

DZ

中华人民共和国地质矿产行业标准

DZ/T 0064.1~0064.80—93

地下水质检验方法

1993-02-27 发布

1993-10-01 实施

中华人民共和国地质矿产部 发布

地下水水质检验方法
催化极谱法测定镉

DZ/T 0064.16—93

1 主题内容与适用范围

本标准规定了催化极谱法测定镉的方法。

本标准适用于测定地下水中的镉。最低检测量为 $0.05\mu\text{g}$, 其测量范围为 $0.5\sim 400\mu\text{g/L}$ 。

大部分共存元素均不干扰测定, 只有当铅、镉比值大于 $150:1$ 时, 才会引起镉的负值。在溶液中加入乙二胺以沉淀铁、钛等元素。

2 方法提要

镉在酸性介质中与四丁基碘化铵-碘化钾作用, 可生成电活性络合物, 易吸附于汞阴极表面, 于 -0.77V (对银电极) 处, 产生灵敏的吸附催化波。

3 仪器

3.1 示波极谱仪。

3.2 三电极(滴汞、银片、铂丝)。

4 试剂

4.1 硝酸(HNO_3), $\rho_{20}=1.42\text{g/mL}$ 优级纯。

4.2 硝酸溶液(1+1)。

4.3 盐酸溶液(1+1)。

4.4 乙二胺溶液取乙二胺 5mL, 用亚沸蒸馏水稀释至 100mL。

4.5 抗坏血酸溶液(20g/L): 称取抗坏血酸 2g, 溶解于 100mL 亚沸蒸馏水中。

4.6 四丁基碘化铵溶液(20g/L): 称取四丁基碘化铵($(\text{C}_4\text{H}_9)_4\text{NI}$) 2g, 加无水乙醇 15mL 溶解, 再加亚沸蒸馏水至 100mL。

4.7 碘化钾。

4.8 镉标准贮备溶液: 称取金属镉(光谱纯) 1.000 0g, 加硝酸溶液(4.2) 20mL, 加热溶解并蒸干, 再加浓盐酸 5mL, 蒸干, 赶尽硝酸。加盐酸溶液(4.3) 10mL 加热溶解干涸物, 冷后转入 1 000mL 容量瓶中, 用亚沸蒸馏水定容。此溶液 1mL 含 1.0mg 镉。

4.9 镉标准溶液: 移取镉标准贮备溶液(4.8) 以亚沸蒸馏水逐级稀释至 1mL 含 $1.0\mu\text{g}$ 镉, 并保持溶液内含有 0.5% 的盐酸。

5 分析步骤

5.1 样品分析

5.1.1 移取 $\text{pH}\leq 2$ 的硝酸酸化水样 100.0mL 于 150mL 烧杯中, 低温加热蒸干, 加浓盐酸 5mL, 蒸干

两次,赶尽硝酸,取下,加入盐酸溶液(4.3)1mL 溶解干涸物。

5.1.2 加乙二胺溶液(4.4)9mL,抗坏血酸溶液(5.5)2mL,摇匀。加碘化钾(4.7)0.2g,四丁基碘化铵溶液(4.6)0.5mL,摇匀。放置 15min。将试液倒入电解池中,插入三电极(滴汞、银片、铂丝)于起始电位 -0.45V 作导数极谱图,记录峰电流值。

5.2 空白试验

吸取 100.0mL 无镉蒸馏水代替水样,按 5.1 步骤进行。

5.3 标准曲线的绘制

准确移取镉标准(4.9)0、0.05、……2.00 μg 于一系列 25mL 烧杯中,低温加热蒸干,加盐酸溶液(5.3)1mL,加热溶解干涸物。以下步骤按 5.1.2 进行。以镉浓度对峰电流值,绘制标准曲线。

6 分析结果的计算

依下式计算镉的质量浓度

$$\text{Cd}(\text{mg/L}) = \frac{m}{V}$$

式中: m ——从标准曲线上查得的镉量, μg ;

V ——取水样体积,mL。

7 精密度和准确度

同一实验室测定镉离子含量为 20 $\mu\text{g/L}$ 的水样,其相对标准偏差为 4.74%,回收率为 91%~108.7%。

附 录 A
标准的有关说明
(参考件)

A1 底液的酸度对波高影响较大。酸度过大,使峰电流降低,电位发生负移;酸度过小,波峰不稳定,甚至不出峰波,较适宜的酸度为盐酸 $[c(\text{HCl})]0.2\text{mol/L}$ 。

A2 温度对测定也有较大的影响。温度过低,峰电流偏小;升高温度有加速扩散作用,使峰电流增高;当温度高于 40°C 时,又会产生解吸作用,使峰电流降低,甚至消失。较适宜的温度为 $25\sim 30^{\circ}\text{C}$,而测定时样品和标准必须保持一致的温度。

附加说明:

本标准由地质矿产部提出。

本标准由地质矿产部水文地质工程地质研究所归口。

本标准由河南省地矿厅环境地质总站负责起草。

本标准主要起草人吕水明。