

ICP - AES 法测定锌阳极中的铝、镉、铁、铜、铅

王红锋

庞玉申

(洛阳船舶材料研究所,洛阳 471039) (聊城鑫源铜业有限公司,聊城 252000)

摘要 通过分析高频功率、雾化压力、辅助气流量和泵速等试验条件,建立了 ICP - AES 法测定锌阳极中铝、镉、铁、铜、铅的方法。用该方法测定锌阳极中的铝、镉、铁、铜、铅,其 RSD 分别为 0.17%、0.63%、2.7%、5.2%、2.5%,回收率分别为 99.3% ~ 101.2%、99.3% ~ 100.3%、97.1% ~ 102.2%、97.8% ~ 100%、97.8% ~ 102.9%。对锌阳极试样进行测定,该方法的测定结果与 GB 4951 - 85 方法的测定结果基本一致。

关键词 电感耦合等离子体发射光谱 锌阳极 铝 镉 铁 铜 铅

随着防腐技术的发展,锌阳极的阴极保护技术广泛用于海滨码头,地下输油、输气、输水管道等工业设施的防腐保护中。锌阳极中的主要合金化学成分为铝、镉及杂质成分铁、铜、铅对其电化学性能的影响很大,因而,对锌阳极中铝、镉、铁、铜、铅的准确分析十分重要。目前,测定锌阳极中铝、镉、铁、铜、铅的方法有分光光度法、极谱法及原子吸收光谱法等^[1~4]。这些方法操作繁琐,实验周期长,各元素需分别测定,效率较低。笔者通过试验,优化测定条件,建立了电感耦合等离子体发射光谱(ICP - AES)法测定锌阳极中铝、镉、铁、铜、铅的方法。

1 实验部分

1.1 主要仪器与试剂

ICP 原子发射光谱仪: IRIS Advantage 型,美国 TJA 公司;

Al、Cd、Fe、Cu、Pb 标准溶液: 浓度均为 1.000 mg/mL, 用 10% HNO₃ 溶液配制, 国家标准物质研究中心;

纯锌: 纯度大于 99.999%, 葫芦岛锌厂;

硝酸: 优级纯;

实验用水为蒸馏水。

1.2 仪器工作条件

高频功率: 1150 W; 雾化压力: 165.7 kPa; 辅助气流量: 0.5 L/min; 泵速: 100 r/min; 分析谱线: Al 396.152 nm、Cd 228.802 nm、Fe 238.204 nm、Cu 324.754 nm、Pb 220.353 nm。

1.3 试验溶液的配制

称取 1.000 g 纯锌, 加入 10 mL HNO₃ 溶液(1 + 1)溶解, 再加含 10.000 mg Al、1.000 mg Cd、5.000 mg Fe、0.500 mg Cu、5.000 mg Pb 的标准溶液, 用水稀释至 50 mL。溶液中 Zn、Al、Cd、Fe、Cu、Pb 的浓度分别为 20 000、200、20、100、10、100 μg/mL。

1.4 标准溶液的配制

称取 1.000 g 纯锌 4 份, 加入 10 mL HNO₃ 溶液(1 + 1)溶解, 再按表 1 中各待测元素的加入量加入各待测元素标准溶液, 用水稀释至 50 mL。

表 1 标准溶液中各待测元素的加入量

标准溶液 编号	各待测元素的加入量/mg				
	Al	Cd	Fe	Cu	Pb
0	0	0	0	0	0
1	2.000	0.400	0.010	0.010	0.010
2	4.000	0.800	0.030	0.030	0.030
3	8.000	1.200	0.050	0.050	0.050

1.5 实验方法

称取 1.000 g 试样, 加入 10 mL HNO₃ 溶液(1 + 1)溶解, 用水稀释至 50 mL, 在选定的仪器工作条件下, 进行测定。

2 结果与讨论

2.1 高频功率对谱线强度的影响

选择雾化压力为 165.7 kPa、辅助气流量为 0.5 L/min, 泵速为 100 r/min, 在高频功率为 750 ~ 1350 W 内, 对试验溶液中各待测元素的原子发射谱线强度进行测试, 试验结果表明, Cd 228.802 nm、Fe 238.204 nm、Pb 220.353 nm 的谱线强度随高频功率的增加而增大; Al 396.152 nm、Cu 324.754 nm 的谱线强度随高频功率的增加先增大后减小。考虑谱线强度和石英炬管的使用寿命, 本实验选择高频功率为 1150 W。

2.2 雾化压力对谱线强度的影响

选择高频功率为 1150 W、辅助气流量为 0.5 L/min、泵速为 100 r/min, 在雾化压力为 151.7 ~ 234.4 kPa 范围内, 对试验溶液中各待测元素的原子发射

谱线强度进行测试,试验结果表明,Al 396.152 nm、Cu 324.754 nm 的谱线强度随雾化压力的增加而增大; Cd 228.802 nm、Fe 238.204 nm、Pb 220.353 nm 的谱线强度随雾化压力的增加而减小。兼顾各待测元素的谱线强度,本实验选择雾化压力为 165.7 kPa。

2.3 辅助气流量对谱线强度的影响

选择高频功率为 1150 W、雾化压力为 165.7 kPa、泵速为 100 r/min,在辅助气流量为 0.5~1.5 L/min 内,对试验溶液中各待测元素的原子发射谱线强度进行测试,试验结果表明,Al 396.152 nm、Cu 324.754 nm 的谱线强度几乎不受辅助气流量的影响; Cd 228.802 nm、Fe 238.204 nm、Pb 220.353 nm 的谱线强度随辅助气流量的增加而减小。本实验选择辅助气流量为 0.5 L/min。

2.4 泵速对谱线强度的影响

选择高频功率为 1150 W、雾化压力为 165.7 kPa、辅助气流量为 0.5 L/min,在泵速为 80~130 r/min 内,对试验溶液中各待测元素的原子发射谱线强度进行测试,试验结果表明,Al 396.152 nm、Cu 324.754 nm 的谱线强度随泵速的增加而增大; Cd 228.802 nm、Fe 238.204 nm、Pb 220.353 nm 的谱线强度随泵速的增加先增大后减小。本实验选择泵速为 100 r/min。

2.5 工作曲线

测定系列浓度标准溶液中各待测元素的谱线强度 Y ,以谱线强度 Y 对各待测元素的质量分数 X (%) 进行线性回归,求线性范围、线性回归方程、相关系数及检出限,结果见表 2。

表 2 线性范围、线性回归方程、相关系数及检出限

待测元素	线性范围/%	线性回归方程	相关系数	检出限/ $\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$
Al	0.000~10.00	$Y=2473X-19.8$	0.99968	3.3
Cd	0.000~1.00	$Y=23984X-5.1$	0.99993	0.6
Fe	0.0000~1.00	$Y=47049X+11.2$	0.99866	1.5
Cu	0.0000~1.00	$Y=10732X+1.6$	0.99973	2.0
Pb	0.0000~1.00	$Y=2213X+0.6$	0.99846	2.5

2.6 精密度

按实验方法对锌阳极样品进行平行测定,测定结果见表 3。

2.7 回收试验

按实验方法对纯锌样品进行加标回收试验,回收试验结果见表 4。

表 3 精密度试验结果($n=10$)

待测元素	测定值/%	RSD/%
Al	0.457	0.17
Cd	0.082	0.63
Fe	0.0018	2.7
Cu	0.0008	5.2
Pb	0.0019	2.5

表 4 回收试验结果($n=3$)

待测元素	项目	样品序号		
		1	2	3
Al	加入量/mg	3.000	5.000	7.000
	测定值/mg	2.980	5.060	6.950
	回收率/%	99.3	101.2	99.3
Cd	加入量/mg	0.600	0.750	1.000
	测定值/mg	0.596	0.752	0.995
	回收率/%	99.3	100.3	99.5
Fe	加入量/mg	0.015	0.035	0.045
	测定值/mg	0.015	0.034	0.046
	回收率/%	100	97.1	102.2
Cu	加入量/mg	0.015	0.035	0.045
	测定值/mg	0.015	0.035	0.044
	回收率/%	100	100	97.8
Pb	加入量/mg	0.015	0.035	0.045
	测定值/mg	0.015	0.036	0.044
	回收率/%	100	102.9	97.8

2.8 样品分析

分别用本法和国标法^[1]对 38#、41#、67#、77# 锌阳极样品进行测定,测定结果见表 5。

表 5 样品测定结果($n=3$)

待测元素	项目	样品编号			
		38#	41#	67#	77#
Al	本法测定值/%	0.488	0.462	0.434	0.563
	国标法测定值/%	0.498	0.467	0.436	0.544
	误差 /%	0.010	0.005	0.002	0.019
	允许误差 /%	0.015	0.015	0.015	0.020
Cd	本法测定值/%	0.078	0.078	0.077	0.076
	国标法测定值/%	0.081	0.082	0.081	0.080
	误差 /%	0.003	0.004	0.004	0.004
	允许误差 /%	0.005	0.005	0.005	0.005
Fe	本法测定值/%	0.0010	0.0020	0.0013	0.0030
	国标法测定值/%	0.0012	0.0021	0.0012	0.0034
	误差 /%	0.0002	0.0001	0.0001	0.0004
	允许误差 /%	0.0002	0.0002	0.0002	0.0005
Cu ¹⁾	本法测定值/%	0.0005	0.0008	0.0005	0.0003
	国标法测定值/%	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001
	允许误差 /%	0.0002	0.0002	0.0002	0.0002
Pb	本法测定值/%	0.0028	0.0012	0.0013	0.0010
	国标法测定值/%	0.0030	0.0015	0.0011	0.0011
	误差 /%	0.0002	0.0003	0.0002	0.0001
	允许误差 /%	0.0005	0.0005	0.0005	0.0005

注:1)由于样品中的 Cu 含量太低,超出国标法的检出限,无法计算本法测定结果与国标法测定结果之间的误差。

由表5可以看出,本法的测定结果与国标法的测定结果相比较,分析误差在国标法^[1]规定的允许范围内。

3 结语

采用 ICP-AES 法测定锌阳极中的铝、镉、铁、铜、铅,精密度和准确度较高,本法的测定结果与国标法的测定结果相比较,分析误差在国标法规定的允许范围之内,表明本法可以用于锌阳极中铝、镉、

铁、铜、铅的测定。

参 考 文 献

- 1 GB 4951-85 锌阳极化学分析方法
- 2 黄志郎.用1,10-二氮菲法测量高铝锌合金中铁的含量.铸造技术,1997(4):27
- 3 刘忠雅.原子吸收法测定铸造锌合金中铜镁.仪器仪表与分析监测,2001(1):42
- 4 GB/T 12689-90 锌及锌合金化学分析方法

DETERMINATION OF Al, Cd, Fe, Cu AND Pb IN Zn ANODE BY ICP-AES

Wang Hongfeng

(Luoyang Ship Material Research Institute, Luoyang 471039, China)

Pang Yushen

(Liaocheng Xinyuan Copper Industry Co., Ltd., Liaocheng 252000, China)

ABSTRACT The ICP-AES method for the determination of Al, Cd, Fe, Cu and Pb in Zn anode was set up by studying the effects of RF power, nebulizer pressure, auxiliary gas flow and pump rate. Al, Cd, Fe, Cu and Pb in Zn anode were determined by the method, the RSD is 0.17%, 0.63%, 2.7%, 5.2% and 2.5% respectively, the recovery is 99.3% ~ 101.2%, 99.3% ~ 100.3%, 97.1% ~ 102.2%, 97.8% ~ 100% and 97.8% ~ 102.9% respectively. The Zn anode samples were determined, the result of the method is basically consistent with the result of GB 4951-85 method.

KEYWORDS ICP-AES, Zn anode, Al, Cd, Fe, Cu, Pb

我国生物化工技术的发展方向

我国生物化工技术的发展方向是:(1)采用现代生物技术改造传统的生物化工产业,降低成本,提高质量,使生物化工技术从数量主导型向质量、品种、出口、效益主导型发展;(2)以市场为主导,立足创新,开发一批现代生物化工新技术、新产品(如生物法精细化工产品及中间体、饲料添加剂和食品添加剂、生物可降解高分子化工材料等);(3)采用新型生物化工技术,研究、开发清洁生产工艺,建立各种废水处理示范工程,减轻食品、制药和化工等行业对环境的污染,至2010年,实现全行业清洁生产;(4)生物催化生产的新材料、新产品将成为化学工业的新兴产业之一,催化合成新型产品,特别是手性化合物的生物合成将占有重要地位。(雪)

第四代高浓缩消毒粉问世

不久前,一种被世界卫生组织列为A1级安全、环保、高效、杀菌的第四代高浓缩消毒粉,在山东青州沃特尔化工有限公司研制成功并开始投放市场。

消毒剂发展到今天共分为四代,第一代消毒剂是漂白粉(次氯酸盐),第二代是优氯净(二氯异氰尿酸钠)、第三代是氯精(三氯异氰尿酸),与前三代相比,以二氧化氯为主要成分的第四代消毒剂具有明显的优势,它在与水中的有机物反应时,不生成三氯甲烷等致癌、致畸、致突变的物质,能够安全、广谱、高效、迅速地杀死病毒、细菌、原生物、藻类和真菌。我国权威机构已经明确规定,将二氧化氯消毒剂列入食品添加剂范围。美国食品药品管理局和美国环境保护署经过长期科学实验,也把二氧化氯确认为食品加工、医疗卫生方面消毒、杀菌、除臭的理想药剂。由此可见,二氧化氯消毒剂是

食品加工及饮料行业中值得推广的一种绿色、高效消毒剂。

(张虹)

英国禁售含敌敌畏的杀虫剂

英国政府最近决定,禁止出售约50种杀虫剂,原因是它们含有可能导致人类癌症和神经紊乱的敌敌畏。据媒体报道,这一决定是根据英国杀虫剂顾问委员会的意见做出的。该委员会认为,不能排除长期接触敌敌畏导致皮肤癌、肝癌和乳腺癌的可能性。这项决定涉及约50种常被居民家庭用于杀灭苍蝇、飞蛾、黄蜂和蟑螂等昆虫的杀虫剂,今后,销售或为这类产品做广告都将是非法行为。有关企业已经推出不含敌敌畏的替代产品。科研人员将对敌敌畏的致癌特性做进一步研究。

(辛华)

我国有了自己的埃皮霉素

一种杀伤肿瘤细胞的威力比现有药物高出2000~4000倍的抗癌新药研究获得重大突破。不久前,这种叫做埃皮霉素A、C和异埃皮霉素D的化学结构,在中国科学院上海有机化学研究所成功合成。这意味着全世界癌症患者翘首以待的“救星”将可望降临。

据介绍,埃皮霉素原是非洲土壤中的一种叫做纤维堆囊菌分泌出的物质,具有强烈杀伤癌细胞的功能。但因这种天然物质十分珍稀,无法实现临床使用。世界上均将通过化学合成埃皮霉素视为攻克癌症的一大途径。与目前临床广泛使用的抗癌药物紫杉醇相比,埃皮霉素对耐药性很强的肿瘤细胞的杀伤力要高出2000~4000倍,并且不会产生长期服用紫杉醇所产生的毒副作用。近五年来,埃皮霉素的合成制备成为世界化学科学的十大前沿课题之一。(徐寿松)