

ICP-AES 测定意大利底漆中的 铬、铁、铅和锌含量

刘志平^① 范海陆 李昌明

(五邑大学分析测试中心 广东省江门市东成村 22 号 529020)

摘要 为了充分利用 ICP-AES 仪器方便快捷地分析进口的意大利底漆中微量的铬、铁、铅和锌含量, 采用炭化、煅烧、硝酸酸洗的方法对样品进行预处理, 并确定了试验的最佳测试条件。结果表明, 方法的检出限为 0.0035—0.0048 mg/L, 回收率为 96.7%—103.0%, RSD 小于 2%。该方法准确、快速、简便, 本方法实现了利用硝酸介质的单元素标准溶液来测试有机溶剂中的金属离子含量, 为 ICP-AES 在有机材料上的应用提供了一种方法借鉴。

关键词 电感耦合等离子体-原子发射光谱法; 预处理; 意大利底漆

中图分类号: O657.31 文献标识码: A 文章编号: 1004-8138(2010)03-1040-03

1 引言

油漆中微量元素的测定过去常用石墨炉原子吸收法, 电化学阳极溶出法等^{1,2}。近年来随着电感耦合等离子体-原子发射光谱及质谱的发展, 电感耦合等离子体-原子发射光谱法, 具有灵敏度高, 分析速度快, 稳定性好且能同时测定多种元素等特点, 被广泛应用于各行各业分析测试中³⁻¹⁴。本文采用电感耦合等离子体-原子发射光谱法, 选择了最佳的激发条件, 为分析油漆样品中微量元素的含量提供了一种方便快捷的途径。

2 实验方法

2.1 仪器及其主要工作参数

ICAP6300 全谱直读等离子体-原子发射光谱仪(美国热电公司)。

仪器最佳工作条件列于表 1。

表 1 仪器最佳工作条件

功率 (kW)	等离子气流量 (L/min)	辅助气流量 (L/min)	载气压力 (kPa)	蠕动泵速 (r/min)	积分时间 (s)
1150	12	0.5	166	50	30

2.2 试剂与标准溶液

硝酸(分析纯); 醋酸铵(分析纯)。实验用水为超纯水。

各单个元素的标准储备液均为 1000 mg/L(硝酸介质)。

① 联系人, 电话: (0750) 3296431; E-mail: ping-liu42@163.com

作者简介: 刘志平(1974—), 男, 湖北省阳新县人, 博士, 讲师, 主要从事功能材料的制备及测试研究工作。

收稿日期: 2009-07-29; 接受日期: 2009-09-08

2.3 样品处理

由于样品基体是有机物,为了充分利用 ICP-AES 仪器及单个元素的标准储备液,因此要将样品进行特别处理。首先将液体意大利底漆搅匀,取 2—3g,加热,干后升温炭化,炭化完全后在马弗炉煅烧 1—2h,煅烧温度为 475—500℃。然后用玻璃棒压碎,加入 10mL (1+ 1) 硝酸,加热,余 2—3mL,再加 10mL (1+ 1) 硝酸,加热,余 5mL,最后用 2.5mL 热的 NH₄Ac 溶液洗涤 3 次并过滤后,在 50mL 容量瓶中用 5% 的稀硝酸定容得到待测液。

3 结果与讨论

3.1 元素分析谱线的选择

采用 ICAP6300 型全谱直读光谱仪,采用 CID 检测器能同时检测每个元素的多条谱线。因此应以谱线灵敏、干扰少和无重叠的原则选择谱线,分析元素的谱线列于表 2。

表 2 分析元素的谱线

元素	Cr	Fe	Pb	Zn
波长(nm)	267.7	238.2	220.3	206.2

3.2 标准系列的配制及方法的建立

用购买的铬、铁、铅、锌等国家级标准溶液来配制不同浓度的混合元素的标准溶液,再加上空白作为标准系列来绘制校准曲线。在选定的仪器操作条件下对标液进行测试,化学工作站自动绘制校准曲线,铬、铁、铅、锌的校准曲线方程分别为 $y_1 = -0.00004 + 0.999949x_1$, $y_2 = -0.00008 + 0.999750x_2$, $y_3 = -0.00005 + 0.999903x_3$, $y_4 = -0.00005 + 0.999915x_4$ 。线性范围在 0.6—1.2mg/L,线性相关系数在 0.9997—1.0000 之间。

按所选条件,以标准系列绘制校准曲线测定待测溶液中的铬、铁、铅和锌含量。

3.3 样品的分析结果

对实际样品进行测定,分析结果见表 3。表 3 中含量为杂质元素在固体油漆中的含有量。对于多数分析元素,3 个平行处理的样品 6 次测定的 RSD 小于 5%。对空白标准溶液中的分析元素进行 10 次测定,其标准偏差的 3 倍所对应的浓度为方法的检出限。

表 3 样品测试结果

元素	含量 (mg/g)	RSD(n= 6) (%)	检出限 (mg/L)
Cr	0.0087	1.3	0.0039
Zn	49.4233	1.8	0.0048
Pb	0.0032	1.7	0.0042
Fe	0.1992	1.4	0.0035

3.4 分析方法的准确性

为考察分析方法的准确性,通过在样品中加入适量的分析元素的标准溶液进行加标回收实验,得到回收率在 96.7%—103.0% 之间(见表 4)。

表 4 回收率测定

元素	含量 (mg/g)	加标量 (mg/g)	加标测定量 (mg/g)	回收率 (%)
Cr	0.0087	0.0174	0.0258	98.3
Zn	49.4233	55.0000	103.2683	97.9
Pb	0.0032	0.0060	0.0094	103.0
Fe	0.1992	0.3200	0.5086	96.7

4 结论

(1) 本方法实现了利用硝酸介质的单元素标准溶液来测试有机溶剂中的金属离子含量,为 ICP-AES 在有机材料上的应用提供了一种方法借鉴。

(2) 此方法检出限低,加标回收率在 96.7%—103.0% 之间。但要注意在样品处理的马弗炉煅烧环节,煅烧温度不能超过 500°C,否则会引起铅元素的损失。

参考文献

- [1] 李喜凤,薛秋萍,董诚明. 豫产桔梗的土壤与药材中部分微量元素含量与分析[J]. 广东微量元素科学, 2006, 13(6): 23—29.
- [2] 李明远. 微波消解-氢化物原子荧光光谱法测定食品中的微量元素硒[J]. 光谱实验室, 2007, 24(3): 618—621.
- [3] 方奕文,宋一兵,孙长勇等. 铅锡合金的预处理及铈、硒的 ICP-AES 法测定[J]. 光谱学与光谱分析, 2006, 26(3): 561—563.
- [4] 关雄俊,李德芳,张兰等. ICP-AES 法测定钢铁样中硅、磷、锰、铬、镍、铜、铝[J]. 分析测试学报, 1998, 17(2): 69—71.
- [5] 成勇,肖军,宁燕平等. ICP-AES 法测定铅铁中 Mo, Si, Cu, Sb, Sn[J]. 冶金分析, 2003, 23(3): 28—30.
- [6] 李帆,叶晓英. ICP-AES 法测定镍基高温合金中 16 个元素的方法研究[J]. 光谱学与光谱分析, 2003, 23(6): 1174—1176.
- [7] 陆军,刘琰. ICP-AES 测定铅铁中杂质元素[J]. 理化检验(化学分册), 2005, 41(5): 905—909.
- [8] 黄新平,支国瑞,刘吉红等. ICP-AES 同时测定改性铁中十六元素的研究[J]. 河南冶金, 2003, 11(5): 15—16.
- [9] 董利珍,祁世明,崔军. ICP-AES 法测定普碳钢及低合金钢中铝等 23 种元素[J]. 冶金分析, 2001, 21(5): 27—30.
- [10] 刘颖,李景峰,嘎日迪等. ICP-AES 法测定内 蒙 古 地 区 六 种 沙 生 木 本 植 物 中 金 属 元 素 [J]. 光谱学与光谱分析, 2006, 26(2): 344—347.
- [11] MA X G, LI Y B. Determination of Trace Impurities in High-Purity Zirconium Dioxide by Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry Using Microwave-Assisted Digestion and Wavelet Transform-Based Correction Procedure [J]. *Analytica Chimica Acta*, 2006, 57(1): 47—52.
- [12] 刘俊,李诚,开小明等. 电感耦合等离子体原子发射光谱法测定汽车气门合金中 8 种元素[J]. 冶金分析, 2007, 27(9): 39—41.
- [13] 胡清源,李力,石杰等. 微波消解-电感耦合等离子体质谱法同时测定烟草中 27 种元素[J]. 光谱学与光谱分析, 2007, 27(6): 1210—1213.
- [14] 金献忠,陈建国,朱丽辉等. 高压消解-ICP-AES 测定木材及木制品中的铜铬砷[J]. 光谱学与光谱分析, 2007, 27(9): 1837—1840.

Determination of Cr, Fe, Pb and Zn in the Italian Ground Painting by ICP-AES

LIU Zhi-Ping FAN Hai-Lu LI Chang-Ming

(A. T. C of Wuyi University, Jiangmen, Guangdong 529020, P. R. China)

Abstract In order to determine the content of Cr, Fe, Pb and Zn of the Italian ground painting by ICP-AES conveniently, special pretreatment should be made. The sample was heated, carbonized, calcined and cleaned with hot nitric acid. The optimal testing condition was determined. The results show that the detection limit is 0.0035—0.0048 mg/L of this method, the recovery is 96.7%—103.0% and RSD is less than 2%. Therefore, this method is accurate, rapid and simple and can determine the content of metal ion in the organic solvent utilizing single element standard sample. And this method can be widely used in organic material's analysis with ICP-AES.