

原子吸收光谱法测定促进剂ZDBC中锌含量

岳敏¹, 李亚静²

(1. 北京橡胶工业研究设计院, 北京 100143; 2. 济源职业技术学院基础部, 河南 济源 459000)

摘要: 采用空气-乙炔火焰原子吸收光谱法测定橡胶硫化促进剂ZDBC中的锌含量, 并与传统的灼烧法对比。结果表明: 用原子吸收光谱法测试促进剂ZDBC中锌含量具有灵敏、准确、快速、简单的特点, 测定锌的浓度线性范围为0~3 $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$, 检出限为0.037 $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 。

关键词: 原子吸收光谱法; 促进剂ZDBC; 灼烧法; 锌含量

橡胶硫化促进剂ZDBC(又称促进剂BZ), 化学名称为二正丁基二硫代氨基甲酸锌, 分子式 $\text{C}_{18}\text{H}_{36}\text{N}_2\text{S}_4\text{Zn}$ 。作为二硫代氨基甲酸锌盐的代表产品, 促进剂ZDBC是天然橡胶和合成橡胶的超促进剂, 也可以作为胶乳的通用促进剂, 对噻唑类和次磺酰胺类促进剂还能起到活性剂作用, 并可以改善胶料的耐老化性能。锌含量是促进剂ZDBC最重要的指标之一, 目前促进剂ZDBC还没有检测标准, 本工作采用原子吸收光谱法测定促进剂ZDBC中的锌含量。

1 实验

1.1 试剂

促进剂ZDBC, 工业品; 实验用水, 二级水; 锌标准溶液(浓度1000 $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$), 国家标准物质研究中心产品; 盐酸/水(体积比1/1)溶液、硝酸/水(体积比1/1)溶液、硫酸/水(体积比1/1)溶液, 自制。

锌标准溶液(50 $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$): 吸取5 mL浓度1000 $\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$ 锌标准溶液置于100 mL容量瓶中, 加入2 mL盐酸, 摇匀后定容。

1.2 主要仪器

Avanta PM型原子分光光度计, 澳大利亚GBC公司产品; 锌空心阴极灯, 北京有色金属研究总院产品; MTL-AL104天平, 精度0.0001 g, 梅特勒-托利多仪器有限公司产品。

1.3 试验方法

1.3.1 试样制备

称取4份约0.1 g的试样(促进剂ZDBC), 分别标记为1[#]~4[#]试样; 称取约3 g的试样, 标记为5[#]试样。将1[#], 2[#]和3[#]试样置于150 mL烧杯中, 用少量水润湿, 再分别加入10 mL硫酸、10 mL盐酸和10 mL硝酸, 在电炉上微热, 完全溶解后过滤。再将4[#]试样置于30 mL坩锅中, 在电炉上加热1 h后, 放入马弗炉中, 在550 $^{\circ}\text{C}$ 下灼烧2 h, 取出后加入10 mL盐酸, 加热溶解后过滤。将1[#]~4[#]试样溶液分别移入100 mL容量瓶中, 用2%盐酸摇匀, 定容, 制得样品溶液。在同样的条件下制备空白试样。采用原子吸收光谱法测算锌含量。

将5[#]试样置于30 mL坩锅中, 在电炉上加热1 h后, 放入马弗炉中, 在550 $^{\circ}\text{C}$ 下灼烧至恒质量, 采用灼烧法计算锌含量。

1.3.2 锌标准溶液的配制

吸取50 $\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$ 锌标准溶液各0, 1, 2, 4, 6 mL, 分别置于100 mL容量瓶中, 并用2%盐酸定容。锌标准溶液浓度分别为0, 0.5, 1, 2, 3 $\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$ 。

1.3.3 原子吸收光谱测定

用火焰原子吸收光谱法测定锌标准溶液和稀释后试样溶液的锌含量。火焰原子吸收光谱法测锌元素的优化条件为: 分析线波长213.9 nm, 狭缝宽度0.5 mm, 灯电流4 mA, 乙炔流速1.0 $\text{L} \cdot \text{min}^{-1}$, 空气

流速 $10\text{ L}\cdot\text{min}^{-1}$ 。每种溶液测定3次,取平均值,在相同条件下,以 $0\text{ }\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ 溶液作校准空白。

1.4 结果计算

1.4.1 原子吸收光谱法

采用原子吸收光谱法,试样中锌含量计算公式^[1]如下。

$$Z = \frac{C \times V \times 10^{-6}}{m} \times N \times 100 \quad (1)$$

式中: Z , 试样中锌含量(%); C , 溶液中锌浓度($\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$); V , 容量瓶中的溶液体积(mL); m , 试样质量(g); N , 稀释倍数。

1.4.2 灼烧法

采用灼烧法试样中锌含量计算公式^[2]如下。

$$Z = \frac{(m_2 - m_1) \times 65.39}{m_0 \times 81.39} \times 100 \quad (2)$$

式中: m_0 , 试样质量(g); m_1 , 灼烧前的坩埚质量(g); m_2 , 灼烧后的坩埚质量(g)。

2 结果与讨论

2.1 标准曲线

锌溶液标准曲线见图1。原子吸收光谱法的锌

浓度线性范围为 $0\sim 3\text{ }\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$, 检出限为 $0.037\text{ }\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ 。

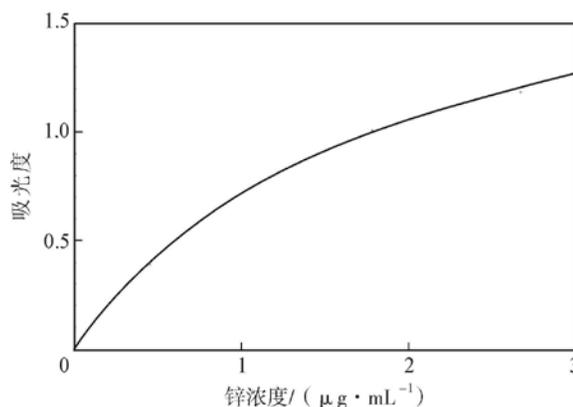


图1 锌溶液标准曲线

2.2 测试结果

1[#]试样加入硫酸后呈粘稠状,无法测定,2[#]~4[#]试样溶液在优化条件下采用原子吸收光谱法测定,5[#]试样采用灼烧法测定,测试结果见表1。

从表1可以看出:采用原子吸收光谱法时,用硝酸和盐酸溶解,或灼烧后再用盐酸溶解,对试样锌含量测定结果影响不大;采用灼烧法时,灼烧时间较长,测定步骤相对较繁琐,测试值略小。

表1 原子吸收光谱法和灼烧法测定的促进剂ZDBC中锌含量

试样	测试方法	处理方式	锌含量/%	相对标准偏差(RSD)/%
1 [#] 试样	原子吸收光谱法	硫酸溶解	-	非透明溶液,无法测定
2 [#] 试样	原子吸收光谱法	盐酸溶解	14.30	1.26
3 [#] 试样	原子吸收光谱法	硝酸溶解	14.27	0.83
4 [#] 试样	原子吸收光谱法	灼烧后用盐酸溶解	14.32	1.21
5 [#] 试样	灼烧法	灼烧	14.25	-

注:2[#]~4[#]试样锌含量为连续3次平行测试值的平均值。

3 结论

采用火焰原子吸收光谱法测定促进剂ZDBC中锌含量,该方法的锌浓度线性范围为 $0\sim 3\text{ }\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$,检出限为 $0.037\text{ }\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ 。试样直接用硝酸或盐酸溶解,或灼烧后再用盐酸溶解,对试样锌含量测定结果影响不大。与灼烧法相比,火焰原

子吸收光谱法更灵敏、准确、快速、简单。

参考文献:

- [1] GB/T 9723—2007, 化学试剂 火焰原子吸收光谱法通则[S].
- [2] 苏丽丽. 橡胶硫化促进剂ZDBC中锌含量的测定[J]. 山西化工, 2006, 26(6): 40-41.

Determination of Zinc Content in Accelerator ZDBC by Atomic Absorption Spectrometry

Yue Min¹, Li Yajing²

(1. Beijing Research and Design Institute of Rubber Industry, Beijing 100143, China;

2. Department of Basic Courses, Jiyuan Vocational and Technical College, Jiyuan 459000, China)

Abstract: The zinc content of accelerator ZDBC was analyzed by atomic absorption spectrometry with an air-acetylene flame and the method was compared with the traditional burning method. The experimental results showed that the atomic absorption spectrometry was a very sensitive, accurate, fast and simple method. This method had a linear detection range of zinc concentration of $0 \sim 3 \mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ and a detection limit of $0.037 \mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$.

Keywords: atomic absorption spectrometry; accelerator ZDBC; burning method; zinc content



信息·资讯

2017年全球热塑性弹性体需求量将达到580万t

受热塑性弹性体(TPE)技术持续创新的推动, TPE将进一步取代传统弹性体和热塑性塑料。汽车轻量化以及全球范围内汽车燃油经济性标准越来越严格是推动TPE需求量增长的主要因素之一。发达地区如北美和西欧经济前景乐观和新兴市场需求量不断增长将拉动TPE的消费。预计未来4年全球TPE需求量将以年均5.5%

的速度持续增长, 到2017年将增至580万t。其中, 亚太地区继续作为最大的TPE市场, 其TPE需求量将以高于平均增速的速度继续增长, 到2017年亚太地区TPE需求量在全球TPE需求量中所占的份额将接近1/2。在TPE品种上, 苯乙烯类嵌段共聚物(SBC)仍将占据主导地位。

崔小明

焦作龙星化工公司拟建3.5万t软质炭黑装置

焦作龙星化工有限责任公司(龙星化工股份有限公司的全资子公司)计划投资1.18亿元, 建设年产3.5万t软质炭黑生产线及配套设施, 项目预计于2014年第三季度建成。达产后, 焦作龙星化工公司每年将新增净利润约1900万元, 主体

投资回收期约6年。据了解, 龙星化工公司焦作基地的规划总年产能为14万t, 包括3条3.5万t硬质炭黑生产线、1条3.5万t软质炭黑生产线及配套尾气发电装置。2012年7月该基地已经建成2条3.5万t硬质炭黑生产线及尾气发电装置。

顾安