卫生标准是为保护人的健康，对食品、医药及其他方面的卫生要求制定的标准。例如：GB 10435—1989《作业场所激光辐射卫生标准》。

③ 环境保护标准是指为保护人身健康、社会物质财富、保护环境和维持生态平衡，对大气、水、土壤、噪声、振动、环境质量、污染源、监测方法以及满足其他环境保护等方面所制定的标准。例如：HJ 565—2010《环境保护标准编制出版技术指南》。

对需要在全国范围内统一的技术要求，制定国家标准。对于推荐性标准，又称为非强制性标准或自愿性标准。但是，推荐性标准被接受并采用，或写入经济合同，也就具有法律上的约束性。对于分析人员来说，常见的标准是方法标准，又称标准方法或检测标准。它不一定是技术上最先进、准确度最高的方法，但是它是经过试验获得充分可靠的数据，并经过专家严格论证的成熟方法。这个也就是通常所说的权威分析方法。由于制定一个标准方法，经历时间较长，花费较大，因此标准方法对于应用来说，是比较落后的。标准化组织一般每隔五年对已有的标准进行修订。

1.2 标准物质

在20世纪初，标准物质和标准样品开始在美国使用。而我国是在1952年，由上海材料研究所研制并发布了第一批冶金标准物质。目前用于化学分析中的标准物质种类繁多，含量范围跨越10个以上数量级，现在已经广泛应用于化学测量、生物测量、工程测量与物理测量领域。在分析化学中，标准物质在测量溯源中是重要的一类计量器具，同时它也是国家标准的一部分。它可以是纯粹的或混合的气体、液体或固体，甚至是一件简单的制品。对于标准物质，分析人员首先要搞清楚以下几个概念。

(1) 标准物质(Reference Material, RM)：根据“国际通用计量学基本术语”

和“国际标准化组织指南 30”中规定,它是具有一种或多种足够均匀和很好确定了特性值。用以校准设备、评价测量方法或给材料赋值的材料或物质。

(2) 有证标准物质(Certified Reference Material, CRM):附有证书的标准物质,其一种或多种特性值用建立了溯源性的程序确定,使之可溯源到准确复现的用于表示该特性值的计量单位,而且每个标准值都附有给定置信水平的不确定度。其证书包含以下信息:①标准物质生产者名称、地址;②标准物质的名称、物理性质或化学形态;③标准物质的样品编号、批号和证书编号;④标准物质的生产日期、发布日期、定值日期和有效期限;⑤特性量值(主要是化学成分值)及其不确定度;⑥定值实验室(单位)及其程序;⑦特性量值溯源至基本单位的信息。

(3) 基准标准物质(Primary Reference Material, PRM):根据国际计量委员会(CIPM)下属物质质量咨询委员会的定义。它是一种具有最高计量品质,用基准方法确定量值的标准物质。具有量值准确性和可直接用于计量两个显著特点。

(4) 基准方法(Primary Method of Measurement, PMM):具有最高计量品质的测量方法,它的操作可以完全地被描述和理解,其不确定度可以用 SI 单位表述,测量结果不依赖被测量的测量标准。

标准物质的特点首先是化学成分稳定均匀,并有准确的标准量值,其次是其标准量值只与物质的性质有关,与物质的数量和形状无关,可在实际应用中用于校准检定测量仪器、评价测量方法的准确度、测量过程的质量评价、实验室的计量认证和仲裁分析。总的来说标准物质是以特性量值的稳定性、均匀性和准确性为其主要特征的,为获得这些基本特征,标准物质应满足材质均匀、量值准确稳定、附有证书、可以进行批量生产和再生产等基本条件的要求。

标准物质是给被测参数赋值的标尺,它可以根据一种或多种特性值进行溯源,是数据准确性的决定因素。标准物质应溯源到 SI 测量单位或有证标准物质。如果无法溯源到 SI 单位时,可要求测量能够溯源到有证标准物质。在有效期内,一种有证标准物质中的特性量值一旦被确定,它们就会被贮存在这种有证标准物质中,其不确定度越小越好。当这种有证标准物质从一地发送到另一地使用时,就像测量仪器和材料标度的传递,其携带的量值也被传递了。标准物质在使用时必须尽可能与被测样品相近,以便消除基体效应,同时标准物质和被测样品的分析步骤应该相同,可减少或者避免分析时可能引起的误差。最后分析人员要注意,不要混淆标准物质和化学试剂这两个概念。标准物质可以是高纯的化学试剂,但是高纯试剂不一定是标准物质,只有符合标准物质的基本特征并具有相应的标准物质证书的高纯化学试剂才能成为标准物质。

1.3 标准溶液配制

在化学分析中,已知准确浓度的溶液就是标准溶液。在滴定分析中,称为标准滴定溶液,常用作滴定剂来测定被测元素含量。在其他的分析方法中用标准溶液绘制工作曲线或作计算标准来测定被测元素含量。配制方法有两种:一种是直接法,即准确称量基准物质,溶解后定容至一定体积;另一种是标定法,即先配制成近似需要的浓度,再用基准物质或用标准滴定溶液来进行标定。

什么是基准物质?它是分析化学中用于直接配制标准溶液或标定滴定分析中操作溶液浓度的物质。基准物质应符合四项要求:①纯度应 $\geq 99.9\%$;②组成与它的化学式完全相符;③性质稳定,一般情况下不易失水、吸水或变质;④参加反应时,应按反应式定量地进行,没有副反应。基准物质是一种高纯度的,其组成与它的化学式高度一致的化学稳定的物质(例如一级品或纯度高于一级品的试剂)。这种物质用来直接配制标准溶液,但在较多情况下,它常用来校准或标定某未知溶液的浓度。基准物质是用以直接配制标准溶液的物质,或用以标定容量分析中的标准溶液的物质。如果试剂符合基准物质的要求(组成与化学式相符、纯度高、稳定),可以直接配制标准溶液,即准确称出适量的基准物质,溶解后,转移至一定体积的容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。例如称取 1.4800g 重铬酸钾基准物质,以水溶解后,转移至 250mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。重铬酸钾标准滴定溶液的物质的量浓度为 $c(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = 0.02012 \text{ mol/L}$ 。

如果试剂不符合基准物质的要求,则先配成近似于所需浓度的溶液,然后再用基准物质准确地测定其浓度,这个过程称为溶液的标定。例如氢氧化钠容易吸收二氧化碳和水,难以提纯,为了配制氢氧化钠标准溶液,只需粗略称取氢氧化钠,把它溶解在蒸馏水中,稀释至所需体积,然后用邻苯二甲酸氢钾基准物质标定氢氧化钠溶液。例如称出 0.4985g 邻苯二甲酸氢钾,标定时消耗 24.10mL 氢氧化钠溶液。已知邻苯二甲酸氢钾的摩尔质量为 201.0g/mol,则氢氧化钠标准滴定溶液的浓度为 $c(\text{NaOH}) = 0.1016 \text{ mol/L}$ 。

标准溶液是一种已知准确浓度的溶液,可在容量分析中用作滴定剂,也可在仪器分析中用以制作校准曲线。实验室使用的标准溶液包括标准贮存液和标准应用液。在光谱分析中,其标准溶液可分为单元素标准溶液和多元素混合标准溶液两类。具体内容如下:

1. 单元素标准溶液

用于光谱分析的单元素标准溶液可以采用市售的,也可以由操作者自行配制,具体配制步骤见表 1-1。

表 1-1 单元素标准溶液的配制

元素	名称	$\rho/(mg/mL)$	配制方法
Ag	银	0.1	称取 0.1575g 已于 110℃ 干燥过的硝酸银, 溶于水, 移入 1000mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度。贮存于棕色瓶中。
Al	铝	0.1	(1) 将 0.1000g 金属铝 ($\geq 99.9\%$) 溶解于 20mL 盐酸溶液 (1+1) 中, 冷却后移入 1000mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度; (2) 称取 1.759g 硫酸铝钾 ($AlK(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$) 溶少量水后, 移入 1000mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度。
As	砷	0.1	称取 0.1320g 于硫酸干燥器中干燥至质量恒定的三氧化二砷溶解于 1.0mL 的氢氧化钠溶液 (100g/L) 中, 移入 1000mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度。
Au	金	1.0	称取 0.1000g 金属金, 加 10mL 盐酸、5mL 硝酸溶解, 在水浴上蒸发近干, 溶于水, 移入 100mL 容量瓶中, 稀释至刻度。
B	硼	1.0	称取 5.7150g 二级硼酸溶于水, 温热溶解, 冷却后移入 1000mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度。
Ba	钡	0.1	(1) 0.1523g 已于 250℃ 干燥 2h 后的无水氯化钡溶于水, 移入 1000mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度; (2) 称取 0.1779g $BaCl_2 \cdot 2H_2O$ 溶于水, 移入 1000mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度。
Be	铍	0.1	称取 1.9660g 硫酸铍 ($BeSO_4 \cdot 4H_2O$) 溶于水, 加 1mL 硫酸 (1+1), 移入 1000mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度。
Bi	铋	0.1	(1) 将 0.1000g 金属铋 ($\geq 99.9\%$) 溶解于 50mL 硝酸溶液 (1+1) 中, 煮沸冷却后用硝酸溶液 (1+1) 准确稀释至 1000mL; (2) 称取 0.2320g 硝酸铋 [$Bi(NO_3)_3 \cdot 5H_2O$] 溶于 10mL 硝酸溶液 (1+4) 中, 移入 1000mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度。
Ca	钙	1.0	(1) 将 0.2497g 已于 110℃ 干燥 1h 后的一级碳酸钙, 溶于少量的盐酸溶液 (10%) 中, 然后用水准确稀释至 100mL; (2) 称取 0.3670g 氯化钙 ($CaCl_2 \cdot 5H_2O$) 溶于水, 移入 100mL 容量瓶中, 稀释至刻度。
Cd	镉	1.0	(1) 将 1.000g 金属镉溶解少量的硝酸中, 移入 1000mL 容量瓶中, 用硝酸溶液 (1%) 准确稀释至刻度; (2) 称取 0.2031g 氯化镉 ($CdCl_2 \cdot 2.5H_2O$) 溶于水, 移入 100mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度。
Ce	铈	1.0	称取 0.1228g 氧化铈 (CeO_2) 加热溶于硫酸溶液 (1+1) 和过氧化氢中, 移入 100mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度。

(续)

元素	名称	$\rho/(mg/mL)$	配制方法
Co	钴	1.0	(1)将 1.0000g 金属钴($\geq 99.9\%$)溶解于 30mL 硝酸溶液(1+1)中,冷却移入 1000mL 容量瓶中,用水稀释至刻度; (2)称取 0.2630g 在 $500^{\circ}\text{C} \sim 550^{\circ}\text{C}$ 灼烧至恒定质量的硫酸钴(CoSO_4)溶于水,移入 100mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。
Cr	铬	1.0	(1)称取 1.4140g 重铬酸钾($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$)溶于水,冷却移入 500mL 容量瓶中,用水稀释至刻度; (2)称取 0.3730g 已于 105°C 干燥 1h 的铬酸钾,溶于含有 1 滴氢氧化钠溶液(100g/L)的少量水中,移入 100mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。
Cu	铜	1.0	(1)将 1.000g 金属铜($\geq 99.9\%$)加热溶解于 30mL 硝酸溶液(1+1)中,冷却移入 1000mL 容量瓶中,用水稀释至刻度; (2)称取 1.964g 硫酸铜($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)溶于水,冷却移入 500mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。
Dy	镝	1.0	将 1.1480g 氧化镝(Dy_2O_3)加热溶解于 20mL 盐酸溶液(1+1),冷却移入 1000mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。
Eu	铕	1.0	将 1.1580g 氧化铕(Eu_2O_3)加热溶解于 20mL 盐酸溶液(1+1),冷却移入 1000mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。
Fe	铁	1.0	(1)将 1.0000g 高纯铁加热溶于 20mL 盐酸溶液(1+1)中,冷却移入 1000mL 容量瓶中,用水稀释至刻度; (2)称取 0.8640g 硫酸铁铵 $[\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}]$ 溶于水,加 1mL 硫酸溶液(25%),移入 100mL 容量瓶中,用水稀释至刻度; (3)亚铁:称取 0.7020g 硫酸亚铁铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ 溶于含有 0.5mL 硫酸的水中,移入 100mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。此溶液使用前制备。
Ga	镓	1.0	(1)将 1.0000g 金属镓加热溶解于 20mL 盐酸溶液(1+1)中,冷却,移入 1000mL 容量瓶中,用水稀释至刻度; (2)称取 0.1340g 三氧二镓溶解于 5mL 硫酸中,移入 100mL 容量瓶中,小心用水稀释至刻度。
Ge	锗	1.0	(1)将 0.1000g 锗加热溶于 5mL 30%过氧化氢中,逐滴加入氨水至产生的白色沉淀溶解,以 H_2SO_4 (2mol/L)中和,并过量 0.5mL,移入 100mL 容量瓶中,用水稀释至刻度; (2)称取 0.1439g 三氧二锗加热溶解于 1g 氢氧化钠和 20mL 水中,移入 100mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。
Gd	钆	1.0	称取 0.1153g 三氧二钆加热溶解于 20mL 盐酸溶液(1+1)中,冷却移入 100mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。

(续)

元素	名称	$\rho/(\text{mg/mL})$	配制方法
Hf	铪	1.0	称取 0.5998g 二氧化铪, 高温加热溶解于 30mL 硫酸和 15g 硫酸铵中, 冷却后再加入 30mL 硫酸, 用水稀释至 500mL。
Hg	汞	1.0	(1) 称取 1.3540g 氯化汞(HgCl_2) 溶于水中, 移入 1000mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度; (2) 称取 1.3040g 硝酸汞溶于 20mL 硝酸溶液(25%) 中, 移入 1000mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度。
In	铟	1.0	将 0.1000g 金属铟($\geq 99.9\%$) 加热溶解于 5mL 硝酸中, 煮沸, 除尽氮氧化物, 冷却后移入 100mL 容量瓶中, 稀释至刻度。
Ir	铱	1.0	称取 0.2294g 氯化铱酸铵[(NH_4) ₂ IrCl_6] , 用 1mol/L 盐酸溶液溶解后, 移入 100mL 容量瓶中, 用 1mol/L 盐酸溶液稀释至刻度。
K	钾	1.0	称取 1.9070g 氯化钾溶于水中, 移入 1000mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度。
La	镧	1.0	称取 0.1173g 三氧化二镧加热溶解于 5mL 盐酸溶液(1+1) 中, 冷却后移入 100mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度。
Li	锂	1.0	(1) 称取 0.6108g 氯化锂溶解于水中, 移入 100mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度; (2) 称取 0.7918g 硫酸锂(Li_2SO_4) 溶解于水中, 移入 100mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度。
Mg	镁	1.0	(1) 将 1.0000g 金属镁($\geq 99.9\%$) 溶解于 60mL 盐酸溶液(1+5) 中, 冷却移入 1000mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度; (2) 称取 0.1685g 于 800℃ 灼烧至质量恒定的氧化镁(MgO) 溶于 3mL 盐酸溶液(1mol/L) 中, 冷却移入 100mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度。
Mn	锰	1.0	(1) 将 1.0000g 金属锰($\geq 99.9\%$) 加热溶解于 30mL 盐酸溶液(1+1) 中, 冷却移入 1000mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度; (2) 称取 0.2748g 于 400~500℃ 灼烧至质量恒定的硫酸锰(MnSO_4) 溶于水中, 冷却移入 100mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度。
Mo	钼	1.0	(1) 将 1.0000g 金属钼($\geq 99.9\%$) 加热溶解于 30mL 盐酸溶液(1+1) 和少量硝酸中, 冷却移入 1000mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度; (2) 将 1.5000g 氧化钼(MoO_3) 溶于少量氢氧化钠或氨水中, 移入 1000mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度; (3) 称取 0.1840g 钼酸铵[(NH_4) ₆ $\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$] 溶于水中, 移入 100mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度。

(续)

元素	名称	$\rho/(mg/mL)$	配制方法
Na	钠	1.0	称取 2.5420g 于 500~600℃ 灼烧至质量恒定的氯化钠溶于水, 移入 1000mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度。贮存于聚乙烯瓶中。
Nb	铌	1.0 0.1	(1) 将 0.1000g 金属铌 ($\geq 99.9\%$) 置于铂皿中, 加热溶解于 7mL 硫酸溶液 (1+1) 和加入数滴含硝酸的氢氟酸, 继续加热至硫酸冒白烟, 完全冒完为止, 冷却后加入 20mL 草酸铵溶液 (300g/L), 移入 100mL 容量瓶中, 用硫酸溶液 (1+1) 稀释至刻度; (2) 称取 0.1431g 研细的五氧化铌和 4g 焦硫酸钾于石英坩埚中, 于 600℃ 灼烧熔融, 冷却后用 20mL 酒石酸溶液 (150g/L) 加热溶解, 移入 1000mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度。
Nd	钕	1.0	将 1.1660g 氧化钕 (Nd_2O_3) 加热溶解于 20mL 硫酸溶液 (1+1) 中, 冷却后移入 1000mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度。
Ni	镍	1.0	(1) 将 1.0000g 金属镍 ($\geq 99.9\%$) 加热溶解于 30mL 硝酸溶液 (1+1) 中, 冷却后移入 1000mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度; (2) 称取 0.6730g 硫酸镍铵 [$NiSO_4 \cdot (NH_4)_2SO_4 \cdot 6H_2O$] 溶于水, 移入 100mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度。
Os	锇	0.1	称取 0.2308g 氯锇酸铵 [$(NH_4)_2Os \cdot Cl_6$] , 加 10mL 盐酸、50mL 水, 温热溶解完, 冷却后移入 1000mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度。
P	磷	1.0	称取 0.4390g 磷酸二氢钾 (KH_2PO_4) 溶于少量水中, 移入 100mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度。
Pb	铅	1.0	(1) 将 1.0000g 金属铅 ($\geq 99.9\%$) 加热溶解于 30mL 硝酸溶液 (1+1) 中, 冷却后移入 1000mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度; (2) 称取 1.5980g 硝酸铅溶于 30mL 硝酸溶液 (1+10) 中, 移入 1000mL 容量瓶中, 用硝酸溶液 (1%) 稀释至刻度。
Pd	钯	0.1 1.0	(1) 将 0.1000g 金属钯 ($\geq 99.9\%$) 溶解于王水中, 在水浴上蒸干后, 加入盐酸, 再蒸干后, 加入盐酸和水溶解, 移入 1000mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度; (2) 称取 1.6660g 于 105~110℃ 干燥 1h 的氯化钯, 加 30mL 盐酸溶液 (1+3) 溶解, 移入 1000mL 容量瓶中, 稀释至刻度。
Pr	镨	1.0	称取 0.1208g 氧化镨 (Pr_6O_{11}) 加热溶解于盐酸溶液 (1+1) 中, 移入 100mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度。
Pt	铂	1.0	(1) 将 0.1000g 金属铂 ($\geq 99.9\%$) 溶解于王水中, 在水浴上蒸干后, 用盐酸溶解, 移入 100mL 容量瓶中, 稀释至刻度; (2) 称取 0.2400g 氯铂酸钾溶于水, 移入 100mL 容量瓶中, 稀释至刻度。
Rb	铷	1.0	称取 0.1415g 氯化铷溶于少量水后, 移入 100mL 容量瓶中, 稀释至刻度。