

极谱分析法测定生活固体废弃物中痕量铅 Determination of Trace Lead in Integrated Solid Wastes by Polarography

梁信源¹, 蔡卓¹, 梁稳², 钟伟明³, 彭辉¹

LIANG Xin-yuan¹, CAI Zhuo¹, LIANG Wen², ZHONG Wei-ming³, PENG Hui¹

(1. 广西大学化学化工学院, 广西南宁 530004; 2. 广西上达实验仪器设备有限公司, 广西南宁 530022; 3. 南宁市质量技术监督局, 广西南宁 530022)

(1. College of Chemistry and Chemical Engineering, Guangxi University, Nanning, Guangxi, 530004, China; 2. Guangxi Sci-tech Instrument & Equipment Co., Ltd., Nanning, Guangxi, 530022, China; 3. Nanning Quality Technology Supervision Bureau, Nanning, Guangxi, 530022, China)

摘要:采用浓硫酸炭化、硝酸-高氯酸消解废弃报纸、导购彩报和废弃尼龙麻袋样品,在6%溴化钾、1%酒石酸钾钠、0.7%的盐酸、5%磷酸、2%盐酸羟胺、3%(体积)三乙醇胺混合底液中,以单扫描极谱法测定样品中痕量铅的含量。结果表明,铅在滴汞电极上于-0.47V(相对饱和甘汞电极)处产生一灵敏催化极谱波,极谱峰电流与铅浓度在0.2~300ng/mL范围内有良好的分段线性关系,检出限为0.16ng/ml。该方法的RSD为5.6%~7.1%,加标回收率为89%~105%。本法快速简便,准确度高,用于实际样品测定的结果满意。

关键词:极谱法 铅 固体废弃物

中图分类号:O657.14 文献标识码:A 文章编号:1002-7378(2006)S0-0443-03

Abstract: A new polarography method for the determination of trace lead in waste newspaper, advertisement paper, and nylon gunnysack sample is described. The treatment of the samples was done by carbonizing the samples using strong sulfuric acid at first and then digesting using nitric acid-perchloric acid solution. The supporting electrolyte solution used in this measurement is established as 6% KBr-1% KNaC₄H₄O₆ · 4H₂O-0.7% HCl-5% H₃PO₄-2% NH₂OH · HCl-3% N(CH₂CH₂OH)₃. The peak potential of lead is -0.47V (vs. SCE). The peak height is linear with lead concentration in the range of 0.2~300ng/ml. The detection limit is 0.16 ng/ml, the RSD is in the range of 5.6%~7.1%, and the recovery is 89%~105%. This method is rapid and simple, and has been used to determine trace lead in integrated solid wastes with satisfactory results.

Key words: polarography, lead, integrated solid wastes

报纸、画报等印刷品可为人们提供各种有用和丰富的信息,但也可能由于其含有重金属元素铅而对人们的身体健康造成危害。报纸中的铅主要来源于造纸原料和印刷油墨。监测印刷品中铅的含量对控制铅中毒、保障人们身体健康具有重要意义。国内外对铅的测定方法已有许多研究^[1~6],但对生活固

体废弃物中铅的分析报道尚不多见。本文研究催化极谱测定废报纸等生活固体废弃物中痕量铅的新方法,此法仪器简单,操作简便快速,检出限低。用于实际样品测定,结果满意。

1 实验部分

1.1 仪器和试剂

JP-303 型极谱分析仪(成都仪器厂),三电极系统。

铅标准溶液(1mg/ml):准确称取1.000g高纯金属铅(99.99%)溶于适量6mol/L硝酸中,用水准确稀释到1L,摇匀、备用。使用前再稀释到所需浓度。

硝酸-高氯酸混合液(4+1),盐酸溶液(1+2),磷酸溶液(1+1),酒石酸钾钠溶液(10%),溴化钾溶液(40%),盐酸羟胺溶液(20%)。

酒石酸钾钠(天津化学试剂厂);溴化钾(上海试四赫维化工有限公司);浓盐酸(南宁嘉缘精细化工厂);浓磷酸(广西师范学院化学试剂厂);盐酸羟胺(上海试四赫维化工有限公司);三乙醇胺(广州市新港化工有限公司);高氯酸(上海桃浦化工厂);硝酸(广东省廉江市爱廉化学试剂有限公司)。以上试剂均为分析纯,水为去离子水。

1.2 实验方法

1.2.1 标准工作曲线绘制

取6个50ml干净容量瓶。依次加入40%溴化钾7.5ml、20%盐酸羟胺5ml、10%酒石酸5ml、(1+2)HCl 2.5ml、(1+1)磷酸4ml、三乙醇胺1.5ml。将铅标准溶液稀释到所需浓度。准确移取不同体积的铅标准溶液(0~1 μ g)于加完底液的容量瓶中,定容。以-0.2V为起始电位,-0.7V为终止电位做一阶导数极谱扫描,扫描速率为250mV/s,读取0.47V处的峰电流(图1),作浓度对电流的工作曲线。

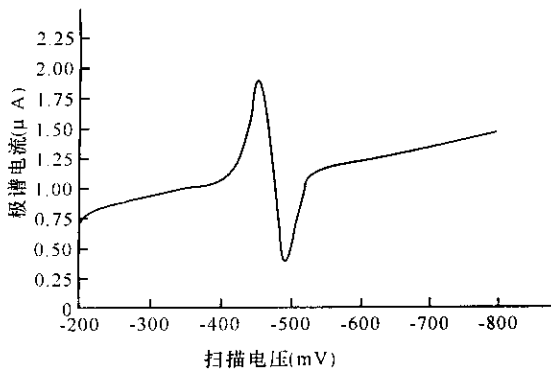


图1 铅络合物的一阶导数极谱曲线

1.2.2 样品处理

准确称取废报纸、导购彩报样品0.5g于100ml锥形瓶中,加入5ml浓硫酸使样品完全炭化,加入10ml(4+1)硝酸-高氯酸混合液,置于万用电炉上低温加热消解至无色透明。若消解过程中溶液颜色加深呈现棕黑色时停止加热,稍冷却后补加适量硝酸,继续加热至溶液呈无色透明,并冒白烟。再加入5ml左右的水,加热驱酸,至残液5ml左右(重复2次)。取下冷却,然后转移到50ml容量瓶中,定容待测。对废弃尼龙麻袋样品,采用36%醋酸浸取,浸取液可

直接用于极谱测定铅。

1.2.3 样品含量测定

移取消解好的溶液5ml于50ml容量瓶中,依次加入溴化钾、盐酸羟胺、酒石酸钾钠、盐酸、磷酸、三乙醇胺等组成底液,用水稀释到刻度。按标准工作曲线制作的步骤进行测定,根据峰高,求出试样中铅的含量。

2 结果与分析

2.1 极谱测定条件选择

2.1.1 溴化钾浓度确定

在此体系中,峰电流先是随溴化钾浓度升高而升高,当溴化钾浓度升高到6%时,峰电流达到最大,随后峰电流基本不变。本实验确定溴化钾的用量为6%。

2.1.2 酒石酸钾钠浓度确定

酒石酸钾钠浓度在1%以内时,峰电流基本保持不变,浓度达到2%时体系有沉淀析出。酒石酸钾钠可用于掩蔽一些干扰离子的影响,因此确定酒石酸钾钠浓度为1%。

2.1.3 盐酸浓度确定

此体系的pH值为1~2时稳定性最佳。为了保证溶样后体系酸度达到pH值为1~2,我们确定盐酸质量浓度为0.7%。

2.1.4 磷酸浓度确定

实验的峰电流随磷酸浓度的增加先增大后减小,当浓度为5%时峰电流最大。磷酸有改善峰形的作用,因此确定磷酸质量浓度为5%。

2.1.5 盐酸羟胺浓度确定

盐酸羟胺在体系中浓度为1%~2%时峰电流最平稳,盐酸羟胺的主要作用是除去氧波和稳定波形。考虑到样品的复杂性,我们取2%盐酸羟胺以保证量足够。

2.1.6 三乙醇胺对峰电流的影响

在实验过程中,我们发现三乙醇胺体系体积比浓度为3%时峰电流最大,因此确定三乙醇胺体积浓度为3%。

综上所述,我们确定极谱测定体系为6%溴化钾、1%酒石酸钾钠、0.7%的盐酸、5%磷酸、2%盐酸羟胺、3%(体积)三乙醇胺。

2.2 线性范围和方法的检出限

在所选的体系中,铅的浓度在0.2~300ng/ml范围内与极谱峰电流有良好的分段线性关系,其中在0.2~2ng/ml时,线性回归方程为 $I_y = 14.26C_x$

+ 1.739, $R = 0.9922$; 检出限为 0.16ng/ml。在 2~10ng/ml 时, 线性回归方程为 $I_y = 4.243C_x + 1.517$, $R = 0.9962$; 在 10~20ng/ml 时, 线性回归方程为 $I_y = 1.891C_x + 1.079$, $R = 0.9973$; 在 20~300ng/ml 时, 线性回归方程为 $I_y = 1.732C_x + 7.629$, $R = 0.9995$ 。

2.3 干扰试验

在选定的底液中, 对 30 种离子进行了干扰试验。结果在铅浓度为 100ng/ml, 测定相对误差为 $\pm 5\%$ 时, 500 倍的 Sn^{2+} 、 Co^{2+} 、 Fe^{2+} 、 Mg^{2+} 、 Mn^{2+} 、 Cr^{3+} 、 CO_3^{2-} 、 Ni^{2+} 、 Ca^{2+} 、 Al^{3+} 、 Zn^{2+} 、 ClO_4^- 、 ClO_3^- 、 SiO_3^{2-} 、 F^- 、 Na^+ 、 Ag^+ 、 Hg^{2+} 、 Sr^{2+} 、 La^{3+} , 200 倍的 Cd^{2+} 、 VO_3^- 、 Zr^{4+} 、 Bi^{3+} 、 Sb^{3+} , 20 倍的 MoO_4^{2-} 、 Cu^{2+} 、 Ba^{2+} 、 WO_4^{2-} 、 In^{3+} 对测定体系无干扰。

2.4 样品检测

将废弃物消化处理液定量转移至 50ml 容量瓶中, 按上述测定方法加入底液, 定容。以单扫描极谱法进行测定, 根据工作曲线求出样品的铅含量, 结果见表 1。

表 1 样品分析结果

样品	铅含量($\mu\text{g/g}$)					RSD (%)	加入铅量($\mu\text{g/g}$)	测得总量($\mu\text{g/g}$)	回收率 (%)
	1	2	3	4	平均值				
废弃报纸	2.29	2.51	2.69	2.57	2.52	6.7	3.0	4.91	89
导购彩报	3.58	4.10	3.52	3.84	3.76	7.1	1.8	5.83	104
尼龙麻袋 ^a	0.77	0.66	0.72	0.74	0.72	5.6	0.4	1.18	105

3 结束语

本文在溴化钾-酒石酸钾钠-盐酸-磷酸-三乙醇

胺-盐酸羟胺极谱测定体系中, 采用单扫描极谱法测定生活中的废弃报纸、导购彩报、废弃尼龙麻袋中的铅含量, 结果发现, 废弃报纸、导购彩报都含有铅, 平均值在 2~4 $\mu\text{g/g}$ 之间。尼龙包装袋中铅的含量较低。试验采用的测定体系稳定性高, 重现性好, 抗干扰能力强。所用的醋酸对本体系影响不大。

报纸、导购彩报中铅含量对人的健康有影响。因此日常生活中我们应该注意加强自我防护, 防止铅中毒, 例如看完报纸后马上洗手, 不要用报纸等印刷品包裹食品, 不要边拿报纸边拿食物等。

参考文献:

- [1] 刘建, 徐海芳. 微波消解-石墨炉原子吸收法测定餐巾纸和面巾纸中的铅镉含量[J]. 口岸卫生控制, 2003, 8(6):9-11.
- [2] 王百文, 张榕, 康妍, 等. 单扫描极谱法测定食品中的铅[J]. 分析仪器, 2003(3):26-28.
- [3] 徐嵘, 顾浩飞, 陈旭辉, 等. 纸制包装中镉、铬、铅、汞的测定[J]. 中国造纸, 2005, 24(11):31-33.
- [4] 张卫华, 金贞淑, 赵丹庆, 等. 极谱分析法连续测定痕量铅和镉[J]. 光谱实验室, 2002, 19(3):335-337.
- [5] 金贞淑, 张卫华, 赵日华, 等. JP-303 型极谱分析法测定痕量铅的研究[J]. 光谱实验室, 2001, 18(3):304-306.
- [6] 杨怀文. DPAS 法直接测定卫生纸中铅[J]. 环境与健康杂志, 1996, 13(2):77-78.

我国科学家开发出 3 种电化学仪器

我国广泛用于环境、化工、医药、农业等方面的高技术分析监测仪器, 约有 70% 依赖进口, 一些急需的分析仪器尚属空白。开发具有我国自主知识产权的新型分析仪器, 成为摆在科技人员面前的迫切任务。从 2001 年 12 月起, 中国科学院长春应用化学研究所承担起“十五”国家科技攻关重大项目“科学仪器研制与开发”子项目“电化学分析仪器”的研制与开发任务。经过一年半的努力, 课题组研制出目前国内急需的“在线生化需氧量监测仪”、“在线溶氧监测仪”和“毛细管电泳电化学发光检测仪”三种科学分析仪器。这三种具有自主知识产权的科学分析仪器创新性显著, 设计制作新颖, 达到了国际先进水平。特别是“毛细管电泳电化学发光检测仪”属国际首创, 比进口同类仪器成本大幅降低。现已应用于药物、病毒、癌症等方面的科研分析, 在生化、医学、医药、临床、免疫等方面有着更为广阔的市场前景。