

## 科技简讯

## 催化示波极谱法测定土壤中锡

李 保 民

(黑龙江省环境保护科学研究所)

土壤中锡含量为 2 ppm 左右时, 苯茚酮比色法难于满足分析要求。本方法消除了干扰因素, 适用于土壤分析, 测定下限达 0.002 微克/毫升锡。

## 实验

1. 仪器 JP-1 型示波极谱仪, 三电极系统, 饱和甘汞电极作参比电极。

2. 试剂、实验方法 参照文献 [《极谱通讯》1.76.(1974)]

3. 干扰及消除 对三十几种元素的实验表明, 铜、铅 100 微克、砷 50 微克、氟 100 微克干扰测定。为消除干扰, 砷、铜以铁粉还原, 铅在酸化后加几滴 10% 氯化钡溶液共沉淀。可在碱性溶液中加入 5 毫升(5 毫克/毫升)硼溶液煮沸片刻, 以络合除氟。二氧化硅 30 毫克即产生干扰。氟及硅的干扰及消除见表 1、表 2。钠、铝的影响可在系列中加入与被测溶液同体积的试剂空白溶液克服(见图 1、图 2)。

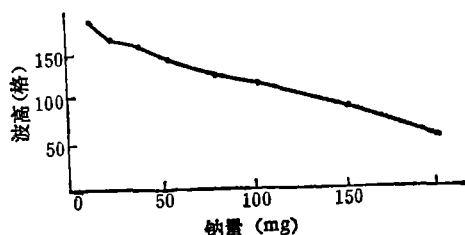


图 1 钠量对波高的影响

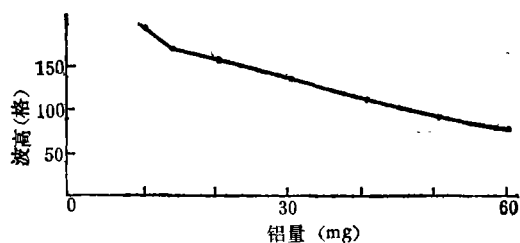


图 2 铝量对波高的影响

表 1 氟的干扰及消除

| Sn( $\mu$ g)  | 5  | 5    | 5   | 5    | 5   | 5   | 5   | 5   | 5   | 5  | 5   | 5   | 5   | 5   |
|---------------|----|------|-----|------|-----|-----|-----|-----|-----|----|-----|-----|-----|-----|
| F(mg)         |    | 0.5  | 1.0 | 1.25 | 25  | 5   | 5   | 5   | 5   | 5  | 0.6 | 0.9 | 1.2 | 1.5 |
| B(mg)         | 25 |      |     |      |     | 2.5 | 5   | 10  | 15  | 20 | 25  | 25  | 25  | 25  |
| 回收 ( $\mu$ g) | 5  | 4.35 | 3.8 | 3.9  | 3.2 | 4.3 | 4.5 | 4.7 | 4.8 | 5  | 5   | 5.4 | 5.1 | 5.3 |

4. 分析步骤 称 0.5—1.0 克样置高铝坩埚中, 加 4 克过氧化钠混匀, 置 750℃ 高温炉熔融 15 分, 取出稍冷, 放于 100 毫升烧杯中以 20 毫升热水提取, 洗出坩埚, 加 5 毫升硼溶液, 煮沸, 冷却, 一次快速加 15 毫升 1:1 硫酸, 2 滴 10% 氯化钡溶液, 冷却冲至 50 毫升混匀。取清液 10 毫升, 于 50 毫升烧杯中, 加 2.0 毫升 20% 硫酸, 5.0 毫升 0.15N 钒溶液, 2.5 毫升 4M 碘化钾溶液, 2.0 毫升 5% 抗坏血酸溶

表 2 SiO<sub>2</sub> 的干扰及消除

| 处理方法                  | 未处理 | SiO <sub>2</sub> < 70% 快酸化、冷却 |     |      |      |     |     |     | SiO <sub>2</sub> > 70% HF-H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> |     |     |     |     |
|-----------------------|-----|-------------------------------|-----|------|------|-----|-----|-----|----------------------------------------------------------|-----|-----|-----|-----|
| Sn( $\mu$ g)          | 5 5 | 5                             | 5   | 5    | 5    | 5   | 5   | 5   | 5                                                        | 5   | 5   | 5   | 5   |
| SiO <sub>2</sub> (mg) | 50  | 150                           | 200 | 250  | 300  | 350 | 400 | 325 | 350                                                      | 375 | 400 | 400 | 400 |
| 回收 ( $\mu$ g)         | 5 0 | 5.05                          | 5.3 | 5.05 | 5.15 | 4.5 | 2.9 | 5.1 | 5.1                                                      | 4.9 | 4.9 | 4.9 | 4.9 |

表 3 样品分析结果 (ppm)

| 次<br>样品号 | 1   | 2   | 3   | 4   | 5   | 6   | 7   | 8   | 9   | 10  | 11  | 变动系数 |
|----------|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|------|
| 土壤 1     | 2.0 | 1.6 | 1.5 | 1.8 | 1.9 | 2.0 | 1.6 | 1.5 | 1.4 | 1.7 | 1.7 | 11.8 |
| 土壤 2     | 2.0 | 1.6 | 1.5 | 1.8 | 1.9 | 2.0 | 1.5 | 1.5 | 1.5 | 1.7 | 1.6 |      |
| 土壤 3     | 2.0 | 1.6 | 1.8 | 1.5 | 1.6 | 2.0 | 1.5 | 1.6 | 1.4 | 1.8 | 1.4 |      |
| 土壤 4     | 2.0 | 1.4 | 1.5 | 1.5 | 1.6 | 1.8 | 1.5 | 1.8 | 1.7 | 1.7 | 1.4 |      |
| 土壤 5     | 2.0 | 1.6 | 1.5 | 2.0 | 1.6 | 1.6 | 1.5 | 1.4 | 1.5 | 1.8 | 1.6 |      |

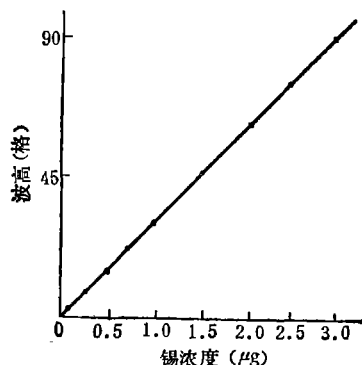


图 3 锡的标准曲线

液, 冲至 25 毫升, 混匀。室温下于原点电位  $-0.45V$  导数极谱测定。由标准曲线查含量, 计算。标准曲线的绘制参照上述分析步骤(图 3)。

#### 5. 样品分析结果及样品中标准回收

表 4 样品中标准回收

| 样品号  | 加入<br>$\mu g$ | 样品<br>含量 | 测得量  | 回收率<br>(%) |
|------|---------------|----------|------|------------|
| 龙土 1 | 2.0           | 0.22     | 2.16 | 97         |
| 龙土 2 | 2.0           | 0.17     | 2.18 | 100.5      |
| 龙土 3 | 2.0           | 0.18     | 2.12 | 97         |
| 龙土 4 | 2.0           | 0.18     | 2.18 | 100        |
| 龙土 5 | 2.0           | 0.18     | 2.18 | 100        |
| 龙土 6 | 0.3           | 0.22     | 0.52 | 100        |
| 龙土 6 | 0.5           | 0.22     | 0.72 | 100        |
| 龙土 6 | 1.0           | 0.22     | 1.22 | 100        |
| 龙土 6 |               | 0.22     | 0.22 |            |

## 吸光光度法测定头发中微量钙——对乙酰基偶氮羧作显色剂\*

张长寿\*\* 罗庆尧 余席茂 曾云鹗

(武汉大学化学系)

近年来, 根据头发中微量元素含量的变化来诊断疾病和污染的研究, 正日益受到人们的重视<sup>[1-3]</sup>, 其中对发钙的研究已有数篇文献<sup>[1,4,5]</sup>。有人认为发钙的分析, 可能是研究人体元素营养和人体代谢的良好途径, 并有可能对心脏病等某些疾病作出预报<sup>[6]</sup>。发钙的测定可用容量法或原子吸收分光光度法。前者取样量多, 样品处理困难, 后者需要昂贵的仪器设备。我们提出的用新显色剂——对乙酰基偶氮羧测定微量钙的新方法, 灵敏度高, 选择性好, 用

于头发试样, 取样量少, 手续简便, 测定结果与原子吸收法相符。一根 5 厘米长的头发重约 0.6 毫克, 对钙含量为 0.05% 的人发, 本法的最低取样量只需 2 根, 因此本法还可望作为考古或案件侦破工作中的某项手段。

\* 在试验中, 曾得到江苏省靖江县中医院高立基副院长的热心帮助, 谨致感谢。

\*\* 现在江苏化工学院工作。