

## 化探样品中铜、铅、钴、镍的极谱测定

河北省地质矿产局实验室 郑克勤

陕西省地质矿产局实验室 段福森

在现有工作的基础上<sup>[1,2]</sup>,我们采取盐酸—硝酸—氢氟酸—高氯酸溶解矿样,在盐酸—硫氰酸钾—抗坏血酸—氨基乙酸底液中测铜后加入碘化钾进行铅的测定,加入磺基水杨酸,氢氧化铵,氯化铵,丁二肟测定镍、钴是可行的。从而建立了一个一次称样在同一份溶液中连续测定化探样品中微量铜、铅、镍、钴的方法。

### 实验部分

#### 一、仪器与试剂

JP-1A型示波极谱仪(成都仪器厂)

银汞齐电极为参比,阴极化导数扫描

1%丁二肟溶液(配在无水乙醇中)

铜铅镍钴标准溶液:1ml含铜铅镍钴各2微克(0.5%盐酸溶液),所用试剂均为分析纯。

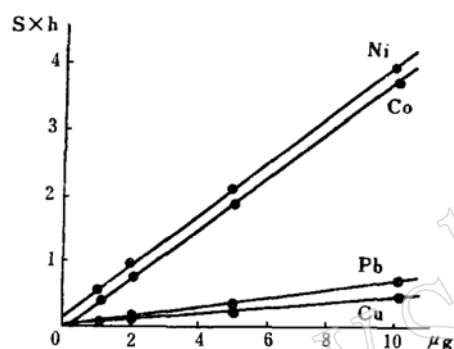
#### 二、条件试验

##### (一) 试验方法

分别取0, 0.20, 0.50, 1.0, 2.0, 5.0, 10.0, 15.0微克铜铅镍钴于50ml烧杯中,低温蒸至近干,加入1:1盐酸1ml,1%抗坏血酸5ml摇匀,加入1%氨基乙酸5ml,3%

硫氰酸钾溶液 4ml, 搅匀, 10分钟后于起始电位-0.35 伏处测铜; 加入碘化钾约 0.2 克, 搅匀, 30分钟后于起始电位-0.23 伏处测铅。加入 2M 磺基水杨酸溶液 2ml, 搅匀, 加入 56% 氢氧化铵 3.0ml, 搅匀, 放至室温, 加 5M 氯化铵溶液 4.5ml, 1% 丁二脲溶液 0.5ml, 搅匀, 2小时后于起始电位-0.80 伏处测镍、钴。

试验证明, 15ml 中 0—15 微克铜铅, 25 ml 中 0—15 微克的镍钴与测得的峰高(s×h) 呈良好的线性关系, 见下图。



峰高(s×h)与铜铅镍钴浓度的关系

## (二) 铜铅镍钴测定底液中诸试剂用量影响

1. 盐酸的浓度: 盐酸用量对本实验影响不大, 试验中加入 1:1 盐酸 1ml。

2. 抗坏血酸浓度: 抗坏血酸主要用以除氧和消除氧化性的高价离子, 提高测铅的灵敏度。本实验采用 1% 浓度抗坏血酸 5ml。

3. 硫氰酸钾的浓度: 硫氰酸钾是产生铜络合物吸附波的关键, 3% 硫氰酸钾用量在 1ml 以上时铜的峰高可达最大值并趋于稳定。试验中加入 4ml。

4. 氨基乙酸浓度: 加入 1% 氨基乙酸 4—8ml, 能有效地掩蔽铋钼等干扰离子。试验中加 5ml。

5. 碘化钾浓度: 15ml 中加入固体碘化钾 0.05 克能使铜波峰消失, 铅出现波峰并有

最大值, 试验中加入 0.2 克。

6. 磺基水杨酸浓度: 2.50ml 中加入 2M 磺基水杨酸 1—3ml 时, 镍钴波形稳定, 波峰较高。试验中加入 2.0ml。

7. 氯化铵浓度: 氯化铵主要用以稳定溶液的 pH, 使控制在 8—9 之间, 试验中加入 4.5ml。

8. 氢氧化铵浓度: 以氨水调 pH 时, pH < 8 镍钴波形不好, pH 8~9 时波形正常而清晰, pH > 9 时峰高有显著降低。经计算和试验, 为便于操作, 确定直接加入 56% 氢氧化铵 3.0ml。

9. 丁二脲浓度: 丁二脲量较少时即有镍钴的催化波产生, 加入 1ml 以上时溶液产生混浊, 采取 0.5ml 用量。

## (三) 共存离子的影响

所试干扰离子影响情况与资料 [1]、[2] 基本相符。铋钼等离子对铜铅的干扰已加氨基乙酸清除。铜铅之间比例不大于 10 倍不互相干扰。其他干扰离子在化探样品中一般含量不高。

## 化探样品分析

称取样品 0.05~0.1 克于 50ml 聚四氟乙烯烧杯中, 以水湿润, 加入浓盐酸 10ml 于电热板上加热分解 10 分钟取下, 加浓硝酸 3ml, 氢氟酸 3ml, 高氯酸 1ml 继续加热分解至高氯酸白烟冒尽。取下, 趁余热加入 1:1 盐酸 1ml, 摇动溶解可溶盐。加入 1% 抗坏血酸 5ml, 摇匀。加入 1% 氨基乙酸 5ml, 3% 硫氰酸钾溶液 4ml, 搅匀。10 分钟后于起始电位-0.35 伏处测铜。加入碘化钾约 0.2 克, 搅匀。30 分钟后于起始电位-0.23 伏处测铅。加入 2M 磺基水杨酸 2ml, 搅匀, 加入 56% 氢氧化铵 3.0ml 搅匀, 放至室温, 加入 5M 氯化铵 4.5ml, 1% 丁二脲乙醇溶液 0.5ml, 搅匀, 2 小时后于起始电位-0.80 伏处测定镍钴。

分取 0, 0.2, 0.5, 1.0, 2.0, 5.0,

化探标样分析结果对照表

样品编号	Cu(ppm)		Pb(ppm)		Ni(ppm)		Co(ppm)	
	原结果	本法结果	原结果	本法结果	原结果	本法结果	原结果	本法结果
地 1	21.5	18	23	26	72	72.5	20	18
2	5	3	31	40	5.6	6	2.5	3
3	176	172	41	34	25.5	25	12	10
4	36	34	31	34	40	43	18	16
5	134	127	114	111	35	34	18	16.5
6	384	395	28	21	78	73	24	20
7	38	34	357	308	53	58	20	17
8	4	4	21.5	23	3.0	3.5	3.5	3
陕B 31	51	54	16	19	54	51.5	20	18.5
32	15	13	24	21	21	24	14	12
33	40	39	18	21	45	42	15	13.5
34	65	74	16	23	78	76	22	18.5

10.0, 15.0 微克铜铅镍钴于 50ml 烧杯中, 低温蒸至近干, 加入 1:1 盐酸 1ml, 以下同样品分析手续, 绘制工作曲线。

#### 讨 论

1. 铜量大于 1 微克/ml 时, 容易得到偏低的结果。可预先将溶液稀释分取少量溶液测定。

2. 如矿样中含 Cd 大于 1ppm 时亦可在

测 Pb 同时测定 Cd。

3. 为使镍与丁二脞间络合完全, 需放置 2 小时以上。

#### 参 考 文 献

1. 段士斌, 理化检验, 16(1), 49~51 (1980)。

## Polarographic Determination of Copper, Lead, Nickel and Cobalt in Geochemical Samples

Zheng Ke-qin     Duan Fu-sen

A polarographic method for continuous determination of copper, lead, nickel and cobalt in geochemical samples is reported. Copper gives a sensitive peak in a solution containing HCl, KCNS,  $\text{NH}_2 \cdot \text{CH}_2 \cdot \text{COOH}$  and ascorbic acid; in the same solution lead can be determined by adding potassium iodide; nickel and cobalt are determined by adding  $\text{NH}_4\text{OH}$ ,  $\text{NH}_4\text{Cl}$ , sulfosalicylic acid and dimethylglyoxime. The detection limits are  $0.02 \mu\text{g/ml}$  for Cu, Pb;  $0.01 \mu\text{g/ml}$  for Ni, Co.