

海能仪器:水中砷(Ⅲ)和砷(Ⅲ+Ⅴ)含量的测定(阳极溶出伏安法)

重金属主要是指铅、镉、汞,以及类金属砷等生物毒性显著的元素,它们不能被生物降解,却能在食物链的生物放大作用下,成千百倍的富集,直接危害人类健康和水生生态系统的安全。因此,准确、快速地检测水环境中重金属的污染状况具有重要的现实意义。目前,重金属的检测主要采用原子吸收法,虽然能够对重金属准确定性、定量分析,但操作复杂,需要样品运输、保存等多个环节,数据缺乏时效性。本文采用 HTM-3 便携式重金属分析仪测定水中砷的含量,方法快捷、高效,尤其适合现场采样检测。

1.实验原理

便携式重金属分析仪采用阳极溶出伏安法,其测定原理分为两个过程: 1) 电沉积过程, 在一定的外加电压下, 电解质溶液中的 Hg 或 Au 离子首先被还原沉积在电极表面, 随后被测离子被还原并沉积在汞膜或金膜上, 此为一个富集过程; 2) 溶出过程, 电沉积过程结束后, 工作电极电位从负向正的方向扫描, 此时沉积的金属从电极上快速溶出, 从而获得很大的溶出电流, 根据溶出电流峰的出峰电位和峰高做定性与定量分析。

2.实验仪器及试剂

HTM-3 (Pro) 仪器套装

2号 工作电极 WE2, 对电极(C), 参比电极 (R)

M2&3 样品杯

M2&3 conditioning solution 电镀液

M3 standard solution 标准溶液.

M3 sachet 粉包

12M 盐酸（仅在分析As(III+V)中使用，自备）

水样（客户送检）

3.实验步骤

3.1 电极镀膜

- 1) 使用打磨套装,打磨2号工作电极，使电极表面光亮无划痕；
- 2) 将2号工作电极连接至探头上WE2的位置上；
- 3) M2&3电镀液倒入M2&3 样品杯中（半杯即可）；
- 4) 在软件中，在可用的测量的文件下拉菜单中选择M2&3

conditioning，然后点击电极预处理，该步骤将进行五分钟左右；

5)在镀膜结束后，需要将电镀液倒回原M2&3 conditioning solution试剂瓶中，该电镀液为反复使用设计。然后需要将整个探头和样品杯使用去离子水进行清洗，等待后续测试。

3.2 样品制备

3.2.1 砷As(III) 测试方法 分别将一包M3粉包加入样品杯中，然后加入70ml样品至样品杯中，过量的水会从样品杯周围的四个缺口流出，以保证每次采样的体积一致。

3.2.2 砷As(III) Or As(III+V) 分别将一包M3粉包加入样品杯中，然后加入70ml样品至样品杯中，过量的水会从样品杯周围的四个缺口流出，以保证每次采样的体积一致，并在水样中加3mL 12M的浓盐酸。

3.3 样品分析

确保样品杯已经连接至探头上，在可用的测试方法下拉菜单中选择As(III) Or As(III+V)，然后点击电极预处理，该步骤运行大概两分钟。该步骤的目的主要是混匀样品中的固体试剂和获得一个稳定的电极表面。然后选择标准添加法，等待大约两分钟软件提示加入20ppb 的标准溶液，使用微量移液器加入280微升的M3标准溶液，点击继续。然后仪器再次开始测试，大概两分钟后，即可获得检测结果。

4.实验结果

在测试结束后，未点击OK前，测试结果显示在分析窗口中。将以x.xx E 0A 显示，如果A为0那么结果即为x.xx ppb，如果A为1，结果则为x.xx 乘以10的一次方，即为xx.x ppb，其他以此类推。在点击OK以后，结果将以测试曲线图显示并自动加入日志文件列表。此时将显示两条曲线图，第一条为样品测试曲线图，第二条为标准添加后的测试曲线图，并显示测试结果。