

越小。但用多长测量时间才算合理的问题尚未解决。因此,同一样品或同一元素,各人所求结果并不相同,甚至差别很大。

按上述公式计算,为检测出0.001%含量,测量时间至少要几小时,但测量时间延长,仪器漂移引起的系统误差随之增大,样品也会受到严重污染。这样就很难想象电子探针可用于分析痕量元素。但在有利条件下,电子探针的检测限有可能达到0.001%。这些条件包括仪器性能、分析技术、待测元素的激发效率和探测效率,以及基体效应等。我们正是在充分考虑这些因素的基础上,选择最佳条件进行分析的。

本工作还处于方法试验阶段,尚未开展实用分析。但可预料,通过不断实践和完善,电子探针今后有可能成为分析矿物、冶金产品和各种材料中微量痕量元素的一种重要手段。

参 考 文 献

- [1] M.G.Bersch, G.J.Taylor and K.Keil, Microbeam Analysis, A.D.Roming, W.F.Chambers, eds., p138, Francisco Press, 1986.
- [2] G.A.Mckay, R.S.Seymour, Micro beam Analysis, K.E.J.Heinrich ed., p431-434, San Francisco, 1982.
- [3] D.G.W.Smith, S.J.B.Reed, X-Ray

Spectrometry, 10, 198(1981).

- [4] L.Sauter, D.van Der Ben, R.van Grieken, X-Ray Spectrometry, 8, 159 (1979).
- [5] Josephl Goldstein, Dale E.Newbury et al., Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis, p393-439, Plenum, 1981.
- [6] C.E.Feather, J.P.Willis, X-Ray Spectrometry, 5, 41(1976).
- [7] A.P.Schneider, The 6th International Conference on X-Ray Optics and Microanalysis, G.Shinoda, K.Kohra and T.Ichinokawa eds., p211, University of Tokyo Press, 1972.
- [8] Robert H.Heidel, George A.Desborough, Proceeding of the 6th National Conference on Electron Probe Analysis, p25A, 1971.
- [9] 由井俊三, 藤木良规, 矿物学杂志, 12 (特别号), 35 (1976).
- [10] 李化平, 物理, 12 (1), 22 (1982); 12 (2), 80 (1982).
- [11] S.J. B里德著, 林天辉, 章请国译, 电子探针显微分析, 上海科学技术出版社, 1980.
- [12] 刘茂江, 李永祚, 显微分析技术资料, 显微分析编辑组编, p143-166, 1978.

冷原子吸收法测定电池电解液中的汞

鄢 国 强

(上海材料研究所)

电池电解液中的 HgCl_2 起缓蚀剂作用, 保护负极锌片不被腐蚀, 控制其中的 HgCl_2 含量对于提高产品质量有重要意义。

测定Hg的分析方法很多, 本实验选用冷原子吸收法。针对测定体系作了一些条件实验, 所拟方法实际应用结果令人满意。

1. 仪器及试剂

CG—1A型冷原子吸收测汞仪(金坛电分析仪器厂);

SnCl_2 溶液, 配制成20%的6M HCl溶液;

Hg标准储备溶液; $1 \text{ mg} \cdot \text{ml}^{-1}$, 溶解0.1354g HgCl_2 于2.5ml HCl中, 于容易瓶中使用

水稀释至100ml。储放在阴凉、黑暗处,两个月后重新配制;

Hg标准工作溶液: $0.1\mu\text{g}\cdot\text{ml}^{-1}$, 用0.3M HCl由 $1\text{mg}\cdot\text{ml}^{-1}$ Hg储备溶液连续稀释法配制。由于Hg易挥发或表面吸附损失,因此该溶液应该当日新鲜配制(大约5小时内保持浓度不变)。

实验装置如图1所示。

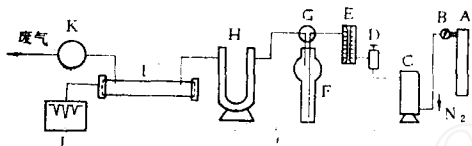


图1 冷原子吸收测定汞的实验装置图

A. 钢瓶; F. 氧气流量表; C. 气体缓冲瓶; D. 针形阀;
E. 流量计; F. 翻泡瓶; G. 四通阀; H. 干燥管; I. 25cm
比色池; T. 记录仪; K. 吸收瓶

2. 分析方法

吸取5ml或称取5g试样,用0.3M HCl稀释至250ml,然后分取1ml再用0.3M HCl稀释至200ml,最后吸取此液5ml于翻泡瓶F中,用水补足体积至8ml,加入 SnCl_2 溶液2ml,立即盖紧翻泡瓶,开通气路,在253.7nm处记录吸收峰。

3. 结果与讨论

(1) 实验条件的选择:

①考虑到试样的含Hg量,仪器的灵敏度选择置于800档。

②载气流速在 $1.4\text{l}\cdot\text{min}^{-1}\sim 2.9\text{l}\cdot\text{min}^{-1}$ 之间,吸收峰高不改变。气流速度太小,Hg原子在比色槽中停留时间长,延长了测定周期,流速太大,浪费氮气,且翻泡过多,容易将水蒸气或泡沫带入干燥管,影响测定。实验中选择载气(N_2)流速为 $1.5\text{l}\cdot\text{min}^{-1}$ 。

③还原剂 SnCl_2 加入量多于1.0ml对测定无影响,过小,还原不完全,吸收峰高降低。由于在测试过程中,有偏锡酸析出,粘附在翻泡瓶周围,给操作带来麻烦^[1]。因此选择 SnCl_2 加入量为2.0ml。

④用于消除水泡沫或水蒸气的常用干燥剂

有 $\text{Mg}(\text{ClO}_4)_2$ 、 CaCl_2 、硅胶。 $\text{Mg}(\text{ClO}_4)_2$ 价格较高,硅胶需要频繁更换,因此,实验中选择 CaCl_2 作为干燥剂。

(2) 工作曲线的绘制:

①标准曲线的绘制:于翻泡瓶中加入0, 0.1, 0.2, 0.3, 0.4, 0.5, 0.6, 0.7, 0.8 Hg标准工作溶液,用水补足8ml,加入 SnCl_2 溶液2ml,盖紧翻泡瓶,开通气路,在253.7nm处记录吸收峰高。以峰高对Hg含量作图,如图2所示。由图可见,Hg含量小于 $0.7\mu\text{g}$ 时线性良好。

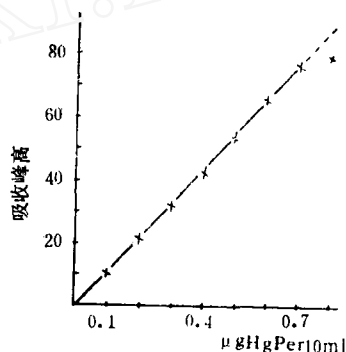


图2 标准曲线

②工作曲线的绘制:吸收无汞电糊溶液按分析方法稀释,吸收最后的稀释液5ml于翻泡瓶中,分别加0, 0.1, 0.2, ..., $0.8\mu\text{g}$ Hg标准工作溶液,以下同标准曲线绘制操作,所得到的工作曲线与标准曲线互相吻合。可见,测定系中的存在物及存在量对测定无干扰。

(3) 回收实验及测定结果:

①结果计算

$$\begin{aligned} \text{Hg}(W\cdot V^{-1})\% &= m_1 \times \frac{1}{10^6} \times \frac{200}{V_1} \times \frac{250}{V_0} \times 100 \\ &= \frac{5m_1}{V_1 \times V_0} \end{aligned}$$

式中 m_1 —从曲线上查得的汞的质量数值(μg);

V_1 —用于测定的分取溶液体积(ml);

V_0 —移取试样体积,ml或称取试样重量(g)。

②回收率及测定结果见表1。

表 1 回收率及测定结果

编号	原结果	测定结果 (\bar{X})	试样加标回收率
B4-887	0.029%	0.029% (n=5)	90%
B4-890	0.031%	0.032% (n=4)	102%

致谢：实验期间，得到了蒋本初工程师的支持，谨致谢忱。

参 考 文 献

- [1] 田笠卿, 俊藤正志, 石井大道, 高等学校化学学报, 6 (10), 887 (1985)。

讨 论

光谱仪器的发展趋势

沈 泽 清

(北京第二光学仪器厂)

光谱仪器是进行物质成份和结构分析的重要测试手段。随着分析技术水平的提高, 光谱仪器的应用范围不断扩大。目前我国已经拥有一批技术力量较强的光谱仪器生产厂, 能够自行设计和制造各类光谱仪器。国产光谱仪器的品种发展很快, 数量迅速增加, 与世界先进水平的差距正在缩小, 有些品种的技术水平已跻身世界先进水平的行列。总之我国光谱仪器制造业是一个蓬勃发展的行业。为了进一步提高发展速度, 更好地适应技术发展的新形势, 追赶世界先进水平, 探索光谱仪器的发展趋势, 正确评价我国光谱仪器的发展水平, 找出差距, 把握正确的发展方向, 对光谱仪器的制造者和使用者都是有益的。

1. 光谱仪器的发展趋势

(1) 随着微型计算机技术的进步, 微型计算机在光谱仪器上的自动控制 and 信息处理功能将不断扩大, 并逐步引向智能化。

(2) 由于微型计算机功能的扩展, 双光束仪器有可能逐步为结构简单, 光能损失不大的单光束仪器所取代。

(3) 光电二极管阵列检测器和付立叶变换技术的应用, 使紫外到红外整个光谱区域内

的扫描速度大幅度提高, 为光谱仪器与气相色谱、液相色谱等其他分析仪器的联用创造了必要的条件。因此, 在未来的三五年中, 光谱仪器的联用技术会有新的发展。

下面就有代表性的几种光谱仪器的发展趋势谈一些粗浅的看法。

(1) 原子吸收分光光度计: 原子吸收分光光度计出现比较晚, 而发展速度很快。目前似有偏重向单光束型发展的趋势。单光束原子吸收分光光度计由于受光源强度波动的影响, 基线稳定性较差。双光束仪器有效地克服了这个缺点, 表现出一定的优越性。但它的结构复杂, 光能量损失严重, 仪器成本高, 同时光电倍增管的散粒噪声较大, 直接影响测定结果的准确性。尽管单光束仪器存在某些缺点, 但通过提高光源的稳定性, 备用灯提前预热和经常校正零点等办法可以在一定程度上加以克服, 所以, 长期以来, 单光束仪器并未被淘汰。国际上一些著名厂家, 一般都同时生产双光束和单光束两种仪器。近年来, 单光束仪器的比重逐渐增加, 一贯注重生产双光束仪器的美国帕金-埃尔默公司最近也推出 AA 1100 型单光束原子吸收分光光度计。日本日立制作所, 早在七十年代中