

# 空气-乙炔焰原子吸收法测定 铝合金中锰、镁、铜和锌

吴绍祖\*

(应用化学系)

本文提出用空气-乙炔火焰原子吸收光谱法测定铝合金中的 Mn、Mg、Cu 和 Zn. 可使用不含基体铝的标准样品, 测定时把样品溶于盐酸中并使盐酸浓度等于或低于 1%. 在含有 2mg/ml La 的情况下测定 Mg 和 Mn. 用 La 消除 Al、Si、Ti 和 Cr 对 Mn 和 Mg 的干扰. 分析结果与标准值相一致. Cu、Zn、Mg 和 Mn 的相对标准偏差为 0.49—2%. 本方法简单、快速、准确.

## 一、引言

铝合金中 Mn、Cu、Mg 等成分分析, 曾采用发射光谱法<sup>[1]</sup>, 有人用原子荧光光谱法测定铝合金中 Zn、Mg 和 Mn<sup>[2]</sup>, 用分光光度法测定铝合金中 Zn<sup>[3]</sup>, 分光光度法和发射光谱法分析步骤麻烦, 且后者测量精度较差. 我们采用较为简便的原子吸收法, 仔细考察了盐酸、硝酸及其酸度的影响, 探讨了基体铝和其它共存元素的影响及其消除的办法, 采用 La 2mg/ml 作为干扰抑制剂, 消除了共存元素的干扰, 可使用不含基体的人工合成标样, 用所拟定的方法对几种合金进行分析, 获得较满意的结果, 方法的相对标准偏差在 0.49—2.0% 之间, 该方法简便、快速、准确.

## 二、实验部分

### 1. 仪器和试剂

310型原子吸收分光光度计.

标准溶液(2.00mg/ml): 分别把 Mn 粉、MgO、CuO 和 ZnO 溶于盐酸配制. 用作干扰试验的金属离子多为氯化物.  $KTi(C_2O_4)_2$  溶于水. 释放剂 La (20mg/ml): 把高纯的  $La_2O_3$  溶于盐酸.

本文1986年9月3日收到.

•参加实验工作的还有郑振峰、林积慧.

2. 工作条件

应用三维表方法<sup>[4, 5]</sup>选择各元素的工作条件(见表1), 测量高含量或扩大测量范围时可旋转燃烧器的角度, 由0°转至90°可扩大测量范围30倍<sup>[6]</sup>, 或稀释样品等办法, 例如采用稀释样品一倍及旋转燃烧器90°来测定高铜铝合金中Cu。

表1 工作条件

元 素	分析线 Å	灯电流 mA	测量高度 mm	乙炔流量 l/min	空气流量 l/min	单色器通 带宽度 Å	增 益	负高压V	燃 烧 器 转 角 度
Mg	2852	8	3	1.0	6.0	1.3	1:1	400	30
Mn	2795	12	3	1.5	6.0	1.3	1:1	500	10
Cu	3247	8	9	1.0	6.0	1.3	1:1	400	5°
Zn	2139	14	3	1.0	6.0	1.3	1:1	500	10

• 测量高含量 Cu 时燃烧器旋转90°。

三、结果与讨论

1. 酸的影响

铝样品需用酸溶解后进行测定, 所以我们考察了不同酸度的盐酸和硝酸对含与不含基体 Al 及含 Al 和释放剂 La 的存在下对 Cu、Zn、Mn 和 Mg 的影响, 结果如图 1 所示。

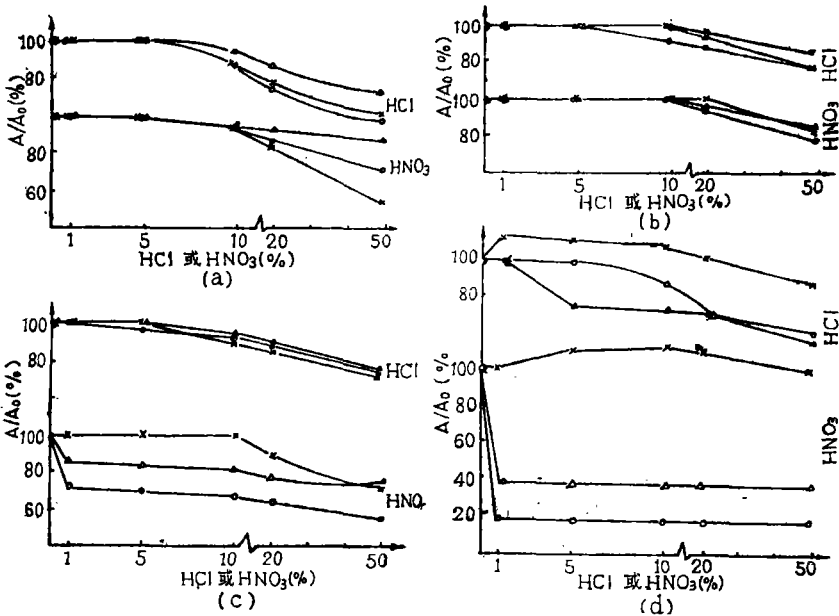


图 1 盐酸和硝酸酸度对 Cu、Zn、Mn、Mg 的影响

(a)对 Cu 的影响; (b)对 Zn 的影响; (c)对 Mn 的影响; (d)对 Mg 的影响

x——表示无基体Al存在; o——含Al 1mg/ml; Δ——含Al 1mg/ml及La 2mg/ml

由图 1 (a)、(b)可知小于5%的盐酸或硝酸不影响Cu的测定；小于5%的盐酸和 10 %的硝酸不影响Zn的测定。当溶液中同时含有 Al 1mg/ml 和 La 2mg/ml 时，可使盐酸酸度允许量增加到10%而不影响Zn的测定。可见 La 有抑制盐酸和基体 Al 的影响。

由图1(c)可知，对于Mn来说，不含基体 Al 时，盐酸酸度允许量可达5%，含有 Al 1mg/ml 情况下5%的盐酸可使吸收有所降低，但若加入 La 2mg/ml，盐酸允许量又可增加到 5% 不含基体 Al 时，10%硝酸不影响Mn的测定；但含有基体 Al 时硝酸严重地抑制了 Mn 的吸收，即使加入释放剂 La，也不能完全消除硝酸对于Mn的干扰。

由图1(d)可知，对于Mg来说，不含基体 Al 时，不管是盐酸或是硝酸对 Mg 的吸收有些增敏作用，但含有基体 Al 时，只能允许盐酸酸度1%；而同时加入 La 2mg/ml 时可使盐酸酸度允许量增至5%，但即使低于1%的硝酸，也会严重地降低Mg的吸收，尽管加入释放剂 La 2mg/ml 也不能抑制硝酸的影响，但有趣的是在硝酸酸度1—50%范围内，Mg的吸收趋于恒定。

鉴于硝酸对Mg和Mn的吸收有严重的抑制作用，所以我们选用盐酸来溶解样品，并在最后定容时控制其酸度小于 1 %。

2. 基体的影响

分别取一定量的Cu、Zn、Mn 和 Mg，考察不同量的 Al 对它们的影响，结果如图 2 所示。结果表明在 Al 0 —1mg/ml 的范围内，基体 Al 不影响Cu、Zn 和Mn的测定，而 Mg受到基体 Al 的严重干扰，由图2(b)Mg的吸光度随 Al 是的增加而急剧下降，到 Al 20mg/ml 时Mg的吸光度下降到低点，随后，Al 量增加Mg的吸收有所提高，当 Al 量大于100 $\mu$ g/ml 时，Mg的吸光度又逐渐降低，Al 严重影响Mg的测定。

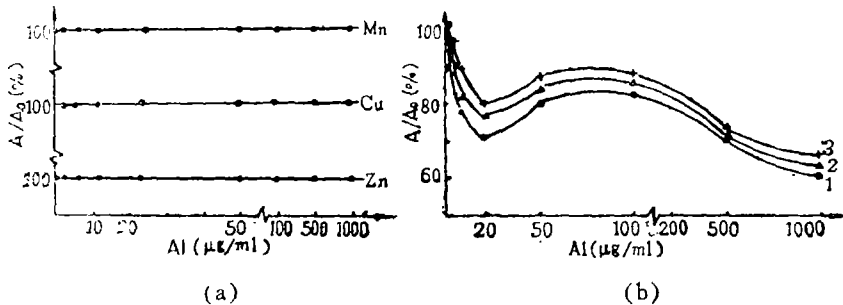


图 2 Al 对 Cu、Zn、Mn、Mg 的干扰

(a) Al 对 Cu、Zn、Mn 的干扰 (b) Al 对 Mg 的干扰  
1—Mg 2 $\mu$ g/ml; 2—Mg 4 $\mu$ g/ml; 3—Mg 6 $\mu$ g/ml

3. 共存元素的影响

分别取100 $\mu$ g/ml 共存元素，Cu、Zn、Mn、Mg、Si、Fe、Ni、Cr、Ti 考察对 3 $\mu$ g/ml 的Cu、Zn、Mn和Mg的影响结果见表 2。实验表明100 $\mu$ g/ml 的Zn、Mn、Mg、Si、Fe、Ni、Cr、Ti 不干扰3 $\mu$ g/ml Cu的测定；100 $\mu$ g/ml 的Cu、Mn、Mg、Fe、Ni、Cr Ti 不干扰3 $\mu$ g/ml Zn的测定；但Zn受Si100 $\mu$ g/ml 的干扰；100 $\mu$ g/ml 的Cu、Zn、Mg、Fe、Ni 不干扰3 $\mu$ g/ml Mn的测定；100 $\mu$ g/ml 的Cu、Zn、Mn、Fe、Ni 不干扰3 $\mu$ g/ml Mg的测定，但Mn和Mg受Si、Cr、Ti 的负干扰。

表 2

共存元素 待测元素 相对吸光度%	Cu	Zn	Mn	Mg	Si	Fe	Ni	Cr	Ti
Cu		100	100	100	99	100	99	99	100
Zn	99		100	100	69	100	100	99	99
Mn	99	100		99	54	99	99	91	79
Mg	100	100	99		3.5	100	100	38	26

## 4. 干扰的消除

因Zn受Si的负干扰,但实验表明存在Al 1mg/ml情况下Al完全消除了Si对Zn的干扰,Al起了释放剂的作用,这可能是由于Al与Si生成更稳定的化合物使Zn释放出来的缘故。同样实验还表明Al 1mg/ml也能消除Ti对Mg的干扰,但Al 1mg/ml却不能完全消除Si、Cr、Ti对Mn的干扰和Si、Cr对Mg的干扰,然而Al只能使其干扰影响程度减少。

在含Al 1mg/ml的情况下于测量高度6—9 mm时可克服Cr和Ti对Mn的干扰,如图3所示。然而,在该测量高度下却不能完全消除Si对Mn的干扰,这是由于处在该高度下的火焰温度尚不能使Si和Mn所形成的化合物完全离解为原子的缘故。

对于Mg来说,改变测量高度不能消除Si、Ti和Cr对它的干扰,所以我们采用加入释放剂La的办法来消除基体Al的负干扰和Si、Ti、Cr的负干扰。进行了La加入量的选择见表3,显然La最佳加入量是2mg/ml。故选用释放剂La 2mg/ml为宜。在释放剂La 2mg/ml情况下可同时消除100 $\mu$ g/ml的Si、Cr、Ti和Al 1mg/ml对Mg的干扰,见表4,由表4还可以看到虽然Al和Si、Ti、Cr对Mg都产生负干扰,但这四种离子与Mg共存时没有表现出负干扰的加和性,反而起着相互抵消的作用。实验还表明释放剂La 2mg/ml可完全消除Cr、Si、Ti对Mn的干扰。

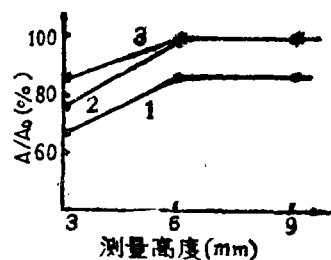


图3 不同测量高度下Si、Ti、Cr对Mn的影响  
1—Si100 $\mu$ g/ml;  
2—Ti100 $\mu$ g/ml;  
3—Cr100 $\mu$ g/ml

表3 La消除Al对Mg的干扰时La量的选择

Al mg/ml	0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
La mg/ml	0	0	0.50	1.0	2.0	5.0
相对吸光度%	100	61.8	79.4	87.0	100	119

注, Mg 3 $\mu$ /ml

表4 La消除Si、Ti、Cr对Mg的干扰

干扰离子及La	Si	Cr	Ti	Si, Cr, Ti	Si, Cr 0.10, 0.10	Si, Cr 0.10, 0.10	Si, Cr, Ti, Al, La
量mg/ml	0.10	0.10	0.10	0.10, 0.10, 0.10	Ti, Al 0.10, 1.0	Ti, La 0.10, 2.0	0.10, 0.10, 0.10, 1.0, 2.0
相对吸光度 %	3.5	38	26	18	86	100	100

## 5. 样品分析

## (1) 标准曲线的绘制:

以含与不含基体 Al 及含基体 Al 和 La 等三套标样, 按选定的工作条件制作标准曲线如图4所示, 结果表明除Mg外, Cu、Zn和Mn各自的三条曲线完全重叠. 对Mg来说, 不含基体的“纯水”标准曲线与含有基体 Al 1mg/ml 和 La 2mg/ml 的标准曲线完全重叠, 而含基体 Al 1mg/ml (但不加 La 2mg/ml) 的标准曲线斜率降低到60%, 这是由于 Al 对Mg产生负干扰的缘故. 由此可见, 这四种元素都可用不含基体的“纯水”标样或是含 Al 1mg/ml 及 La 2mg/ml 的标准样品制作标准曲线.

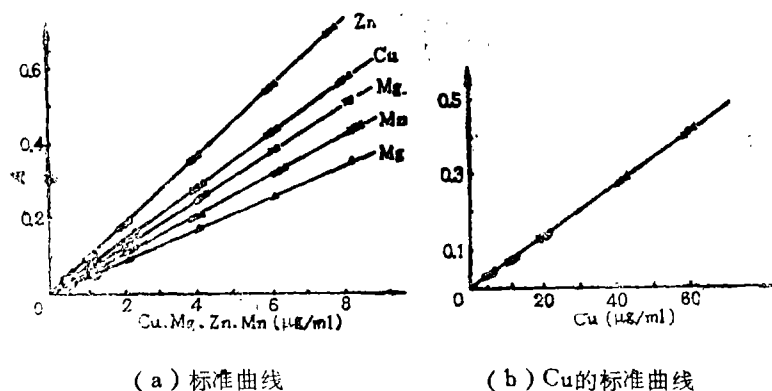


图4

## (2) 样品分析步骤:

称取100mg样品于100ml烧杯中加入蒸馏水约10ml, 加入1:1盐酸2.5ml, 又加入1ml, 30%的 $H_2O_2$ 溶液, 搅拌, 盖上表面玻璃, 待完全溶解后, 加热除去过量 $H_2O_2$ , 冷后移入100ml量瓶中加入10ml的La (20mg/ml), 用蒸馏水稀释至刻度, 吸喷上层澄清溶液测量吸光度, 以标准曲线求得待测元素的含量.

若测量高Si的Al样时(含Si12%), 样品溶解后, 有些黑色不溶的Si, 但实验表明它不影响测定.

## (3) 样品分析结果:

测定了几种Al合金, 其中包括高Si和高Cu的Al合金, 若待测元素是高含量, 就要旋转燃烧器和稀释样品. 每种样品分别称取8份进行8次平行测定, 计算其平均值和相对标准偏差, 并与标准值相对照, 见表5, 分析结果令人满意.

表5 样品测定结果

元素	By 2204—4 铸造 铝合金			By 2133—1 铝合金 Ly 16			By 2140—1LD I 铝合金			铸造铝合金		
	测得值	标准值	相对标准偏差	测得值	标准值	相对标准偏差	测得值	标准值	相对标准偏差	测得值	标准值	相对标准偏差
Mg	0.651	0.64	1.87	0.0870	0.086	1.26	0.537	0.53	1.82	0.240	0.24	1.71
Mn	0.670	0.68	1.10	0.385	0.39	2.04	0.283	0.29	0.96	0.316	0.31	1.13
Zn	0.112	0.11	1.51	0.110	0.11	1.57	0.111	0.11	2.05	0.313	0.31	0.86
Cu	1.51	1.52	1.35	6.31	6.32	0.49	0.487	0.49	1.04	0.172	0.17	1.96

## 参 考 文 献

- 〔1〕王淑英、蔡文娣、王俊德, 利用HF-1型高压高重复率火花光源进行纯铝和铝铝合金的分析, 分析化学, 9, 6 (1981), 701.
- 〔2〕中国科学院上海冶金所分析室, 原子荧光光谱法测定铝合金中锌、镁和锰, 分析化学, 5, 2 (1977), 101.
- 〔3〕余建平, 铝合金中微量锌的比色测定, 分析化学, 9, 3 (1981), 308.
- 〔4〕胡丰、刘群柱、王瑞陵、钱同英, 火焰光谱研究中的三维表法, 分析化学, 9, 4 (1981), 392.
- 〔5〕吴绍祖, 色心晶体氯化钾中锂、氯化钾中钠及氯化钾中锂和钠的原子吸收光谱测定, 华侨大学学报, 5, 2 (1984), 49.

## Determination of Mn, Mg, Cu and Zn in Aluminium Alloy by Air-Acetylene Flame Atomic Absorption Spectrophotometry

Wu Shaozu

### Abstract

This paper presents a method of atomic absorption spectrophotometry for the determination of Mn, Mg, Cu and Zn in aluminium alloy. A standard sample without containing aluminium can be used. The sample is dissolved in hydrochloric acid which have a concentration up to 1%. Then, Mg and Mn are determined in the presence of 2mg/ml Lanthanum which will eliminate the interference of Al, Si, Ti, and Cr on Mn and Mg. The analytical results are coincident with that of standard. It shows a relative standard deviation of 0.49-2% for Cu, Zn, Mn and Mg. This is a method of simple, rapid and accuracy.