

极必须抛光呈光亮的镜面,以保证得到低的背景电流,高的灵敏度,好的重现性。

2. 实验结果与电极的预处理和使用过程的技巧有密切关系。为了得到满意结果,必须非常小心地进行电极的处理和使用。若电极被干扰物质玷污而钝化,则必须重新抛光、活化,使之复新。

参 考 文 献

[1] Boltz, D. F. and Mellon, M. G., *Anal. Chem.*,

19, 873 (1947).

[2] Gastinger, E., *Mikrochim. Acta*, 4, 526 (1972).

[3] Arnold, J. P. and Johnson, R. M., *Talanta*, 16, 1191 (1969).

[4] Naderhin, L. S. et al., *Tr. Lening. Politekhn. Inst.*, N304, 141 (1970).

[5] Meyers, D. J. and Osteryoung, J., *Anal. Chem.*, 45, 267 (1973).

[6] Forsberg, G. et al., *Anal. Chem.*, 47, 1586 (1975).

[7] Davis, P. H. et al., *Anal. Chem.*, 50, 137 (1978).

测 汞 水 样 的 保 存

刘 其 中 黄 春 英

(广东省职业病防治院)

关于含汞水样的保存方法,国外已有大量报导,对容器的类型、容器的洗涤方法、汞的浓度、不同介质的汞溶液及保存剂的类型等影响保存效果的诸因素进行了广泛的研究,并提出了一些可用的保存方法。

本文介绍用 0.5% 硝酸钾作固体保存剂,效果好,使用方便,可供实际工作中应用。

一、方 法

(一) 保存方法:

保存试验分标准液和河水两部分进行。

1. 标准液: 用氯化汞溶于无离子水中配成。每毫升含汞 0.05 微克。用 100 毫升玻璃容量瓶盛装,冰箱保存。

加入保存剂: (1) 5% 硝酸 + 0.05% 重铬酸钾; (2) 5% 硝酸; (3) 1N 硫酸。

2. 河水: 取自珠江广州河段。

汞浓度: 约 1 ppb, 用 2500 或 5000 毫升聚乙烯瓶盛装,室温保存。

加入保存剂: (1) 5% 硝酸 + 0.05% 重铬酸钾; (2) 0.2% 硝酸钾; (3) 1.0% 硝酸钾; (4) 0.1% 过硫酸钾; (5) 0.5% 过硫酸钾; (6)

0.75% 过硫酸钾; (7) 5% 硝酸; (8) 0.1% 过硫酸钾 + 3% 氯化钠(模拟海水); (9) 3% 氯化钠(模拟海水对照)。

上述两组试验各有一个不加保存剂的对照。

(二) 汞的分析方法

为了减少误差,全部试验过程均使用同一批试剂、仪器,由一人操作,每一个样品做两个平行试验,其测定误差小于 10% 者取其平均值,超过 10% 者弃去。

汞的分析用冷原子吸收法。仪器用 CH 7601 型汞分析仪。

具体操作

标准液: 吸取试验溶液 2 毫升,稀释至 25 毫升,用汞分析仪测定吸收值。

河水: 取样前将样品剧烈振摇约 30 秒钟,然后量取样品 200 毫升,加 5% 高锰酸钾 10 毫升,浓硫酸 5 毫升,加热至沸腾。冷后,用 20% 盐酸羟胺退去高锰酸钾颜色,然后全部倒入汞蒸汽发生器(用 250 毫升洗气瓶代替)中,加 40% 氯化亚锡 2 毫升,用汞分析仪测定吸收值。

(三) 评价指标

以汞的保存率作为保存效果的评价指标,汞保存率的计算方法:

$$\text{汞保存率} \% = \frac{\text{保存后测定结果}}{\text{试验开始时的测定结果}} \times 100$$

二、结 果

(一) 标准液:

标准液的保存试验结果列于表 1. 结果

表明: 5% 硝酸 + 0.05% 重铬酸钾作标准液的保存剂是可靠的, 不管在冰箱或室温条件下, 保存 103 天后, 汞保存率仍可达 98.63% (冰箱) 和 98.62% (室温). 硝酸的保存效果优于硫酸. 若不加入保存剂, 则仅放置一天, 汞损失就达 39.06%.

(二) 河水

河水保存试验的结果列于表 2.

表 1 标准液保存试验结果

条 件	编 号	保 存 剂	汞 保 存 率 %			
			第一天	43 天	80 天	103 天
冰 箱	1	5% 硝酸 + 0.05% 重铬酸钾		98.18	103.63	98.63
	2	5% 硝酸		87.78	96.38	95.92
	3	1N 硫酸		86.34	87.66	71.36
	4	对照	60.94	38.00	43.43	33.48
室 温	5	5% 硝酸 + 0.05% 重铬酸钾		102.75	100.91	98.62

表 2 河水保存试验结果

编 号	保 存 剂	汞 保 存 率 %					
		第一天	5 天	10 天	15 天	20 天	30 天
1	5% 硝酸 + 0.05% 重铬酸钾	96.91		103.01(86.42)*	91.56	95.18	
2	0.2% 硝酸钾	97.10	96.68(18.11)*	96.68	96.68		92.69
3	1.0% 硝酸钾	100.00	100.00(54.97)*	97.79	96.13		97.79
4	0.1% 过硫酸钾	86.85	78.48		70.51		60.55
5	0.5% 过硫酸钾	93.45		100.05(45.23)*	92.93	92.93	86.34
6	0.75% 过硫酸钾	95.67		103.00(86.41)*	95.18	95.18	93.37
7	5% 硝酸	96.27		96.07(36.02)*	88.76	92.25	83.70
8	0.1% 过硫酸钾 + 3% 氯化钠	96.79		96.09(41.71)*	90.00	92.68	78.53
9	不加	79.43	37.90		27.41		
10	3% 氯化钠	93.98	65.93		37.88		

注: * 括号内为未振摇的数据

从表 2 可见:

1. 5% 硝酸 + 0.05% 重铬酸钾最少可使样品中的汞稳定 20 天^[1,2].

2. 硝酸钾是一个理想的保存剂, 加入浓度仅为 0.2%, 在聚乙烯瓶中保存 30 天, 汞保存率为 92.69%.

3. 0.75% 的过硫酸钾保存 30 天, 0.5% 过硫酸钾和 0.1% 过硫酸钾 + 3% 氯化钠和 5% 硝酸保存 20 天, 汞基本不损失. 0.1% 过

硫酸钾的保存效果不理想.

4. 若不加入保存剂, 仅一天汞就损失 20.57%.

三、讨 论

影响汞的保存效果的主要因素是:

(一) 溶液中汞的浓度:

溶液中汞浓度越低, 则保存越困难. 因此, 在决定采用某种保存方法之前, 必须首先

了解被保存样品(溶液)的汞浓度范围. 我们选择最低浓度的标准应用液(0.05 微克/毫升)和国家规定的地面水中汞的最高容许浓度(1ppb)作为试验对象, 就使试验结果能更好地适应实际工作的需要. 但就我国目前具体情况而言, 我们建议把硝酸钾的加入量增至 0.5% 为宜.

(二) 容器的选择与洗涤:

目前, 硬质玻璃瓶和聚乙烯瓶都是较理想的容器^[3]. 玻璃瓶适于实验室内作标准溶液的保存应用; 聚乙烯瓶适于在野外采样的复杂环境中应用.

容器的洗涤通常使用硝酸^[4], 推荐的浓度有 3%、10% 和 50%. 但是, 强酸将给工作人员带来许多不便.

我们在本次试验中发现: 保存剂不但具有使溶液中的汞不受损失的保存效果, 而且还具有洗脱容器壁上污染的汞的能力. 我们配制了 5% 硝酸钾溶液, 作为聚乙烯瓶的洗涤剂, 洗脱率达 90—98%.

(三) 溶液中总离子浓度:

在河水中加入 3% 氯化钠(模拟海水)与不加者比较, 发现其汞的损失速度有很大差异. 同样条件下, 在聚乙烯瓶中保存五天, 前者仅损失 34.07%, 而后者损失达 62.10%. 这

个结果进一步证明文献关于“不同介质的汞溶液有不同的稳定性”的结论^[4].

稀汞溶液在保存过程中引起损失的主要原因是容器壁的吸附作用^[2,3]. 当溶液中有其他离子存在时, 它们同样可被容器壁吸附. 其它离子越多, 汞被吸附的机会也就越少. 因此, 溶液中总离子浓度(或称矿化度)越大时, 汞的损失速度就越慢.

(四) 保存剂的选择:

保存剂必须具备保存效果好、对汞测定无不良影响、价廉易购、使用方便等条件. 目前除硝酸外, 应用酸加强氧化剂等保存方法也不断有所介绍. 如酸加重铬酸钾、单一的强氧化剂过硫酸钾等等.

硝酸钾也是一种强氧化剂, 它基本上具备了前述保存剂必须具备的四个条件. 若它对其它金属如铅、锌、铜等也有同样的保存效果, 则将在水分析工作中发挥更大的作用, 这个问题, 很值得进一步研究.

参 考 文 献

- [1] Cyrus, F., *Anal. Chem.*, 46, 99 (1974).
- [2] Lo, J. M., *Anal. Chem.*, 47, 1869 (1975).
- [3] Rosain, R. M., *Anal. Chim. Acta*, 65, 279 (1973).
- [4] Carron, J., *Anal. Chim. Acta*, 92, 61 (1977).

植物对大气氟污染抗性耐性的探讨*

陈 国 阶

(中国科学院成都地理研究所)

氟虽不为植物的必需元素, 但一般植物都含有氟, 大致含量为 3—20 ppm (干物质), 最高者可达 400 ppm 以上如茶树. 我们于非污染区(峨眉山)采的 42 种植物的叶片平均含氟量为 25.4 ppm, 最高含量达 87.5 ppm, 最低 2.5 ppm, 这说明, 自然界的植物, 一般都具有吸氟能力.

在大气含氟量大大超过正常值的污染区内, 植物一方面受到氟的伤害, 一方面又提高对氟的吸收率, 累积明显增加. 植物受害程度和累积氟的能力取决于植物的种类和污染物浓度, 我们在氟污染区调查了 40 种植物的

* 金爱珍, 陈治荣, 李峰等帮助分析样品, 熏气试验由四川省林科所, 张万国、王芳瑜等同志进行.