

110736



年 报

1983

中国科学院
环境化学研究所

前 言

《中国科学院环境化学研究所年报（一九八三）》经过较长时间的酝酿和筹备，终于和大家见面了。它是在过去我所每年编辑的《科技成果简介》的基础上发展起来的，以报道本所科技成果和研究技术工作的重要进展为主，今后每年编辑一期。

本年报分别编写了“全所科技工作概况”和“各研究室科研工作进展”，较详细地记述了各室承担的各方面科研工作的来龙去脉，有的已经完成，有的正在继续。“科技成果报告摘要”部分，遵照中国科学院科技成果管理条例规定，结合我所具体情况，凡完成科技研究计划项目，已正式通过技术鉴定，或报告经同行审议，有书面评议意见，或报告在中级以上刊物发表，以及通过正式答辩的研究生毕业论文，作为本所的科技成果，编入本年报。

年报不仅集中刊登本所的科技成果，同时还包括同一时期发表在各种学术刊物上的论文和译著目录。这将有助于同国内外同行间的学术交流，促进我们工作水平的提高。

年报是本所科研活动的历史记录，它将有助于所内外同志对我们全所工作情况的了解，也便于今后对全所工作进行回顾和总结，不断地调整我们的科研方向，改进工作，提高学术水平，以达到出成果、出人才的目的。

我们编辑年报是首次尝试，加之时间仓促，错误在所难免，敬请指正。

编 者

一九八四年六月

目 录

一、一九八三年全所科技工作概况

(一) 科学研究工作.....	(2)
1、主要科研成果.....	(2)
2、科技攻关项目.....	(3)
(二) 国内外的学术交流活动.....	(4)
(三) 干部培养.....	(5)
(四) 科研条件保证工作.....	(6)

二、各研究室科研工作进展

(一) 无机分析化学研究室.....	(8)
(二) 有机分析化学研究室.....	(12)
(三) 综合治理研究室.....	(15)
(四) 污染化学研究室.....	(19)
(五) 水体环境数学模式组.....	(22)
(六) 区域环境化学研究室.....	(25)
(七) 环境分析仪器研究室.....	(28)
(八) 公用实验室.....	(30)
(九) 中心试验室.....	(33)
(十) 合成粮食研究室.....	(35)
(十一) 环境科学情报研究室.....	(37)
(十二) 编辑室.....	(40)

三、一九八三年度上报的科技成果报告摘要

(一) 环境标准参考物质81—101河 流 沉积物的分析定值.....	(42)
1、基体改进效应石墨炉原子吸收测定土壤和煤飞灰、生物 样品中砷.....	(42)
2、应用砷共振线197.2毫 微 米和平台技术测定环境样品中 砷.....	(42)
3、石墨炉原子吸收测定河流底泥和煤飞灰中铅、铜、镉和	

铬.....	(43)
4、石墨炉平台原子吸收法测定环境样品中痕量镓.....	(43)
5、无载体泡沫塑料吸附石墨炉平台原子吸收法测定土壤、 河底泥、煤飞灰和水泥样品中痕量铊.....	(44)
6、河流沉积物中硒的气相色谱分析方法.....	(45)
7、河流沉积物中铍的分析——气相色谱法.....	(45)
8、河流沉积物中钴的分光光度法测定.....	(46)
9、河流沉积物中锰的分光光度法测定.....	(46)
10、河流沉积物中铁的容量法测定.....	(46)
11、底泥标样中铅、镉的二次导数阳极溶出分析.....	(47)
12、黄金电极二次导数阳极溶出伏安法分析底泥标样中铜.....	(47)
13、高压溶样装置及其在分析化学中应用.....	(48)
14、河流沉积物中钴的石墨炉原子吸收法测定.....	(48)
15、河流沉积物中钼的石墨炉原子吸收法测定.....	(49)
(二) 环境样品中无机污染物的分析.....	(50)
1、土壤中锡的石墨炉原子吸收测定.....	(50)
2、基体改进效应用于原子吸收测定废水中铊.....	(50)
3、气相色谱法测定铜和镍.....	(51)
4、海水中氟离子、氯离子、硝酸根和硫酸根的离子色谱 测定.....	(51)
5、水中痕量硝酸盐和亚硝酸盐的分光光度法测定的改进.....	(52)
6、利用碘离子增感效应和金电极导数阳极溶出法研究铜、 铅和镉的同时测定.....	(52)
7、石墨炉平台原子吸收法测定环境和生物样品中痕量铊.....	(53)
8、直接电流法测定废水中氰化物及氰化物标准溶液稳定性 的研究.....	(53)
(三) 环境样品中有机污染物的分析.....	(55)
1、气相色谱法测定工业废水中的氯代苯类化合物.....	(55)
2、气相色谱法测定水中酚类物质.....	(55)
3、黄曲霉毒素G ₂ 、G ₁ 、B ₂ 和B ₁ 的反相 高效液相色谱法及 其在粮油分析中的初步试用.....	(56)
4、自来水中痕量挥发性有机物的色谱—质谱测定.....	(56)
5、北京城区表层土中有机污染物的色谱/质谱快速测定.....	(57)
6、用Grob进样方式的毛细管气相色谱—质谱联用测定大气 飘尘中的126种多环芳烃化合物.....	(57)
7、高效薄层法鉴定PCB与DDT类有机氯农药.....	(58)
8、高效薄层色谱荧光熄灭法扫描测定多氯联苯含量的研究.....	(58)
(四) 蜀运河汞的污染化学行为及其治理方案的研究.....	(59)

1、蓟运河腐殖酸对汞的水生生物效应的影响.....	(59)
2、蓟运河汞的迁移及净化规律.....	(59)
3、蓟运河下游河水中汞的形态的计算.....	(60)
4、蓟运河底泥中汞的形态分布.....	(60)
5、蓟运河含汞底质中汞的化学稳定性.....	(61)
(五) 蓟运河有机氯农药污染研究.....	(62)
1、蓟运河有机氯农药的存在与迁移转化.....	(62)
2、在天津化工厂厂区及排污工程中有机氯农药和其它氯代 烃的排放与分布.....	(62)
3、汉沽污水库底泥微生物对666、DDT降解规律的研究.....	(63)
4、天津化工厂周围空气中666浓度变化的调查.....	(63)
(六) 京津地区大气污染调查研究.....	(65)
1、天津地区200—3000米上空大气颗粒物中元素分布特 征.....	(65)
2、北京大气颗粒物与地面土中某些元素的污染及其来源初探.....	(65)
3、大气飘尘的X射线荧光光谱分析.....	(66)
4、北京大气颗粒物粉尘的X射线物相鉴定.....	(66)
5、京津地区大气颗粒物及其苯溶有机物的初步研究.....	(67)
6、大气中挥发性碳氢化物的采样及测定方法的研究.....	(67)
7、大气颗粒苯溶物的化学组成及其某些污染影响研究.....	(68)
8、中关村空气中多环芳烃污染状况及防治途径的初步探讨.....	(68)
9、大气颗粒物萃取物及其日变化和致突变的初步研究.....	(69)
10、北京大气污染状况及其变化规律.....	(69)
(七) 环境污染控制.....	(71)
1、天津合成化学厂石蜡氧化尾气催化燃烧法处理一小试及 扩试.....	(71)
2、烟煤制民用型煤的燃烧与防污研究.....	(71)
3、煤和煤烟、柴油及其发动机尾气中 PAH 分布的研究.....	(72)
4、层燃锅炉燃烧型煤及烟气污染评价.....	(73)
(八) 土壤背景值调查研究.....	(74)
1、汞在土壤中的分布.....	(74)
2、新疆天池和吐鲁番地区土壤背景值研究.....	(74)
(九) 环境监测仪器的研制.....	(76)
1、气相色谱仪连续工作安全保护装置.....	(76)
2、氮氧化物 (NO _x) 分析仪的研制.....	(76)
3、半自动AF—1型非色散原子荧光分析仪.....	(77)
(十) 情报查询.....	(78)
中国环境文献库 (计算机检索)	(78)

(十一)环境影响评价.....	(79)
1、5123工程环境影响评价.....	(79)
2、5123工程所在地大气中苯并(a)芘的分析测定.....	(79)
3、5123工程所在地土壤中有机氯农药残留分析.....	(80)
(十二)基础性研究.....	(81)
1、菲在等离子体下的反应及其产物的致突性.....	(81)
2、DDT及其转化物的分离与测定.....	(81)
3、 β -BHC微生物厌氧降解的研究.....	(82)
4、植物甾醇的高效液相色谱分离和测定.....	(82)
5、栅藻富集DDT、666的研究.....	(83)
6、蓟运河水中有机污染物的分离鉴定.....	(83)
7、底泥腐殖酸在粘土矿物上的吸附特征.....	(84)
(十三)出国进修生的论文.....	(85)
1、1,3-缩水-2,4,6-三-O-苄基及1,3-缩水-2,4,6-三-O-对溴苄基- β -D-甘露吡喃糖的改进合成.....	(85)
2、立体有规的(1 $\rightarrow$ 3)- α -D-甘露吡喃聚糖的合成.....	(85)
3、4,9-二氢吡唑[1,5-b]异喹啉的合成.....	(86)
4、在实验室模拟生物条件下1-硝基芘的代谢产物和与DNA结合物的结构鉴定.....	(87)
5、反渗透膜和超滤膜的孔径分布.....	(87)
6、膜材料及膜平均孔径对染料反渗透分离的影响.....	(88)
7、用电化学检测器的微管柱液相色谱测定柴油机排出物中的硝基多环芳烃.....	(88)
(十四)研究生论文.....	(90)
1、聚合铁的形态及絮凝作用机理的研究.....	(90)
2、六六六在水溶液中的光化学降解.....	(90)
3、在铜锰铁氧化物催化剂上乙醇部分氧化和乙醛深度氧化反应动力学.....	(91)

附录

(一)一九八三年度主要科技成果登记简表.....	(92)
(二)一九八三年度通过鉴定的科技项目.....	(94)
(三)一九八三年度国际学术交流情况.....	(95)
(四)一九八三年度公开发表的专著、论文目录.....	(97)
(五)一九八三年度我所参加的国内各种学术会议的报告.....	(103)

一九八三年全所科技工作概况

(一)科学研究工作

1、主要科研成果

八三年，全所共开58个课题，完成及基本完成53个，占91.4%；未完成4个，占6.9%；未进行1个。

八三年经所学术委员会讨论报院科研成果13项：基础研究6项，应用研究7项，其中5项报请重大科技成果奖：“蓟运河汞及农药污染化学规律及其治理”申请一等奖，“环境标准参考物质81—101河流沉积物的分析定值”、“环境样品中有机污染物分析方法”、“中国环境文献库（计算机检索）”和“烟煤制民用型煤燃烧与防污研究”四项，申请二等奖。

八三年，我所有14项成果通过了院级、部级和所级的鉴定。出版专著3本，发表论文95篇。

蓟运河汞污染及农药污染的研究，系院内外有关兄弟所的大协作项目，历经五年之久，我所污染化学研究室及有机分析研究室比较全面地对该河流的汞和农药的污染化学行为进行了研究，为治理提供了依据，具有实际意义和一定的学术意义。

标准参考物质及标准分析方法，属院重点课题，也是院内外大协作项目，由我所牵头。在以前工作的基础上，八三年取得了较大的进展。无机室组织并承担进行研究的河流沉积物标准参考物质的研究，已于六月份鉴定，被定为城乡建设环境保护部部颁标准。这项工作填补了我国固态环境参考物质的空白。

八三年三月，城乡建设环境保护部在南京举办了“全国环境保护技术装备展览会”，我所有21项成果参加展出，其中聚砜超滤膜治理技术、二氧化硫自动打印测试仪、COD测试仪及雨水采样器等受到了欢迎。

一九八二年，日本在大气中发现了强致癌物硝基多环芳烃。八三年我所有机室也在我国大气飘尘中鉴定了硝基多环芳烃，这在我国大气污染化学研究中也是一个新的进展。

近几年来，我所仪器研制室、附属工厂和其它研究室结合，所内外结合，对国内环境保护、环境研究急需的一些仪器，进行了研制、改进和仿制。

我所的环境咨询工作已开展了几年，为某些重大工程的环境影响评价作出了一定的成绩，如河南的5123工程环境评价工作，其中仅排水处理方案一项就可节约投资百余万元。

我所的环境编辑出版工作和情报工作在原国务院环保领导小组办公室及中国科学院环境科学委员会的指导下，在国内已有一定的基础，出版了《环境科学学报》、《环境科学》和《环境化学》等三种刊物，还编辑出版了《环境科学丛刊》、《区域环境研究

译文集》。

我所建立的“中国环境文献库(计算机检索)”，是一个处理汉字信息的联机文献检索系统，建立了编码系统，在标引方面采用了新系统，已开始为环境保护科研服务。

2、科技攻关项目

八三年我院环境科学委员会在过去京津渤海区域环境质量研究任务已基本结束的基础上，又组织了“京津生态区域的污染防治”的攻关任务。我所主要承担水体、大气以及典型行业与典型地区污染综合防治研究。从八三年年初开始，进行了任务调研，三个二级课题，开题论证，拟订攻关计划，组织攻关队伍，大都已按计划开展工作。

在水污染方面，主要是有机室和模式组承担，其中燕山区向阳污水厂COD超标的原因分析已基本完成，并确定了主要污染物，向厂方提出了建议和对策。北京地下水、地面水中有机污染物的研究工作，已有阶段成果报告。

在大气污染方面，在京津地区组织进行了一次冬季联合同步采样工作，连续十昼夜，取得了大量样品，现正进行分析。燕山地区的大气污染研究，已完成了该区40个样品中PAH及B(a)P的测定。

型煤的工作是适合我国国情的一项工作，已在兄弟所的锅炉上完成了第一批对照试验，肯定了用型煤比烧混煤可以节约10%以上，减少颗粒污染物一半以上，城乡建设环保部及北京市科委和经委已决定投资建设一座型煤中试厂。

高分子膜的研究及推广取得了较好的进展，在纺织印染废水处理方面，试验结果高于原订指标。

(二) 国内外的学术交流活动

八三年外事活动频繁，全年共接待外宾35批70人次，其中外宾在北京期间由我所负责接待的10批18人次。他们中有的是我所邀请来讲学的，有的是根据双方合作协议访华的。我所派出国共9批16人次，其中考察和访问4批9人次，参加国际会议3批5人次，短期工作2批2人次。

八三年还同国外开展了2项合作研究，分别与日本亚太研究中心及美国加州大学伯克利分校合作进行。

八三年还与美国环保局和瑞典大气和水研究所初步达成合作研究的协议。

八三年的外事工作，使我们对国际上环境科学某些方面的最新发展有所了解，促进了我所的科研工作，同时也增进了外国科学家对我们研究工作的了解，例如倪哲明同志在澳大利亚第七届分析化学会议上介绍了中国分析化学的现状，引起与会科学家的兴趣，希望今后能多交流。

此外，我所与长春应化所、化学所共同筹备了在长春举行的“中日双边分析化学讨论会”，还参加了在青岛召开的国际藻类会议。由我所及环境科学学会环化专业委员会组织在承德举行了“全国第三次环境化学专题学术报告与讨论会”，我所和全国环保科技情报网组织了“酸雨和降水化学学术讨论会”。邀请了南京大学高鸿教授、北京大学陈静生副教授等来所作了学术报告。组织了本所出国考察、出席国际会议、出国进修的12批22人作了工作报告，包括参加西藏南迦巴瓦峰科学考察采样的报告。我所许多同志参加了各种学术会议和成果鉴定会。

(三) 干 部 培 养

我所有正式职工505人，其中有33类75个专业的专门人才358人。全年参加各种培训的有260人，占全所人数的一半以上，培训面是建所以来最广的一年。

出国考察、出席国内外学术会议、国际合作研究等办法，增强了对国内外环境科学发展的了解，活跃了学术思想。知识更新方面，请北京大学教师来所讲授了质谱和核磁共振光谱，开办了生物化学学习班等；并继续抓外语培训，八三年在结束第六期脱产英语口语班后，又办了第七期，还办了两个业余英语班。至今全所已有76%的中年科技人员参加各种业务培训。6名中级科技人员参加出国考察或短期工作，5人出国进修或攻读博士学位。

八三年我所在国外进修期满回国的有6名同志，一名获得博士学位。

八三年我所招收12名研究生，毕业3名，授予硕士学位。现在全所有28名研究生。

八三年，我们有一些管理干部到高等学校去听课，边工作边学习。还为管理干部举办了环境科学仪器科普讲座。还用半年的时间为全所青工进行了初中文化补习，提高了文化水平。

（四）科研条件保证工作

八三年是我所购进仪器数量最多的一年，共215台件，金额264万元，其中进口仪器设备44台件，金额218万元。较先进的仪器有14台，如付立叶红外光谱仪、极微量气体质量分析仪、超速冷冻离心机等，使我所的技术装备水平有了一定的提高。

八三年加强了“在用”、“在库”仪器设备的管理，并加强了验收工作，共验收49台件，对质量完好的仪器设备，写出了验收报告，并建立了仪器设备档案。对存在质量问题和错订型号的及时提出理赔报告，减少了经济损失，避免了新的积压。

技术条件处还花费了很大的精力，完成了清仓利库工作，使储备定额从79年的62万元降到25.9万元，院验收合格。

工厂配合研究室工作，绘制了1390多张图纸，完成加工件1776种、8434件套，产值7万余元。

各研究室科研工作进展

(一) 无机分析化学研究室

1、环境标准参考物质河流沉积物81—101的定值

环境标准参考物质河流沉积物81—101是中国科学院环境科学委员会和城乡建设环境保护部环保局责成中国科学院环境化学研究所负责组成环境标准参考物质科研协作组制备、分析和定值的第一个环境标准参考物质。该项研究工作始于1981年。参加该项工作的计有16个研究单位,40多个实验室和100多名科研人员,经过二年多的紧张工作,于1983年通过科学院和城乡建设环境保护部的联合鉴定,定为部级标准参考物质,并在实际使用后将向国家主管部门申报作为国家级标准参考物质。

该项研究工作由中国科学院环境化学所和湖南省环境保护研究所负责领导。样品由湖南省环境保护研究所制备。分析定值工作由中国科学院环境化学研究所、长春应用化学研究所、上海冶金研究所、湖南省环境保护研究所、中国计量科学院标准物质研究所、中国科学院高能物理所、沈阳林业土壤研究所、北京市环境监测中心、国家地震局地质研究所、中国科学院植物研究所、核工业部原子能所、中国科学院广州化学所、长春地理所、地质研究所、南京土壤研究所和西北大学测试中心协作完成。我室应用原子吸收法、极谱法、化学法、微波等离子体发射光谱法、直流电弧发射光谱法和无机气相色谱法测定了河流沉积物中砷、铅、镉、铜、钴、钼、铬、汞、铁、镍、锰、锌、钒和硒。其中砷、铅、镉、铜、钴、钼、铬、汞、铁、锰、硒和锌定为标准值,钼、镍和钒定为参考值。样品定值数据的精密度和准确度与美国NBS SRM河流沉积物1645以及日本池塘沉积物NIESNo.2的水平相当。鉴定委员会认为该样品具有良好的均匀度和稳定性,用于分析测试的手段比较先进、方法可靠,定值数据准确,填补了我国研制环境标准参考物质的空白。这对于推动我国继续开展环境标准物质的制备、分析和定值,提高我国分析测试水平以及进行国际学术交流都具有一定的意义。

有关该标准参考物质制备、分析和定值数据统计处理的资料经编审后交科学出版社正式出版发行。该书可供从事环境标准参考物质制备、分析和定值以及环境科学研究和分析监测的科技人员参考。

2、环境参考物质煤飞灰82—201和桃叶82—301的制备和分析

(1) 煤飞灰的制备、均匀度和稳定性检查

煤飞灰采集于首都高井电厂除尘管道送出的灰尘。用磁质球磨罐乾法研磨过200目后,用有机玻璃制作的混样器混合均匀,装入塑料袋中,在防尘条件较好的有机玻璃手

套箱中分装于预先清洗干净的玻璃瓶中。随机抽取装瓶后的样品，用X—射线荧光光谱法作均匀度检查，所得数据用F—检验法作统计处理，证明无显著性差异，可以认为样品是均匀的。

自样品装瓶和 Co^{60} 照射灭菌以后的一年半时间内，每隔一定时间随机抽取样品总瓶数的1%，用原子吸收法测定镉、钴、铬、铜和铁，分析结果用统计学方法处理，证明样品具有良好的稳定性。

(2) 桃叶的制备、均匀度和稳定性检查

桃叶采集于西北农学院桃园。叶片经手工采摘后用自来水冲洗干净，于室温为 40°C 的玻璃温室內晾干。随后在 $70-80^{\circ}\text{C}$ 烘箱内烘干6小时，冷却至室温后用磁质球磨罐干法研磨过80目，并用混样器混合均匀，分装于容积为100毫升的玻璃瓶中。用 Co^{60} 照射灭菌。

为了检验样品的均匀度，随机抽取若干瓶样品，用X—射线荧光法测定钾、镁和铜。分析数据用F—检验法作统计处理，证明无显著性差异，从而可以认为样品是均匀的。

自样品制备以后的一年半时间内，每隔一定时间随机抽取若干瓶样品，用原子吸收法测定镉、铬、铜、镁和铅，分析结果用F—检验法处理，证明样品具有良好的稳定性。

(3) 河流沉积物、煤飞灰和桃叶的分析

石墨炉原子吸收法测定砷时由于大量基体铅、钾、钠，铁和硫酸根干扰，特别是在砷共振线 193.7nm 测定时，受 Al^{+2} 193.58nm 和 Al^{+} 193.47 和 193.45nm 谱线的干扰，很难得到准确的分析结果。当应用砷共振线 197.2nm 测定时，只要进样溶液中铅浓度 $\leq 0.25\text{mg/ml}$ ，样品基体不再干扰测定。此外当应用微克量钡作为基体改进剂时，砷的灰化温度可以提高到 1300°C ，且测定灵敏度比应用镍时提高50%。

石墨炉原子吸收法测定铅、铜、铬和镉时，研究了样品分解方法和测定条件。偏硼酸锂熔融法既可能导致挥发性元素的损失，又可能引入干扰离子影响测定。如果样品未完全分解，则残渣中尚含有待测成份。因此采用硝酸—高氯酸—氢氟酸和高压闷罐分解为宜。因为铅和镉是较易挥发的元素，特别是在测定时，由于与基体共挥发等原因而损失。所以测定铅时应用基体改进剂钡，测定镉时应用石墨平台和硫酸铵。

石墨炉原子吸收测定钴时，应用镧、钙和抗坏血酸可以消除基体干扰。应用热解石墨管可以提高测定灵敏度。而当应用普通管时，只要加入镧作为基体改进剂，即可消除干扰，从而简化了操作。

有关石墨炉原子吸收法测定钼的报道似不多。河流沉积物用硝酸—氢氟酸和高压闷罐分解后之残渣中尚有可检出之钼。故继用氢氧化钠熔融。合并酸溶和碱熔部分，测得样品中钼含量。

石墨平台测定镉时可以有效地消除卤化物和复杂基体的干扰,而且当应用平台时,测定灵敏度可以比管壁提高3倍。并且探讨了有关氯化物干扰的机理。应用这一技术成功地测定了土壤、河流沉积物、矿物和桃叶中镉的含量。

铊是较易挥发的元素,剧毒。石墨炉原子吸收测定时干扰严重,且一般环境样品中含量较低,较难以准确测定。故预先分离和富集是十分必要的。根据聚氨酯泡沫塑料可以吸附某些金属络阴离子的特点研究了 $[TiX_4]^{1-}$ 的吸附条件、探讨了吸附机理,并用石墨平台测定以消除卤化物干扰。

无机气相色谱法测定硒时应用钼酸钠作为催化剂,硫酸—高氯酸—抗坏血酸分解样品,加入硒(VI)可以定量还原为硒(IV),消解后的溶液用水稀释至酸度为5M盐酸,用4—硝基邻苯二胺萃取入苯层,用气相色谱法测定。该方法的优点是选择性好、灵敏度较高和操作简单。可以测定河流沉积物中ppb数量级的硒。

无机气相色谱测定铍时,样品用硫酸—硝酸—氢氟酸加热加压分解,后用三氟乙烷丙酮萃取,然后用毛细管气相色谱仪测定。本方法的优点是灵敏度高,选择性好,其它金属离子的干扰可用EDTA掩蔽。

黄金电极阳极溶出伏安法测定铜具有较高的灵敏度。但似未曾应用于河流沉积物的分析。当应用1M H_2SO_4 —0.16M $HClO_4$ 作底液时,铜量在ppm—ppb间呈线性关系。且500倍过量铬(VI)、铁(III),经氧化和氢溴酸处理的低价砷、砷、锑和硒均不干扰测定。

用玻碳电极同位铍汞阳极溶出伏安法测定基体复杂样品中镉和铅时,重演性较差。为克服这一困难,选用0.05M硫氢酸钾—0.1M氯化铵—0.05M盐酸— $5 \times 10^{-4}M Hg^{2+}$ 作为底液,于-1.0伏电解,铅和镉的阳极溶出峰分别为-0.45及-0.65伏。因 CNS^{-1} 提高了汞的溶出效率,避免了电极于较正电位氧化时形成钝态甘汞膜,保证了玻璃表面汞膜性能一致。从而大大改进了阳极溶出分析的重演性。

分光光度法测定钴时应用4—[(5—氯—2—吡啶)偶氮]—1,3—二氨基苯在醋酸介质中与钴生成稳定的红色络合物。

分光光度法测定锰时用高碘酸将 Mn^{2+} 氧化为紫红色的高锰酸盐而测定。

容量法测定铁时应用经典的重铬酸钾法滴定。

高压溶样装置是参照国内外已有装置加以改进的溶样设备,包括聚四氟乙烯坩埚和不锈钢外套。最高允许灰化温度为190℃。其优点是用酸量较少、样品分解比较完全和溶样过程中待测物质不易损失等。

3、环境污染物统一分析方法

环境样品中锡常以锡石和硅酸盐晶格键形式存在,较难分解,因此样品分解方法的研究引起人们重视。当应用硝酸—高氯酸—氢氟酸和高压闷罐分解样品时,既能有效地分解锡石和晶格键锡,又能破坏有机物。样品溶液中高氯酸浓度不大于0.2M时,可以加入10%抗坏血酸而消除其对测定的干扰。同时应用0.2%草酸介质,测定灵敏度比文献报道的10%盐酸介质高3倍。

石墨炉平台技术测定铊时可以比较有效地消除卤化物对测定的影响。实验证明当应用涂石墨铍平台时,其测定灵敏度(0.1M HCl)与石墨管壁相比,可以提高14倍,并大大减少了卤化物的干扰。这方法已用于废水和头发中铊的测定。

为了消除石墨炉测定铊时卤化物的严重干扰,尚可应用基体改进效应。当微量钨和钼存在时,铊的允许灰化温度可以提高到 1000°C ,无机酸和卤化物的干扰大为减少,从而可以直接测定废水中PPb数量级的铊。

无机气相色谱法分离和测定铜和镍是基于醋酸—醋酸钠缓冲溶液中铜和镍可与二乙基二硫代氨基甲酸铜生成具有热稳定性的螯合物。这些螯合物可定量萃取入氯仿,经用 0.5M 盐酸洗涤后蒸发除去氯仿,继以二硫化碳溶解注入气相色谱仪测定。本方法可以测定天然水和某些污水以PPb数量级的铜和镍。

硝酸根和亚硝酸根分光光度法的改进研究基于锌粉和二氯化镉在氯化铵存在下形成镉海绵。在 $\text{pH}3.0$ 时将硝酸根定量还原为亚硝酸根,继与对氨基苯乙酮偶氮化,最后与 N -萘乙二胺偶合,形成偶氮染料,萃取至含有 β -萘磺酸和硝酸铝的正丁醇中,在 550nm 处测其吸光度。萃取的克分子吸收率为 $4.8 \times 10^4 \text{ l} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$,水中常见离子可用六偏磷酸钠掩蔽。

离子色谱法测定海水中 F^{-1} 、 Cl^{-1} 、 NO_3^{-1} 和 SO_4^{-2} 的研究工作是应用硝酸银将国产732型酸性阳离子交换树脂转变为 Ag^{+} 型后,将海水通过柱子以除去大量 Cl^{-1} ,最后测定其中 F^{-1} 、 NO_3^{-1} 和 SO_4^{-2} 。此外海水经稀释以后可以直接测定 Cl^{-1} 和含量较高的 SO_4^{-2} 。上述两方法测得 SO_4^{-2} 结果一致。