

原子吸收法快速测定铝合金中的微量元素

孙为德 马鸿飞 王伟

(盐城工学院化学工程系,盐城,224003)

摘要 介绍了火焰原子吸收法同时测定铝合金中低含量的铁、镁、锌、锰、铜等元素的方法,利用模拟标准溶液作工作曲线,将一定含量的铁、镁、锌、锰、铜标准样品溶液同时加入到铝为基体的溶液中,制成一系列标准溶液。由于基体铝对共存元素产生不同程度的干扰,可加入氟化物掩蔽铝。通过干扰试验,以及与比色分析结果相比较,证明该法准确可靠,测定快速,基体干扰小,标准回收率为95%~105%。

关键词 火焰原子吸收 铝合金 微量元素 测定

分类号 O65

引言

测定铝合金中铁、镁、锰、锌、铜等元素的常规分析方法有比色分析法和单个元素的火焰原子吸收法等。与这些传统分析方法相比,本方法利用配合物掩蔽铝,(铁同时也被掩蔽,但不影响测定),用同一份标准溶液同时测定多种元素,测定时间由传统方法的4~6小时缩短为1小时左右,且结果可靠,是日常生产分析中比较理想的测试方法。

1 实验部分

1.1 仪器及测定条件

3200型原子吸收分光光度计 上海分析仪器厂

3200型原子吸收分光光度计工作条件如表1所示。

表1 仪器的工作条件

参数	灯电流(mA)	波长(nm)	狭缝宽度(mm)	乙炔流量 L/min	空气流量 L/min	标尺扩展
Fe	12	248.3	0.2	0.9	4.5	×3.0
Mg	8	285.2	0.2	0.9	5.0	×1.5
Zn	12	213.9	0.2	0.9	5.0	×1.8
Mn	10	279.5	0.2	0.9	4.0	×2.5
Cu	8	324.7	0.2	0.9	5.0	×2.0

1.2 标准溶液的配制

标准贮备液 准确称取高纯(99.99%)的铁、镁、锌、锰、铜各1.0000g,用20mL(1+1)的硝酸溶解,溶解后加入10mL高氯酸冒烟,冷却后用去离子水稀释至1L。

铝标准溶液 准确称取99.99%的铝1.0000g,溶解于20mL NaOH(20%)溶液中,用稀

盐酸酸化后,加氟化铵 5g 溶解,以去离子水稀释至 1L。

混合标准溶液(中间液) 准确移取上述各元素的标准贮备液各 25.00mL,加入到 250mL 的容量瓶中,以去离子水稀释至刻度。此溶液中各元素的浓度均为 100μg/mL。

混合标准溶液(工作液) 准确移取上述中间液(100μg/mL)0、2.0、4.0、6.0、8.0、10.0mL 于 100mL 的容量瓶中,加铝标准溶液(1.000g/L)稀释至刻度。此标准溶液中含各元素浓度均为 0.2、0.4、0.6、0.8、1.0μg/mL。

1.3 试样的测定方法

准确称取待测的铝合金 1.0000g,溶解于 20mL NaOH(20%)溶液中,用稀盐酸酸化后,加 10mL 高氯酸,加热至冒烟 15min,冷却后加水 100mL,过滤,滤液中加氟化铵 5g 溶解,以去离子水稀释至 1L。按表 1 中各元素的测定条件进行测定,得出各元素的吸光度。

2 结果与讨论

2.1 干扰试验及抑制

2.1.1 酸度试验

在溶解金属单质及铝合金时,若用到硝酸、硫酸等含氧酸,会对金属离子的原子化产生干扰,因此在溶样后可用高氯酸冒烟除去硝酸、硫酸,或用盐酸溶样,其酸度大小不干扰测定结果。

2.1.2 基体元素干扰试验

标准溶液和试样溶液中都存在大量的铝,它可与某些元素在原子化时形成较强的化学键或形成难熔晶形物,严重干扰测定,通过干扰试验,可得出各元素受铝的干扰情况如表 2 所示。对于铝的干扰,实验中可加入氟化铵与铝形成配合物,消除铝的直接干扰,同时氟化铵的存在,也降低了各元素的原子化温度。

表 2 铝对各元素的干扰量

元 素	Fe	Mg	Zn	Mn	Cu
铝干扰量(倍)	>500	10	>1000	>1000	>1000

2.1.3 共存元素的干扰

铝合金中的各种金属元素如铁、镁、锌、锰、铜相互之间不存在干扰,而当铝合金中含有硅时,硅对锰、锌、镁、铜有严重的干扰,对铁的干扰很小。实验中如果铝合金中含硅较高时,可采用高氯酸冒烟处理,使硅酸脱水,过滤除去硅。

2.2 样品分析

2.2.1 工作曲线的绘制

在表 1 的工作条件下,将 5 个混合标准工作液按不同元素逐一进行测定,得出每个浓度下的吸光度,并以浓度为横坐标,吸光度为纵坐

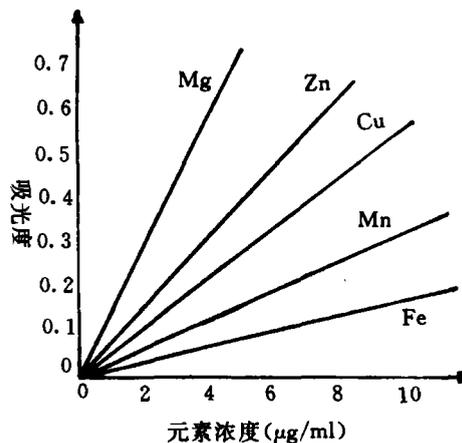


图 1 Fe、Mg、Mn、Zn、Cu 的工作曲线

标,制成工作曲线,如图1所示。

2.2.2 样品分析结果

原子吸收法

取3种不同规格的铝合金,按1.2.2的处理方法,制成待测溶液,以表1的工作条件测出各元素的吸光度,从工作曲线上求出各元素的浓度。

比色分析

取以上的三种铝合金,分别以邻菲罗啉光度法比色测定铁,铬天青S光度法比色测定镁,PAN显色—氯仿萃取法比色测定锌,过硫酸铵—银盐氧化法比色测定锰,二环己酮草酰双脲光度法比色测定铜,将测定结果与原子吸收法进行比较,结果如表3所示。

表3 铝合金样品分析结果

元 素	Fe	Mg	Zn	Mn	Cu	
本方法测定结果(%)	1号样品	0.45	0.35	0.20	0.50	0.20
	2号样品	0.50	—	0.06	0.30	0.09
	3号样品	—	0.48	—	0.22	0.35
比色分析测定结果(%)	1号样品	0.47	0.35	0.20	0.53	0.20
	2号样品	0.49	—	0.06	0.31	0.09
	3号样品	—	0.48	—	0.21	0.36

2.2.3 回收率试验

准确称取铝合金化学分析标准样品1.000g,以1.3方法制成试样溶液,在5只100mL容量瓶中分别移取该试样溶液各50mL,在不同的容量瓶中分别加入100 μ g/mL的Fe、Mg、Zn、Mn、Cu标准溶液各2.0mL,在表1的测定条件下测出各元素的吸光度,从工作曲线上求出元素的浓度,再减去原铝合金标准样中标示的元素含量,得到加入量的测定值,再与实际加入量相比较,得出标准回收率,如表4所示,标准回收率都在95%~105%之间。

表4 标准回收率的测定

元 素	Fe	Mg	Zn	Mn	Cu
标样含量 μ g/mL	4.00	4.00	2.00	1.90	1.70
标准加入含量 μ g/mL	2.00	2.00	2.00	2.00	2.00
测定含量 μ g/mL	5.90	5.94	4.02	3.82	3.75
加入回收量 μ g/mL	1.90	1.94	2.02	1.92	2.05
标准回收率 %	95	97	101	96	102.5

参考文献

- 1 陆为林编著. 实用工业分析. 东南大学出版社. 1995
- 2 徐盘明,赵祥大主编. 实用金属材料分析方法. 中国科学技术出版社. 1990
- 3 袁俊华. 光谱学与光谱分析. 1990
- 4 Robert S. Braman and Michael A. Tompkins ANALYTICAL CHEMISTRY. 1979,50(1)