

污染。

为了确保样品消化和测定的准确度和精密度,每一组实验均以 GSD-9 水系沉积物为标准监控样品,并有 3 个去离子水空白样品,在完全相同的实验条件下进行了消化。沉积物样品和监控样品消化完全后在华东师范大学河口海岸国家重点实验室用 ICP-AES(Plasma-2000,美国 PE 公司)对其主要元素进行了分析。GSD-9 水系沉积物的测试结果显示,沉积物中主要元素 K、Na、Ca、Mg、Al、Fe、Mn、Ti 的回收率均在 94% 以上,元素测定的相对标准偏差只有 K 元素的较大,在 5% 左右,其余的元素一般在 2% 以内,说明样品消化过程和测定结果是合理可靠的。

表 1 河流沉积物采样地点、时间及样品量系列

河流	采样地点	采样时间	样品量系列(mg)	
辽河	辽宁营口市	2002.2.23	4.9	123.8
			19.8	228.2
			74.1	249.1
赣江	江西吉安市	2002.2.18	4.2	177.2
			20.4	235.4
			77.7	245.6
黄河	山东梁山县	2001.8.20	6.8	98.2
			18.9	345.2
			55.0	—
汾河	山西静乐县	2001.2.13	7.5	132.3
			26.5	265.5
			51.8	290.5

2 讨论与结论

河流沉积物主要元素组成 K、Na、Ca、Mg、Al、Fe、Mn、Ti 和样品量之间的关系用平滑线来显示(图 1),从图中可以清楚发现这些元素在样品量 20mg 左右呈明显的差异。在 20mg 以内上

下波动一般都很大,而超过 20mg 以后逐渐呈一条基本水平的曲线,变化幅度要小得多,从平稳的数值来看,其平均值就可以代表河流沉积物的实际组成。从分析的数据来看,不足 10mg 时,所有元素相对于平稳平均值的相对偏差一般都很大,以钾元素为例,辽河(4.9mg)、赣江(4.2mg)、黄河(6.8mg)和汾河(7.5mg)沉积物的相对偏差分别达到 29.1%、50.1%、38.4%、5.5%。当样品量达到 20mg 左右时,这四条河流的相对偏差小得多,分别为 6.4%、6.2%、23.2%和 1.5%;当样品量为 50mg 左右时,它们的相对偏差仅是 1.4%、1.7%、1.1%和 2.2%。对于其他元素,也大抵符合此情况。对于很小的样品量,很容易因为称量等原因造成大的误差。而对于样品最大用量,主要取决于消化过程,如果样品量大,加入的酸也相应加大。不同河流沉积物特点的差异很大,如采集黄河沉积物样品就比辽河容易得多,所以应在实验中不断摸索。在本文实验条件下,建议使用 50~250mg 的样品量,在此范围内,测定结果的平行性最好。因此,为了确保测定结果的准确性,河流沉积物样品应至少大于 20mg。对于过滤得到的小于 20mg 的悬浮物样品,已没有进行消化和分析的必要。

参考文献:

- [1] 陈静生,王飞越,陈江麟. 论小于 $<63\mu\text{m}$ 粒级作为水体颗粒物重金属研究介质的合理性及有关粒级转换模型研究[J]. 环境科学学报,1994,14(4):419-425.
- [2] 陈静生,洪松,王立新等. 中国东部河流颗粒物的地球化学性质[J]. 地理学报,2000,55(4):417-427.
- [3] 林小鸣. 取样量与烘干时间对总悬浮物测定结果的影响[J]. 中国环境监测,1999,15(4):64-65.
- [4] 张向东. 地表水悬浮物分析中的几个问题[J]. 环境监测管理与技术,2000,12(1):40-41.

影响磷矿废渣中氰化物测定的干扰去除

李社红, 郑宝山, 朱建明, 王雨春

(中国科学院地球化学研究所环境地球化学
国家重点实验室, 贵州 贵阳 550002)

若按常规的测定程序,即先用乙酸锌、酒石酸溶液蒸馏,然后取蒸馏液用硝酸银滴定或用异烟

酸-吡啶酮显色后分光光度法测定。但实验表明,馏出液在硝酸银滴定或异烟酸-吡啶酮显色过程中都会出现黑色沉淀,使测定工作无法继续。通过推测,黑色沉淀可能是由于存在硫离子(S^{2+})引起的。为去除其对滴定和显色过程的干扰,可在馏出液中加入适量碳酸镉(CdCO_3)或碳酸铅(PbCO_3)粉末使硫离子(S^{2+})形成沉淀,然后过滤除去硫离子,过滤液再用磷酸、EDTA 蒸馏,馏出液再按硝酸银滴定法或异烟酸-吡啶酮用分光光度法即可测定。