

环境固体标准参考物质

——81-101河流沉积物, 82-201煤 飞灰, 82-301桃叶研制成功

韩恒斌 华彦文

(中国科学院环境化学研究所)

由于环境科学发展的需要,近年来,美国、日本和欧洲一些国家,制备了若干种环境标准参考物质,并应用到实际工作中。我国从1980年开始,在中国科学院环委会和国务院环保领导小组(现城乡建设环境保护部环保局)领导下,由科学院环化所、长春应化所、上海冶金所、湖南环保所和西北植物所等十八个单位组成环境标样研制协作组,经过三年的共同努力,现已研制成功我国首批环境固体标准参考物质:81-101河流沉积物;82-201煤飞灰和82-301桃叶,并已通过鉴定,目前正式向广大用户提供使用,欢迎选购。

环境标准参考物质是用以校正分析测试仪器和控制环境样品分析的准确性,确保分析测试数据的可靠性,从而为治理环境污染和制定环境对策提供依据。它是环境科学研究不可缺少的。

81-101河流沉积物、82-201煤飞灰和82-301桃叶可用于校正分析测试仪器和分别用于检验分析基体组成相类似的河流沉积物,煤飞灰和植物叶中痕量元素时所用的方法的可靠性和数据的准确性。

82-201煤飞灰采集于北京高井电厂除尘管道的粉尘储存罐。用磁质球磨罐干法研磨过200目,混匀、装瓶、随机抽样1%,用X-射线荧光光谱法测定铁、钴和钒,所得数据用F和T检验作统计处理,结果无显著差异,证明样是均匀的。

82-301桃叶采集于西北农学院桃园。桃叶用手工采摘,用自来水冲洗干净,晾晒于室温为40℃的玻璃温室内,后置于鼓风干燥箱内于70—80℃烘6小时,冷却至室温后,用磁质球磨罐研磨过80目,混匀、装瓶,用钴60照射灭菌、随机抽样,用X-射线荧光光谱法测定钾、镁和铜。用F检作统计处理,结果证明样品是均匀的。

上述三种样品分析定值中使用原子吸收法、仪器中子活化分析法、等离子体发射光谱法和极谱法等10多种比较先进的分析技术。所用方法可靠,并用美国和日本同类标准样品作参比。样品中元素的定值数据应用两种或两种以上不同原理的分析方法。测定时最少取量对81-101河流沉积物和82-201煤飞灰为100毫克,对82-301桃叶为250毫克,81-101河流沉积物、82-201煤飞灰和82-301桃叶元素定值数据的选取率分别为98.5%、97.5%和97.4%。分别将各组平均值求得总平均值,表示该元素的标准值,用两倍标准偏

差表示测量的单项不确定度。

本样品系玻璃瓶盛装, 内加衬盖保护, 瓶口密封, 存放在较为干燥有空调的清洁实验室内。81-101为瓶装100克; 82-201为瓶装50克和30克二种; 82-301为瓶装30克。该样品自制备日起定期做稳定性实验。到目前为止证明样品是稳定的。

使用该样应注意: (1) 样品应保存在干燥器内, 放避光阴凉处; (2) 使用前要烘掉吸附水份, 特别是开瓶后长期反复使用过的样品, 在烘箱里 100℃ 以下烘 4—6 小时, 对测定 Hg、Se 等易挥发元素应先测定后扣除水份; (3) 测定时样品最少取量不应小于文中给出定值时最少取量。

表 1 主要成份 (%)

成 份	样 品	81-101 河 流 沉 积 物	82-201 煤 飞 灰
SiO ₂		67.91	51.18
Fe ₂ O ₃		5.08	9.2
FeO		0.77	1.73
Al ₂ O ₃		13.82	24.43
CaO		0.37	3.90
MgO		0.84	0.90
MnO		0.14	0.17
TiO ₂		0.94	0.97
K ₂ O		2.32	1.22
P ₂ O ₅		0.18	0.20
U		—	5.1*
Th		—	25.0*
Na ₂ O		0.56	—

* : $\mu\text{g/g}$

表 2 元素的标准值 ($\mu\text{g/g}$)

元 素	样 品	81-101 河 流 沉 积 物	82-201 煤 飞 灰	82-301 桃 叶
砷		56 ± 10	11.4 ± 0.6	0.34 ± 0.06
钡		375 ± 22	—	18.4 ± 1.8
铍		2.4 ± 0.7	0.16 ± 0.04	0.018 ± 0.008
钴		16.5 ± 1.5	33.2 ± 2.8	—
铬		90 ± 8	60 ± 7	0.94 ± 0.14
铜		53 ± 6	53 ± 4	10.4 ± 1.6
汞		0.22 ± 0.04	—	0.046 ± 0.012
锰		975 ± 34	1178 ± 40	75.4 ± 5.4
铅		79 ± 12	33.8 ± 4.4	0.99 ± 0.08
硒		0.39 ± 0.1	11.3 ± 0.16	—
锌		251 ± 45	61 ± 7	22.8 ± 2.5
铁		3.94 ± 0.13%	7.65 ± 0.14%	431 ± 29
铈		—	10.7 ± 0.9	—
钪		—	95 ± 9	—
钾		—	—	2.17 ± 0.16%
铈		—	—	61.6 ± 78
镁		—	—	0.47 ± 0.03%

表 3 元素的参考值 ($\mu\text{g/g}$)

元 素 \ 样 品	81-101 河 流 沉 积 物	82-201 煤 飞 灰	82-301 桃 叶
铍	3.5	—	—
镍	32	—	—
钒	96	—	—
钼	—	1450	—
汞	—	0.039	—
硼	—	—	45.8
钴	—	—	0.25
硒	—	—	0.04

表 4 元素定值的分析方法

元 素 \ 方 法	81-101 分 析 方 法	82-201 分 析 方 法	82-301 分 析 方 法
As	A, C, G, E, I	A, C, G, E, I	A, C, G, E, I
Ba	A, C, D, B, L	D, B, C	A, D, B, C
Cd	A, E	A, E	A, E
Cr	A, C, D, B, G	A, B, C, G	A, C, G
Cu	A, D, B, G	A, D, B, G, E	A, D, B, E
Fe	A, C, D, B, M, G, N	A, D, B, C, N	A, D, B, G
Hg	A, F, I	A, F, I	A, F, I
K	—	—	A, B, C
Mg	—	—	A, B
Mn	A, B, G	A, D, B, C, G	A, D, B, G
Pb	A, D, E	A, D, E	A, D, E
Sr	—	—	A, B, C
Zn	A, C, B, M, E	A, M, C	A, D, B, C, E
B	—	—	B, G
Co	—	A, C, B, G	A, C
Se	A, H, K, I	—	A, H, K, I
Be	—	A, C, G, E, I	—
V	—	B, G	—

注: A: AAS——原子吸收光谱法, B: ICP——等离子体发射光谱法, C: INAA——仪器中子活化分析法, D: AES——直流电弧发射光谱法, E: POL——极谱法, F: MIP——微波等离子体发射光谱法, G: SP——比色法, H: FS——荧光比色法, I: AFS——原子荧光光谱法, K: GC——气体色谱法, L: 石墨炉发射光谱法, M: XRF——X-射线荧光法, N: VOL——容量分析法。

1964年8月15日收到。