

# 盲样考核浓度预判及稀释方法

## ——以原子荧光法测定水中砷为例

崔勇,黄霖

(江苏省水文水资源勘测局南通分局,江苏 南通 226006)

**摘要:**以原子荧光法测定水中砷为例,探讨了实验室盲样考核浓度预判及稀释方法。分析了3个砷盲样考核实例,归纳了“直接稀释法”“系列稀释法”“最大稀释法”3种方法,分别适用于盲样浓度范围窄、适中、宽3种情况。检测人员可根据考核机构给定的浓度范围合理选用。

**关键词:**盲样考核;浓度预判;稀释方法;原子荧光法;砷;水质

中图分类号:O652.1;O657.31 文献标识码:B 文章编号:1006-2009(2013)01-0046-03

## Concentration Pre-judgment and Dilution Method of Blind Samples

### ——A Case Study of Determination of Arsenic in Water by AFS

CUI Yong, HUANG Lin

(Jiangsu Hydrometry and Water Resources Reconnaissance Bureau Nantong Branch Office,  
Nantong, Jiangsu 226006, China)

**Abstract:** Based on case study of determination of arsenic in water by AFS, the concentration pre-judgment and dilution of blind samples were discussed. Direct dilution, series dilution and maximum dilution were summarized to be applicable to narrow, mediate and wide arsenic concentration, respectively. One of these methods may be selected depending on the concentration range given by the examination body.

**Key words:** Assessment of unknown samples; Concentration pre-judgment; Dilution method; AFS; Arsenic; Water quality

盲样考核是开展CMA/CNAS认证评审的重要内容<sup>[1]</sup>,也是实验室检测人员持证上岗及内部质量控制的重要措施<sup>[2-3]</sup>。作为评价检测能力最直观的手段,盲样考核已成为实验室日常活动中不可或缺的重要组成。如何确保考核结果的准确性,是检测人员必须掌握的一项基本技能。

对盲样浓度的预判及稀释方法的确定是影响考核质量的关键因素。在实际工作中发现,部分检测人员将未稀释的考核样品直接测定作为浓度预判的依据,再根据测定结果确定稀释倍数。该方法在日常实际样品的检测中应用普遍,对于浓度在方法线性范围内的样品可获得较为准确的稀释倍数,但应用于盲样考核则具有一定的风险,容易超出标准曲线范围甚至污染仪器,带来较大的误差<sup>[4]</sup>。今以原子荧光法测定水中砷为例,对盲样的浓度预

判及稀释方法进行探讨。

#### 1 盲样稀释测定原则

(1) 在进行稀释操作时,应尽量采用大容量量具,高浓度溶液的移取体积不宜过少,一般应超过5.00 mL<sup>[5]</sup>。

(2) 根据朗伯-比尔定律,在标准曲线的中段附近,待测物含量与其响应值之间的线性关系最佳,测定误差也最小<sup>[6]</sup>,稀释后的样品测定值应尽量满足这一区间要求。

(3) 盲样浓度值由稀释后样品测定值与稀释倍数相乘而得,实验误差也会因稀释倍数的增加而

收稿日期:2012-02-22;修订日期:2012-11-14

作者简介:崔勇(1976—),男,江苏如东人,工程师,学士,从事水环境监测与水资源调查评价工作。

被放大。同一样品不同稀释倍数的测定值如都能满足标准曲线范围要求,应优先采信稀释倍数低的测定值。

## 2 试验

### 2.1 主要仪器与试剂

AFS-830型原子荧光光谱仪,配AS-20自动进样器、AS-2砷空心阴极灯,北京吉天仪器有限公司。

100 mg/L砷标准溶液,水利部水环境监测评价研究中心;5%盐酸溶液;50 g/L硫脲-50 g/L抗坏血酸溶液;20 g/L硼氢化钾溶液。

### 2.2 标准曲线范围

选择0.010 mg/L~0.100 mg/L质量浓度区间作为标准曲线范围,配制由0 mg/L、0.010 mg/L、0.020 mg/L、0.040 mg/L、0.060 mg/L、0.080 mg/L、0.100 mg/L 7个标准点构成的标准溶液系列。

### 2.3 实例一

#### 2.3.1 盲样信息

2010年3月,某实验室接受水利部组织的计量认证复查换证评审考核,砷盲样的信息如下:规格为20 mL安瓿瓶;质量浓度范围为0.1 mg/L~0.2 mg/L;定值方法为从安瓿瓶中取10.0 mL溶液定容至500 mL。

#### 2.3.2 浓度预判及稀释方法

从安瓿瓶中取5.0 mL溶液定容至500 mL,同步配制标准溶液系列,上机测得稀释后样品的质量浓度为0.068 5 mg/L,计算得到稀释前盲样的质量浓度为0.137 mg/L。

#### 2.3.3 方法讨论

实例一可称为“直接稀释法”,盲样浓度范围较窄,考核难度较低。

该盲样浓度范围的上下限按相同倍数稀释后,均落于标准曲线区间之内。因此,可以直接按倍数稀释后测定,被考核人员只需在仪器操作、溶液配制等环节注意溯源控制,即可获得满意的数据。此类样品较少被考核机构采用,因而该方法适应面较窄,不具备普遍适用性。

### 2.4 实例二

#### 2.4.1 盲样信息

2011年10月,某实验室接受长江流域水资源保护局组织的重点监控断面质控考核,砷盲样的信

息如下:规格为20 mL安瓿瓶;质量浓度范围为0.1 mg/L~0.5 mg/L;定值方法为从安瓿瓶中取10.0 mL溶液定容至250 mL。

#### 2.4.2 浓度预判及稀释方法

假设盲样质量浓度在0.4 mg/L~0.5 mg/L、0.3 mg/L~0.4 mg/L、0.2 mg/L~0.3 mg/L、0.1 mg/L~0.2 mg/L任一区间内,则对应的稀释倍数分别为5、4、3、2。从安瓿瓶中分别取2.0 mL、2.5 mL、3.0 mL、5.0 mL溶液定容至250 mL,同步配制标准溶液系列,测得稀释后样品的质量浓度分别为0.039 6 mg/L、0.051 0 mg/L、0.066 7 mg/L、0.099 7 mg/L,计算得到稀释前盲样的质量浓度分别为0.198 mg/L、0.204 mg/L、0.200 mg/L、0.199 mg/L,取均值0.200 mg/L。

#### 2.4.3 方法讨论

实例二可称为“系列稀释法”,盲样浓度范围适中,考核难度适中。

根据盲样浓度范围上下限与标准曲线上限的倍数关系,将盲样稀释成一组系列样品,按照稀释倍数由高到低的顺序,设定原子荧光仪自动进样程序。在测定过程中,如出现测定值低于标准曲线下限的样品,则表明稀释倍数过大,该结果应予舍弃;如出现测定值接近标准曲线上限的样品,则表明之后的样品稀释倍数不足,应及时移去或中止测定。该方法的优点是只需一次标准曲线同步测定,时效性较强,对于易挥发、降解或吸附的样品可优先采用;缺点是盲样消耗量较大,如果盲样浓度范围过宽,则会导致原液或定值后溶液体积不足,遇到低浓度、宽范围的盲样时,还需舍弃较多稀释倍数偏低而无法采信的数据。

### 2.5 实例三

#### 2.5.1 盲样信息

2011年6月,某实验室接受水利部水文局组织的质量监督7项制度考核,砷盲样的信息如下:规格为20 mL安瓿瓶;质量浓度范围为0 mg/L~2.0 mg/L;定值方法为从安瓿瓶中取10.0 mL溶液定容至500 mL。

#### 2.5.2 浓度预判及稀释方法

从安瓿瓶中取0.5 mL溶液定容至500 mL,选取两三个标准点(包括标准空白)同步配制简易曲线,测得稀释后样品质量浓度为0.003 6 mg/L,计算得到稀释前盲样质量浓度约为0.072 0 mg/L。从安瓿瓶中重新取样定值,同步配制标准曲线测得

盲样质量浓度为 0.078 5 mg/L。

### 2.5.3 方法讨论

实例三可称为“最大稀释法”,盲样浓度范围宽广,考核难度较大。

当盲样浓度范围上限远远超出标准曲线区间时,根据二者上限的最大倍数关系稀释样品,测定值可作为预判盲样浓度的依据,由此确定最合适的稀释倍数,以防止未知的高浓度样品污染仪器带来记忆效应。该方法适用性较强,几乎适用于任何环境样品的盲样考核场合,缺点是因需要两次标准曲线同步测定,时效性不强。如用于汞盲样的原子荧光法测定时,可能因样品损失带来一定误差,最大倍数稀释的测定值也只能作为盲样浓度的半定量预判依据,而不能直接采信。

### 3 结语

盲样考核一般只提供浓度范围,不同考核场合的盲样浓度范围和考核难度也不尽相同,稀释倍数需由被考核人员自行选择,具有较高的不确定性。

以上3个实例中确定的“直接稀释法”“系列稀释法”“最大稀释法”,具有较强的普遍性,适合各类不同浓度范围盲样的浓度预判及稀释。被考核人员可根据考核机构给定的浓度范围合理选用,确保稀释后的样品浓度处于标准曲线的最佳测定区间,以减少测定误差。

#### [参考文献]

- [1] 陈伟,张道全.盲样在实验室评审中的应用[J].现代测量与实验室管理,2003(2):43-45.
- [2] 袁力.江苏省环境监测分析人员上岗操作考核及其管理[J].环境监测管理与技术,2005,17(3):3-4.
- [3] 陆燕宁.实验室质量控制的探讨[J].环境监测管理与技术,1998,10(2):42-43.
- [4] 崔勇.计量认证评审中如何做好原子荧光分析项目操作考核[J].环境科技,2010,23(S2):68-69.
- [5] 顾晓霞,朱红,张祖军.环境样品稀释方法的原则[J].甘肃环境研究与监测,2003,16(1):47-48.
- [6] 赵瑞玲.浅谈分光光度法中减少误差的样品稀释原则[J].山东环境,1999(3):31.

本栏目责任编辑 姚朝英

#### • 简讯 •

## 雾锁霾封,美国如何突围?

空气污染是现代社面临的问题。针对空气污染,美国不仅及时发布公众易懂的信息,还向公众提供在空气污染的日子如何保护健康、平时如何“从我做起”提高空气质量的小贴士。

美国空气污染主要由6大因素所致:气态污染物、温室气体效应、酸雨、臭氧层破坏、可吸入颗粒物以及气候影响。

美国环保署等机构合作设立了“空气质量指数”,向公众提供有关地方空气质量以及空气污染水平是否达到威胁公众健康的及时、易懂信息。登录美国环保署等机构合办的AIRNow网站,可以查询全美各地动态空气质量指数图、臭氧指数图、PM<sub>2.5</sub>指数图以及根据各指数列出的全美空气质量最差的5个地点。

根据可吸入颗粒物水平,环保署将各地的空气质量分为3类:未达标、达标或虽然数据不足但可被认为达标。如果某个区域被列为未达标,所在的州和地方政府需要在3年内制定执行计划,列出该地如何减少导致可吸入颗粒物聚集的污染物排放,以达到并保持环保署列出的空气质量标准。

AIRNow网站认为,在户外活动的时间越长、活动得越剧烈,受可吸入颗粒物污染影响的机会就越大;在户外空气质量不佳的情况下,要想减少接触可吸入颗粒物,就需要减少户外活动时间或降低活动强度。此外,应该根据当地气象预报,尽量将户外活动安排在可吸入颗粒物水平较低的时段,且不要在交通繁忙的路边等可吸入颗粒物水平相对较高的地点锻炼。

在户外可吸入颗粒物水平较高的情况下,室内可吸入颗粒物水平也会相应提高,某些过滤设备和空气净化器有助于降低这类污染物的水平。此外,不在室内吸烟以及减少使用蜡烛、壁炉等也有助于降低可吸入颗粒物水平。

美国环保署列出了一些小贴士,提示人们日常生活中“从我做起”有助于提高空气质量。例如,在日常生活中节约用电,夏天将空调温度稍微调高些,冬天稍微调低点;购买带有“能源之星”标识的家用和办公用设备;在可能的情况下拼车、使用公共交通工具、骑自行车或步行。在可吸入颗粒物水平较高的日子里,减少乘车外出的次数,减少或停止使用壁炉或烧木头的炉子;避免使用燃气割草机和其他花园机械;避免燃烧叶子、垃圾及其他物质。

摘自 www.jshb.gov.cn 2013-01-17