

## 解决方案 | 原子吸收法测定铁粉中的 Al、Ti、K、Na、Ca、Mg、Zn 及 Mn 等元素含量



图片来自网络，如有侵权请联系删除

我国是磁性材料的消耗大国，氧化铁粉是市场需求日益强劲的电子工业和信息产业、家用电器等制造业的重要的基础材料之一。氧化铁粉中其它元素的测定，不仅对氧化铁粉生产工艺和生产过程中出现的问题具有指导作用，而且对钢铁企业调整产品结构、增加经济效益也有着重要作用。

目前，测定金属元素的方法主要有传统的化学分析方法和仪器分析方法中的原子吸收光谱法和电感耦合等离子体发射光谱法。对于铁粉中低含量的元素分析，若采用传统的比色法测定，干扰因素多，本文利用在同一试液中，不分离、无需基体匹配，用原子吸收光谱法直接测定铁粉中的 Al、Ti、K、Na、Ca、Mg、Zn

及 Mn 等元素含量的分析方法，供相关人员参考。

## 实验部分

### 仪器与试剂

AA-7050 原子吸收分光光度计；

电热板；

盐酸；

硝酸；

氢氟酸；

高氯酸；

各元素标准物质。

### 实验条件

火焰原子吸收测定各元素仪器条件

元素	测量波长 nm	狭缝 nm	灯电流 mA	燃烧头高度 mm	乙炔流量 L/min	火焰类型
K	766.50	0.4	3.0	8.0	1.30	空气-乙炔
Na	589.00	0.2	3.0		1.50	
Ca	422.70	0.2	3.0		1.50	
Mg	285.20	0.2	2.0		1.30	
Zn	213.90	0.4	3.0		1.30	
Mn	279.50	0.2	3.0		1.50	

### 石墨炉原子吸收法测定 Al、Ti 元素仪器条件

元素	波长 nm	灯电流 mA	氙灯电流 mA	光谱通带宽度 nm	背景扣除
Al	309.30	2.00	80	0.2	氙灯
Ti	364.27	2.00	100	0.2	氙灯

#### [Al 石墨炉温度曲线]

序号	步骤	开始温度 (°C)	结束温度 (°C)	升温时间 (s)	内气路	辅助气路	模式	报警
1	干燥	40	90	30	开	关	功率	开
2	干燥	90	140	10	开	关	功率	开
3	灰化	140	800	15	开	关	功率	开
4	灰化	800	800	10	开	关	功率	开
5	灰化	800	800	6	关	关	功率	开
6	原子化	2700	2700	3	关	关	功率	
7	清除	2750	2750	2	开	关	功率	开
8	冷却	0	0	30	开	关	功率	开

#### [Ti 石墨炉温度曲线]

序号	步骤	开始温度 (°C)	结束温度 (°C)	升温时间 (s)	内气路	辅助气路	模式	报警
1	干燥	40	100	40	开	关	功率	开
2	干燥	100	120	15	开	关	功率	开
3	灰化	120	1000	10	开	关	功率	开
4	灰化	1000	1000	8	开	关	功率	开
5	灰化	1000	1000	3	关	关	功率	开
6	原子化	3000	3000	4	关	关	功率	开
7	清除	3000	3000	2	开	关	功率	开
8	冷却	0	0	40	开	关	功率	开

## 样品前处理

称取 0.1g 样品（精确到万分之一）于聚四氟乙烯烧杯中，加少量水润湿，加入 9mL 王水，2mL 氢氟酸，盖上盖子，150℃加热 1 h，取下稍冷，加入 1mL 高氯酸，开盖消解，赶酸至冒高氯酸烟，试液粘稠近干。取下稍冷，补加少量水，0.5mL 硝酸溶解盐类。转移定容至 25mL 塑料容量瓶，过滤，滤液待上机检测。

## 实验结果

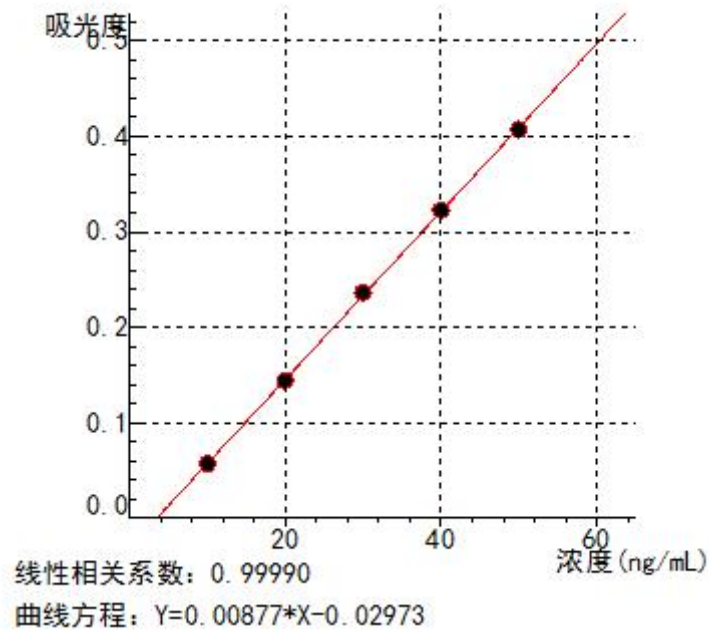
### 标准曲线

按下表配制各元素的系列标准溶液，待仪器工作稳定后，依次进样，根据浓度和吸光度，绘制标准曲线。

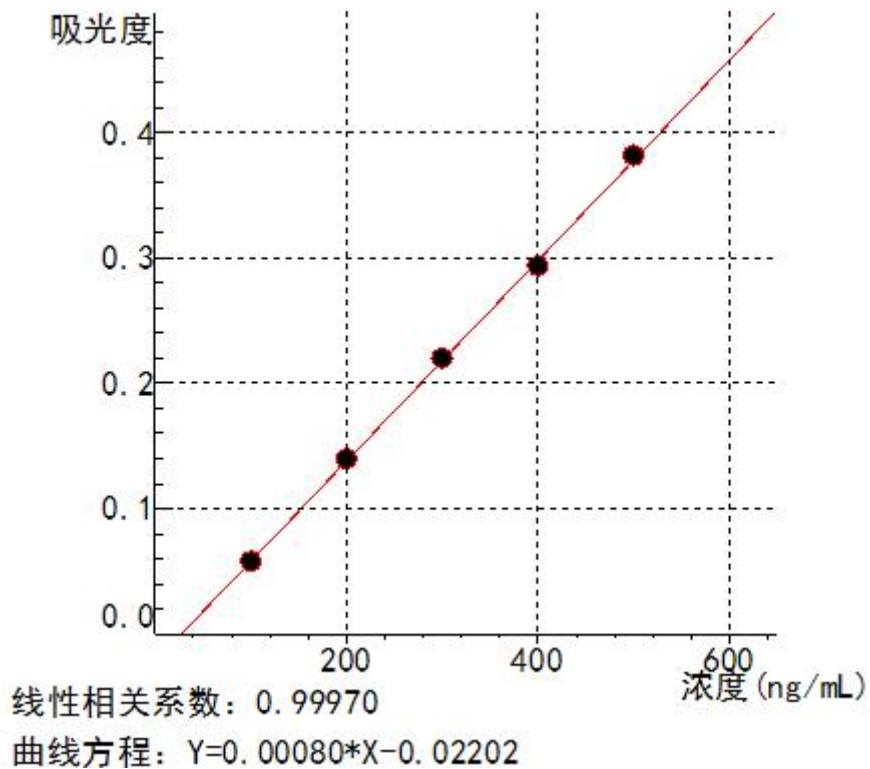
元素	浓度						单位
Al	0.000	10.00	20.00	30.00	40.00	50.00	ng/mL
Ti	0.0000	100.0	200.0	300.0	400.0	500.0	
K	0.0000	0.1000	0.3000	0.5000	0.7000	1.000	mg/kg
Na	0.0000	0.1000	0.5000	1.000	2.000	3.000	
Ca	0.0000	0.5000	1.0000	3.0000	5.0000	10.0000	
Mg	0.0000	0.0100	0.0500	0.1000	0.1500	0.2000	
Zn	0.0000	0.0500	0.1000	0.2000	0.3000		
Mn	0.0000	0.1000	0.5000	2.0000	3.0000		

### 标准曲线

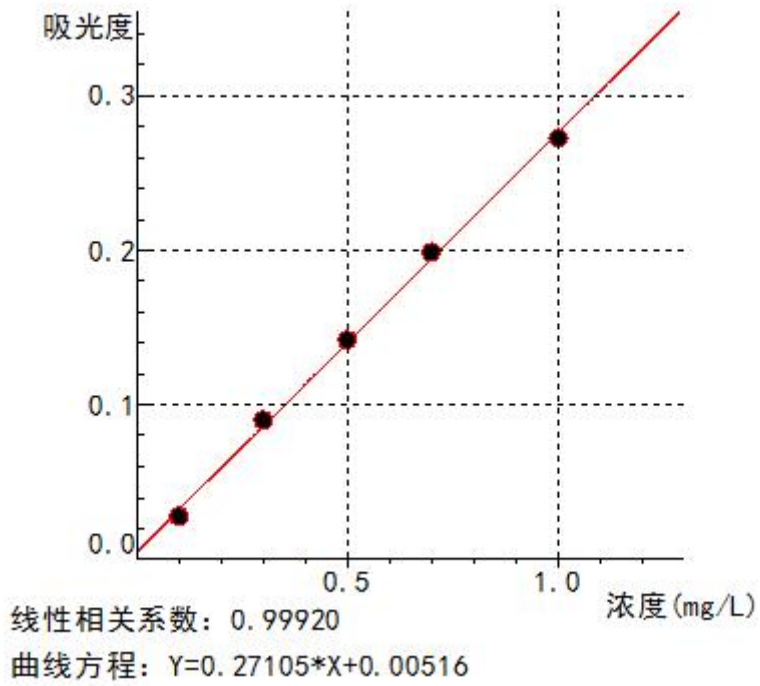
#### Al 标准曲线



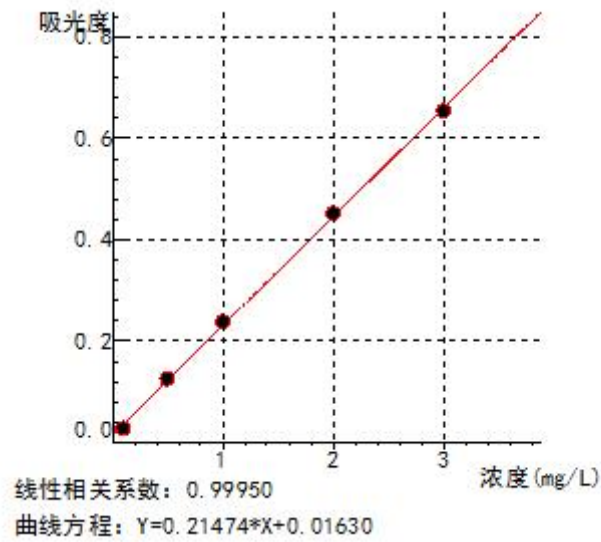
#### Ti 标准曲线



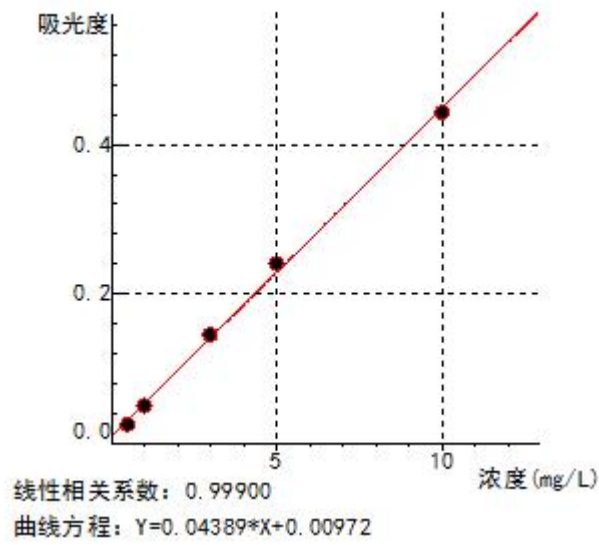
### K 标准曲线



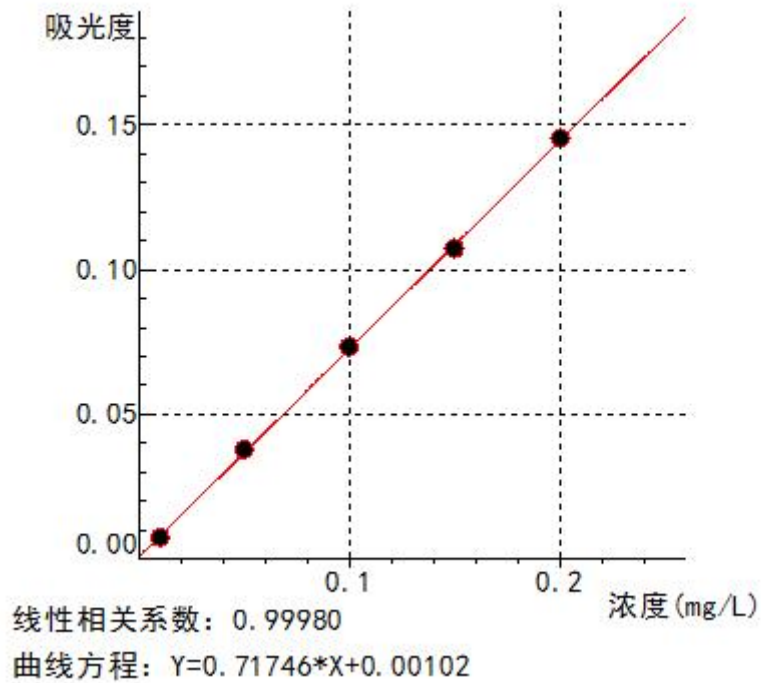
### Na 标准曲线



### Ca 标准曲线

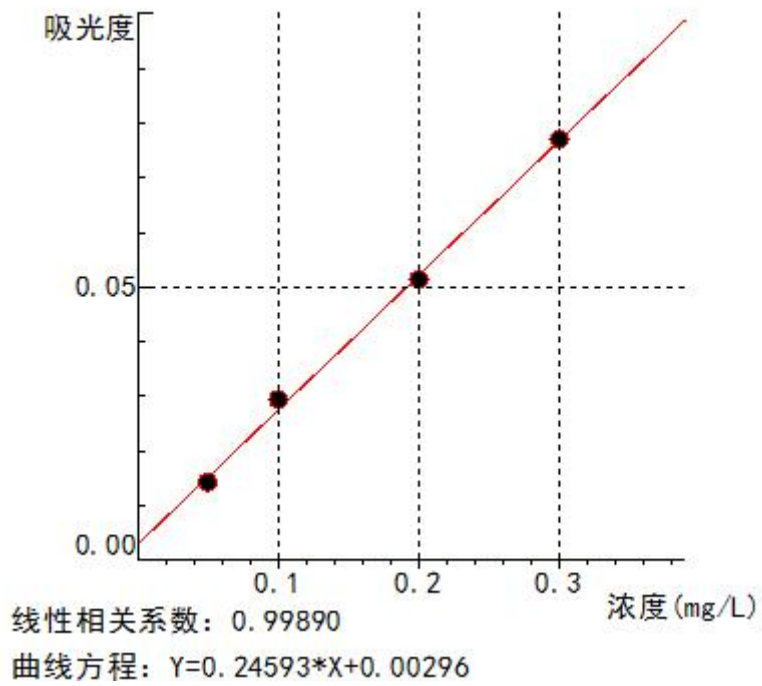


### Mg 标准曲线

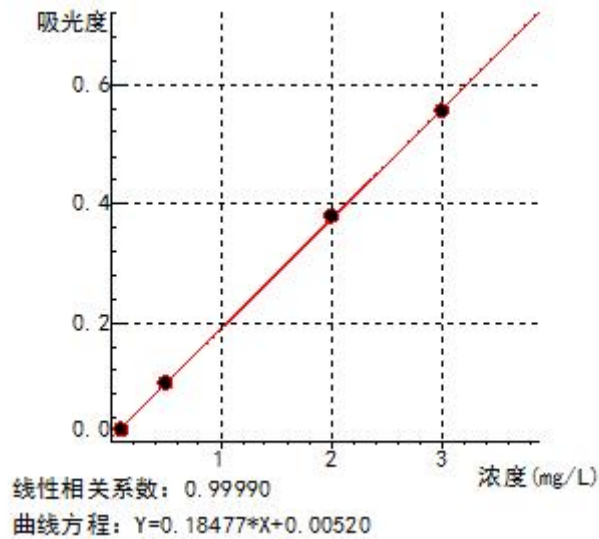




### Zn 标准曲线



### Mn 标准曲线





## 样品测定

将处理过的样品，依次上机测试，测试结果如下：

单位：ppm

元素	元素含量	对应氧化物	换算成氧化物含量
<b>Al</b>	2181.9325	<b>Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b>	4119.81
<b>Ti</b>	413.3285	<b>TiO<sub>2</sub></b>	689.16
<b>K</b>	221.99	<b>K<sub>2</sub>O</b>	268.08
<b>Na</b>	213.335	<b>Na<sub>2</sub>O</b>	287.45
<b>Ca</b>	3656.835	<b>CaO</b>	5116.63
<b>Mg</b>	14632.765	<b>MgO</b>	24264.92
<b>Zn</b>	75.48	<b>ZnO</b>	93.95
<b>Mn</b>	957.5	<b>MnO<sub>2</sub></b>	1515.20

## 实验总结

本文利用东西分析 AA-7050 原子吸收分光光度计建立原子吸收法测定铁粉中 Al、Ti、K、Na、Ca、Mg、Zn 及 Mn 等元素含量的分析方法。在实验中我们不仅考察了样品前处理方法，同时还在检测过程中考察了是否需要基体分离、

是否需要做基体匹配等来消除元素干扰。最后实验结果表明，在同一试液中，无需分离、无需基体匹配，直接稀释测定即可上机测试。该方法具有操作简单、分析方便、结果准确等优点，可以满足如产品质量控制检测需求，供相关人员参考。