

原子吸收法测定氧化锌中金属杂质含量

董文武, 乐苏苏, 涂永杰

[上海轮胎橡胶(集团)股份有限公司 双钱载重轮胎公司, 上海 200245]

摘要:研究原子吸收法测定氧化锌中金属杂质含量,并与化学分析法测定结果进行对比。结果表明,与化学分析法相比,原子吸收法干扰因素少,测定结果准确性高,重复性好,各金属杂质含量测定结果的相对标准偏差小于6%,并可缩短测定时间。

关键词:原子吸收法;氧化锌;金属杂质;含量

中图分类号:TQ330.38;O433.5+1 **文献标识码:**B **文章编号:**1006-8171(2006)06-0372-02

胶料中金属杂质含量过高对轮胎,特别是子午线轮胎的耐老化性能和使用寿命会产生不利影响^[1]。胶料中金属杂质主要由配方中的无机组分带入,氧化锌中即含有 Pb^{2+} , Cd^{2+} , Cu^{2+} 和 Mn^{2+} 等金属离子。因此,进行氧化锌中金属杂质含量测定是控制胶料质量的有效手段之一。氧化锌中金属杂质含量测定多采用化学分析法,但其影响因素多、用时长、准确性不令人满意。本工作研究原子吸收法测定氧化锌中的金属杂质含量,并与化学分析法测定结果进行对比。

1 实验

1.1 样品

氧化锌,国内某厂家产品。

1.2 试验仪器

AA-200型原子吸收光谱仪,美国PE公司产品。

1.3 测定原理

原子吸收光谱分析是基于物质所产生的原子蒸汽特征谱线(通常是待测元素的特征谱线)。例如测定铜离子含量,先将试样溶液喷射成雾状进入燃烧火焰中,含铜盐的雾滴在火焰温度下挥发并离解成铜原子蒸汽,再用铜空心阴极灯作光源,它可发射出波长为 324.8 nm 的铜特征谱线,当一定厚度的铜原子蒸汽通过时,部分光被蒸汽中

基态铜原子吸收而减弱。通过单色器和检测器测定铜特征谱线光的减弱程度,即测定出吸光度,按照比尔定律:

$$A = KC$$

求出铜含量^[2],其中, A 为吸光度, C 为待测离子的浓度, K 在一定试验条件下是一个常数。

化学分析法测定按 GB/T 3185—1992 操作。

1.4 试样溶液制备方法

称取 0.2~10.0 g(精确至 0.1 mg)试样于 150 mL 烧杯中,用少量水湿润,加适量 1:1(体积比)的盐酸,在电炉上将溶液加热至沸腾,然后小心加入 1~2 mL 的浓硝酸,继续加热一会儿(不超过 5 min),冷却并转移至 250 mL 的容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。同时做空白试验。

2 结果与讨论

2.1 两种方法测定结果对比

分别采用原子吸收法和化学分析法测定氧化锌中金属杂质含量,结果见表 1。由表 1 可见,与化学分析法相比,原子吸收法测定结果的精确度明显提高。

这是由于化学分析法测定结果的影响因素较多,溶液酸度调节、洗涤、滴定等操作都对测定结果有一定影响,且滴定法本身不适于微量元素测定。原子吸收法测定时,由于空心阴极灯一般不发射邻近波长的谱线,其它谱线的干扰较小,因此选择性高。原子吸收法测定结果的影响因素只有电流,工作电流增大,可增大发射强度,但过大

表 1 两种方法测定氧化锌中金属杂质质量分数×10⁶

元素(波长/nm)	原子吸收法	化学分析法
Cu(324.75)	0.079	<1.0
Mn(279.48)	0.044	<1.0
Pb(283.31)	2.669	<30.0
Cd(228.8)	0.901	<10.0

会使阴极溅射增强,产生密度较大的电子云,发生自蚀现象,放电不正常,使光强度不稳定。如果工作电流过低,会使灯强度减弱,导致稳定性和信噪比下降。因此试验时选择适当的灯电流,使仪器处在最佳的工作条件下,就能得到准确的测定结果。

2.2 原子吸收法测定的重复性

原子吸收法重复性试验结果见表 2。由表 2 可见,原子吸收法的重复性较好,相对标准偏差小于 6%。

3 结语

与传统的化学分析法相比,原子吸收法测定氧化锌中金属杂质含量在准确性方面有很大提

表 2 原子吸收法重复性试验结果

项 目	Cu	Mn	Pb	Cd
质量分数测定值×10 ⁶				
1	0.071	0.050	2.800	0.920
2	0.072	0.055	2.700	0.912
3	0.065	0.049	2.900	0.930
4	0.078	0.052	2.750	0.906
5	0.069	0.053	2.840	0.926
6	0.070	0.051	2.752	0.918
7	0.073	0.056	2.763	0.924
质量分数测定均值×10 ⁶	0.071	0.052	2.79	0.919
相对标准偏差/%	5.6	4.9	2.4	0.9

高,各金属杂质含量测定结果的相对标准偏差均小于 6%,且操作简便,测定速度快,可多种金属同时测定,并减少了环境污染。

参考文献:

[1] 杨清芝. 现代橡胶工艺学[M]. 北京:中国石化出版社,1997. 303-313.
[2] 邓 勃. 分析仪器与仪器分析概论[M]. 北京:化学工业出版社,2005.

收稿日期:2006-01-17

子午线轮胎氮气硫化新技术和轮胎氮气硫化变压吸附法供氮系统项目通过鉴定

中图分类号:TQ336.1;TQ330.6⁺7 文献标识码:D

2006 年 4 月 30 日,北京合众创业技术有限公司开发的子午线轮胎氮气硫化新技术和轮胎氮气硫化变压吸附法供氮系统项目在北京通过中国石油和化学工业协会组织的鉴定。

子午线轮胎氮气硫化新技术项目是用蒸汽和氮气硫化工艺取代蒸汽和过热水硫化工艺。鉴定认为,采用该项目技术和设备有利于提高硫化效率、节约能源、降低生产成本和提高子午线轮胎产品质量;该项目技术和设备完整、成熟,创新性强,达到国际先进水平。

轮胎氮气硫化变压吸附法供氮系统项目研制了专用于轮胎氮气硫化的 PSA-400-9999 变压吸附法制氮装置,该装置所用空气与所产氮气体积比为 4.8:1,所产氮气纯度为 99.99%,流量为 400 Nm³·h⁻¹,是目前国内最大的氮气硫化制氮设备。鉴定认为,该装置技术达到国际同类设备先进水平。

这两项技术除可用于子午线轮胎生产外,还

可用于其它橡胶制品的生产,推广应用前景广阔。
(北京合众创业技术有限公司 何树植供稿)

风神公司 45/65-45-46PR L-5 巨型无内胎工程机械轮胎研制成功

中图分类号:TQ336.1 文献标识码:D

近日,风神轮胎股份有限公司成功研制出 45/65-45-46PR L-5 巨型无内胎工程机械轮胎。

45/65-45-46PR L-5 巨型无内胎工程机械轮胎是目前国内规格和质量最大的轮胎,主要为 WA800 巨型装载机(主要在矿山、煤田等极度恶劣的环境中工作)配套。该轮胎采用超耐磨、超抗切割的胎面胶料配方,平滑、加厚的胎面结构,超加深花纹,1870dtex/2 锦纶 66 浸胶帘布以及多钢丝圈结构,具有胎体坚固耐用,承载能力大,抗切割、抗刺扎和耐磨性能优异的特点。

45/65-45-46PR L-5 巨型无内胎工程机械轮胎新胎充气后断面宽为(1 143±40) mm、外直径为(2 733±41) mm,在速度为 10 km·h⁻¹、气压为 525 kPa 时负荷能力为 43 750 kg。

(风神轮胎股份有限公司 何红卫供稿)