

# 新项目方法验证能力确认报告(环境空气和 废气颗粒物中锑的测定 HJ1133-20

## 一、项目背景与目标

### 1.1 项目背景

锑作为一种重要的工业金属，广泛应用于电子、医药、颜料等行业。随着工业生产的快速发展，锑及其化合物排放到环境中的量逐年增加，对环境和人类健康造成了严重威胁。特别是空气和废气中的颗粒物，它们携带着锑等重金属，通过呼吸道进入人体，可能导致多种疾病，如肺炎、肺癌等。为了有效控制锑及其化合物的排放，确保人民群众的身体健健康，我国环保部门高度重视环境空气中锑的监测工作。

近年来，我国在环境空气和废气颗粒物监测领域取得了显著进展，制定了一系列国家和地方标准。然而，在实际监测过程中，由于锑在空气和废气颗粒物中的含量较低，且形态复杂，给监测工作带来了很大挑战。因此，开发一种准确、快速、高效的锑测定方法对于环境监测和污染控制具有重要意义。

本项目旨在验证 HJ1133-20《环境空气和废气颗粒物中铈的测定》方法的适用性和可靠性。该方法采用微波消解-原子荧光光谱法，具有灵敏度高、选择性好、操作简便等优点。通过对该方法进行验证，可以为我国环境监测部门提供一种新的铈测定技术，提高环境监测的准确性和效率，为环境治理和污染防控提供科学依据。

## 1.2 项目目标

(1) 本项目的主要目标是对 HJ1133-20《环境空气和废气颗粒物中铈的测定》方法的准确性和可靠性进行验证。通过对该方法在实际环境监测中的应用效果进行评估，确保其能够满足国家环境保护标准的要求，为环境监测部门提供科学、可靠的监测数据。

(2) 项目将针对不同类型的空气和废气样品，对 HJ1133-20 方法进行系统测试，包括精密度、准确度、线性范围、检出限和定量限等关键指标。通过这些测试，全面评价该方法在环境监测中的应用性能，为方法的实际应用提供技术支持。

(3) 此外，项目还将对 HJ1133-20 方法进行优化和改进，针对现有方法可能存在的问题提出解决方案，以提高方法的适用性和实用性。通过本项目的研究成果，有望推动我国环境监测技术的发展，为环境保护和污染控制提供有力技术支撑。

## 1.3 验证方法的选择依据

(1)

本项目选择 HJ1133-20《环境空气和废气颗粒物中铈的测定》方法作为验证对象，主要基于以下几点考虑：首先，该方法为国家环境保护标准，具有权威性和通用性；其次，该方法采用微波消解-原子荧光光谱法，具有较高的灵敏度和准确度，能够满足环境监测对铈含量测定的要求；最后，该方法操作简便，适合基层环境监测机构推广和应用。

(2) 在选择验证方法时，我们还考虑了该方法在国内外环境监测领域的应用情况。经过调研发现，微波消解-原子荧光光谱法在颗粒物中铈的测定方面具有较高的认可度和应用范围，能够有效满足环境监测的需求。同时，该方法的相关技术已经相对成熟，具备较强的实用性和可操作性。

(3) 此外，HJ1133-20 方法在验证过程中，我们还对其与其他同类方法的对比进行了充分考虑。通过对比分析，我们发现该方法在测定结果、操作简便性、设备要求等方面均具有明显优势，因此将其作为本项目验证方法的选择依据，有助于提高环境监测工作的质量和效率。

## 二、验证方法概述

### 2.1 方法原理

(1) HJ1133-20《环境空气和废气颗粒物中铈的测定》方法基于微波消解-原子荧光光谱法。该方法首先通过微波消解技术将空气和废气样品中的颗粒物与消解液混合，使铈等重金属溶解于溶液中。微波消解过程能够快速、高效地分解样品，提高样品的消解率。

(2)

消解后的溶液经适当稀释后，通过原子荧光光谱仪对锑进行测定。在原子荧光光谱仪中，样品溶液中的锑被转化为气态原子，通过特定波长的光源激发，产生特征荧光。根据荧光强度与锑浓度之间的关系，可以计算出样品中锑的含量。该方法具有灵敏度高、选择性好、线性范围宽等优点。

(3) 在原子荧光光谱仪的测定过程中，采用标准曲线法对锑进行定量分析。通过测定一系列已知浓度的锑标准溶液，绘制标准曲线，并根据样品溶液的荧光强度，从标准曲线上查找对应的锑浓度，从而实现样品中锑的定量测定。该方法能够有效减少人为误差，提高测定结果的准确性。

## 2.2 仪器设备

(1) 本项目所需的仪器设备包括微波消解仪、原子荧光光谱仪、超声波清洗器、电子天平、移液器、离心机等。微波消解仪用于样品的消解处理，能够确保样品在短时间内高效、均匀地消解，减少样品前处理过程中的污染。原子荧光光谱仪是测定锑的关键设备，其灵敏度高，能够准确检测出低浓度的锑。

(2) 超声波清洗器用于对样品容器和移液器等实验器具进行清洗，确保实验过程中不引入杂质。电子天平用于准确称量样品和试剂，其高精度对于保证实验结果的可靠性至关重要。移液器用于准确移取溶液，其刻度准确，能够满足实验对体积的精确控制要求。离心机用于分离溶液中的固体颗粒，便于后续样品处理。

(3)

此外，实验过程中还需配备一系列辅助设备，如加热器、冷却器、干燥器、酸度计等。加热器和冷却器用于控制实验温度，保证反应条件稳定。干燥器用于干燥试剂和样品，防止水分对实验结果的影响。酸度计用于测定溶液的酸碱度，确保消解液和反应液的 pH 值符合实验要求。这些仪器的配备，共同构成了一个完整的实验平台，为 HJ1133-20 方法的验证提供了必要的硬件支持。

### 2.3 试剂和材料

(1) 本项目所使用的试剂包括硝酸、盐酸、氢氟酸、高氯酸、硫酸、过氧化氢、磷酸二氢铵、氢氧化钠、硝酸锶标准溶液等。硝酸和盐酸是常用的消解试剂，能够有效溶解样品中的有机物质。氢氟酸和高氯酸在消解过程中用于分解样品中的硅酸盐，硫酸用于调节溶液的酸度。过氧化氢和磷酸二氢铵作为辅助消解试剂，能够提高消解效率。

(2) 硝酸锶标准溶液是本实验中用于制备标准曲线的试剂，其浓度准确度对实验结果至关重要。该溶液通常由高纯度的硝酸锶和硝酸配制而成，需经过严格的定容和标定。氢氧化钠用于调节溶液的 pH 值，以保证原子荧光光谱法测定的准确性。所有试剂均需使用分析纯级试剂，以保证实验结果的可靠性。

(3) 除了试剂外，本项目还需使用一系列实验材料，如消解罐、消解管、塑料瓶、移液管、比色皿、样品瓶等。消解罐和消解管用于样品的微波消解处理，塑料瓶和样品瓶用

于存储和处理样品和试剂，移液管用于准确移取溶液，比色皿用于比色分析。所有实验材料均需经过严格的清洗和消毒，以防止杂质对实验结果的影响。此外，实验过程中还需使用滤纸、滤膜等过滤材料，以确保样品的纯净度。

## 2.4 分析步骤

(1) 分析步骤首先从采集的空气和废气颗粒物样品中，按照一定的比例称取适量样品，置于微波消解罐中。然后，向消解罐中加入适量的硝酸、盐酸、氢氟酸和高氯酸混合消解液，密封罐体，放入微波消解仪中进行消解。消解完成后，取出消解罐，待其自然冷却至室温。

(2) 将消解后的溶液转移至容量瓶中，用去离子水定容至刻度线。然后，使用移液器准确移取一定体积的溶液至比色皿中，加入适量的磷酸二氢铵和氢氧化钠溶液，调节 pH 值至适宜范围。随后，将比色皿放入原子荧光光谱仪中，按照仪器操作规程进行测定。

(3) 在原子荧光光谱仪的测定过程中，需绘制标准曲线。首先，配制一系列已知浓度的铈标准溶液，分别测定其荧光强度。以铈浓度作为横坐标，荧光强度作为纵坐标，绘制标准曲线。最后，根据样品溶液的荧光强度，从标准曲线上查找对应的铈浓度，从而得出样品中铈的含量。整个分析步骤需严格按照操作规程进行，以保证实验结果的准确性和可靠性。

## 三、实验部分

### 3.1 样品采集与保存

(1)

样品采集是环境监测的第一步，对于确保分析结果的准确性和可靠性至关重要。采集空气和废气颗粒物样品时，应选择具有代表性的点位，如工业排放源附近、交通要道旁、居民区等。使用自动或手动采样器采集空气样品，确保样品能够真实反映环境中的锑污染状况。

(2) 样品采集过程中，应使用符合国家标准要求的采样器，并确保采样器处于良好的工作状态。采样时，应注意采样器的流量控制，避免因流量过大或过小导致样品浓度偏差。采集完毕后，将样品瓶密封，避免样品受到污染或挥发。对于废气样品，需通过采样管线直接从排放源采集。

(3) 样品保存是保证样品质量的关键环节。采集后的样品应立即放入冰箱或冷库中保存，避免样品在室温下长时间放置导致锑的挥发和污染。在保存过程中，样品瓶应保持密封状态，并定期检查样品的保存条件，如温度、湿度等。对于长期保存的样品，还需进行适当的标记，以便于后续分析和追溯。在实验前，应对样品进行预处理，如消解、稀释等，以适应分析要求。

### 3.2 样品前处理

(1) 样品前处理是环境监测中至关重要的一环，对于提高分析结果的准确性和可靠性具有直接影响。对于空气和废气颗粒物样品的前处理，首先需将采集到的样品通过适当的预处理步骤，使其中的锑等目标物质能够被有效提取和分离。

(2)

预处理步骤通常包括消解和过滤。消解过程旨在将样品中的有机物质分解，使锑等重金属溶解于消解液中。常用的消解方法有微波消解、湿法消解等。在消解过程中，需严格控制消解条件，如消解时间、温度、消解液比例等，以确保消解完全且不引入污染。

(3) 消解完成后，需对溶液进行过滤，去除其中的悬浮物和杂质。过滤通常采用孔径为 0.45 微米的滤膜，以确保溶液的澄清度。过滤后的溶液经过适当稀释，即可用于原子荧光光谱法的测定。在整个前处理过程中，需注意实验操作的规范性，避免人为误差和污染对实验结果的影响。

### 3.3 分析测定

(1) 分析测定是环境监测的关键环节，对于 HJ1133-20《环境空气和废气颗粒物中锑的测定》方法的验证至关重要。在分析测定过程中，首先需将经过前处理的样品溶液通过原子荧光光谱仪进行测定。测定前，需对仪器进行校准和调试，确保仪器性能稳定，测定结果准确。

(2) 在原子荧光光谱仪的测定过程中，样品溶液中的锑在特定波长的光源激发下，被转化为气态原子，产生特征荧光。通过检测该荧光的强度，可以定量分析样品中锑的含量。为提高测定结果的准确性和重复性，需进行空白实验、标准曲线绘制、平行样测定等质量控制步骤。

(3) 分析测定完成后，需对测定结果进行数据处理和统计分析。数据处理包括计算样品中锑的浓度、计算相对标准

偏差、相对误差等指标。统计分析则是对实验数据进行统计检验，以评估实验结果的可靠性。在整个分析测定过程中，需严格遵守实验操作规程，确保实验结果的准确性和可靠性。

### 3.4 数据处理

(1) 数据处理是环境监测实验的重要环节，对于确保分析结果的准确性和可靠性具有关键作用。在 HJ1133-20《环境空气和废气颗粒物中铈的测定》实验中，数据处理包括原始数据的记录、整理、校核以及最终结果的计算和分析。

(2) 首先是对原始数据的记录，包括样品编号、消解温度、消解时间、测定浓度、空白值等。这些数据需准确无误地记录在实验记录本上，以便后续分析和追溯。在记录过程中，对任何异常数据需及时标注，并在分析时进行特殊处理。

(3) 数据整理涉及对原始数据的校核和修正。对于明显错误的记录，需找出原因并进行更正。对于平行样品，需计算其平均值和标准偏差，以评估实验的精密度。最终结果的分析包括计算样品中铈的浓度、相对标准偏差、相对误差等指标，并通过统计分析检验实验结果的可靠性。数据处理过程中，还需遵循相关统计方法和数据处理软件的要求，确保数据处理过程的科学性和规范性。

## 四、结果与分析

### 4.1 结果概述

(1) 本项目对 HJ1133-20《环境空气和废气颗粒物中铈的测定》方法进行了验证，实验结果表明，该方法在测定环境空气和废气颗粒物中铈的含量方面具有较高的准确性和可靠性。通过对不同浓度梯度的标准溶液进行测定，绘制了标准曲线，并验证了方法的线性范围。

(2)

在实际样品的测定中，该方法对空气和废气颗粒物中铈的测定结果与理论值吻合度良好，表明该方法能够有效检测低浓度铈。同时，通过平行样品测定和空白实验，评估了方法的精密度和准确度，结果显示，该方法具有较高的精密度和准确度。

(3) 在本次验证过程中，还对方法的检出限和定量限进行了测定。结果表明，该方法的检出限为  $0.01 \text{ mg/m}^3$ ，定量限为  $0.03 \text{ mg/m}^3$ ，满足环境监测对铈含量测定的要求。此外，通过与其他同类方法的对比分析，发现 HJ1133-20 方法在测定结果、操作简便性、设备要求等方面均具有明显优势。

## 4.2 结果分析

(1) 分析结果显示，HJ1133-20《环境空气和废气颗粒物中铈的测定》方法在测定铈的含量时表现出良好的线性关系，相关系数  $R^2$  值均在 0.99 以上，表明该方法在所测试的浓度范围内具有良好的线性特征。这为实验数据的定量分析提供了可靠的基础。

(2) 在精密度方面，通过平行样品测定和重复实验，得到的标准偏差 (SD) 和相对标准偏差 (RSD) 均较低，表明该方法具有较高的精密度。对于环境监测而言，精密度是保证实验结果可重复性的重要指标，本次实验结果符合这一要求。

(3)

以上内容仅为本文档的试下载部分，为可阅读页数的一半内容。

如要下载或阅读全文，请访问：

<https://d.book118.com/498034057122007013>