

阳极溶出法测定 头发中的锌

复旦大学

化学教学实验中心

雷杰

一、实验目的

二、实验原理

三、仪器简介、使用方法

四、思考题

下一页

18:51:36



一、实验目的

通过对头发中的金属元素锌的测定，掌握头发样品的湿法/微波消化方法，以及阳极溶出法的原理和测定方法。掌握电化学工作站的结构及使用方法，学会汞膜电极的制作方法，掌握银-氯化银等的使用方法。

二、实验原理

- 电分析化学法是建立在溶液的电化学性质基础上的一类分析方法。
- 溶液的电化学性质是指电解质溶液通电（形成电化学电池）时，其化学组成和浓度随电位、电流、电导或电量等电学特性而变化的性质。
- 电分析化学法的**优缺点**。

电分析化学法的分类:

- 以不同的电学参数来分类:

电学参数	方法	备注
电导	电导法	
电位	电位法	实验1
电子做沉淀剂	电重量法	
电量	库仑法	
电流-电位曲线	伏安法、极谱法	本实验

- 1922年 极谱法创立 J.Heyrovský (海洛夫斯基)
- 1925年 J.Heyrovský 与志方益三 手工极谱仪V301
- 1934年 Ilkovič (尤考维奇) 方程 定量基础
- 1941年 I.M.Kolthoff, J.J.Lingane 极谱学
- 1950年 捷克 创建 极谱研究所
- 1959年 J.Heyrovský 获诺贝尔化学奖 (69岁)
- 1962年 J.Heyrovský, J.Kůta 《极谱学基础》
- 1967年 J.Heyrovský 逝世

极谱法（伏安法）的基本原理：

伏安法 → 溶出伏安法 → 阳极溶出伏安法。

- 阳极溶出伏安法：

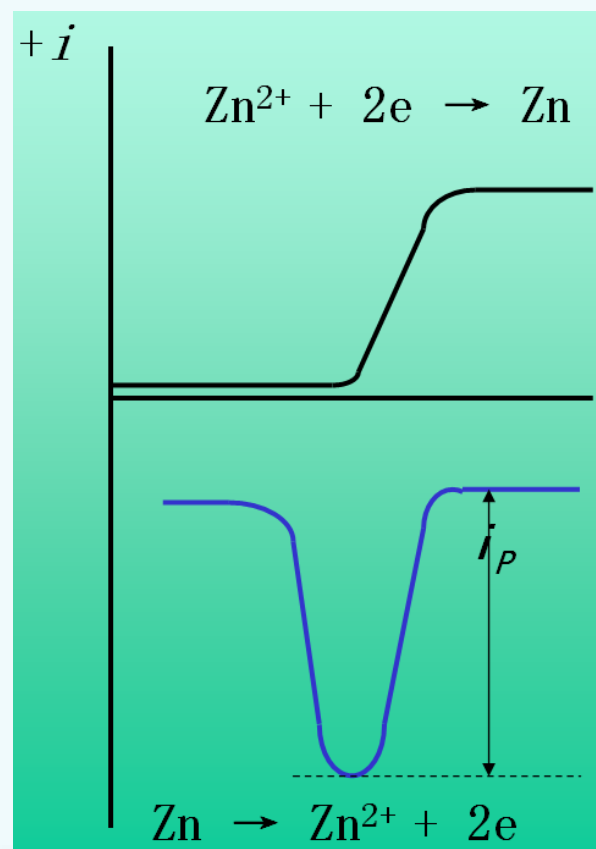
能测定30多种元素；

测定范围： $10^{-6} \sim 10^{-10}$ mol/L；

可分为两个过程：

A) 电解富集；

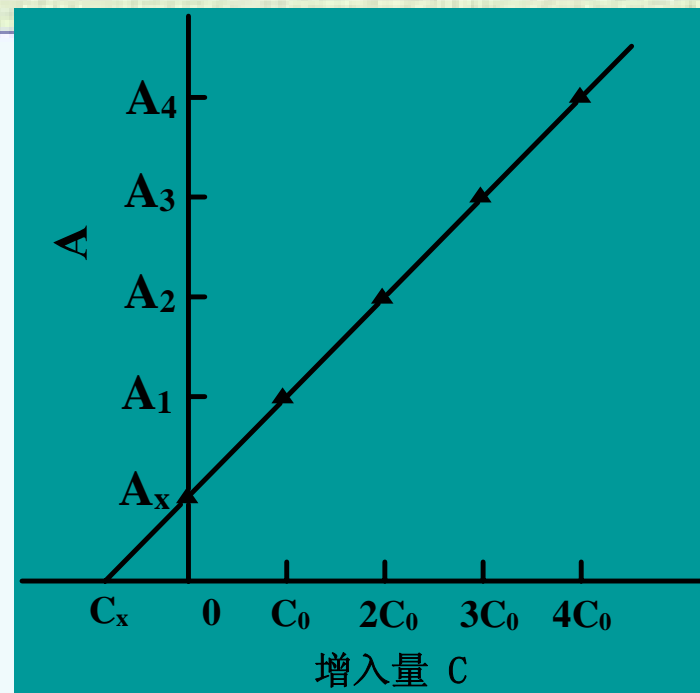
B) 阳极溶出。



定量方法:

□ 标准加入法

将小体积— V_s （一般为试液的1/50~1/100）而大浓度— C_s （一般为试液的100~50倍）的待测组份标准溶液，加入一定体积的试样溶液中，分别测量标准加入前后的电动势，从而求出 C_x 。可分为单次标准加入法和连续标准加入法两种。



三、仪器简介、使用方法



18:51:36

电极的类型:

- 按电极的物质构成:

- 1) 金属基电极

- 零类电极

- 第一类电极

- 第二类电极

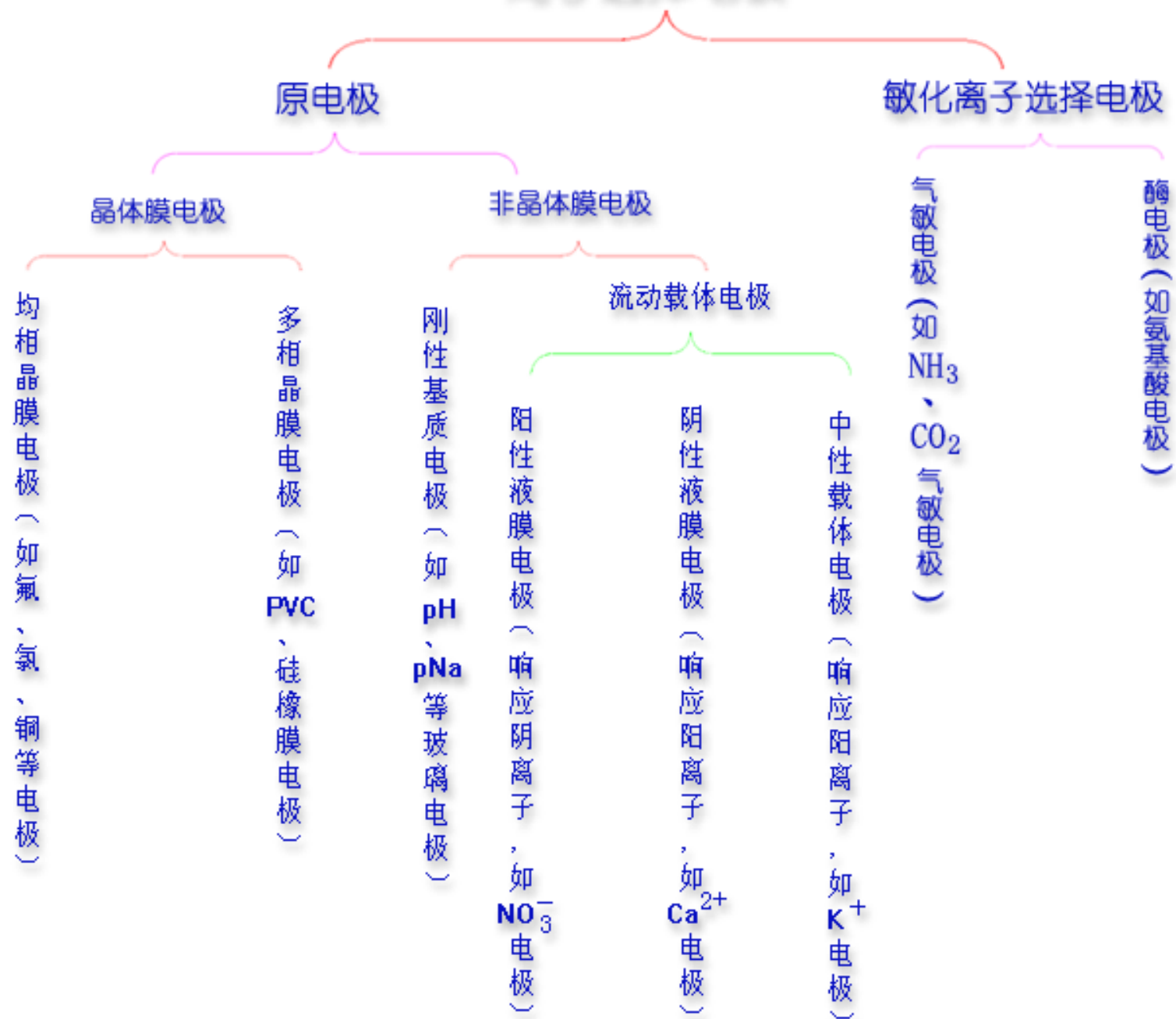
- 第三类电极

- 2) 膜电极

- 3) 超微电极与化学修饰电极

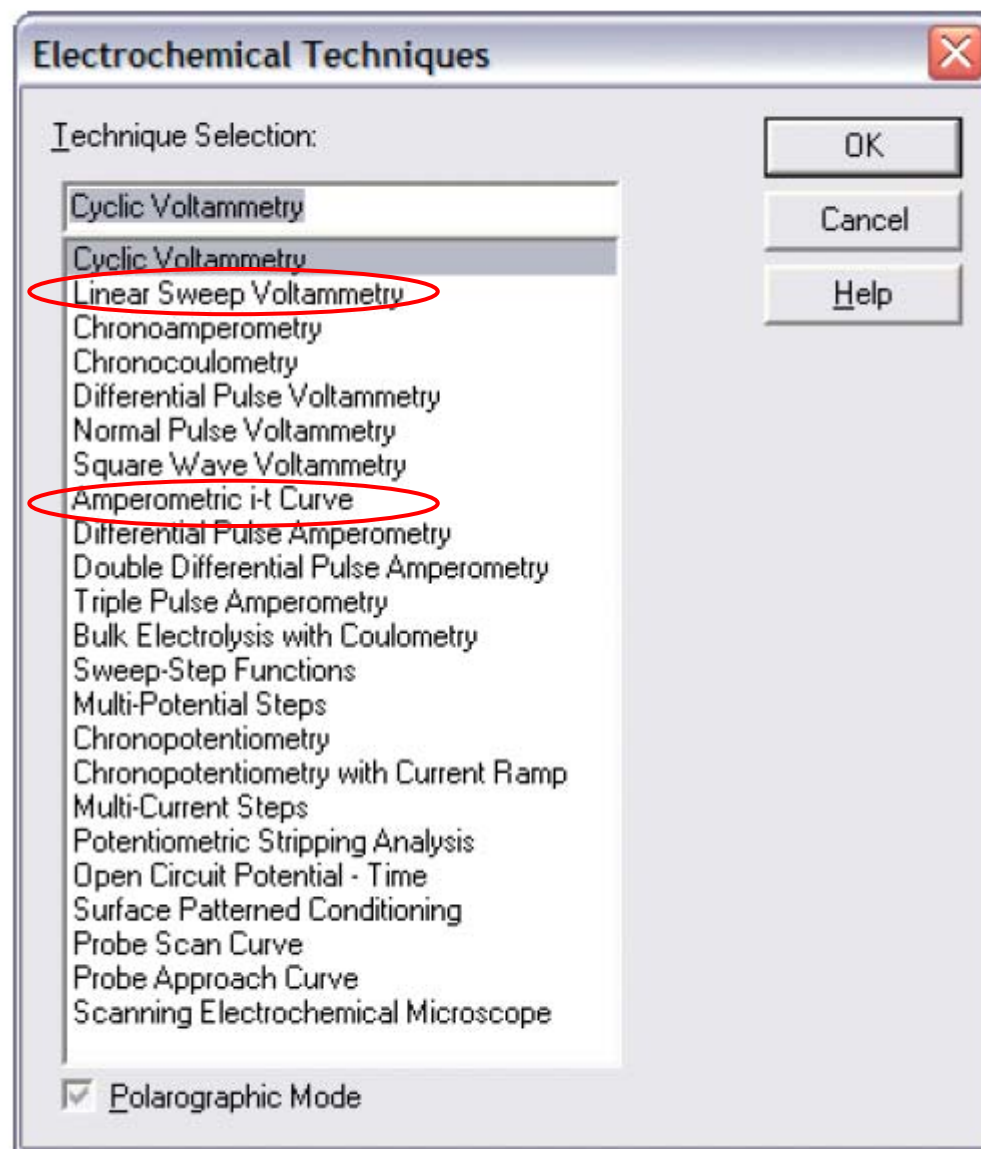
- 按电极在测量中的功能: 参比电极、指示电极、工作电极、辅助电极。

离子选择电极



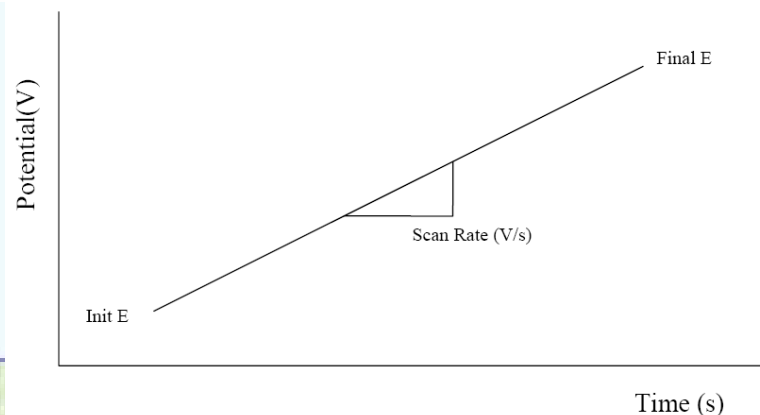
电化学工作站（CHI系列）简介：

- 进入**CHI**仪器的软件界面，用**Technique**菜单，选择所用的电化学方法。



Parameters for Linear Sweep Voltammetry

<i>Param</i>	<i>Range</i>	<i>Description</i>
Init E (V)	-10 - +10	Initial potential
Final E (V)	-10 - +10	Final potential
Scan Rate (V/s)	1e-6 - 25	Potential scan rate
Sample Interval (V)	0.001 - 0.064	Data sampling interval
Quiet Time (sec)	0 - 100000	Quiescent time before potential scan
Sensitivity (A/V)	1e-12 - 0.001	Sensitivity scale
Swap Electrode 1 & 2	Check or Uncheck	Swap Electrode 1 and 2
Auxiliary Signal Recording	Check or Uncheck	Simultaneously external signal recording when the scan rate is less than 0.1V/s

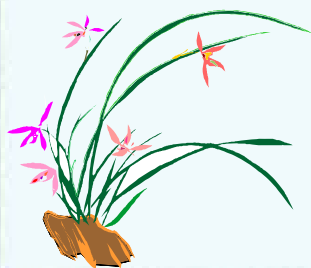


五、思考题

1. 汞膜电极和悬汞电极各有哪些特点？得到的溶出伏安图有何诧异？
2. 观察头发样在消化过程中的变化，并思考可能的原因？
3. 为何溶出曲线呈峰形？
4. 标准加入法中如何修正加入后体积改变的影响因素？

结束

谢谢大家！



结束

18:51:36

