

原子吸收光谱法测定橡胶中铜含量方法的改进

肖秀梅¹, 苏桂君¹, 李文东¹, 康力²

(1. 桦林轮胎股份有限公司 监测中心, 黑龙江 牡丹江 157032; 2 北京橡胶工业研究设计院, 北京 100039)

摘要: 对原子吸收光谱法测定橡胶中铜含量的方法进行了改进。主要包括: ①配制标准溶液用铜片纯度由 99.999% 以上改为 99.9%; ②溶解铜片用的硝酸溶液改为盐酸加过氧化氢溶液; ③扩大铜系列标准溶液的浓度范围; ④调整灰化温度; ⑤采用标准加入法。方法改进后操作更简便且准确性提高。

关键词: 橡胶; 铜含量; 原子吸收光谱法

中图分类号: T Q330.1; O 657.31 文献标识码: B 文章编号: 1000-890X (2001) 06-0375-02

NR 中以某种形式存在的铜对 NR 的氧化起催化作用。橡胶加工使用的配合剂中含有微量的铜, 它们对橡胶及橡胶制品的老化具有较强的催化作用。因此, 测定橡胶中的铜含量对生产过程的控制、产品的检验以及新产品的开发都具有一定的意义。

本工作对原子吸收光谱法测定铜含量的方法进行了改进, 使其更趋完善。

1 实验

1.1 原材料

NR, 马来西亚产品; 硫黄, 山西长治市化工厂产品; 氧化锌, 锦州葫芦岛锌厂产品; 硬脂酸, 山东华信油脂化工厂产品; 促进剂 M, 东北助剂厂产品; 白炭黑, 南吉化学工业有限公司产品; 中超耐磨炭黑, 鞍山市炭黑厂产品。

1.2 基本配方

配方 A: NR 100; 硫黄 3; 氧化锌 5; 硬脂酸 0.5; 促进剂 M 0.7; 中超耐磨炭黑 40, 合计 149.2。

配方 B: NR 100; 硫黄 3; 氧化锌 5; 硬脂酸 0.5; 促进剂 M 0.7; 白炭黑 40, 合计 149.2。

按照常规方法混炼得到 A 和 B 两种硫化胶。

1.3 操作步骤

基本操作步骤参见 GB 7043—86。

2 结果与讨论

2.1 标准溶液的配制

(1) 铜片纯度

原方法中规定配制标准溶液用铜片的纯度必须达到 99.999% 以上, 改进后采用纯度为 99.9% 的铜片。使用两种不同纯度的铜片配制标准溶液, 各取不同体积的标准溶液进行铜含量的测定, 其结果如表 1 所示。由表 1 可以看出, 配制标准溶液用的铜片纯度降低后对测定结果的影响不大, 但是减轻了试验人员的操作难度。

表 1 不同纯度铜片配制的标准溶液的测定结果 $\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$

加入铜标准溶液的体积/ mL	溶液 1	溶液 2
0.5	0.079	0.078
1.0	0.160	0.161
2.0	0.313	0.315
5.0	0.724	0.729

注: 溶液 1—使用纯度为 99.999% 的铜片配制而成的标准溶液; 溶液 2—使用纯度为 99.9% 的铜片配制而成的标准溶液。

作者简介: 肖秀梅(1968—)女, 山东乐陵人, 桦林轮胎股份有限公司工程师, 学士, 主要从事轮胎生产用原材料的分析检验工作。

(2)溶解方法

原方法采用硝酸溶液溶解铜片,改进后采用盐酸加过氧化氢溶液进行溶解。用硝酸溶液溶解铜片测得胶料A和B中铜含量分别为 2.93 和 3.38 $\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1}$,用盐酸加过氧化氢溶液溶解铜片测得胶料 A 和 B 中铜含量分别为 2.99 和 3.41 $\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1}$ 。由此可见,两种溶解方法测定结果基本相同,而使用盐酸加过氧化氢溶液能够使标准溶液和试液体系保持一致。操作时过氧化氢溶液应分次加入,以防止溶液飞溅。

(3)浓度范围

将原来的铜系列标准溶液 0, 2, 4, 6, 8 和 10 $\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$ 改为 0, 5, 10, 20 和 50 $\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$ 的铜标准系列溶液。这样有利于测定不同铜含量的样品,扩大了测量范围,方便了操作人员的使用,同时便于标准加入法的应用。

2.2 灰化温度

灰化温度的选择十分关键,试样灰化是否完全直接影响最终的测定结果。原灰化温度为 $(550 \pm 25)^\circ\text{C}$,对处理一般胶料是可行的,但如果胶料中含有大量炭黑,在此温度下需要灰化很长时间,使试验时间大大延长。为此,改为在灰化这类胶料时,先在 550°C 温度下灼烧一段时间后,再升至 800°C 灰化完全。这样可以缩短试验周期。

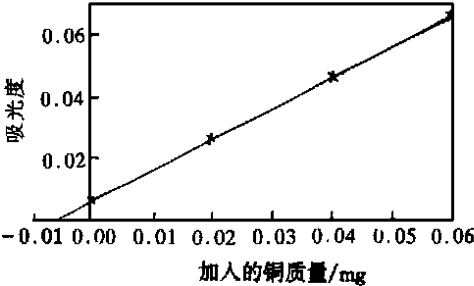
2.3 盐酸的浓度

试样溶液只要保证盐酸浓度在一定范围内,对铜含量的测定结果影响不大。试样溶液酸度过大会使测定灵敏度下降,测定结果偏低,且酸度过大对仪器也有腐蚀作用。由于铜在酸性溶液中稳定,不存在水解问题,因此可适当降低试样溶液的酸度,即试样溶解完全后可用蒸馏水直接稀释。

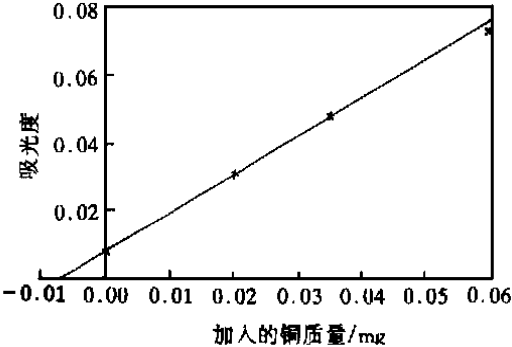
2.4 标准加入法

标准加入法是指在几个相同体积的试样溶液中加入不同体积的标准溶液,测定其吸光度。然后绘制吸光度-浓度曲线,延长曲线至与 X

轴相交(吸光度为 0 时),在与 X 轴相交点处读出试液中的铜含量。标准加入法的应用可提高铜含量较低样品试验结果的可靠性。取两种胶料的试液 4 份各 10 mL 于 100 mL 容量瓶中,分别加入 $10 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$ 的铜标准溶液 0, 2, 4 和 6 mL,制得标准加入法曲线见图 1。普通方法和标准加入法所测胶料 1 中铜含量分别为 3.00 和 3.25 $\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1}$,胶料 2 中铜含量分别为 3.74 和 3.75 $\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1}$ 。由此可见,标准加入法检测灵敏度更高。



(a)胶料 A



(b)胶料 B

图 1 标准加入法曲线图

3 结语

通过对配制标准溶液用铜片纯度、酸溶液、标准溶液浓度范围、灰化温度和试样溶液酸度的调整以及标准加入法的应用,使原子吸收光谱法测定橡胶中铜含量的方法更加完善,操作简化且结果准确性提高。

收稿日期: 2001-01-19