品分布较宽,曲线扁平;而老化后分子量大幅度下降,说明样品受大气因素影响产生严重的断链现象,形成小分子,分布峰增高,曲线剧烈地移向低分子量侧。

结 语

综合以上各项试验结果,我们认为有机玻璃在大气老化中受光照的影响最大。在光、热等大气因素作用下主要是降解过程,因此,有机玻璃在贮存和使用时应尽量避免光照,今后有必要进行有机玻璃防光老化的研究。

样品在大气曝露后表面层分子量有极明显的老化降解现象,尤其向阳面更迅速。在老化试验中,由于抗张强度、伸长率等物理机械性能测试是采用整条样品,对老化情况反映很慢,且规律性差,而分子量测试可采用向阳面薄层作样品,因而成为反映老化情况极

为灵敏的指标,规律性较好。今后可以从分子量角度来评价老化的情况,尤其适用于快速筛选配方。

本试验采用董履和函数近似法处理分级数据,较之历来应用的 Schulz-Dinlinger 习惯法有很多优点,既考虑到各级份分子量分布的交迭影响,得以校正,使所求分布曲线精确性提高,又可减少许多分级测定的工作量,缩短了实验时间。在本试验的初次应用中,所求分布结果是令人满意的。

参 考 文 献

- [1] Allan, R. S., 1961 *J. Phys. Chem.*, **65**, 967.
- [2] 钱人元、朱善农等, 1961 化学学报, **27**, No. 2, 147.
- [3] Utracki, L. and Turska, E., 1962 *J. Polymer Sci.*, **60**, No. 169, S1.
- [4] 应琦琮、钱人元, 1961 中国科学院高分子学术会议刊, 421.
- [5] 应琦琮、钱人元, 1963 高分子通讯, **5**, No. 2, 77.

原子吸收法测定岩石矿物中的锂、钠、钙、镁、锰、锶、铜、镍、锌、铬、铁

中国科学院地球化学研究所中心分析室

原子吸收分光光度法具有较好的选择性,较高的灵敏度。因此,这种方法自 1955 年^[1]引入分析化学之后,在岩石矿物的分析上很快地得到了广泛的应用^[2]。例如,样品经酸分解后,在氧化亚氮-乙炔和空气-乙炔火焰中,进行了 18 个元素的测定^[3];也有用偏硼酸锂熔样后,进行多项元素的测定^[4,5]等等。

在我们的工作中,使用了空气-乙炔火焰。火焰中元素原子间相互作用引起的干扰,采用在试样和标准中加入 SrCl_2 (对 Ca、

Mg)、 Na_2SO_4 ^[6] (对 Cr) 和 CaCl_2 (对 Sr) 来消除。同样简化了分析过程,缩短了分析时间,获得了比较满意的结果。

一、仪器装置和工作条件: 我们自己装配了原子吸收分光光度计 (见图 1), 由各被测元素的空心阴极灯、钠放电灯、80 毫米单缝燃烧器、UV-Vis 139 单色仪、E.M.I. 6256 B 光电倍增管 (波长范围 2,000 Å—6,800 Å) 和 FD-1 型测量放大器组成。

本文 1973 年 3 月 6 日收到。

图1 自装原子吸收分光光度计

仪器工作条件的选择, 主要考虑稳定性 实验, 证明下列条件较好, 见表1。
好、灵敏度高和干扰元素的影响小。 经反复 二、干扰及其消除: 原子吸收分光光度

表1 仪器的工作条件

条 件 \ 分析元素	Li	Na	Ca	Mg	Mn	Fe	Ni	Cu	Zn	Cr	Sr
波 长 (Å)	6707	5890	4227	2852	2795	2483	2320	3247	2139	3579	4607
灯 电 流 (毫安)	12		8	6	5	10	6	6	8	7	10
狭 缝 (毫米)	0.10	0.15	0.18	0.05	0.08	0.08	0.05	0.08	0.12	0.05	0.1
燃烧器高度 (毫米)	5	10	15	15	8	4	5	5	15	5	10
乙 炔 流 量 (升/分)	2.0	2.5	2.0	2.0	3.0	2.5	1.5	1.5	3.0	3.5	2.5
空 气 流 量 (升/分)	7.0	7.0	6.0	6.0	7.5	7.0	7.0	7.0	7.0	7.0	7.0

法有较好的选择性, 因此, 共存元素的干扰 钨、锰、铁、钴、镍、铜、银、锌、硼、铝、硅、
很少。大多数元素不需要分离, 或稍加处理 铅、铈、镧、钪、钆、铋等元素(为被测元素
就可直接测定。我们用 1,000ppm 的锂、钠、 的 100—500 倍)进行干扰试验, 结果表明(见
钾、铷、铯、镁、钙、锶、钡、钒、钛、铬、钼、 表2):

表2 几种共存元素的干扰及其消除

共存元素	加入形式	以氧化物计 算的加入量 (ppm)	10ppmCaO 的 回 收		2ppmMgO 的 回 收		5ppmSrO 的 回 收		10ppmCr ₂ O ₃ 的 回 收	
			不 加 Sr	加 1% SrCl ₂	不 加 Sr	加 1% SrCl ₂	不 加 Ca	加 2% CaCl ₂	不 加 Na ₂ SO ₄	加 1% Na ₂ SO ₄
Al	AlCl ₃	1000	5.50	9.91	1.66	2.00	1.5	5.0	8.8	10.0
Fe	FeCl ₃	1000	9.26	9.10	2.11	2.00	4.7	5.0	7.4	10.3
Mn	MnCl ₂	1000	7.90	10.0	2.00	2.00	4.0	5.0	10.0	10.3
Ti	TiCl ₄	1000	0.30	10.0	1.83	2.00	0.4	5.0	10.0	10.0
Mg	MgCl ₂	1000	10.0	10.0			5.6	5.0	7.4	4.4
Sr	SrCl ₂	1000							6.8	10.0
Si	Na ₂ SiO ₃	1000	3.00*	10.0*	1.20	2.00	0.3	5.0	10.0	10.0
P	KH ₂ PO ₄	1000	8.90	9.70	2.12	1.98	4.9	5.0		
V	NH ₄ VO ₃	1000	4.27*	8.96*	2.00	2.00	1.5	5.0	6.5	10.0
Mo	Na ₂ MoO ₄	1000	8.70	10.0	2.00	2.00	5.0	5.0	8.5	10.3
Zr	ZrOSO ₄	1000	0.47	7.50	1.49	2.00			6.8	10.0
Ce	Ce(NO ₃) ₃	500	8.55	8.96	2.00	2.00	4.6**	5.0**	9.7	10.0
Ba	BaCl ₂	1000	11.3	10.0	2.04	1.98	5.8	5.0	7.1	10.0
La	La(NO ₃) ₃	1000	10.0	10.0	2.00	2.00	5.5	5.0	6.2***	10.3***
W	Na ₂ WO ₄	1000					3.0	5.0	9.1	10.3
Ni	Ni(NO ₃) ₂	1000	10.0	10.0	2.00	2.00	5.0	5.0	2.1	10.0
Pb	PbCl ₂	1000	10.0	10.0	2.00	2.00	4.7	5.0	2.2	10.3

* 干扰元素加入 500ppm.

** 干扰元素加入 1000ppm.

*** 干扰元素加入 200ppm.

(1) 上述元素对锂、钠、锰、铁、镍、铜、锌的测定无影响。

(2) 干扰钙、镁测定的元素主要有铝、钛、钒、硅、磷、锆、铁、锰等,在试样和标准中加入 1% SrCl_2 (最后浓度),即可消除干扰。

(3) 干扰铬的测定的元素有镁、镍、铅、锑、钡、镧、钼、钒、铁、钼、钴、铜、铝、铋等。我们采用 Na_2O_2 熔样以除去大量镁,并加入 1% Na_2SO_4 (最后浓度)来消除干扰。

(4) 干扰锶测定的元素有钛、钒、钨、硅、铝、铁等,在试样和标准中加入 2% CaCl_2 (最后浓度)来消除干扰。

我们对各种无机酸的影响也作了详细实验。结果证明,虽然各种酸对不同的元素的测定各有不同程度的影响,但只要控制试样与标准的酸浓度基本一致,即可消除干扰。

三、分析步骤和结果:以常规方法制备各元素的标准溶液。钙、镁标准每份内含 1% SrCl_2 ; Cr_2O_3 标准每份内含 3% Na_2SO_4 ; SrO 标准每份内含 2% CaCl_2 。

根据元素含量称取约 0.1—0.5g 试样,以 HF-HClO_4 溶解,除去 HF ,加入适量 HCl ,洗入 100 毫升容量瓶。酸度与标准基本一致。按照表 1 所列工作条件直接测定锂、钠、铁、锰、铜、镍、锌试样和标准的吸收度。制作标准曲线,并查出各份试样中所测元素的含量。

对 Ca 、 Mg :分取上述试液 5 毫升于 10 毫升容量瓶中,加 25% 的 SrCl_2 溶液 0.4 毫升。稀释到刻度,进行测定。

对测 Cr 样品:采用 Na_2O_2 熔样,水取,过滤。用 H_2SO_4 酸化到微酸性后,进行测定。

对测 Sr 试样:用 Na_2CO_3 熔样,用 HNO_3 取出后,加入 CaCl_2 至 2%,进行测定。

表 3 试样的分析

样 品	分析项目	原子吸收测定结果 (%)	相对误差 (%)	其它方法的平均结果 (%)
S-1 花 岗 岩 (保管样)	Na_2O	3.26	3.4	3.40
	CaO	1.28	0.6	1.30
	MgO	0.440	0.3	0.384
	MnO	0.052	6.5	0.051
	Fe_2O_3	2.14	2.1	2.16
WI-3 方解石 重晶石石英脉	SrO	2.98	1.7	
L ₁ -38-2 钒钛磁铁矿	CuO	0.118	2.4	0.123
	NiO	0.153	2.6	0.143
Da3745 沉积岩	ZnO	0.086	1.1	0.090
S-2 超基性岩 (保管样)	Cr_2O_3	0.330	2.7	0.340

表 3 中列出了用本方法测定的一些元素的结果,同其它方法作了比较。每个试样经 10—20 次测定,结果证明有很好的精密度。

参 考 文 献

- [1] Walsh, A., 1955 *Spectrochim. Acta.*, 7, 108.
- [2] Angino, Ernest E., Billings, Gale K., 1967 *Methods in Geochemistry and Geophysics*, 7.
- [3] Buckley, D. E., Cranston, R. E., 1971 *Chem. Geol.*, 7 (4), 273—284.
- [4] Boar, P. L., Ingram, L. K., 1970 *Analyst*, 95, 1127.
- [5] Suhr, N. H., Ingamells, C. O., 1966 *Anal. Chem.*, 38, 730.
- [6] Hurlbut, J. A., Chriswell, C. D., 1971 *Anal. Chem.*, 43 (3), 465—466.