

CCAA 团体标准草案编制说明

基本信息			
标准草案名称	中文	电感耦合等离子体发射光谱法测定渣场土壤中砷、铅、铬、镉、汞	
	英文	Determination of As, Pb, Cr, Cd, Hg by Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectrometer	
项目类型	<input checked="" type="checkbox"/> 制定 <input type="checkbox"/> 修订 (被修订标准名称及编号:)		计划编号 2021TB014
起止时间	2021 年 11 月— 2022 年 12 月		
标准起草单位	中国计量科学研究院、中国标准化研究院、南京师范大学、中钢集团马鞍山矿山研究总院股份有限公司、生态环境部南京环境科学研究所、山东省分析测试中心等		
起草组成员	李海峰, 巢静波, 兰韬, 王风贺, 李书钦, 李波, 王振华		
项目调整情况	无		
背景、目的和意义			
背景	由于自然及人为活动影响, 容易造成某一区域重金属异常, 矿区及选冶渣场即是这一区域的典型代表。随着人口、环境、资源矛盾的发展, 矿区的修复和利用成为焦点。为降低选冶渣场对人类及生态系统、环境的潜在负面影响, 通常需要对该区域进行监测和修复。测量技术在修复过程中扮演着重要角色, 而标准方法是测量技术研究中重要的总结, 是前期研究成果的结晶以及后期研究的重要基础。		
目的	针对选冶渣场土壤基体特点, 建立发射光谱仪对常见重金属元素等的标准方法, 有效降低和消除各类容易引起粗大误差的因素, 提高分析测试的准确度和水平。测量结果偏离真值的影响因素众多, 有些是偶然因素, 有些是系统原因。深入分析识别不同影响因素, 建立合适的消除和降低机制, 通过建立标准方法, 可以确保测量方法的准确可靠。		
意义	土壤是经济社会可持续发展的物质基础, 保护好土壤环境是推进生态文明建设和维护国家生态安全的重要内容。近年来随着我国冶金行业的快速发展, 工业固废产量及堆存量较大, 众多选冶渣场中渣体成分复杂、重金属浓度较高, 极易导致渣场土壤污染问题, 存在极大的环境风险。有利于选冶渣场的修复和利用, 推动相关研究和发​​展, 从而促进国民经济的健康发展和推进绿色循环经济的完善。		
工作简况			

标准主要起草人 任务分工	<p>中国计量科学研究院：李海峰，负责标准制定工作的组织、协调，相关资料的查阅和收集，方法研究，方法文本、研制报告、编制说明等的起草撰写，组织验证单位进行验证，征集、整理和归纳相关的意见和建议；巢静波，负责资料收集和方法验证。</p> <p>中国标准化研究院：兰韬，标准文本的审查及工作进度的组内协调、文本规范化；</p> <p>南京师范大学：王凤贺，方法验证；</p> <p>中钢集团马鞍山矿山研究总院股份有限公司：李书钦，方法验证；</p> <p>生态环境部南京环境科学研究所：</p> <p>山东省分析测试中心：王振华，方法验证</p>
主要工作过程	<p>1. 分工情况</p> <p>中国计量科学研究院负责资料调研和收集、标准文本起草、征集初稿意见，其他单位负责方法验证。</p> <p>2. 起草阶段</p> <p>2021 年 11 月 查阅国内外相关资料，确定方法技术路线，准备标准品、试剂、耗材等</p> <p>2021 年 12 月～2022 年 4 月 方法研制、实验条件的优化、方法重现性、准确性考察</p> <p>2022 年 5 月 测定实际样品，形成初步的方法文本</p> <p>2022 年 6 月 进一步完善方法，方法文本及方法研制报告的撰写</p> <p>2022 年 7 月 方法验证方案的设计，组织进行方法验证</p> <p>2022 年 8 月 收集陆续返回的验证报告，方法编制说明的撰写</p> <p>2019 年 9 月 汇总验证单位的方法验证报告，完善相关技术文件</p> <p>2019 年 10 月 征求意见及汇总，完善方法文本、研制报告及编制说明等</p>
标准编制原则和确定标准主要内容的论据	
标准编制原则	<p>保证标准的适用性;保持标准的先进性;注意标准的统一性和协调性;注意标准的经济性和社会效益;结合我国国情积极采用国际标准和国外先进标准。在确定标准项目时注意标准的适用范围,既不要让标准所涵盖的领域过宽,使编制的标准没有实际技术内容;也不要让标准所涵盖的领域过窄,无谓地增加标准项目。具体如下：1) 满足选冶渣场环境监测的相关要求 2) 代表目前检测的先进水平和广泛利用的仪器设备特点 3) 立足现状，与发展趋势相衔接。</p> <p>目前《GB15618 土壤环境质量农用地土壤污染风险管控标准》、《GB36600 土壤环境质量建设用地土壤污染风险管控标准》、《GB18598 危险废物填埋污染控制标准》等标准均不专门针对渣场土壤。渣场土壤与常规土壤中所含元素类型虽然基本一致，但渣场土壤往往与尾渣、矿石等相伴，消解难度较大，同时会有与尾矿类型相同的元素浓度高等特点，在样品前处理和测定过程中，均应考虑样品均匀性和仪器测定时的干扰，这也是与农用地和建设用地土壤分析不同之处。基于此，本标准项目选择对选冶渣场土壤修复、安全评估和相应后续管控关注度高、对人类健康危害大以及常见矿区涉及的元素作为研究目标，最终确定该标准包括砷、铅、镉、铬和汞共 5 种元素。在标准制定过程中，按照保持标准的适用性、先进性原则，在样品前处理、测定过程干扰消除和质量控制方面进行了优化，同时注意与其他标准的协调性和统一性。</p>

<p>确定标准主要内容的论据</p>	<p>主要考虑以下几个方面：1) 元素种类：虽然监测的元素类型可能随目的和发展有所变化，关心的重金属元素基本变化不大，例如 As,Pb,Cr,Hg,Cd，最终确定该标准包括砷、铅、镉、铬和汞共 5 种元素。2) 前处理过程：采用密闭聚四氟乙烯等材料进行消解相对应用广泛，发展历史较长。3) 分析技术采用电感耦合等离子体光谱法应用比较广泛，具有典型性。</p> <p>适用范围：参考《GB15618土壤环境质量农用地土壤污染风险管控标准》、《GB36600土壤环境质量建设用地土壤污染风险管控标准》、《GB18598危险废物填埋污染控制标准》三项标准中对于土壤污染风险元素、土壤修复效果评估中监测元素的限定，结合我国目前主要的矿区类型，本标准项目选择对选冶渣场土壤修复、安全评估和相应后续管控关注度高、对人类健康危害大以及常见矿区涉及的元素作为研究目标，</p> <p>方法原理：考虑到砷、汞容易在湿法消解过程中易挥发损失，考虑到微波消解炉成本较高，故本标准设计闷罐湿法消解。方法原理部分阐述了电感耦合等离子体发射光谱法测定土壤中元素的定性、定量原理以及测定流程描述，即：土壤消解液由载气带入电感耦合等离子体发射光谱仪(ICP-OES)雾化系统进行雾化后，以气溶胶形式进入等离子体的轴向通道，在高温和惰性气体形成的等离子体炬焰中被充分蒸发、解离、原子化和电离，土壤消解液中待测元素的原子或离子，在光源中最外层电子受到激发，由于不稳定在回落过程中释放特征辐射，根据特征辐射存在与否以及强度大小进行定性和定量分析的方法。</p> <p>样品前处理：前期研究表明：取样量大于0.1g时，样品消解不完全，容易造成铁、铬等元素回收率低，因此选择称样量为0.1g。方法9.1中，前期有文献研究表明^[1]，采用四酸（盐酸-硝酸-氢氟酸-高氯酸）相比优于其他消解方法，例如硝酸-高氯酸以及盐酸-硝酸二元酸消解体系。采用闷罐测定可以有效降低As,Hg的损失。</p> <p>分析步骤：主要包括测定前电感耦合等离子体发射光谱仪的光谱校正、仪器条件设置、标准曲线绘制、样品测定和空白的测定，以满足准确测定的要求。通常，仪器需要开机点矩稳定30分钟以上，方可进行测试。对于复杂基体样品，样品测定可采用直接加入或者在线加入内标、以及标准加入法的方式。</p> <p>干扰和消除：土壤基体复杂，含盐量高，在测定过程中会形成光谱干扰和非光谱干扰。光谱干扰主要包括连续背景、谱线重叠干扰。可采用背景扣除法、干扰系数法，基体匹配法消除。非光谱干扰主要指化学干扰、电离干扰、物理干扰、去溶剂干扰等。可采用标准加入法消除。</p> <p>精密度和准确度：该部分对测定方法的精密度和准确度进行了建议，测量前应采用适当的方法进行方法确认，包括加标回收率验证（一般控制在80%-120%之间）、标准物质验证等。精密度应满足测量结果不确定度评估要求。</p> <p>质量保证和质量控制：为保证测定结果的计量溯源性，该标准规定应优先选择具有可靠溯源性的国家有证标准物质用于标准曲线绘制和方法确认。对于痕量元素，空白对测定结果的影响相对较大，因此要求：每批样品至少应包括2个空白试样，由于汞具有记忆效益且标准曲线部分元素浓度较低，因此应每次测定时均需配制校准曲线，且不计空白校准曲线点不应少于4点，待测样品浓度点应在校准曲线中间点附近，曲线的相关系数应不小于0.999。</p> <p>本标准所用9.1分析方法、9.2含水量测定方法在国际比对CCQM-K127土壤中的As,Cd等元素分析中经过相应比对验证。其中As比对中位值为76.2mg/kg，ICP-OES方法测定结果为78.0±3.0mg/kg，Cd中位值为438mg/kg，ICP-OES测定结果为445±14mg/kg，均等效一致。</p>
--------------------	----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------

与现行法律法规、强制性标准和其他有关标准的关系	
法律法规和强制性标准的关系	<p>伴随着我国制造业和工业的崛起，生态环境尤其是矿区承载了巨大的风险和压力，为此，我国制订了一系列的相关标准。例如 DB43T 1125-2016《重金属污染场地土壤修复标准》，DB3/2206-2015《河北省农田土壤重金属污染修复技术规范》，2014年《贵州省一般工业固体废物贮存、处置场污染控制标准》、《贵州铅锌矿采冶废渣污染场地原位（综合治理）修复工程指南（试行）》等一系列规范和标准。本标准是上述标准的技术支撑和方法保障。</p>
与其他有关标准的关系	<p>推荐性国家标准：《土壤环境质量 农用地土壤污染风险管控标准（试行）》（GB 15618-2018）；《土壤环境质量 建设用地土壤污染风险管控标准（试行）》（GB36600-2018）等</p> <p>推荐性行业标准：DB43T 1125-2016《重金属污染场地土壤修复标准》，DB3/2206-2015《河北省农田土壤重金属污染修复技术规范》等</p> <p>团体标准：《建设用地土壤重金属污染风险管控评估标准》等</p> <p>国际标准 and 国外先进标准：ISO 11461 Soil quality – Determination of soil water content as a volume fraction using coring sleeves – Gravimetric method 等</p> <p>该标准在样品制备方面要求细磨至通过 200 目筛，保证了测定样品的均匀性；在样品前处理方面做了细化，在分析测定质量控制方面提出了如计量溯源性保证、准确度和精密度等具体化的较高要求。</p>
重大分歧意见的处理经过和依据	
贯彻该标准的要求和措施建议	