用原子吸收法连续测定钢丝帘线 镀层中的铜锌含量

胡艳清, 林 化, 苏桂君, 刘文平

(桦林轮胎股份有限公司 监测中心, 黑龙江 牡丹江 157032)

摘要: 采用原子吸收法对钢丝帘线镀层中的铜、锌含量进行连续测定。试验结果表明, 原子吸收法测定铜、锌含量的最佳条件为: 狭缝宽度 0.5 nm, 乙炔流速 0.9 L·min⁻¹, 空气流速 11 L·min⁻¹, 燃头高 5(刻度值), 波长分别为 324.7 和 213.9 nm, 灯电流分别为 3 和 6 mA。在此条件下常见的几种共存离子对测定几乎无干扰, 且测定结果标准偏差小。

关键词: 钢丝帘线; 铜、锌含量; 原子吸收法

中图分类号: T Q330.38⁺9; O657.31 文献标识码: B 文章编号: 1006-8171(2000)11-0674-03

钢丝帘线是子午线轮胎重要的骨架材料, 钢丝表面覆着铜锌镀层, 厚度为 0.08 ~ 0.40 μm, 铜、锌含量比在 2:1 左右, 它直接影响胶料与钢丝的粘合性能。测试铜、锌含量的传统方法是化学容量法, 此法操作复杂、精度低。本试验采用原子吸收光谱法对钢丝帘线镀层中的铜、锌含量进行连续测定。

1 实验

1.1 试验仪器

原子吸收分光光度计, 牌号 GBC908AA, 澳大利亚产品。

1.2 试验原理

钢丝帘线试样用退镀液将其镀层溶解, 铜、锌以离子状态进入溶液, 溶液经适当处理后, 以喷雾形式经过原子吸收仪的火焰时, 铜、锌离子吸收各自不同波长的光, 其含量与吸光度呈线性关系^[1], 即

$$A = kC$$

式中 A ——吸光度;

k ——比例系数;

C ——被测元素的质量浓度。

1.3 试验步骤

(1) 试样的制备

称取 2 g 钢丝帘线^{破股}用石油醚洗涤^{105 °C 烘干}加 1:2(体积比)的氨水溶液 5 mL, 过氧化氢 2 mL^{退镀}洗涤到烧杯中^{煮沸至浑浊}加浓盐酸 1 mL 溶解^{取 5 mL}定容至 100 mL^{再定容至 100 mL}。

(2) 铜、锌标准曲线的制作

准确称取 0.1 g(质量精确至 0.000 2 g)铜(质量分数为 0.999 9)和 0.624 4 g 基准氧化锌(质量精确至 0.000 2 g), 按试样的制备方法进行处理、稀释, 配制质量浓度分别为 1×10^{-6} , 2×10^{-6} , 3×10^{-6} , 4×10^{-6} 和 5×10^{-6} g·mL⁻¹ 的溶液各 100 mL, 以试剂空白为参比, 按铜、锌测定条件测定溶液吸光度, 并分别作出铜、锌的吸光度-质量浓度标准曲线。

(3) 试样的测定

将制备好的试样溶液置于原子吸收分光光度计上, 按规定测定铜、锌溶液的吸光度, 然后通过查找标准曲线得到铜、锌的质量浓度。

2 结果与讨论

2.1 试验条件的确定

(1) 铜、锌吸收波长的选择

因无次灵敏线及其它相近谱线的干扰, 故选择最灵敏线, 即铜、锌的吸收波长分别为 324. 7 和 213. 9 nm。同时在最灵敏线附近对铜、锌进行不同波长扫描测定(其它条件不变), 发现铜、锌溶液在 324. 7 和 213. 9 nm 波长的吸光度最大。

(2) 仪器灯电流的确定

不同强度的灯电流下吸光度的测定结果见表 1。由表 1 可以看出, 铜在 2 mA 灯电流下达到最大吸光度, 但吸光度不稳定, 锌在 6 mA 灯电流下吸光度达到最大值, 且结果稳定。从灵敏度和稳定性两方面考虑, 铜、锌测定适宜灯电流应分别为 3 和 6 mA。

表 1 灯电流对铜、锌溶液吸光度测定结果的影响

项 目	灯电流/mA					
	2	3	4	5	6	7
铜溶液吸光度	0. 490	0. 469	0. 447	0. 415	—	—
锌溶液吸光度	—	—	0. 249	0. 280	0. 491	0. 293

(3) 狭缝宽度的选择

增大狭缝宽度, 吸光度略有增大, 但过大会导致邻近波长谱线的干扰, 本试验所选择 0. 5 nm 的狭缝宽度完全可满足铜、锌测定。

(4) 乙炔、空气流量的确定

乙炔、空气流量对铜、锌溶液吸光度测定结果的影响见表 2 和 3(其它条件不变)。由表 2 和 3 可以看出, 乙炔、空气流量过小时, 吸光度偏低, 同时火焰不稳, 这是由于燃烧不充分, 原子化程度低; 乙炔、空气流量过大时, 吸光度也偏低, 这是由于原子浓度被乙炔和空气稀释所致。因此本试验乙炔、空气流量分别确定为 0. 9 和 11 L·min⁻¹。

(5) 燃头高度的确定

不同燃头高度有不同的火焰温度, 直接影响铜、锌元素的原子化及测定的灵敏度。燃头

表 2 乙炔流量对铜、锌溶液吸光度测定结果的影响

项 目	乙炔流量/(L·min ⁻¹)					
	0. 5	0. 7	0. 9	1. 0	1. 2	1. 6
铜溶液吸光度	0. 092	0. 266	0. 311	0. 307	0. 300	0. 269
锌溶液吸光度	0. 062	0. 196	0. 249	0. 235	0. 232	0. 228

表 3 空气流量对铜、锌溶液吸光度测定结果的影响

项 目	空气流量/(L·min ⁻¹)					
	5	10	11	12	13	15
铜溶液吸光度	0. 155	0. 290	0. 311	0. 295	0. 271	0. 258
锌溶液吸光度	0. 112	0. 213	0. 249	0. 220	0. 199	0. 182

高度对铜、锌溶液吸光度测定结果的影响见表 4(其它条件不变)。由表 4 可以看出, 燃头高度为 5(刻度值)时溶液的吸光度最大。

通过以上试验, 最后确定的铜、锌溶液吸光度的测定条件见表 5。

表 4 燃头高度对铜、锌溶液吸光度测定结果的影响

项 目	燃头高度*				
	3	4	5	6	7
铜溶液吸光度	0. 418	0. 440	0. 452	0. 433	0. 306
锌溶液吸光度	0. 160	0. 174	0. 183	0. 170	0. 122

注: * 仪器刻度值。

表 5 铜、锌溶液吸光度测定条件

测定条件	测定元素	
	铜	锌
波长/nm	324. 7	213. 9
灯电流/mA	3	6
狭缝宽度/nm	0. 5	0. 5
乙炔流速/(L·min ⁻¹)	0. 9	0. 9
空气流速/(L·min ⁻¹)	11	11
燃头高度/刻度值	5	5

2. 2 共存离子的影响

杂质离子的存在可能会产生干扰, 我们选择试剂、试样、水中几种可能存在且含量较大的离子按表 5 所确定的测定条件进行铜、锌含量的测定, 结果见表 6。由表 6 可以看出, 按所确

表 6 共存离子对铜、锌含量测定结果的影响

项 目	共存离子								
	K ⁺	Ca ²⁺	Na ⁺	Mg ²⁺	Al ³⁺	Pb ²⁺	Ni ²⁺	Fe ³⁺	Mn ²⁺
共存离子加入量/(μg·mL ⁻¹)	500	500	500	500	500	500	500	500	500
铜质量浓度/(μg·mL ⁻¹)	3. 00	3. 00	3. 00	2. 98	3. 00	2. 98	3. 00	2. 97	3. 00
锌质量浓度/(μg·mL ⁻¹)	3. 00	2. 99	3. 00	3. 00	3. 00	3. 00	2. 99	3. 00	2. 97

注: 铜、锌质量浓度理论值为 3. 00 μg·mL⁻¹。

定的条件进行铜、锌含量测定时,抗干扰能力很强,常见的几种离子几乎不发生干扰,测定结果的准确性得到了认证。

2.3 实际样品分析

在所确定的条件下进行实际样品分析,同时做回收试验,回收率为 99.9%~100.2%。分析结果见表 7。由表 7 可以看出,该条件下的测定结果平行性很好。

3 结语

在本试验所确定的原子吸收法测定条件下进行钢丝帘线镀层中铜、锌含量的连续测定,其它离子干扰性小,结果平行性好,可满足生产要求。

致谢: 本单位的沈世刚工程师对本文进行了指

表 7 实际样品分析结果

项 目	铜	锌
质量分数测定值	0.653 6	0.346 0
	0.653 3	0.346 4
	0.654 0	0.345 8
	0.653 4	0.346 0
	0.652 7	0.346 8
质量分数均值	0.653 4	0.346 2
标准偏差	0.05	0.04
变异系数/%	0.08	0.11

导和修改,在此表示感谢。

参考文献:

- [1] 杜乃林,边福国. 盐酸-氢化钾体系季胺盐(Tomacl)萃取光度法测定痕量铜的研究[J]. 分析测试学报, 1995(1): 50.

收稿日期: 2000-06-30

国内外简讯 10 则

△近日,中橡集团西北橡胶塑料研究设计院通过了 ISO 9001 和 QS 9000 体系认证,成为我国橡胶行业同时获得这两项国际质量体系认证的单位。

摘自《中国化工报》)

△山东圣奥化工股份有限公司是一个以生产防老剂 4010NA 和 4020 及促进剂 NS 等橡胶配合剂为主的企业。2000 年 6 月 7 日,该公司一次性通过了国家技术监督局认证委员会和国家进出口企业认证机构认证委员会的 ISO 9002 质量体系认证。

(山东圣奥化工股份有限公司 李国亮供稿)

△美国霍尼韦尔公司投资数百万美元的特殊化学助剂公司(HSC)已在苏州破土动工。生产厂将于 2000 年竣工,产品包括橡胶、轮胎、电缆、PVC 挤出制品和粘合剂用的石蜡和助剂。

ERJ, 182[5], 2(2000)

△从 5 月初开始,德国萨-许尔斯公司的橡胶炭黑每吨售价将增加 24 美元,早些时候该公司每吨橡胶炭黑售价曾上涨 21 美元。

ERJ, 182[5], 3(2000)

△拜耳公司 3 月 31 日完成了对 Lyondell 化学公司多元醇厂的并购后,成为世界上最大的 PU 材料供应商。

RPN, 2000-04-17, P4

△据美国橡胶生产者协会调查,美国典型橡胶工业制品生产厂一般为私人拥有,主要生产模型制品,雇员在 50~149 人之间。

RPN, 2000-05-22, P4

△道·康宁公司于 6 月 1 日起将其密封材料、二甲基流体、环化和热硫化橡胶等产品的价格提高 8%~10%。

RPN, 2000-05-29, P4

△据美国环保局公布,1997~1998 年间,橡胶和塑料行业排放有毒物质总量减少 0.4%,从 4.99 万 t 降至 4.97 万 t。

RPN, 2000-06-12, P4

△意大利生产液压胶管的 Manuli 橡胶工业公司开始在波兰建立第 2 家胶管厂,并关闭了在阿根廷的一家小型胶管厂。在波兰的第 2 家胶管厂投资 1 500 万美元,生产胶管总成,该厂预计于 11 月投产。

RPN, 2000-06-12, P20

△卡博特将在巴西毛乌阿建立该公司在巴西的第 3 座炭黑厂。该厂投资 3 000 万美元,年产炭黑 4 万 t,预计于 2002 年年初投产。新厂将使卡博特能够满足未来拉美对标准和高级炭黑的需求。

RPN, 2000-06-19, P3