

用微痕量金属分析仪 (AS-01型) 同时测定痕量锌、镉、铅、铜

黄桂芳 郝恩坤 耿茵
武汉地质学院

本文对悬汞电极微分脉冲极谱溶出法的各种条件及对痕量锌、镉、铅、铜的同时测定进行了研究。在设定的电镀电压和时间里,把金属离子电解并富集在工作电极悬汞电极上,当电势消除时,通过示差脉冲测出流经电极的氧化电流,每种金属的氧化电流表现为峰值电流,即波峰高度作为测定金属离子浓度的根据。方法快速灵敏,再现性良好。

一、实验部分

1. 仪器及试剂

AS-01型微痕量金属分析仪(三菱化学有限公司)

使用DP(示差脉冲法)部分,悬汞电极为工作电极,铂电极为对极,银-氯化银电极为参比电极。

标准溶液 配制 Zn^{2+} 、 Cd^{2+} 、 Pb^{2+} 、 Cu^{2+} 各为0.1mg/ml的溶液。

混和标准溶液 取上述溶液稀释配制 Zn^{2+} (10ppm)、 Cd^{2+} (20ppm)、 Pb^{2+} (20ppm)、 Cu^{2+} (20ppm)的1:5 H_2SO_4 溶液。

醋酸-醋酸钠缓冲溶液(pH4)

2. 试验方法

取0.01ml混合标准溶液,用注射器注入含10ml HAc-NaAc(pH4)的电解池内,(含 Zn^{2+} 10ppb, Cd^{2+} 20ppb、 Pb^{2+} 20ppb、 Cu^{2+} 20ppb),插入悬汞电极,通氮气除氧60s,旋出新汞滴(汞滴直径20mm),电镀60s,沉淀富集10s,扫描速度30mv/s,在-1.3v预电解,阳极溶出扫描至+0.2v,脉冲周期0.1s,记录Zn、Cd、Pb、Cu的溶出

峰电流。

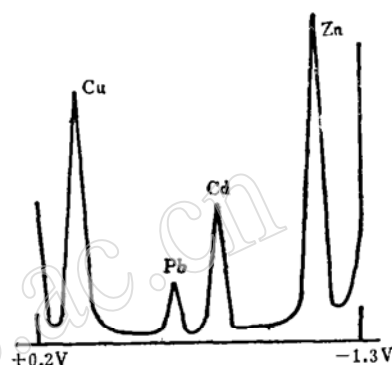


图1 Zn、Cd、Pb、Cu的微分脉冲极谱溶出曲线

扫描电位(V.S Ag/AgCl)

Fig 1 Differential pulse polarograph stripping curve of Zn, Cd, Pb, Cu

二、结果

1. 支持电解质对峰电流的影响

试验了HCl, H_2SO_4 , H_3PO_4 及HAc等介质条件,发现在HAc-NaAc(pH4)的介质条件下重现性及灵敏度比较好,实验选用pH4的HAc-NaAc溶液作支持电解质。

2. 电镀时间对峰电流的影响

峰电流随电镀时间(30至90s)呈线性关系而增高,实验选用60s。

3. 沉淀富集时间对峰电流的影响

峰电流不随沉淀富集时间(1—20s)增加而变化,实验选用10s。

4. 汞滴表面积对峰电流的影响

汞滴的表面积(0.56—1.41mm²)和灵敏度成线性关系,实验选用1.41mm²表面积汞滴。操作时需准确制备新汞滴,以达到准

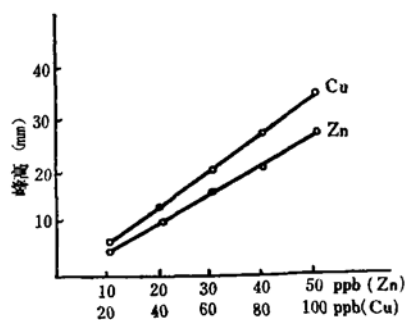


图 2 标准曲线
Fig 2 Standard curves

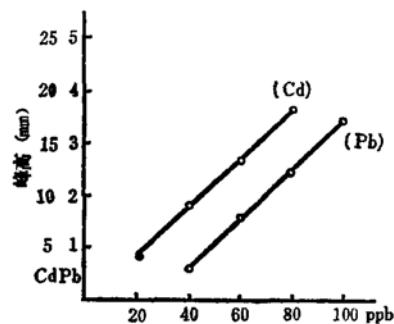


图 3 标准曲线
Fig 3 Standard curves

表 1 加入杂质的量

Table 1. Contents of impurity

测定元素	加入杂质的量(倍)
Zn ²⁺	Cr ³⁺ (100), Mg ²⁺ (100), Ca ²⁺ (50), TiO ₂ (60), Ni ²⁺ (60)
Cd ²⁺	Cr ³⁺ (50), Mg ²⁺ (50), Ca ²⁺ (25), TiO ₂ (50), Ni ²⁺ (100), Co ²⁺ (50), Fe ³⁺ (250)
Pb ²⁺	Cr ³⁺ (50), Mg ²⁺ (50), Ca ²⁺ (25), TiO ₂ (50), Ni ²⁺ (100), Co ²⁺ (50), Fe ³⁺ (250)
Cu ²⁺	Cr ³⁺ (50), Mg ²⁺ (50), Ca ²⁺ (25), Co ²⁺ (50)

表 2 回收率

Table 2 recovery

Zn (ppm)	回收率(%)		Cd (ppb)	回收率(%)		Pb (ppb)	回收率(%)		Cu (ppb)	回收率(%)	
10	100	134	20	104	104	20	100	100	20	90	109
20	90	109	40	100	106	40	100	100	40	91	107
30	101	101	60	105	105	60	88	88	60	109	109
40	96	110	100	101	110	100	88	94	100	96	107

表 3 分析结果

Table 3. Analytical results

*样品 元素	86022		86023		86024	
	**本法(ppm)	AAS(ppm)	本法(ppm)	AAS(ppm)	本法(ppm)	AAS(ppm)
Zn	0.014	0.013	0.0063	0.0062		
Cu	0.002	0.004	0.006	0.004	0.0015	0.001
Cd***	(回收率) 104.5%		(回收率) 97.7%		(回收率) 95.4%	
Pb			0.0035	0.0011	0.002	0.0012

* 由武汉地院测试中心提供水样的原子吸收结果。

** 本法结果由 6 次平行测定的平均值。

*** 水样各加入 0.01ml 20ppm Cd, 回收率的平均值为 99.2%。

确结果。

5. 峰电流与浓度的关系

按试验方法绘制标准曲线, 结果如图2, 3所示。

6. 共存离子对峰电流的影响

在30ppbZn²⁺和各60ppb的Cd²⁺、Pb²⁺、Cu²⁺混和溶液中, 加入下列杂质, 不干扰测定。

7. 方法再现性

8. 样品的测定结果

参 考 文 献

- [1] Gardiner, K. W. et. al., Anal Chem, 25, 1393, 1955.
- [2] 刘彦国, 刘凤枝, 分析化学, 1, 43, 1984.
- [3] 刘良书, 李莉, 理化检验 (化学分册), 20, No 4, 11—12, 26, 1984.
- [4] 王世信, 马荣, 许建勇, 理化检验 (化学分册), 20, No 6, 24—26, 1984.
- [5] 翟美华等, 海洋环境科学, 3(2), 50—55, 1984.
- [6] 冶保献, 廖晓静, 环境科学与技术, No 4, 38—44, 1983.

Simultaneous Determination of Trace Zn, Cd, Pb, Cu with Trace Metal Analyzer Model AS-01

Huang Guifang Hao Enkun Geng Yin

A trace metal analyzer is used to determine trace metal ions in electrolytic solutions by anodic stripping voltammetry. Metal ions in an aqueous solution are electrolytically deposited at a constant potential for a constant time on the surface of the electrode. The deposited metals are then re-dissolved to reproduce the metal ions while sweeping the potential. The oxidation current passing through the electrodes at the dissolution is measured by differential pulse technique and recorded. The ionic concentration of metals is determined by the height of corresponding peaks. Since the position of peaks depends on metallic ions, it is identified normally by the standard addition method.