

火焰原子吸收光谱法测定橡胶中的钼含量

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, 河南 济源 459000)

摘要: 试验研究火焰原子吸收光谱法测定橡胶中的钼含量。确定仪器工作条件如下: 波长 313.3 nm, 灯电流 6.0 mA, 光谱通带宽度 0.4 nm, 狭缝高度 高, 工作头高度 15 mm, 空气流速 10 L·min⁻¹, 乙炔流量 1.8 L·min⁻¹。该方法的回收率较高, 操作简便, 精密密度为 0.23%~1.22%, 检出限为 0.3 μg·mL⁻¹。

关键词: 火焰原子吸收光谱; 钼含量; 橡胶

中图分类号: TQ330.38; O657.31

文献标志码: B

文章编号: 1000-890X(2014)10-0630-02

二硫化钼是一种摩擦因数非常低的材料, 具有屈服强度高和固体润滑作用好的特点。二硫化钼能够在 350 ℃ 高温以及超低温条件下使用, 真空状态下工作温度甚至可高至 1 200 ℃。二硫化钼一般用于高速运转的机械部件, 可起到优良的润滑作用, 在轮机、汽车工业中均有广泛应用。用于氟橡胶、丁腈橡胶等材料时, 二硫化钼以微米尺寸分散, 仍然保持着原有的片层结构, 可提高橡胶材料的耐磨性能和定伸应力。

测定橡胶中的钼含量, 可还原橡胶制品的配方以及进行产品的质量控制。钼含量测定的常用方法有分光光度法、电感耦合等离子体发射光谱法和原子吸收光谱法等^[1]。一般情况下, 火焰原子吸收光谱法测定钼含量的灵敏度较低, 易受共存元素的干扰^[2]。本工作采用乙炔-空气火焰原子吸收光谱法测定橡胶中的钼含量, 通过优化仪器的工作条件, 消除共存元素干扰, 从而达到提高测量灵敏度的目的。

1 实验

1.1 试剂

钼标准溶液(1 000 mg·L⁻¹)及各种干扰元素的标准溶液, 国家有色金属及电子材料分析测试中心提供; 钼标准储备液(100 mg·L⁻¹), 取 5 mL 钼标准溶液于 50 mL 容量瓶中, 定容; 三氯化铝溶液(50 mg·mL⁻¹), 称取 22.4 g

AlCl₃·6H₂O(分析纯), 用水溶解并稀释至 50 mL, 摇匀。

1.2 测试仪器

Avanta PM 原子吸收光谱仪, 澳大利亚 GBC 科学仪器公司产品; AS-1 型钼空心阴极灯, 北京有色金属研究总院产品。

1.3 样品处理

称取 1.5 g 左右(质量精确至 0.000 1 g)剪碎的样品, 置于铂金坩埚中, 加入 3.5 mL 浓硫酸润湿, 放置过夜。将坩埚在电热板上低温碳化约 2 h, 然后放入马弗炉, 在(950±25) ℃下完全灰化。取出坩埚放入干燥器, 冷却至室温。在灰分中加入 5 mL 盐酸, 低温加热溶解, 冷却, 过滤至 100 mL 容量瓶中, 加入 1 mL 磷酸和 2 mL 三氯化铝溶液, 定容。同样条件制备空白样品。

1.4 计算公式

样品中钼的质量分数按下式计算:

$$\text{钼质量分数} = \frac{cV \cdot 10^{-6}}{m} \cdot N$$

式中 c ——钼溶液的质量浓度, mg·L⁻¹;

V ——所取溶液的体积, mL;

m ——样品质量, g;

N ——稀释倍数, 定容后若直接测定则为 1, 若稀释后测定则为稀释倍数。

2 结果与讨论

2.1 标准曲线绘制

取钼标准储备液于容量瓶中, 用去离子水逐

级稀 释 至 10. 0, 20. 0, 30. 0, 40. 0 和 50. 0 $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ (同时取空白溶液), 加入 2. 5 mL 盐酸、1 mL 磷酸和 2mL 三氯化铝溶液, 稀释至刻度, 摇匀。用原子吸收光谱法测定钼的质量浓度。所得标准曲线如图 1 所示。

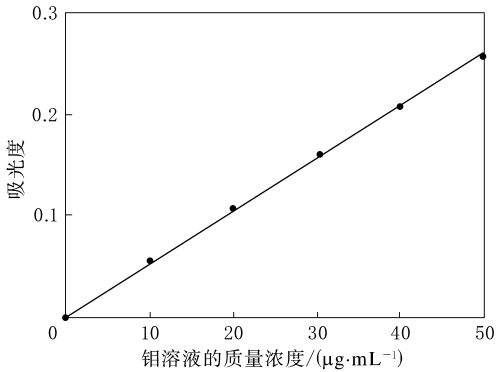


图 1 钼含量测定的标准曲线

2.2 仪器工作条件的选择

用 30. 0 $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 的钼标准溶液进行工作条件的优化, 在灵敏线下调节灯电流和光谱通带宽, 并对燃烧头高度、空气压力、乙炔气流量进行了优化选择。确定测试条件如下: 波长 313. 3 nm, 灯电流 6. 0 mA, 光谱通带宽度 0. 4 nm, 狭缝高度 高, 工作头高度 15 mm, 空气流速 10 $\text{L} \cdot \text{min}^{-1}$, 乙炔流量 1. 8 $\text{L} \cdot \text{min}^{-1}$ 。

2.3 元素干扰试验

已知配方胶料中含有较大的 Ca 和 Mg, 其他元素的含量较小。在钼标准溶液中加入 Ca、Mg 以及橡胶中经常存在的几种微量元素, 钼的加入量均为 50 $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$, 加入 Mn, Pb, Fe, Ca, Mg, Cu 和 Zn 干扰元素的钼含量测定回收率分别为 99. 0%, 99. 0%, 98. 8%, 98. 6%, 99. 3%, 99. 2% 和 101. 6%。由此可知, Ca, Mg, Fe, Mn, Cu 和 Pb 会产生负干扰, Zn 会产生正干扰, 加入少量磷酸及铝盐可消除干扰^[3]。

2.4 酸介质的影响

酸介质影响的测定结果表明, 加入体积分数为 0. 01~0. 10 的盐酸和硝酸对测定结果无明显影响, 加入体积分数为 0. 01 的硫酸会降低钼含量测试的灵敏度。

2.5 精密度和检出限

测试过程中, 仪器显示测量精密度为 0. 23%~

1. 22%。检出限(C_L)计算公式如下:

$$C_L = \frac{3S_b}{n} \quad n = \frac{dA}{dc}$$

式中 S_b ——吸光度标准偏差;
 n ——测量的灵敏度, 为 0. 173 0;
 A ——吸光度。

计算得到钼的检出限为 0. 3 $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 。

2.6 回收率

向样品溶液中加入一定量的钼标准溶液, 回收率测定结果见表 1。由表 1 可见, 该方法测定钼含量的回收率较高。

表 1 回收率试验结果

项 目	加二硫化钼 的混炼胶	未加二硫化钼 的混炼胶
样品中钼质量浓度/($\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$)	38. 001 1	0. 000 2
加标量/($\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$)	10	10
加标后测定值/($\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$)	48. 012 8	10. 021 5
回收率/%	100. 12	100. 21

2.7 样品测定

样品测定结果如表 2 所示。

表 2 混炼胶中钼质量分数的测定结果

样 品	理论值 $\times 10^2$	测定结果 $\times 10^2$
加二硫化钼的混炼胶	1. 56	1. 50
未加二硫化钼的混炼胶	0	0. 000 2

3 结论

采用乙炔-空气火焰原子吸收光谱法测定橡胶中的钼含量, 方法的线性范围为 0~50 $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$, 精密度为 0. 23%~1. 22%, 检出限为 0. 3 $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$, 回收率较高, 满足测定要求。与传统方法相比, 火焰原子吸收法测定橡胶中钼含量更快速、准确, 且操作简便, 成本较低。

参考文献:

[1] 朱青青. 火焰原子吸收光谱法测定土壤中钼[J]. 理化检验 (化学分册), 2005, 41(5): 351-353.
[2] 陈新民. 火焰原子吸收法测定钼[J]. 中国铝业, 2006, 31(1): 29-30.
[3] 米春喜, 高志均. 火焰原子吸收法测定中草药中的微量钼[J]. 延安大学学报(自然科学版), 2004, 23(3): 52-53.