

原子吸收光谱法测定硫化胶中水溶性锌

艾丹阳, 脱锐, 张岩, 孙静

(沈阳第四橡胶厂, 辽宁 沈阳 110021)

摘要: 提出用原子吸收分光光度计测定硫化胶中水溶性锌含量的方法。试验结果表明, 原子吸收光谱法测定硫化胶中水溶性锌的适宜条件为: 波长 213.9 nm , 空气流速 $3.14\text{ L}\cdot\text{min}^{-1}$, 乙炔流速 $1.7\text{ L}\cdot\text{min}^{-1}$, 燃烧器高度 3 mm 。方法灵敏度为 $0.02\text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ (锌吸收率为 1% 时), 相对误差为 $\pm 3.54\%$, 标准偏差不大于 0.033 。

关键词: 硫化胶; 水溶性锌含量; 原子吸收光谱法

中图分类号: T Q330.1; O657.31 文献标识码: B 文章编号: 1000-890X(2001)04-0233-02

橡胶中水溶性金属离子含量超标会对人体造成危害。橡胶中微量锌离子的检测, 国内外还没有相关报道。我厂用原子吸收光谱法对硫化胶浸于水中所溶出微量锌的定量测定进行了较为系统的研究, 并制定出有效的测定方法。

1 实验

1.1 试验仪器

WYX-406型原子吸收分光光度计, 沈阳分析仪器厂产品。

1.2 试剂

(1) $1\text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$ 锌标准溶液: 准确称取 1.0000 g 纯度为 99.999% 的金属锌(或 1.2500 g 氧化锌)置于 100 mL 烧杯中, 加入 20 mL 的 $1:1$ (体积比)硝酸溶液使其溶解, 移入 1000 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

(2) $10\text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ 锌标准溶液: 准确吸取 10.00 mL 的 $1\text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$ 的锌标准溶液于 1000 mL 容量中, 加 20 mL 的 $1:1$ (体积比)硝酸溶液调节溶液酸度, 并用水稀释至刻度, 充分混合均匀。此溶液应在使用当天配制。

1.3 试验步骤

(1) 试样制备

将硫化胶片剪成约 $1\text{ cm}\times 1\text{ cm}$ 的块状(至

少 25 块), 放入磨口瓶中, 按试样与水 $1\text{ cm}^2:20\text{ mL}$ 的比例加入自来水, 常温浸泡至少 24 h , 此溶液为待测试样溶液(同时取自来水作为空白溶液)。

(2) 测定条件

灯电流 4 mA ; 电压(负压) 300 V ; 波长 213.9 nm ; 狭缝宽度 0.2 nm ; 燃烧器高度 3 mm ; 空气流速 $3.14\text{ L}\cdot\text{min}^{-1}$; 空气压力 196 kPa ; 乙炔流速 $1.7\text{ L}\cdot\text{min}^{-1}$ 。

(3) 标准曲线绘制

准确吸取 $10\text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ 的锌标准溶液 $0, 2.00, 4.00, 6.00, 8.00$ 和 10.00 mL 分别注入 6 个 100 mL 容量瓶中, 各加 2 mL 的 $1:1$ (体积比)的硝酸溶液, 加水至刻度, 摇匀。此标准溶液中每升分别含锌 $0, 0.20, 0.40, 0.60, 0.80$ 和 1.00 mg , 在所确定的测量条件下测定溶液吸光度并绘制吸光度-质量浓度标准曲线(见图1)。

(4) 试样测定

将制备好的试样溶液置于原子吸收分光光度计上, 在与标准溶液相同的测试条件下进行吸光度的测定, 同时测定空白溶液吸光度。

(5) 分析结果表述

试样溶液中锌的质量浓度 $C(\text{mg}\cdot\text{L}^{-1})$ 按下式计算:

$$C = C_1 - C_2$$

式中 C_1 ——标准曲线上查得的试样溶液中

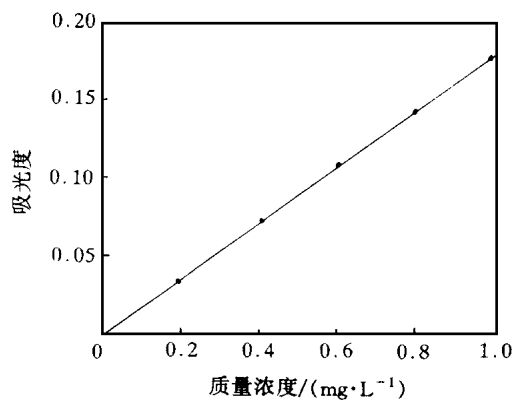


图 1 锌的吸光度-质量浓度标准曲线
锌的质量浓度, $\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$;
 C_2 ——标准曲线上查得的空白溶液中
锌的质量浓度, $\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$ 。

2 结果与讨论

2.1 燃烧器高度的选择

在其它条件不变的情况下, 改变燃烧器高

度, 测定锌质量浓度为 $0.4 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$ 的标准溶液的吸光度。当燃烧器高度为 0, 1, 2, 3, 4 和 5 mm 时, 溶液吸光度测定结果分别为 0.084, 0.090, 0.093, 0.102, 0.090 和 0.085。从以上结果可以看出, 燃头高度为 3 mm 时溶液的吸光度最大, 此时元素灯光斑在距燃烧器上表面 3~5 mm 处通过。

2.2 酸度控制

研究了溶液酸度对锌含量测定结果的影响。当 1:1(体积比)的硝酸溶液加入量分别为 0, 1, 2, 3 和 4 mL 时, $0.6 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$ 锌标准溶液的吸光度测定结果分别为 0.100, 0.107, 0.113, 0.110 和 0.105。以上结果说明, 1:1 硝酸溶液加入量为 2 mL 时测定的灵敏度最高。

2.3 实际样品分析

用所确定的方法进行不同硫化胶中锌含量的测定, 结果见表 1。由表 1 可以看出, 方法的准确度和精密度较好。

表 1 实际样品分析结果

项 目	样品 1	样品 2	样品 3	样品 4	样品 5	样品 6
锌质量浓度测定值/ $(\text{mg} \cdot \text{L}^{-1})$	0.082 0	0.612 4	0.722 4	0.226 3	0.110 6	0.287 6
	0.084 0	0.657 4	0.675 4	0.217 3	0.104 6	0.288 8
平均值/ $(\text{mg} \cdot \text{L}^{-1})$	0.083 0	0.634 9	0.698 9	0.221 8	0.107 6	0.288 2
标准偏差	0.001 4	0.014	0.033	0.006 4	0.004 2	0.000 8
相对误差/%	± 1.20	± 3.54	± 3.36	± 2.03	± 2.79	± 0.21

3 结论

用本试验确定的方法进行硫化胶中水溶性锌含量的测定, 操作简便、快捷, 准确度高, 测量

灵敏度为 $0.02 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$ (锌吸收率为 1%时), 测定的相对误差为 $\pm 3.54\%$, 标准偏差不大于 0.033。

收稿日期: 2000-11-17

聚异戊二烯项目通过专家验收

中图分类号: TQ333.3 文献标识码: D

由青岛化工学院承担的国家“863”计划新材料领域“九五”项目——高反式-1, 4-聚异戊二烯(TPI)的合成和应用开发及工业化装备, 日前通过科技部组织的专家组验收。

该项目工艺流程简单, 投资少, 能耗和物耗低, 因而其生产成本可大幅降低, 价格可降至与通用橡胶相当的水平, 为这种材料的推广应用

创造了条件。

目前, 合成技术方面已经完成了 100 L 聚合釜级的模型工业试验, 为推向年生产能力 500~1 000 t 的工业试验装置做好了准备; 应用市场方面, 利用模试装置所合成的 TPI, 开发了医用材料和形状记忆功能材料等用途, 同时其在高速节能轮胎应用方面的试验也获得了很好的结果。

(摘自《中国化工报》, 2001-01-17)