

火焰原子吸收法测定氧化铝中的杂质

王金钢 褚连青 王奕

(中国电子科技集团公司第46研究所 天津 55 信箱 300192)

摘要 本文采用压力溶样方法进行样品溶解,用火焰原子吸收法进行氧化铝中的 Fe, Cu, Zn, Mn, Mg 和 K 6 种杂质元素的测定。对基体及共存离子的干扰及消除情况进行了研究,用标准加入回收法验证了方法的准确性,回收率为 95%~104%;用精密密度实验验证了方法的可靠性,相对标准偏差为:1.47%~2.98%。

关键词 火焰原子吸收 氧化铝 杂质元素

氧化铝为两性物质,对于样品溶解而言,在常规条件下,用酸做溶剂很难解决问题,尤其是(α -氧化铝更难溶解。通常情况下氧化铝的溶解采用熔融法,用化学法测定其中的杂质,这种方法操作烦琐,需要大量溶剂,增加了待测溶液中盐的含量,同时也增加了沾污的可能性,给原子吸收测定带来困难。目前也有采用原子吸收和电感耦合等离子体发射法测定氧化铝中杂质的报道^{1,2}。本文采用压力溶样方法,选用盐酸作为溶剂进行样品溶解,用火焰原子吸收法进行氧化铝中的 Fe, Cu, Zn, Mn, Mg 和 K 6 种元素的测定。方法操作简单、准确、稳定。获得了满意的结果。

1 实验部分

1.1 仪器及工作参数

仪器:PE-3030B 原子吸收光谱仪

仪器工作条件见表 1。

表 1 仪器工作条件

元素	灯电流 /mA	波长 /nm	光谱 带宽 /nm	燃烧 器高度 /mm	乙炔 气流量 /L·min ⁻¹	空气 流量 /L·min ⁻¹	积分 时间 /s
Fe	15	248.3	0.2	10.0	20	50	5
Cu	10	324.8	0.7	10.0	20	50	5
Zn	15	213.9	0.7	9.0	22	50	5
Mn	20	279.5	0.2	10.0	25	50	5
Mg	6	285.2	0.7	10.0	22	50	5
K	12	766.5	0.7	10.0	20	50	5

1.2 试剂

盐酸:(2+1)(高纯)。

氯化镉溶液:镉含量为 50mg·mL⁻¹,称取 30.4g 六水氯化镉,溶于 200mL 去离子水中。

铝标准溶液:20mg·mL⁻¹,用高纯铝配制。

铁、铜、锌、锰、镁、钾标准储存溶液,浓度均为 1mg·mL⁻¹。将上述溶液稀释,配制成浓度为 10 μ g·mL⁻¹ 的标准溶液。

1.3 试样分析步骤

称取 0.5000g 样品,置于聚四氟乙烯密封溶样

器的反应杯中,加入盐酸(2+1) 15mL,盖严。将溶样器放入钢套中盖紧,置于烘箱中升温至 240 $^{\circ}$ C,保温 4h,取出,自然冷却至室温,取出反应杯,将溶液移入 50 mL 容量瓶中,用水洗净烧杯,洗液并入容量瓶中,并稀释至刻度,混匀。该溶液用于铁、铜、锌、锰和钾的测定。吸取 5.0mL 上述溶液置于 25mL 容量瓶中,加入盐酸(2+1)6mL,加入 2.5 mL 镉盐溶液,用去离子水定容。用于镁的测定。测定时,以空白调零。

工作曲线:吸取 10 μ g/mL 的铁、铜、锌、锰标准溶液于 4 组 50 mL 容量瓶中,分别加入盐酸(2+1) 12mL,配制成 0.00,0.20,0.40,0.60,0.80,1.00 μ g/mL 的铁、铜、锌、锰、钾标准系列;吸取 10 μ g/mL 的镁标准溶液于一组 50 mL 容量瓶中,分别加入盐酸(2+1) 12mL,加入 5.0mL 镉盐溶液,配制成 0.00,0.10,0.20,0.30,0.40,0.50 镁标准系列,在选定的仪器工作条件下与试样溶液同时测定。

2 结果与讨论

2.1 基体及共存离子的干扰及消除办法

2.1.1 基体的影响 对溶液中不同含量的铝对铁、铜、锌、锰、镁、钾的测定的影响进行了研究,表 2 列出铝含量在 0~10000 μ g·mL⁻¹ 范围内变化时对浓度为 1.0 μ g·mL⁻¹ 的铁、铜、锰,浓度为 0.20 μ g·mL⁻¹ 锌、钾及浓度为 0.10 μ g/mL 镁的测定的影响情况。

表 2 基体铝对吸光度的影响

加入铝量 μ g·mL ⁻¹	吸光度					
	Fe	Cu	Zn	Mn	K	Mg
0	0.059	0.076	0.061	0.096	0.056	0.067
500	0.058	0.078	0.062	0.098	0.055	0.040
1000	0.057	0.077	0.061	0.097	0.057	0.037
3000	0.059	0.078	0.063	0.095	0.056	0.032
5000	0.056	0.076	0.060	0.098	0.054	0.032
10000	0.058	0.076	0.062	0.096	0.057	0.031

从表 2 中看出:铝含量在 10000 μ g·mL⁻¹ 以下对 Fe、Cu、Zn、Mn、K 的测定基本没有影响,而基体铝的

存在抑制 Mg 的信号。

2.1.2 共存离子的影响 研究表明:Fe、Zn、Ni 浓度在 $12 \mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ 以下,Ca、Mg、Mn、Sn、Ga、Cr、Ti、K 浓度在 $20 \mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ 以下对 Fe、Cu、Zn、Mn、K 的测定均无干扰和相互影响。

溶液中 Ti、V、Si 的存在对 Mg 的测定有抑制作用。其它共存元素 Fe、Cu、Zn、Mn、Ni、Ca、Sn、Ga、Cr、K 含量为 $20 \mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ 以下对 Mg 的测定基本无影响。向溶液中加入 $5.0\text{mg}\cdot\text{mL}^{-1}$ 的镧盐溶液作为释放剂可消除基体及共存离子的干扰。

2.2 方法的精密度

精密度试验:对同一种样品进行了 6 次重复性测定,结果(见表 3)。

表 3 方法精密度

元素名称	Fe	Cu	Zn	Mn	K	Mg
测得结果(%)	0.0025	0.0039	0.00082	0.00088	0.00050	0.0010
	0.0028	0.0037	0.00076	0.00090	0.00053	0.0012
	0.0026	0.0039	0.00077	0.00092	0.00053	0.0012
	0.0027	0.0040	0.00079	0.00085	0.00052	0.0011
	0.0026	0.0040	0.00080	0.00088	0.00055	0.0013
	0.0027	0.0038	0.00078	0.00087	0.00052	0.0010
相对标准偏差(%)	1.47	2.69	2.53	2.55	2.98	2.57

Determination of impurities in aluminium oxide by FAAS

Wang Jingang Chu Lianqing Wang Yi

(The 46th Institute of Electronic Science and Technology Group Company, P.O.Box55, Tianjin 300192)

Abstract The determination of Iron, Copper, Zinc, Manganese, Magnesium and Potassium in Aluminium Oxide by Flame Atomic Absorption Spectrometry was developed in this paper. The interference and corrections of coexist elements were discussed. The method was simple, accuracy and stability. The recoveries of Iron, Copper, Zinc, Manganese, Magnesium and Potassium were 98%, 103%, 99%, 95%, 104% and 100% respectively. The relative standard deviation were 1.47%, 2.69%, 2.53%, 2.55%, 2.98% and 2.57% respectively.

Key words FAAS, Aluminium Oxide Impurity

(上接第 22 页)

成模拟合金样品,不加 W、Mo 标样,按该方法测定吸收光谱。见图 3 说明这些离子在 480~580nm 处没有吸收特性,该方法采用样品本身背景校正,不干扰钨、钼测定⁵。

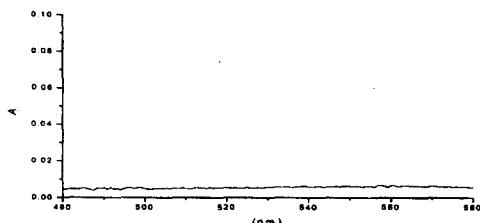


图 3 干扰组分的吸收光谱

从表 2,3 可以看出,多组分分析系统操作简

Simultaneous determination of tungsten and molybdenum in alloy by spectrophotometry with multicomponent analysis system

Jiang Dongqing Jiang Yan

(Central Laboratory of Nankai University, Tianjin 300071)

Abstract A method for simultaneous determination of tungsten and molybdenum in alloy was developed by DU-8B spectrophotometry with multicomponent analysis system. The method eliminated the mutual interference between tungsten and molybdenum. No matrix interferences from main ions in alloy. The recovery of tungsten and molybdenum in alloy ranged from 104% to 96%. The proposed method gave a satisfactory result for the determination of tungsten and molybdenum in alloy.

Key words Spectrophotometry Multicomponent analysis system Tungsten Molybdenum

2.3 标准加入回收试验

吸取一定量 Fe、Cu、Zn、Mn、Mg、K 标液,加入样品中,操作同样品分析步骤。回收率结果见表 4。

2.4 试样分析结果

表 4 回收率测定结果

元素	Fe	Cu	Zn	Mn	K	Mg
本底值($\mu\text{g/mL}$)	0.260	0.390	0.079	0.088	0.052	0.022
加入量($\mu\text{g/mL}$)	0.20	0.40	0.10	0.10	0.10	0.050
实测值($\mu\text{g/mL}$)	0.456	0.802	0.178	0.183	0.154	0.072
回收率(%)	98	103	99	95	104	100

采用本方法对样品进行分析,获得了满意的结果。测定结果见表 5。

表 5 试样分析结果(%)

元素	Fe	Cu	Zn	Mn	K	Mg
样品 1	0.0026	0.0039	0.00079	0.00088	0.00052	0.0011
样品 2	0.0018	0.0020	0.0011	0.0012	0.00078	0.00084

参考文献

- 1 蒋炜,任凤莲,秦文忠.火焰原子吸收光谱法测定氧化铝中杂质元素.理化检验(化学分册),2002,38(6):306
- 2 王艳君,蒋晓光. ICP-AES 法测定氧化铝中硅、钙、铁、钛、钒和锌.冶金分析,2002,22(3):37

便,计算简单,准确率高,重现性好,是可行的方法。

参考文献

- 1 J.B.Andrew, K.Taewoong, Irving, S.F.Michael, Anal.Chem, 70 (3) 623, (1998)
- 2 潘教麦,陈亚森,严恒太.显色剂及其在光度中的应用,上海:上海科学技术出版社,1981
- 3 刘明光,江冬青.光谱仪器与计算机联机及其为数据处理软件设计,分析仪器[J],2000,3(15)
- 4 金继红,陈家玮,张永文.小波变换-偏最小二乘法用于钨、钼、钛的分光光度法同时测定,分析化学,2000.06(6):791
- 5 赵中一等.微晶固相反射散射分光光度法测定钼的研究,分析实验室.1999.05,18(3):39