

火焰原子吸收法测定铝及铝合金中的镁(标准加入法)

一、实验目的

1. 加深火焰原子吸收光谱原理和仪器的构造。
2. 进一步熟悉原子吸收光谱仪器的基本操作技术。
3. 掌握标准加入法测定元素含量的分析技术。

二、实验意义

铝是典型的亲氧元素，其氧化物在火焰中难以离解容易产生化学干扰。标准加入法的最大优点在于它能消除试样基体对测定的干扰，固通常采用标准加入法测定铝及其铝合金中的杂质元素。

三、方法原理

原子吸收法测定镁是常用的方法之一,具有快速、简单、方便、灵敏度高等特点。由于镁较易电离，通常加入消电离剂，当有化学干扰时，可加入镧盐作释放剂。

标准加入法分为复加入法和单加入法两种，复加入法是制备一种由试样主体元素组成的空白溶液，在试样溶液和空白溶液中加入等量的元素配成两种加入元素的系列溶液产，测定两种系列溶液的吸光度。以待测元素加入量为横坐标，相应的吸光度为纵坐标，依标准曲线法相似的方法作图可得到两条直线，将直线延长与横坐标相交，即可得到空白溶液和待测溶液中镁的含量，两者之差即为试样中镁的含量。

四、仪器和试剂

1. 原子吸收光度计
2. 镁空心阴极灯
3. (1+1)硝酸
4. (1+1)盐酸
5. 镁标准溶液 ($10 \mu\text{g} \cdot \text{ml}^{-1}$)
6. 锶标准溶液($10.00\text{mg} \cdot \text{ml}^{-1}$)

7. 空白溶液：准确称取高纯铝 0.2g，于 250ml 烧杯中，加入少量蒸馏水，加入 (1+1)盐酸 10ml，待剧烈反应停止后滴加(1+1)硝酸使之完全溶解，煮沸除 NO₂，取下冷却，移入 50ml 容量瓶中，以蒸馏水稀释至刻度，摇匀。

五、试验步骤

1. 试样的处理：准确称取高纯铝 0.25g，于 250ml 烧杯中，加入少量蒸馏水，加入(1+1)盐酸 10ml，待剧烈反应停止后滴加(1+1)硝酸使之完全溶解，煮沸除 NO₂，取下冷却，移入 50ml 容量瓶中，以蒸馏水稀释至刻度，摇匀。
2. 试样和空白系列溶液的配制：汲取试样溶液 5.00ml 4 份，分别置于 4 个 25ml 比色管中，各加入 1ml 锶标准溶液，于第二、三、支比色管中分别加入 0.20、0.40、0.60ml 镁标准溶液，用蒸馏水稀释至刻度，摇匀。汲取空白溶液 5.00ml 4 份，分别置于 4 个 25ml 比色管中，各加入 1ml 锶标准溶液，于第二、三、支比色管中分别加入 0.20、0.40、0.60ml 镁标准溶液，用蒸馏水稀释至刻度，摇匀。
3. 仪器准备：将仪器各工作参数调到下列测定条件预热 20min。
分析线：285.2nm、灯电流：4mA、狭缝宽度：0.1nm、燃烧器高度：7mm、空气流量：5L/min、乙炔流量：1L/min。
4. 测定试样溶液和空白溶液的吸光度：在上述仪器工作条件下，依次测定试样溶液和空白溶液的吸光度，每次测定前用蒸馏水校 0。

六、问题讨论

1. 标准加入法与标准曲线法不同，它的最大优点是有效消除基体产生的干扰，在基体干扰较严重的情况下仍然能够得到比较准确的分析结果，但它不适应大批量样品的分析，对大批量样品的分析其分析速度较慢。
2. 空白试验也采用标准加入的方法是为了消除试剂中可能带入的少量待测物质的干扰。

七、注意事项

1. 铝及铝合金的分解要注意防止表面钝化使试样分解不完全。
2. 试验中使用的乙炔气体是易燃易爆危险物品，必须遵守仪器的操作规程，确保人身和仪器的安全，正确开、关机。

3. 分析结果的好坏除了仪器是否正常工作以外,样品的分解和处理也至关重要,尤其是加入的标准溶液的体积必须准确,否则标准加入曲线的线性不好。

执笔: 邓飞跃