

# 镓-钙试剂羧酸钠极谱波的研究及应用

黄慧萍<sup>①</sup> 孙涛

中国地质大学应用化学系 武汉 430074

钙试剂羧酸钠在 HAc-NaAc 介质中能与 Ga (Ⅲ) 生成络合物产生一极谱波, 峰电位在 -0.45V 处 (vs. SCE), Ga 浓度在 0.01~0.40 μg/ml 范围与峰高呈线性关系。所拟方法检出限为 5 μg/L, 经标样分析验证其测定结果与推荐值相符。

## 1 实验部分

### 1.1 仪器及主要试剂

JP-1A 型示波极谱仪, 821(B) 型新极谱仪。

Ga 标准溶液 1 μg/ml, HCl 介质; 钙试剂羧酸钠溶液  $1 \times 10^{-3}$  mol/L; HAc-NaAc 溶液 pH 4.7。

### 1.2 实验方法

取 3 μg Ga 于 25ml 比色管中, 加 2.5ml 钙试剂羧酸钠溶液, 用稀 NaOH 中和至溶液刚变蓝色, 再用稀 HCl 调至刚变红色, 加 5ml HAc-NaAc 缓冲液, 用水稀释至刻度。测定 -0.45V 处的极谱导数波 (如下图)。

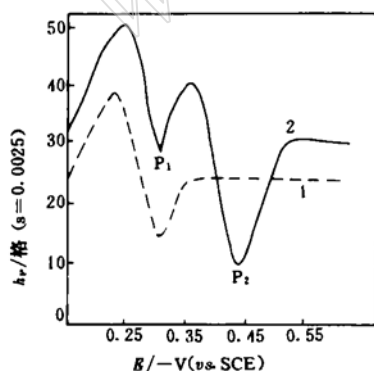


图 Ga-钙试剂羧酸钠极谱波

1—空白溶液 (P<sub>1</sub> 峰);  
2—含 Ga 试液 (P<sub>2</sub> 峰)。

## 2 结果与讨论

### 2.1 底液最佳条件

试验表明, Ga-钙试剂羧酸钠仅在 HAc-NaAc 和邻苯二甲酸氢钾-NaOH 介质中起峰, 其波形和波高

基本相同。本实验选用的 HAc-NaAc 体系浓度为 0.1 mol/L 时最佳。

当络合剂浓度为  $4 \times 10^{-5} \sim 1.2 \times 10^{-4}$  mol/L 时波峰最高且基本稳定, 选定浓度为  $1 \times 10^{-4}$  mol/L。

### 2.2 共存离子影响

对于 1.0 μg Ga, 测定误差 ≤ 5% 时, 下列共存离子 (μg) 不干扰测定: Mo(V) 2, Co<sup>2+</sup> 4, Cr(VI) 5, Mn(V) 5, Pb<sup>2+</sup>, V(V), Ca<sup>2+</sup> 5, Be<sup>2+</sup>, Bi<sup>3+</sup>, Cu<sup>2+</sup>, Sb(V), Sn(V), Ti(V), Y(Ⅲ), Fe<sup>3+</sup>, Mg<sup>2+</sup> 10, Er(Ⅲ), In<sup>3+</sup>, Li<sup>+</sup>, Nb(V), Sr<sup>2+</sup>, Th(V), Tl<sup>3+</sup>, W(V), Zn<sup>2+</sup>, Zr(V) 50, Cd<sup>2+</sup>, Al<sup>3+</sup> 100, Ba<sup>2+</sup>, Ni<sup>2+</sup> 500。大量的 PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>, Cl<sup>-</sup>, NO<sub>3</sub><sup>-</sup> 均不干扰测定。由于一些共存组分允许量小, 故采用文献<sup>[1]</sup>方法萃取分离。

### 2.3 极谱波机理研究

通过电毛细管曲线、温度的影响、扫描前静止时间的影响、循环伏安图等实验, 证明该极谱波为不可逆络合吸附波, 络合物的组成比为 Ca : R = 1 : 3。

## 3 试样分析

试样分析手续见文献<sup>[1]</sup>, 其结果列于下表。结果说明本法可行

| 表 样品分析结果 |      | $w(\text{Ga})/10^{-6}$ |
|----------|------|------------------------|
| 样品名称     | 推荐值  | 本法值 ( $n=2$ )          |
| GSD-2    | 27.4 | 26.8                   |
| GSD-4    | 20.5 | 20.1                   |
| GSD-6    | 16.7 | 16.4                   |
| GSD-7    | 17.7 | 17.9                   |
| GSD-8    | 10.8 | 10.1                   |

## 4 参考文献

- 岩石矿物分析编写组. 岩石矿物分析. 第3版. 北京: 地质出版社, 1991. 728~780.

(收稿日期: 1993-06-28, 修回日期: 1994-02-14)

<sup>①</sup> 黄慧萍 女, 讲师, 从事分析化学教学工作。