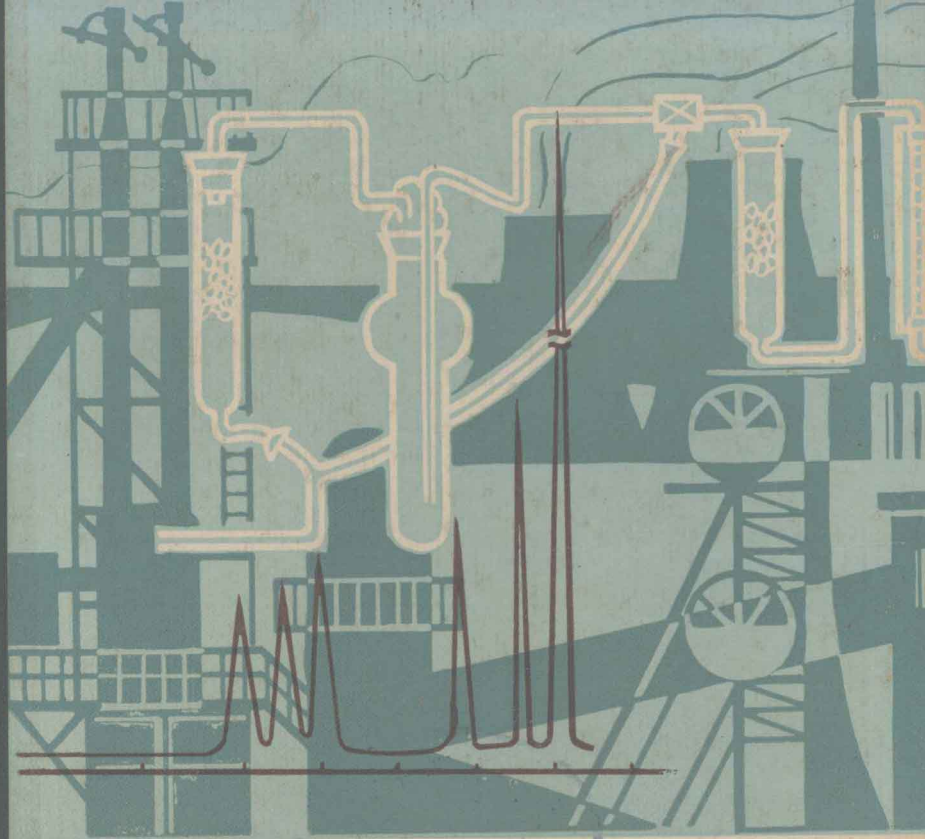




# 环境污染分析方法

## 第一卷 无机物分析

第二版

《环境污染分析方法》科研协作组 编著

科学出版社

# 环境污染分析方法

第一卷 无机物分析

第二版

《环境污染分析方法》科研协作组 编著

科学出版社

1987

## 内 容 简 介

《环境污染分析方法》经增订分为两卷出版。第一卷无机物分析(第二版),第二卷有机物分析。

第一卷介绍环境中一些重要的无机污染物质的分析方法,全书共分四篇。第一篇一般介绍。主要讨论了水、土壤和生物样品的采集、制备和保存以及分析结果的误差和数据处理。第二篇金属的测定。介绍了银、铜、铍、镉、钴、铬、铜、汞、锰、钼、镍、铅、稀土、铈、锡、锑、钛、铊、铀、钒、钨、钼、铋等元素的测定方法。第三篇非金属无机物的测定。介绍了砷、硼、氟化物、氟化物、氮、硝酸盐氮、亚硝酸盐氮、溶解氧、磷酸盐、单质磷、硫酸盐、硫化物、硒、碲等的测定。第四篇价态分析。讨论了砷、铬、铁、硒和碲等元素的不同价态的测定方法。所推荐的方法包括比色法、荧光法、紫外法、原子吸收分光光度法、逆向伏安法、气相色谱法、离子色谱法和离子选择电极法及催化分析法等。涉及的样品有天然水、污水、土壤、农作物及各种生物样品的分析测定。书末附有选录的有关环境污染分析的一些参考数据。

本书可供环境保护系统各级监测站、卫生防疫站、科研单位以及各厂矿企业中从事环境污染监测的分析人员和大专院校环境保护专业的分析人员参考。

## 环境污染分析方法

### 第一卷 无机物分析

#### 第二版

《环境污染分析方法》科研协作组 编著

责任编辑 尚久方 林长青

科学出版社出版

北京朝阳区门内大街137号

中国科学院印刷厂印刷

新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售

\*

1980年7月第一版 开本:787×1092 1/32

1987年10月第二版 印张:16 1/4 插页:精?

1987年10月第三次印刷 字数:363,000

印数:精1—89200 平20,041—24,540

统一书号:13031·3652

本社书号:5248·13—4

定价: 布脊精装 4.70元  
平 装 4.10元

### **《环境污染分析方法》编辑委员会**

|     |     |                |
|-----|-----|----------------|
| 主编  | 洪水皆 | 中国科学院环境化学研究所   |
| 副主编 | 王顺荣 | 中国科学院环境化学研究所   |
| 编委  | 王极德 | 中国科学院环境化学研究所   |
|     | 董万堂 | 中国科学院长春应用化学研究所 |
|     | 胡振元 | 中国科学院上海有机化学研究所 |
|     | 徐瑞薇 | 中国科学院南京土壤研究所   |
|     | 方肇伦 | 中国科学院辽宁林业土壤研究所 |

## 主要参加协作单位

中国科学院环境化学研究所  
中国科学院南京土壤研究所  
中国科学院长春应用化学研究所  
中国科学院上海有机化学研究所  
中国科学院辽宁林业土壤研究所  
中国科学院长春地理研究所  
中国科学院湖北水生生物研究所  
中国科学院大连化学物理研究所  
中国科学院上海昆虫研究所  
中国科学院上海冶金研究所  
中国科学院山西煤炭化学研究所  
中国科学院新疆化学研究所  
中国科学院青海盐湖研究所  
中国医学科学院卫生研究所  
北京市化工研究所  
北京环境保护监测中心  
北京市环境保护研究所  
北京大学  
福州大学  
南京大学  
云南大学

## 前 言

自 1973 年我国召开了第一次环境保护工作会议以来,环保工作日益受到重视,全国各地需要进行大量的环境污染调查、质量评价工作,急需制定一整套适用于各种环境样品所含污染物的标准分析方法,以供全国环保工作者使用。为此中国科学院和原国务院环境保护领导小组办公室委托中国科学院环境化学研究所负责组织全国科研单位、环境保护系统、高等院校以及卫生部门和产业部门,成立了环境污染分析方法科研协作组,于 1977 年 5 月及 1978 年 10 月先后在上海嘉定和桂林召开了第一、二次环境污染分析方法科研协作会议,完成了环境污染样品中需经常监测的以无机物为主的十八个项目,于 1980 年由科学出版社以《环境污染分析方法》一书出版。为使环保工作进一步开展并更广泛地适应各部门、各行业的需要,协作组又提出了若干扩充项目。经有关单位研究验证并于 1979 年 9 月在昆明及 1980 年 9 月在庐山召开的第三、四次会议上审定,最后连同第一次的十八项共增加至六十一个项目。此次《环境污染分析方法》的再版将此六十一项按无机物分析和有机物分析分为第一卷和第二卷出版,第一卷是《环境污染分析方法》第一版的增订,第二卷大部分是新增加的内容。

本书从我国环境保护的实际需要出发,注意采用了国际上比较先进的分析手段和测试方法,同时结合我国实际情况作了不同程度的改进,所选用的方法一般都具有灵敏、准确、可靠和简便等特点。

本书是在中国科学院及原国务院环境保护领导小组办公室的关怀和支持下组织全国大协作的产物，是参加这项工作的广大科学工作者辛勤劳动的集体成果，中国科学院环境化学研究所业务处负责人陈嘉和、黄德济同志在具体组织协调方面做了大量工作。编委会统一安排了全书的方法选定、验证、审稿、定稿等工作。牟世芬、钱润明、吴燕玉、张寿松等同志参加了部分编辑工作。第一卷主要由洪水皆、王顺荣负责编辑、定稿，其中水样的采集和保存、土壤样品的采集与制备、植物样品的采集和制备、误差等分别由洪水皆、夏家祺、孔繁志和李芥春等同志撰写。第二卷由胡振元、王极德负责定稿，由王极德编辑。当前科学技术的发展日新月异，书中难免有不足之处，希广大读者积极提出宝贵意见，以便修订时改正。

# 目 录

## 第一篇 一般介绍

|                    |    |
|--------------------|----|
| 一、几点说明 .....       | 2  |
| 二、水样的采集和保存 .....   | 4  |
| 三、土壤样品的采集与制备 ..... | 11 |
| 四、植物样品的采集和制备 ..... | 16 |
| 五、误差和数据处理 .....    | 22 |

## 第二篇 金属的测定

|                                 |    |
|---------------------------------|----|
| 一、银的测定 .....                    | 44 |
| (一) 活性炭富集-原子吸收分光光度法 .....       | 44 |
| 1. 水中银的测定 .....                 | 44 |
| 2. 土壤中银的测定 .....                | 46 |
| 3. 作物中银的测定 .....                | 46 |
| (二) 碘化钾-MIBK 萃取-原子吸收分光光度法 ..... | 48 |
| 1. 水中银的测定 .....                 | 48 |
| 2. 土壤中银的测定 .....                | 49 |
| 3. 粮食中银的测定 .....                | 50 |
| (三) 阳极溶出伏安法 .....               | 51 |
| 水、土壤及粮食中银的测定 .....              | 51 |
| 二、钡的测定 .....                    | 54 |
| 原子吸收分光光度法 .....                 | 54 |
| 1. 水中钡的测定 .....                 | 54 |

|                              |    |
|------------------------------|----|
| 2. 土壤中钡的测定 .....             | 55 |
| 3. 生物中钡的测定 .....             | 56 |
| <b>三、铍的测定</b> .....          | 57 |
| (一) 原子吸收分光光度法 .....          | 57 |
| 1. 水中铍的测定 .....              | 57 |
| 2. 土壤中铍的测定 .....             | 59 |
| 3. 粮食中铍的测定 .....             | 60 |
| (二) 气相色谱法 .....              | 60 |
| 1. 水中铍的测定 .....              | 61 |
| 2. 土壤中铍的测定 .....             | 62 |
| <b>四、铊的测定</b> .....          | 64 |
| (一) 无火焰原子吸收法 .....           | 64 |
| 水中铊的测定 .....                 | 64 |
| (二) 氢化物发生-原子吸收分光光度法 .....    | 65 |
| 水、土壤、粮食中铊的测定 .....           | 65 |
| (三) 阳极溶出伏安法 .....            | 68 |
| 1. 水中铊的测定 .....              | 68 |
| 2. 土壤中铊的测定 .....             | 69 |
| 3. 粮食中铊的测定 .....             | 70 |
| <b>五、镉的测定</b> .....          | 71 |
| (一) 双硫脲比色法 .....             | 71 |
| 水中镉的测定 .....                 | 71 |
| (二) 双硫脲比色法(不用氰化钾) .....      | 74 |
| 水中镉的测定 .....                 | 74 |
| (三) 6-溴-苯并噻唑偶氮-2-萘酚比色法 ..... | 77 |
| 水中镉的测定 .....                 | 77 |
| (四) 原子吸收分光光度法 .....          | 81 |
| 1. 水中镉、铅的测定 .....            | 81 |
| 2. 土壤中镉、铅的测定 .....           | 85 |
| 3. 作物中镉、铅的测定 .....           | 86 |

|                                     |     |
|-------------------------------------|-----|
| (五) 逆向伏安法(镉、铜、铅、锌).....             | 89  |
| <b>六、钴的测定</b> .....                 | 96  |
| (一) 分光光度法 .....                     | 96  |
| 1. 水中钴的测定 (I) .....                 | 96  |
| 2. 水中钴的测定 (II).....                 | 98  |
| 3. 土壤中钴的测定 .....                    | 101 |
| 4. 作物及生物中钴的测定 .....                 | 102 |
| (二) 原子吸收分光光度法 .....                 | 103 |
| 土壤中钴和镍的测定 .....                     | 103 |
| <b>七、铬的测定</b> .....                 | 106 |
| (一) 二苯碳酰二肼比色法 .....                 | 106 |
| 1. 水中铬的测定 .....                     | 106 |
| 2. 土壤中铬的测定 .....                    | 109 |
| 3. 作物中铬的测定 .....                    | 114 |
| 4. 生物样品中铬的测定 .....                  | 116 |
| (二) 水中铬的快速测定 .....                  | 117 |
| (三) 气相色谱法 .....                     | 119 |
| 水中铬的测定 .....                        | 119 |
| <b>八、铜的测定</b> .....                 | 122 |
| (一) 二乙基二硫代氨基甲酸钠-四氯化碳萃取比色<br>法 ..... | 122 |
| 1. 水中铜的测定 .....                     | 122 |
| 2. 土壤中铜的测定 .....                    | 124 |
| 3. 作物中铜的测定 .....                    | 127 |
| (二) 原子吸收分光光度法 .....                 | 130 |
| 1. 水中铜、锌的测定 .....                   | 130 |
| 2. 土壤中铜、锌的测定 .....                  | 133 |
| 3. 作物中铜、锌的测定 .....                  | 135 |
| (三) 逆向伏安法 .....                     | 137 |
| <b>九、汞(包括有机汞)的测定</b> .....          | 138 |

|                                 |            |
|---------------------------------|------------|
| (一) 双硫脲比色法 .....                | 138        |
| 1. 水中汞的测定 .....                 | 138        |
| 2. 土壤中汞的测定 .....                | 142        |
| 3. 作物中汞的测定 .....                | 148        |
| (二) 原子吸收分光光度法(冷蒸气技术) .....      | 150        |
| 1. 水中汞的测定 .....                 | 150        |
| 2. 土壤中汞的测定 .....                | 154        |
| 3. 作物中汞的测定 .....                | 158        |
| (三) 巯基棉富集-冷原子吸收法 .....          | 159        |
| 1. 淡水中有机汞和无机汞的测定 .....          | 159        |
| 2. 海水中有机汞和无机汞的测定 .....          | 164        |
| 3. 鱼组织中有机汞和无机汞的测定 .....         | 165        |
| (四) 气相色谱法 .....                 | 167        |
| 1. 水中甲基汞的测定 .....               | 167        |
| 2. 沉积物及土壤中甲基汞的测定 .....          | 169        |
| 3. 鱼类类中甲基汞的测定 .....             | 170        |
| <b>十、锰的测定 .....</b>             | <b>171</b> |
| (一) 分光光度法 .....                 | 171        |
| 1. 水中锰的测定 .....                 | 171        |
| 2. 土壤中锰的测定 .....                | 173        |
| 3. 尿中锰的测定 .....                 | 173        |
| (二) 原子吸收分光光度法 .....             | 174        |
| 1. 水中锰的测定 .....                 | 175        |
| 2. 土壤中锰的测定 .....                | 176        |
| 3. 生物中锰的测定 .....                | 178        |
| <b>十一、钼的测定 .....</b>            | <b>180</b> |
| (一) 原子吸收分光光度法 .....             | 180        |
| 1. 土壤中有效态钼的测定(草酸铵-草酸溶液浸出) ..... | 180        |
| 2. 作物中钼的测定 .....                | 182        |
| (二) 催化极谱法 .....                 | 183        |

|                                        |            |
|----------------------------------------|------------|
| 1.水中钼的测定 .....                         | 183        |
| 2.土壤中钼的测定 .....                        | 186        |
| 3.作物中钼的测定 .....                        | 187        |
| <b>十二、镍的测定 .....</b>                   | <b>188</b> |
| (一) 丁二酮肟分光光度法 .....                    | 188        |
| 1.水中镍的测定 .....                         | 188        |
| 2.土壤中镍的测定 .....                        | 190        |
| (二) 原子吸收分光光度法 .....                    | 191        |
| 1.水中镍的测定 .....                         | 191        |
| 2.作物中镍的测定 .....                        | 193        |
| <b>十三、铅的测定 .....</b>                   | <b>196</b> |
| (一) 双硫腙比色法 .....                       | 196        |
| 1.水中铅的测定 .....                         | 197        |
| 2.土壤中铅的测定 .....                        | 200        |
| 3.作物中铅的测定 .....                        | 201        |
| (二) 原子吸收分光光度法 .....                    | 201        |
| (三) 逆向伏安法 .....                        | 201        |
| <b>十四、稀土总量的测定 .....</b>                | <b>202</b> |
| (一) 偶氮胂(III)-二苯胍-异戊醇萃取分光光度法 .....      | 202        |
| 水、土壤及粮食中稀土总量的测定 .....                  | 202        |
| (二) 铬天青S-邻菲罗啉-溴化十六烷基三甲铵分光<br>光度法 ..... | 205        |
| 水、土壤及粮食中稀土总量的测定 .....                  | 205        |
| (三) PMBP 分离-偶氮胂(III)分光光度法 .....        | 209        |
| 1.土壤中稀土总量的测定 .....                     | 209        |
| 2.作物中稀土总量的测定 .....                     | 213        |
| <b>十五、铈的测定 .....</b>                   | <b>214</b> |
| (一) 原子吸收分光光度法 .....                    | 214        |
| 1.水中铈的测定 .....                         | 214        |
| 2.土壤中铈的测定 .....                        | 216        |

|                                     |            |
|-------------------------------------|------------|
| 3. 大米中铈的测定 .....                    | 217        |
| (二) 巯基棉富集-阳极溶出伏安法 .....             | 217        |
| 1. 水中铈的测定 .....                     | 217        |
| 2. 土壤中铈的测定 .....                    | 219        |
| 3. 粮食中铈的测定 .....                    | 221        |
| <b>十六、锡的测定 .....</b>                | <b>222</b> |
| (一) 邻苯二酚紫-N-氯化十六烷基吡啶分光光度<br>法 ..... | 222        |
| 1. 废水中锡的测定 .....                    | 222        |
| 2. 土壤中锡的测定 .....                    | 223        |
| 3. 作物中锡的测定 .....                    | 224        |
| (二) 原子吸收分光光度法 .....                 | 225        |
| 水、土壤、粮食中锡的测定 .....                  | 225        |
| <b>十七、锑的测定 .....</b>                | <b>228</b> |
| 无火焰原子吸收法 .....                      | 228        |
| 1. 水中锑的测定 .....                     | 228        |
| 2. 土壤中锑的测定 .....                    | 230        |
| 3. 粮食中锑的测定 .....                    | 231        |
| <b>十八、钛的测定 .....</b>                | <b>233</b> |
| (一) 过氧化氢比色法 .....                   | 233        |
| 1. 水中钛的测定 .....                     | 233        |
| 2. 土壤中钛的测定 .....                    | 235        |
| 3. 作物中钛的测定 .....                    | 236        |
| (二) 硫氰酸钾-二安替比林甲烷-氯仿萃取比色法 .....      | 239        |
| 1. 水中钛的测定 .....                     | 239        |
| 2. 土壤中钛的测定 .....                    | 241        |
| 3. 粮食中钛的测定 .....                    | 242        |
| <b>十九、铊的测定 .....</b>                | <b>244</b> |
| (一) 阳极溶出伏安法 .....                   | 244        |
| 水、土壤及粮食中铊的测定 .....                  | 244        |

|                                    |            |
|------------------------------------|------------|
| (二) 分光光度法 .....                    | 247        |
| 水、污水及尿中铊的测定 .....                  | 247        |
| <b>二十、铀的测定 .....</b>               | <b>251</b> |
| (一) TOPO 分离5-Br-PADAP 分光光度法 .....  | 251        |
| 水及土壤中铀的测定 .....                    | 251        |
| (二) 5-Br-PADAP-乙酸丁酯萃取分光光度法 .....   | 254        |
| 水中铀的测定 .....                       | 254        |
| <b>二十一、铀和钍的测定 .....</b>            | <b>257</b> |
| 铀(III)试剂分光光度法 .....                | 257        |
| 1. 水中铀和钍的测定 .....                  | 257        |
| 2. 土壤中钍的测定 .....                   | 260        |
| <b>二十二、钒的测定 .....</b>              | <b>261</b> |
| (一) 过硫酸铵-五倍子酸催化比色法 .....           | 261        |
| 水中钒的测定 .....                       | 261        |
| (二) 溴酸钾-没食子酸催化比色法 .....            | 263        |
| 尿中痕量钒的测定 .....                     | 263        |
| (三) <i>N</i> -肉桂酰-邻甲苯羟胺分光光度法 ..... | 265        |
| <b>二十三、钨的测定 .....</b>              | <b>269</b> |
| 催化极谱法 .....                        | 269        |
| 水中钨的测定 .....                       | 269        |
| <b>二十四、锌的测定 .....</b>              | <b>273</b> |
| (一) 锌试剂比色法 .....                   | 273        |
| 水中锌的测定 .....                       | 273        |
| (二) 双硫脲比色法 .....                   | 275        |
| 水中锌的测定 .....                       | 275        |
| (三) 原子吸收分光光度法 .....                | 278        |
| (四) 逆向伏安法 .....                    | 278        |

### 第三篇 非金属无机物的测定

|                             |     |
|-----------------------------|-----|
| 一、砷的测定 .....                | 280 |
| (一) 二乙基二硫代氨基甲酸银比色法 .....    | 280 |
| 1. 水中砷的测定 .....             | 280 |
| 2. 土壤中砷的测定 .....            | 283 |
| 3. 作物中砷的测定 .....            | 283 |
| (二) 二乙基二硫代氨基甲酸银比色法(快速法) ... | 285 |
| 水中砷的测定 .....                | 285 |
| (三) 原子吸收分光光度法 .....         | 288 |
| I. 火焰法 .....                | 288 |
| 1. 水中砷的测定 .....             | 288 |
| 2. 土壤中砷的测定 .....            | 292 |
| 3. 作物中砷的测定 .....            | 293 |
| 4. 其它生物物质中砷的测定 .....        | 294 |
| II. 无焰法 .....               | 294 |
| 土壤中砷的测定 .....               | 294 |
| (四) 逆向伏安法 .....             | 297 |
| 1. 土壤中砷的测定 .....            | 297 |
| 2. 作物中砷的测定 .....            | 300 |
| 二、硼的测定 .....                | 302 |
| (一) 姜黄素比色法 .....            | 302 |
| 水中硼的测定 .....                | 302 |
| (二) 次甲基蓝-二氯乙烷萃取分光光度法 .....  | 305 |
| 1. 水中硼的测定 .....             | 305 |
| 2. 土壤中硼的测定 .....            | 307 |
| 3. 粮食中硼的测定 .....            | 307 |
| (三) 氟硼酸根离子选择电极法 .....       | 309 |
| 1. 水中硼的测定 .....             | 309 |

|                           |            |
|---------------------------|------------|
| 2. 土壤中水溶性硼的测定 .....       | 310        |
| <b>三、氰化物的测定 .....</b>     | <b>312</b> |
| (一) 吡唑啉酮比色法 .....         | 312        |
| 1. 水中氰化物的测定 .....         | 312        |
| 2. 土壤中氰化物的测定 .....        | 315        |
| 3. 作物中氰化物的测定 .....        | 315        |
| (二) 异烟酸-吡唑啉酮比色法 .....     | 316        |
| 1. 水中氰化物的测定 .....         | 316        |
| 2. 土壤中氰化物的测定 .....        | 318        |
| 3. 作物中氰化物的测定 .....        | 319        |
| (三) 离子选择电极法 .....         | 320        |
| 水中氰化物的测定 .....            | 320        |
| (四) 自动电位滴定法 .....         | 322        |
| 水中氰化物的测定 .....            | 322        |
| (五) 冷原子吸收光度法测汞间接测定氰化物法 .. | 325        |
| 水中氰化物的测定 .....            | 325        |
| (六) 离子色谱法 .....           | 328        |
| 水中氰化物的测定 .....            | 328        |
| <b>四、氟化物的测定 .....</b>     | <b>331</b> |
| (一) 氟试剂比色法 .....          | 331        |
| 1. 水中氟化物的测定 .....         | 331        |
| 2. 土壤中氟化物的测定 .....        | 333        |
| 3. 植物中氟化物的测定 .....        | 336        |
| (二) 茜素磺酸锆比色法 .....        | 337        |
| 1. 水中氟化物的测定 .....         | 337        |
| 2. 土壤中氟化物的测定 .....        | 340        |
| 3. 作物中氟化物的测定 .....        | 342        |
| (三) 离子选择电极法 .....         | 344        |
| 1. 水中氟化物的测定 .....         | 344        |
| 2. 土壤中氟化物的测定 .....        | 346        |

|                                        |            |
|----------------------------------------|------------|
| 3. 植物中氟化物的测定 .....                     | 349        |
| (四) 离子色谱法 .....                        | 352        |
| 水中氟化物的测定 .....                         | 352        |
| <b>五、氨氮的测定 .....</b>                   | <b>355</b> |
| (一) 苯酚次氯酸盐法 .....                      | 355        |
| 1. 水中氨氮的测定 .....                       | 355        |
| 2. 土壤中氨氮的测定 .....                      | 357        |
| (二) 氨气敏电极法 .....                       | 358        |
| 水中氨氮的测定 .....                          | 358        |
| <b>六、硝酸盐氮的测定 .....</b>                 | <b>362</b> |
| (一) 酚二磺酸比色法 .....                      | 362        |
| 1. 水中硝酸盐氮的测定 .....                     | 362        |
| 2. 土壤中硝酸盐氮的测定 .....                    | 365        |
| (二) 锌-镉多相还原法 .....                     | 366        |
| 水中硝酸盐氮的测定 .....                        | 366        |
| (三) 紫外分光光度法 .....                      | 368        |
| 水中硝酸盐氮的测定 .....                        | 368        |
| (四) 气相色谱法 .....                        | 370        |
| 水、土壤、生物中硝酸盐和亚硝酸盐氮的测定 .....             | 370        |
| (五) 离子色谱法 .....                        | 373        |
| 水中硝酸盐氮的测定 .....                        | 373        |
| <b>七、亚硝酸盐氮的测定 .....</b>                | <b>375</b> |
| (一) 氨基苯磺酸- <i>N</i> -(1-萘)乙二胺比色法 ..... | 375        |
| 水、土壤及作物中亚硝酸盐氮的测定 .....                 | 375        |
| (二) 萃取分光光度法 .....                      | 378        |
| 水中亚硝酸盐氮的测定 .....                       | 378        |
| <b>八、溶解氧的测定 .....</b>                  | <b>381</b> |
| (一) 碘量法 .....                          | 383        |
| (二) 叠氮化钠修正法 .....                      | 386        |