

检测分析

火焰原子吸收法测定锌铝镁稀土合金中镁元素

李冬梅, 王洪刚

(中冶葫芦岛有色金属集团有限公司, 辽宁 葫芦岛 125003)

[摘要] 目前国内锌基合金中的镁含量为1%~5%,此范围镁含量的测定还没有相关标准方法,有些厂家采用ICP方法进行测试,但存在两个问题:一方面这种方法不是国家标准方法,另一方面ICP仪器价格昂贵,不适用于每个生产企业。中冶葫芦岛有色金属集团有限公司开发了火焰原子吸收光谱仪测定锌铝镁稀土合金中镁的方法,该方法具有操作简单、精度好、成本低、速度快的优点,而且考虑了共存元素的干扰,选择氯化铈做消除剂,镁的测定范围是0.5%~5%,样品回收率达到98%以上。本文通过加标和精密度试验,对该方法进行阐述和分析。

[关键词] 锌基合金; 锌铝镁稀土合金; 镁含量; ICP方法; 火焰原子吸收法; 干扰元素; 消除剂; 样品回收率

[中图分类号] TF03+1

[文献标志码] A

[文章编号] 1672-6103(2021)04-0096-03

DOI:10.19612/j.cnki.cn11-5066/tf.2021.04.018

锌铝镁稀土合金,是中冶葫芦岛有色金属集团有限公司(以下简称“公司”)新开发的一种锌基合金产品,目前国内锌基合金镁含量(1%~5%)的测定还没有相关标准方法。高镁锌基合金中镁含量目前国内有采用ICP方法测试,但存在两个问题:一是ICP测试这个范围的镁目前不是国家标准方法;二是ICP仪器价格昂贵,不适用于每个生产企业。公司研究的火焰原子吸收光谱仪测锌铝镁稀土合金中镁具有操作简单、精度好、成本低、速度快的优点,而且该方法考虑了共存元素的干扰,选择氯化铈做消除剂,镁的测定范围是0.5%~5%。本文通过加标和精密度试验,对该方法进行阐述和分析。

1 实验部分

1.1 实验仪器与试剂

1) AA-7003F型原子吸收光谱仪,北京东西分

析仪器有限公司。

2) 镁空心阴极灯。

3) 盐酸, $\rho = 1.19 \text{ g/mL}$ 。

4) 盐酸(1+1),100 mL水中加入100 mL盐酸。

5) 过氧化氢, $\rho = 1.10 \text{ g/mL}$ 。

6) 氯化铈,浓度20%。

7) 锌基体溶液, $\rho = 1 \text{ mg/mL}$ 。称取1.0000 g金属锌(>99.99%),置于250 mL玻璃烧杯中,加盐酸(1+1)30 mL,加热溶解,冷却至室温后,移入1000 mL容量瓶中,用水稀释刻度,混匀。

8) 铝基体溶液, $\rho = 1 \text{ mg/mL}$ 。称取1.0000 g金属铝(>99.99%),置于250 mL玻璃烧杯中,加盐酸(1+1)30 mL,加热溶解,冷至室温,移入1000 mL容量瓶中,用水稀释刻度,混匀。

9) 镁标准溶液, $\rho = 1 \text{ mg/mL}$,购买于国家标准物质中心。

10) 镁标准溶液, $\rho = 10 \text{ }\mu\text{g/mL}$ 。移取10.00 mL镁标准溶液(1 mg/mL)置于1000 mL容量瓶中,加入盐酸(1+1)40 mL(保持2%的盐酸酸度),以水稀释刻度,混匀。

[收稿日期] 2020-12-20

[作者简介] 李冬梅(1971—),女,辽宁葫芦岛人,大学本科,高级工程师,主要从事质量检验管理工作。

[引用格式] 李冬梅,王洪刚. 火焰原子吸收法测定锌铝镁稀土合金中镁元素[J]. 中国有色冶金, 2021, 50(4): 96-98.

1.2 仪器工作条件

用 AA-7003F 型原子吸收光谱仪对含镁 3% 锌铝镁稀土合金的样品进行吸光度测试,对仪器的燃

烧器高度、灯电流、光谱通带、工作波长、负高压、空气乙炔流量等各项条件进行了测试,选择最佳工作条件,见表 1。

表 1 仪器工作条件

参数项	波长/nm	狭缝/nm	燃烧器高度/ mm	负高压/V	灯电流/mA	空气流量/ L·min ⁻¹	乙炔流量/ L·min ⁻¹
数值	285.2	0.2	5	176	3.00	8.0	2.0

1.3 实验方法

1.3.1 试样

按表 2 称取试样,精确至 0.000 1 g。

表 2 试样量

镁的质量分数/%	试样/g
0.50~1.00	0.500 0
1.00~4.00	0.200 0
4.00~5.00	0.100 0

1.3.2 实验步骤

1)按表 2 试样量进行称取,分别置于 250 mL 玻璃烧杯中,各加入 10 mL 盐酸(1+1),待剧烈反应停止后,缓慢加热至试样溶解,若未完全溶解,滴加数滴过氧化氢,使其溶解并煮沸数分钟,分解过量的过氧化氢。

2)冷却后,将各试液分别移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释刻度到 100 mL,混匀。

3)从各稀释后的溶液中各取 1 mL 试液,分别置于 100 mL 容量瓶中,再各加入 5 mL 氯化锶溶液,并补加 4 mL 盐酸(1+1),用水稀释刻度到 100 mL,混匀。

4)在仪器最佳工作条件下,测定镁的吸光度。

1.3.3 标准工作曲线的绘制

分别移取镁标准液(10 μg/mL) 1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 置于一组 100 mL 容量瓶中,各加入与分取试样后样品中等量的锌基体和铝基体溶液,并各加入 5 mL 氯化锶溶液,补加 4 mL 盐酸(1+1),用水稀释刻度到 100 mL,混匀。在仪器最佳工作条件下测定吸光度,由仪器自动绘制工作曲线。

2 结果与讨论

2.1 酸度的选择

对表 2 中的某一含量的锌铝镁稀土合金样品,分别加入 2%~10% 盐酸进行吸光度测试,试验结

果见表 3。

表 3 酸度影响试验

盐酸酸度/%	0	2	3	5	8	10
吸光度	0.152	0.153	0.150	0.152	0.151	0.152

表 3 表明,在盐酸介质中,酸度对镁的测定结果无明显影响。

2.2 共存元素的影响及消除

此合金共存元素主要是锌铝和稀土。经实验,其他元素对镁测定无影响,铝对镁的测定有干扰,因此必须加氯化锶消除其干扰。对表 2 中的某一含量的锌铝镁稀土合金样品进行一组实验,一组加 5 mL 氯化锶,一组不加氯化锶,实验结果见表 4。表 4 表明,铝对镁的测定有负干扰,加入 5 mL 20% 氯化锶后,可消除铝对镁的干扰。

表 4 共存元素影响试验

样品镁元素含量/%	共存元素铝含量/%	氯化锶/mL	吸光度			
3	0	0	0.153	0.151	0.152	0.151
3	3	0	0.095	0.091	0.089	0.088
3	3	5	0.152	0.153	0.150	0.152

2.3 精密度试验

由于没有标准样品和标准方法,取两组公司锌铝镁稀土合金(镁含量分别为 1% 和 4%)样品进行试验,分别平行测定 9 次,试验结果见表 5。

表 5 精密度试验

试样编号	9 次试验数据 Mg 含量/%	平均值/%	标准偏差	相对标准偏差/%
1 [#]	1.02, 1.04, 1.02,	1.03	0.012	1.17
	1.03, 1.01, 1.02,			
	1.05, 1.03, 1.03			
2 [#]	3.90, 3.89, 3.91,	3.92	0.024	0.61
	3.90, 3.93, 3.92,			
	3.90, 3.95, 3.96			

从表 5 的数据可以看出,测试值稳定,精密度好,相对标准偏差都在 5% 以内,可以初步认定该方法的可行性。

2.4 样品加标回收率试验

由于没有标准样品,仍然采用公司样品进行加标回收率试验,试验结果见表 6。

表 6 加标回收率试验

样品编号	本法测定 镁含量/%	加入镁标 准量/mg	回收镁量/ mg	回收率/ %
1 [#]	1.02	3.00	2.96	98.7
2 [#]	2.05	4.00	4.03	100.7
3 [#]	3.89	5.00	5.05	101.0
4 [#]	4.91	4.00	3.98	99.5

表 6 数据显示,加标回收率为 98% ~ 101%,说明在本试验条件下,检测结果准确、可靠。

2.5 样品的测试结果与其他方法结果的对照

采用本文试验方法(原子吸收法)与 ICP 法对锌铝镁稀土合金中镁含量进行检测,对比检测结果见表 7。

表 7 数据表明,本文试验方法与 ICP 测定法一致,说明本文方法简单可信。

3 结论

中冶葫芦岛有色金属集团有限公司使用原子吸

表 7 原子吸收法与 ICP 法镁元素测定结果对比

样品 编号	ICP 法镁 含量/%	原子吸收法 镁含量/%	允许差 (不大于)	实际 差	是否 超差
1 [#]	1.04	1.03	0.045	0.01	否
2 [#]	2.07	2.10	0.06	0.03	否
3 [#]	3.92	3.92	0.08	0	否
4 [#]	4.90	4.97	0.12	0.07	否

收光谱法测定较高镁含量的锌铝镁稀土合金中的镁含量,加标回收率和精密度都在要求范围内,且通过与 ICP 方法的对比,检测结果有较好的可靠性。该方法测定锌合金中较高镁含量,具有结果准确、稳定性好、方法可靠、检测成本低、操作简便的优点,方法可行。

[参考文献]

- [1] 全国有色金属标准化技术委员会. 锌及锌合金化学分析方法第 7 部分: 镁量的测定 火焰原子吸收光谱法: GB/T 12689.7—2010[S]. 北京: 中国标准出版社, 2010.
- [2] 北京第二光学仪器厂. 原子吸收分光光度计火焰法分析手册[R]. 1990.
- [3] 全国有色金属标准化技术委员会. 铝及铝合金化学分析方法: GB/T 20975—2018[S]. 北京: 中国标准出版社, 2018.
- [4] 武汉大学. 分析化学[M]. 北京: 高等教育出版社, 2004.
- [5] 有色金属工业标准汇编: 轻金属及其合金化学分析方法[M]. 北京: 中国标准出版社, 2001.
- [6] 北京矿冶研究总院分析室. 矿石及有色金属分析手册[M]. 北京: 冶金工业出版社, 1990.

Determination of magnesium element in Zn-Al-Mg rare earth alloy by flame atomic absorption method

LI Dong-mei, WANG Hong-gang

Abstract: Currently, magnesium content in the zinc-based alloy in China is 1% to 5%, and in this range, the determination of magnesium content lacks relevant standards and methods. Some manufacturers adopt ICP method for determination, yet there are two problems. On the one hand, ICP method isn't a national standard method; on the other hand, ICP instrument is expensive and not applicable to every production enterprise. MCC Huludao Nonferrous Metals Group Co., Ltd. has developed a method of using flame atomic absorption spectrometer to determine magnesium content in Zn-Al-Mg rare earth alloy, characterized by the advantages of simple operation, good precision, low cost and fast speed. And this method considers the interference of coexistent elements and select strontium chloride as the remover, with the determination range of magnesium as 0.5% to 5% and sample recovery rate over 98%. This method is illustrated and analyzed in this paper through addition of reference material and precision test.

Key words: zinc-based alloy; Zn-Al-Mg rare earth alloy; magnesium content; ICP method; flame atomic absorption method; interference element; remover; sample recovery rate