

地质找矿科技成果系列丛书之七

岩矿测试分析技术

国土资源部科技与国际合作司

二〇一二年九月

地质找矿科技成果系列丛书

编委会

主 编：徐绍史

副 主 编：徐德明 汪 民

编委会主任：钟自然

编委会副主任：姜建军 彭齐鸣 李金发

编 委：（以姓氏笔画为序）

王 昆	王宗起	付 英	白星碧	刘跃进	许大纯
张金昌	连长云	罗立强	郭珍旭	高锦曦	韩子夜
韩和平	熊盛青	谭永杰	鞠建华		

执行编委：（以姓氏笔画为序）

马 岩	马 梅	文 波	王少波	邓 玲	韦延光
兰井志	冉恒谦	史长义	任玉峰	刘凤山	刘 刚
刘 佳	吕振福	孙文泓	孙建华	朱勃霖	齐 华
何凯涛	宋 元	张成强	张学君	张明华	张振华
张振海	张 强	张辉旭	李永胜	李 冰	李 杰
李超岭	李 颖	杨少平	杨日红	杨红霞	杨 玲
屈文俊	岳铁兵	范继涛	柳群义	胡小平	胡 平
胡 欣	赵财胜	赵恒勤	赵春锋	徐志刚	徐 浩
秦绪文	耿树方	聂洪峰	袁桂琴	贾文龙	贾其海
郭宪璞	高林志	黄学雄	黄洪波	葛晓立	谢文卫
谢秀珍					

前 言

为贯彻落实《找矿突破战略行动纲要（2011—2020 年）》（国办发〔2011〕57 号）和“找矿突破战略行动动员部署电视电话会议”精神，保障找矿突破战略行动总体目标的实现，切实依靠科技进步推动找矿突破，加快科研成果转化，充分发挥已有科技成果在找矿突破中的支撑引领作用。

在找矿突破战略行动办公室统筹部署下，我们启动了《地质找矿科技成果系列丛书》编写工作。经各省、自治区、直辖市国土资源主管部门、中国地质调查局、武警黄金指挥部、部其他直属单位、有关学会、协会和高等院校推荐，有关院所组织专家严格把关和专家筛选，编委会审定，科技与国际合作司汇编形成了《地质找矿科技成果系列丛书》。该丛书主要包括：基础地质（21 项）、矿产地质（91 项）、地球物理勘查技术（47 项）、地球化学勘查技术（20 项）、遥感勘查技术（23 项）、地质钻探勘查技术（82）、岩矿测试分析技术（37 项）、矿产资源综合利用技术（90 项）、地质信息技术（25 项）、地质矿产标准规范（166 项）等 10 个方面共 602 项科技成果。

我们深信，《地质找矿科技成果系列丛书》将有助于从事一线工作的地勘人员了解地质找矿科技成果，应用于地质找矿突破，更好地支撑找矿突破战略行动。

藉此机会，我们衷心感谢为《地质找矿科技成果系列丛书》辛勤工作、无私奉献的科技人员和科技管理人员，期望有关单位结合实际情况按照成果汇编中的项目开展科技成果推广活动，并对《地质找矿科技成果系列丛书》不足之处提出批评建议。

内容摘要

资源是人类社会赖以生存和发展的重要物质基础，分析测试技术是地质找矿工作的重要组成部分，是找矿突破战略行动的技术保障。我国地质分析测试技术经历了4个主要的历史发展时期：50~60年代以化学手段为主，70~80年代中期仪器和化学手段共存，80年代中期至90年代以仪器为主，21世纪则主要依靠大型仪器分析获取高质量的数据。

当今地质分析领域已从单纯资源分析向资源环境物料分析并重的发展趋势，学科的交叉和相互渗透使得地质分析突破了传统的无机分析的格局，针对特定目标的有机分析、形态分析也成为地质分析研究的新增长点；微区原位分析已成为地质分析的重要发展方向；同位素分析已成为地质与环境分析的新热点；自动化、智能化的多元素同时分析技术将成为整体分析日常应用的主要手段；实验测试也正从实验室内分析向野外现场分析拓展。标准样品研制与标准化工作及仪器研发也越来越引起国际地质分析界的重视。目前国际地质实验测试技术的发展趋势目前主要在向着岩石和矿物无损、微区、原位、现场快速分析技术；同位素地球化学分析技术；生物地球化学实验测试技术；全球气候变化实验测试技术；油气与海洋实验测试技术等五个研究方向的纵深发展。

随着分析测试技术发展的进步，我国实验室元素成分分析方面，配套方法分析的元素数目从初期的29种扩展到目前的76种，形成了以电感耦合等离子体质谱仪（ICP-MS）、电感耦合等离子体光谱仪（ICP-AES）以及x射线荧光光谱仪（XRF）等三大现代化分析仪器为主体，以原子吸收、发射光谱、原子荧光、及少数其他化学手段为辅助，几乎覆盖周期表中的所有金属和非金属元素的现代分析技术方法体系。石油地质分析测试技术方法体系是油气资源地质勘查不可或缺的一部分，我国在烃源岩评价方面的石油地质分析测试技术方法体系比较完善。国内现场分析水平不低于国外，且研发了如微珠比色、光导比色、测汞仪等技术。小型台式EDXRF技术的车载化应用研究，

将野外分析能力大幅度提升，常规可分析元素约 20 种，检出限降低 1 倍左右。元素形态分析应用于植物探矿研究，有助于提高植物探矿的有效性和发展，为找矿战略突破服务。近年来我国的同位素地质年代学和同位素地球化学测定技术有了长足的发展。随着大批与同位素测量相关的大型质谱仪器的引进和一大批高水平同位素地质实验室的相继建立，我国同位素地质学研究的实验室硬件条件已经具有一定的优势，我国的一些同位素地质年代学和同位素地球化学测定技术达到了国际先进水平。

岩矿测试分析技术共涉及 36 个科技成果，其中依托单位涉及到国家地质实验测试中心、中国地质科学院物理化学勘探研究所、中国地质科学院地质研究所、中国地质大学（北京）、石家庄经济学院、南京地质矿产研究所、山东省地质科学实验研究院、河南省岩石矿物测试中心、东北煤田地质局沈阳测试研究所、新疆大黄山豫新煤业有限责任公司、中国地质科学院郑州矿产综合利用研究所、新疆维吾尔自治区地质矿产实验研究所，涵盖了分析测试方法的建立、测试方法应用、分析测试仪器研发、生态地球化学调查、新型材料的研发等方面。

希望通过推广以上的分析测试技术成果，能更好地带动地质找矿行动，建立一支精干、装备优良、具有承担一线科研和地质调查任务、能打硬仗的相对稳定的地质实验测试队伍。

目 录

1. 矿产勘查多功能车载移动实验室	(1)
2. 激光烧蚀等离子体质谱微区分析	(2)
3. RE-OS 同位素系统定年及示踪应用研究	(4)
4. 偏振激发能量色散 X 射线荧光分析技术	(5)
5. 土壤、地下水有机污染物检测技术及应用	(6)
6. 磷酸混酸封闭溶样 ICP-AES 测定地质样品中硼硫砷等元素	(8)
7. 铈镍试金-ICP-MS 测定地质样品中痕量超痕量铂族元素	(10)
8. 碱熔沉淀分离富集 ICP-MS 测定稀土等 25 个元素	(13)
9. 封闭压力酸溶-ICP-MS 测定地质样品中 44 个元素	(15)
10. 半熔/氨水封闭溶解-ICP-MS 痕量超痕量溴碘分析方法	(17)
11. 封闭压力酸溶乙醇增强 ICP-MS 测定地质样品中超痕量碲	(19)
12. 稳定同位素分析技术	(21)
13. 非传统稳定同位素示踪技术的研发及应用	(23)
14. 自主研发的电热式 X 射线荧光分析熔样机	(26)
15. 中国农业生态地球化学评价体系研究与成果集成	(27)
16. 大型城市水土环境污染机理与综合修复技术研究	(29)
17. 地下水污染测试技术研究	(31)
18. 城市环境地球化学调查方法技术及污染机理研究	(34)
19. 不同景观城市的生态地球化学环境调查与风险评估方法技术研究	(37)
20. 树木年轮样品多元素联测技术研究	(40)
21. 长江流域典型土壤及沉积物中 Cd 等重金属地球化学行为模拟实验研究	(43)
22. 实验室管理信息系统 (LIMS) 及质量保证平台	(46)
23. 土壤、沉积物及生物样品中主要有机污染物分析方法研究及其应用	(48)
24. 土壤/大气汞交换通量测量技术	(51)
25. 油气地球化学中沥青化学仪器化测试技术研究	(52)
26. 勘查地球化学样品中 76 元素测试方法技术和质量监控系统的研究	(53)
27. 金属矿地气地球化学探测技术	(56)
28. ^{218}Po 快速测氦方法仪器及其应用	(58)

29. 便携式近红外矿物分析仪升级改进与矿物填图应用试验研究 (60)

30. 堆中子活化分析为主的地球化学填图 76 元素配套分析方法研究 (61)

31. 铂族元素超痕量分析方法研究 (64)

32. 油母页岩含油率测试技术 (66)

33. 新疆大黄山豫新煤业瓦斯抽采技术研究 (67)

34. 煤灰高温黏度测试技术 (69)

35. 矿物材料表面改性及新材料 (70)

36. 纳米复合多层类金刚石碳膜及特种摩擦学应用研究 (71)

37. 新疆特殊景观地区沉积物标准物质研制 (72)

矿产勘查多功能车载移动实验室

一、内容概述

针对野外现场地质调查和矿产勘查的急需，在国内率先成功地将小型台式能量色散 X 射线荧光光谱仪（EDXRF）、光导比色仪、测汞仪、UPS 供电系统、发电机（两台）、碎样机、水箱及其他辅助设备集成于一台 NJ6596SFD5 型依维柯四驱特种车上，并搭建了车内实验台面，使所有测量工作均可在车内完成，形成了车载野外实验室和分析能力。EDXRF 技术可以同时分析硅酸盐基体中的 K、Ca、Ti、V、Cr、Mn、Fe、Ni、Cu、Zn、Ga、As、Rb、Sr、Y、Zr、Nb、Ba、Pb、Th 等约 20 种元素，并可同时给出 Al、Si、P、Cl、Hf、Mg、S、Co 等元素的近似或半定量分析结果，另外一些元素，如 Br、Sn、Sb、W、Bi、U（这些元素在常规非矿化样品中含量低）等在含量较高时可以分析；过渡金属元素的测定限在 10 mg/kg 左右。光导比色技术可测量 Au、Ag、Mo、As、Sb 等多种元素，测汞仪则可以测定壤中气中的 Hg 和各类岩石土壤粉末中的 Hg。

二、应用范围及应用实例

2009 年 7~9 月期间，车载实验室分别开赴内蒙古西乌珠穆沁旗铅锌矿区和新疆金窝子金矿区，在现场和驻地完成了 300 余件覆盖区浅钻样品的制样和测试工作，其中包括 X 射线荧光多元素分析、光导比色测金、测汞仪测汞等，分析数据与实验室比对数据吻合。2010 年 7~8 月，车载实验室开赴青海祁曼塔格高原矿区，采用车载 EDXRF 技术开展了 200 余件岩心和探槽样品的制备和分析工作，证明车载 EDXRF 在高原（海拔 4000 m）也可以开展快速分析工作。

三、推广转化方式

配合地质找矿战略行动，在各重点成矿区带的找矿远景区推广应用。可在西北和西南各选择一个远景区开展试点应用，然后推广。

技术依托单位：

联系人：詹秀春 张勤

通讯地址：北京市百万庄大街 26 号，国家地质实验测试中心；河北廊坊市金光道，廊坊物化探研究所

邮政编码：100037；065000

联系电话：010-68999594；0316-2267776

电子邮件：zhanxiuchun@yahoo.com.cn；iggelab@heinfo.net

激光烧蚀等离子体质谱微区分析

一、内容概述

国家地质实验测试中心于 2006 年引进激光烧蚀等离子体光谱分析仪，在地质调查项目、科技部创新方法工作专项、基本科研业务费资助下，已形成了不同矿物微区元素含量分析、锆石 U-Pb 同位素定年、具有环带结构的矿物增生结构环境相关样品的微区元素分布分析能力，并研制成功玻璃态硅酸盐备选标准物质。

矿物微区多元素同时分析：研究建立了基于内标-外标校准法、基于内标-外标结合归一计算校准法的两种分析方法。后者可以不必预先测量内标元素含量，即节省经费，又节约时间。两种方法均可对各种不同类型的矿物样品进行微区原位多元素同时分析，常规可分析的元素包括 Li、Be、B、C、Na、Mg、Al、Si、P、S、K、Ca、Sc、Ti、V、Cr、Mn、Fe、Co、Ni、Cu、Zn、Ga、Ge、As、Rb、Sr、Y、Zr、Nb、Mo、In、Sn、Cs、Ba、La、Ce、Pr、Nd、Sm、Eu、Gd、Tb、Dy、Ho、Er、Tm、Yb、Lu、Hf、Ta、W、Tl、Pb、Bi、Th、U 等，其他 Ag、Cd、Au 及铂族元素视样品类型和元素含量也可针对研究人员的具体需求进行分析。最小可达到的微区尺寸为 $\phi 20\ \mu\text{m}$ ，绝大多数元素检出限可达到 $0.1\ \text{ng/g}$ ~ $1\ \text{ng/g}$ （测定限在此基础上乘以 10），轻质量元素和少数受多原子离子干扰的元素如 Cr、Fe 等的检出限为 $\mu\text{g/g}$ 量级。分析精密度：对于硅酸盐矿物样品，含量 $>0.1\ \text{ppm}$ 的元素的分析精密度（重复性）一般优于 10%（RSD）；含量 $>10\ \text{ppm}$ 的元素的分析精密度（重复性）一般优于 5%（RSD）。

锆石 U-Pb 同位素定年：建立了基于 Pb、Th、U 同位素测量的单颗粒锆石定年分析方法，定年精度一般优于 2%。

微区元素分布分析技术：建立了基于激光动态扫描-内外标结合归一计算方法的微区元素分布分析技术，可以对具有增生结构的样品进行快速元素分布分析，与单点分析法相比，分析速度提高约 3 倍，使较大面积的元素分布信息获取成为可能。

玻璃态硅酸盐微区元素备选标准物质：研制了 4 个不同基体的玻璃态微区元素备选标准物质，可定值元素的数目约 50 种，项目成果已于 2010 年通过科技部组织的专家验收。

二、应用范围及应用实例

矿物微区多元素同时分析：各种硅酸盐矿物、碳酸盐矿物、硫化矿物、生物样品（骨骼、鱼耳石、组织样品），植物样品（根、茎、叶、果实）等。

锆石 U-Pb 同位素定年：岩浆锆石、碎屑锆石，年龄精度一般优于 2%。

微区元素分布分析技术：石榴石、石笋、湖泊沉积物、珊瑚样品中元素比值分析。

玻璃态硅酸盐微区元素备选标准物质：微区分析方法校准、分析质量监控。

三、推广转化方式

各种分析技术方法目前主要通过为地学研究人员提供分析测试服务的方式实现成果转化，欢迎地学人员进行项目合作。

玻璃态硅酸盐微区元素备选标准物质目前正在准备申报国家标准物质，申报成功后，将会按国家项目成果的相关规定与业界共享。

技术依托单位：

联 系 人：詹秀春 胡明月

通讯地址：北京市百万庄大街 26 号 国家地质实验测试中心

邮政编码：100037

联系电话：010-68999594；010-68999570

电子邮件：zhanxiuchun@yahoo.com.cn

Re – Os 同位素系统定年及示踪应用研究

一、内容概述

建立了地质样品铂 (Pt)、钌 (Os)、铼 (Re) 同时进行分离化学流程, 改进了 Pt、Re 的同位素稀释等离子体质谱测定方法和 pg 级 Os 同位素比值的负离子热表面电离质谱准确测定方法, 从而可对同一样品同时进行 Re – Os 和 Pt – Os 同位素定年。

利用所研究建立的分析方法, 承担了“973”《冈底斯-藏东斑岩铜钼金成矿作用》和《大规模成矿作用与大型矿集区预测》、国土资源部地质大调查和国家自然科学基金等多项国家级科学研究项目的 Re – Os 年龄测定和同位素示踪研究, 提供了大量科学准确的分析数据, 结果得到地质学家的肯定。解决了我国多个长期无法解决的金属矿床成矿年龄准确测定问题, 为探讨大规模成矿作用发生的特点、成矿的地球动力学背景、成矿规律研究和成矿模型的建立提供了一定的理论依据, 为扩大和保证国家矿产资源战略储备提供了技术支撑。这些成果发表于国内权威学术刊物和国际 SCI 杂志上, 得到国际同仁的高度评价, 提升了我国在成矿学界的国际地位。

二、应用范围及应用实例

对金川 Cu – Ni – PGE 矿床的不同类型矿石 (块状硫化物矿石、海绵陨铁状矿石、热液矿石和浸染状矿石) 进行 Re – Os 同位素年代学研究, 富铂的热液矿石同时还进行了 Pt – Os 同位素年代学研究。对杨柳坪 PGE 矿石的 Re – Os 等时线年龄及金宝山 PGE 矿石的 Re – Os 同位素组成进行了测定与研究。利用这项研究成果同时为德国、罗马尼亚、保加利亚、塞尔维亚、澳大利亚和瑞典等国进行了多个金属矿床的 Re – Os 年龄测定。

三、推广转化方式

提供研究成果相关内容, 提供相关分析测试技术咨询, 直接对金属矿床进行 Re – Os 年龄测定。

技术依托单位:

联系人: 屈文俊

通讯地址: 北京市百万庄大街 26 号 国家地质实验测试中心

邮政编码: 100037

联系电话: 010 – 68999592

电子邮件: quwenjun@sina.com

偏振激发能量色散 X 射线荧光分析技术

一、内容概述

偏振激发能量色散 X 射线荧光分析技术是 20 世纪末发展起来的主、次、痕元素同时分析技术，其特点是样品产生的 X 射线散射几乎不能进入探测器，从而大幅度降低了弹性和非弹性散射 X 光子造成的信号本底，提高信/背比，降低检出限（过渡金属元素的检出限与波长色散 X 射线光谱法相近）。

研究表明，对于常规硅酸盐样品分析，可测量的元素达 30 余种。其中 Al、Si、K、Ca、Ti、V、Cr、Mn、Fe、Ni、Cu、Zn、Ga、As、Rb、Sr、Y、Zr、Nb、Ba、La、Pb、Th 等 23 种元素可用于地质调查分析，其他如 Br、Sn、Sb、W、Bi、U 等元素在含量超过 5 $\mu\text{g/g}$ 时，也可以进行分析。

该技术可以分析卤水样品中的 K、Ca、Cl、S、Br、As 等元素。对于非饱和卤水，可以直接取样分析；对于饱和卤水，经简单的稀释后即可分析。Br、As 等痕量元素的测定限约为 5 $\mu\text{g/g}$ 。

二、应用范围及应用实例

目前，地质分析实验室对能量色散 X 射线荧光光谱法的了解尚不充分，认可度还比较低。2006 ~ 2009 年国家地质实验测试中心开展的多功能车载野外实验室研究项目中采用了台式偏振能谱仪（XEPOS + 型），在内蒙古、新疆、青海等地开展了覆盖区车载分析实验，可分析元素的种类和检出限等与前述接近。另外，在国家地质实验测试中心，该技术主要用于本中心各种科研样品的分析。

三、推广转化方式

目前，一些地质实验室在 1:5 万地球化学填图工作中，多采用波长色散 X 射线荧光光谱仪测定 Cu、Pb、Zn 等少量金属元素，仪器成本和运行成本都比较高。其实，采用小型台式偏振能谱仪，同样可以完成这些任务，仪器成本降低约 50%，功耗一般只有 200 W 左右，且无需辅助设备，运行成本会大幅度降低。因此，建议对系统内化探任务比较繁忙的实验室，可配套该类设备。

技术依托单位：

联系人：詹秀春，樊兴涛

通讯地址：北京市百万庄大街 26 号 国家地质实验测试中心

邮政编码：100037

联系电话：010 - 68999594

电子邮件：zhanxiuchun@yahoo.com.cn

土壤、地下水有机污染物检测技术及应用

一、内容概述

针对地质调查工作的急需，在国内首次建立了多目标地质调查中主要有机物分析方法和地下水调查有机必测 37 种组分系统分析方法。①项目利用有机检测新技术提高分析灵敏度、准确性，建立了水、土壤介质中苯系物、挥发性卤代烃、有机氯农药、有机磷农药、苯酚类化合物、多环芳烃、多氯联苯等多类有机污染物系列分析方法，形成了多目标地质调查中主要有机物分析体系。②建立了集样品采集、检测、全流程质量控制为一体的地下水调查有机必测 37 种组分系统分析方法，解决了地下水有机检测难题。所建立的 16 种多环芳烃、16 种有机氯农药等检测方法填补了国家标准分析方法空白；所研制的分析方法性能指标达到或超过了国家标准分析方法，大多数达到了美国环保署标准分析方法。方法加强了质量控制（QA/QC），弥补了现行国家标准中普遍缺乏质量控制的缺点。该研究成果为《全国地下水水质调查和污染评价》专项中 82 种有机物目标检出限的确认、配套分析方法等起到了关键技术支撑作用，为地质行业开展有机污染物检测奠定了基础。2008 年入选“中国地质科学院 2008 年度十大科技进展”，2010 年获得国土资源部科学技术二等奖。

二、应用范围及应用实例

组建了地质系统第一个有机环境分析实验室，到 2011 年底直接创收上千万；并通过举办有机分析培训班、实验技能培训、远程技术指导、参与有机采样培训工作等多种形式，在行业内进行成果推广和应用。迄今，共举办和参与各种有机分析培训班十几次，行业内外 50 多家实验室共 300 多人次参加过培训，为地质系统有机分析测试技术的建立和发展提供了技术支撑。目前已有 13 个实验室通过了“全国地下水调查样品有机污染物检测资质”，形成了地质行业第一支有机分析测试技术骨干队伍。全面承担全国地下水调查样品的测试工作，目前已完成地下水调查样品检测近几万组，产生经济效益近亿元。

2008~2011 年历时四年为中国地质环境监测院提供了全国 30 个省市自治区重点城市地下水有机污染物监测结果，这是我国第一次较全面获取重点城市地下水有机污染物检测信息，为地质工作提供了有力技术支撑。

2008 年项目组参与了汶川震区水质《水质 组胺等五种生物胺的测定》和“三聚氰

胺”牛奶《原料乳中三聚氰胺快速检测》两个国家应急标准的起草和验证工作，取得了良好的社会效益。

三、推广转化方式

提供研究成果相关内容，开展相关有机污染物分析测试技术培训和技术咨询，承担相关地质调查和地质科研有机污染物检测工作。

技术依托单位：国家地质实验测试中心

联系人：饶竹

通讯地址：北京市百万庄大街 26 号 国家地质实验测试中心

邮政编码：100037

联系电话：010－68999590

电子邮件：raozhu@126.com

磷酸混酸封闭溶样 ICP – AES 测定 地质样品中硼硫砷等元素

一、成果概要

地质样品中非金属元素测定非常重要，但长期以来，非金属元素的分析方法与金属元素相比，进展比较缓慢，大部分采用经典化学分析方法。硼的测定方法较多，如容量法、比色法、火焰光度法、色谱法及光谱法等。以往大批量地质化探样品中硼的测定一般采用大电极深孔蒸馏发射光谱法，检出限为 $3.7 \mu\text{g/g}$ 。该方法不用分解样品，所以分析速度快，过程简单。不过该方法仅适用于 $w(\text{Fe}_2\text{O}_3) < 5\%$ ， $w(\text{CaO}) < 20\%$ 的化探样品分析。目前开展的国土资源多目标地质调查中，非金属元素的测定问题尤其突出。如化探样品 76 个元素测定项目中，现有的一些分析方法难以适应新的要求。另外，各类地质标准物质的研制定值也需要尽可能多的不同原理的分析方法提供分析结果。所以有必要研究制定灵敏度高、方法简便快速且成本低、适合于大批量样品分析的多元素配套分析方法。

地质样品中硼与硅稳定结合，全硼量测定的主要困难在于样品的分解。熔融法一般能有效分解地质样品并保留易挥发元素与溶液中，但大量熔剂的存在给等离子体发射光谱测定带来基体干扰等问题，有时需要分离基体和碱金属盐，而且一般试剂空白也比较高，影响检出限。土壤、沉积物以及岩石等地质样品采用敞开或封闭 $\text{HF} - \text{HNO}_3$ （或王水）- HClO_4 溶样法时，硼会在最后的蒸发驱赶氢氟酸时形成 BF_3 或 BCl_3 挥发损失，在一些酸溶法 ICP – AES 测定硼的报道中，加入甘露糖醇或磷酸，并控制蒸发温度在 $70^\circ\text{C} \sim 80^\circ\text{C}$ 时或采用高压釜在 185°C 溶样，可有效避免硼的挥发损失。

采用常规 ICP – AES 仪器测定地质样品中硫的方法较少，因其可用光谱灵敏线位于超紫外区，必须采用真空光谱仪或在光室内充氮气或氩气的方式避免空气以及水蒸气对紫外光的吸收。尽管采用充氩气方式，测定中紫外线也易受到残留空气和水蒸气的吸收出现信号漂移。

本工作建立了 $\text{HF} - \text{HNO}_3 - \text{HClO}_4 - \text{H}_3\text{PO}_4$ 密封溶样，ICP – AES 直接测定地质样品中硼、硫、砷等元素。

1. 方法特点

(1) 该方法采用氢氟酸-硝酸-高氯酸-磷酸密封溶样，磷酸的加入避免了硼的挥发损失。

(2) 采用光室充氩气驱赶空气和水蒸气，同时选择 Se 为内标，对超紫外区谱线测定时的强度漂移问题起到了很好的补偿作用。

(3) 该方法简便快速，适用于多目标地质调查中大批量土壤、水系沉积物等样品中硼硫砷的测定，同时可以测定 Cu, Pb, Zn, Cr, Ni, Li, Mn 和 V 等元素。

2. 方法流程

准确称取 0.1000 g 样品于聚四氟乙烯坩埚中，加入 2 mL HF，1 mL HNO₃，0.5 mL HClO₄，0.5 mL H₃PO₄，盖上盖，将坩埚放入不锈钢外套内，拧紧钢套盖。将钢套放到烘箱内，在 185℃ 恒温 4h。待钢套冷却后取出聚四氟乙烯坩埚，置于电热板上蒸发至白烟冒尽，剩余约 0.5 mL 黏稠液为止。取下冷却，用高纯水少许冲洗杯壁，加入 HNO₃ 30.5 mL 再加热蒸发至烟冒尽，剩余约 0.5 mL 体积时为止。取下冷却，加入 7.9 mol/L HNO₃ 31 mL，5 mL 高纯水，盖上盖，在电热板上低温加热 30 min，溶解盐类。冷却后，将坩埚内溶液转移到塑料聚酯瓶中，用高纯水稀释到 10 mL，直接采用 ICP_ AES 测定。过程空白与样品制备方法相同。

3. 注意事项

由于该方法的全流程空白以及光谱背景较高，所以方法检出限 2.6 μg/g。实际测定中，对于样品中硼含量低于 10 μg/g 的结果，其重现性和准确性较差，还有待于改进。

将该方法得到的样品溶液再稀释 10 倍后还可以采用 ICP-MS 测定 B。

二、应用实例

研制的新方法已广泛应用于地质科研和地质调查样品分析中，为当前开展的地质调查工作以及提供了可靠的技术支持。比如：为环境科学院的魏复盛院士的东北某硼矿区环境影响评价重大项目中 3000 多件环境样品（包括土壤、植物、水、食物、排泄物等）提供了大约 48000 个数据，对项目的顺利实施和所取得的重大成果起到了强有力的技术支持作用。

三、推广转化方式

提供研究成果相关内容，开展相关分析测试技术培训和技术咨询。

技术依托单位：

联 系 人：李冰

通讯地址：北京市百万庄大街 26 号 国家地质实验测试中心

邮政编码：100037

联系电话：010-68999596

电子邮件：libing_12@sohu.com

钼铋试金- ICP - MS 测定地质样品中 痕量超痕量铂族元素

一、成果概要

新的地学研究和多目标地质调查对地质实验测试技术提出越来越高的要求。比如，以前的区域化探地球化学填图要求分析的元素只有 39 种。而现在则要求 76 种元素。其中痕量和超痕量元素的检出限要求很低，如铂族元素最低检出限要求 $0.0x \text{ ng/g}$ ，以往用于矿化样品的常规贵金属分析方法难以满足要求。非矿化样品中痕量超痕量铂族元素的准确测定是具有挑战性的难题。

地调项目“痕量超痕量元素分析新技术新方法在地质调查中的应用研究”团队共同攻克技术难关，建立了钼铋试金 ICP - MS 同时测定痕量和超痕量铂族元素的方法。钼铋试金法能够把 Pt, Pd, Rh, Ru, Ir, Os, Au 同时定量富集，与 ICPMS 技术相结合，已被世界上许多分析试验室作为贵金属分析的首选方法。钼铋试金 ICP - MS 国外报道很多，国内较少。国内地质系统铂族元素分析以往应用较多的是化学法或小试金法分离富集，采用原子发射光谱法、催化极谱以及分光光度法分别测定铂族元素（通常采用三个独立的分析方法完成所有铂族元素的分析）。本钼铋试金 ICP - MS 与国内外同类工作相比，创新点在于通过降低试金全流程空白和简化分析流程，一次样品处理和测定流程实现了化探样品中接近背景水平的超痕量级的所有铂族元素的分析。新方法的检出限达到或优于国际同类工作先进水平。建立的分析方法先进实用，可操作性强，分析效率提高，已在我国地质系统实验室内推广应用，并在国内其他培训班中推广应用，分析方法被编录到有关专著，全社会共享。

1. 方法特点

①新一轮国土资源调查要求对大量地质样品中接近背景水平含量的铂族元素进行可靠测定。有效降低全流程试剂空白成为实现化探样品要求的 $0.0x \text{ ng/g}$ 级检出限的关键。本工作检查了试金法全流程空白的来源，研究了各种提纯和降低试剂空白的途径。首次提出了回收试金流程中溶扣后滤液中的镍并循环使用的方法。铂族元素的方法检出限（10 s）达到 $0.0x \sim 0.00x \text{ ng/g}$ ，满足了化探样品分析要求。②另一个需解决的问题是简化分析流程，以适应大批量化探样品分析需求。大多数钼铋试金- ICP - MS 分析流程不包括钼的测定。以前先将钼蒸馏出，再用王水溶解残渣测钼。这种方法流程过长，不利于大批量样品

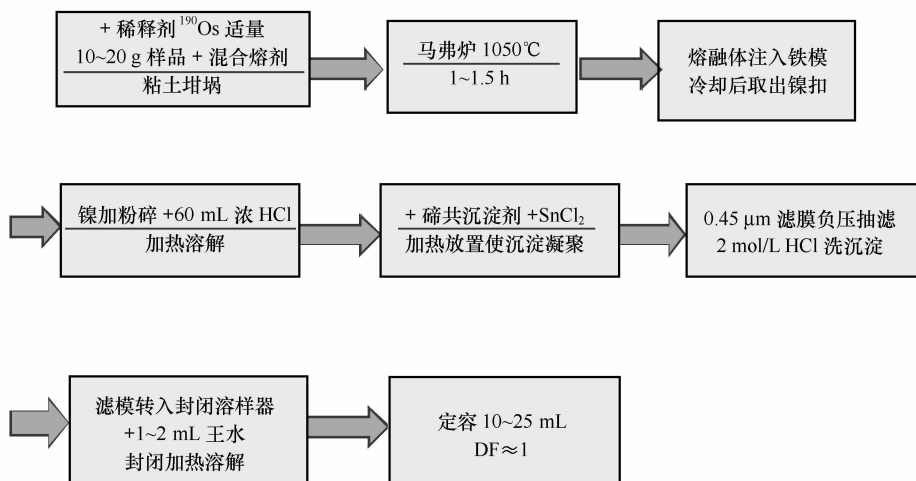
分析。本工作采用封闭溶解贵金属硫化物滤渣与同位素稀释法测钨相结合，解决了包括钨在内的全部铂族元素和金的测定，避免了钨的蒸馏分离和（或）单独测定，简化了分析流程。

2. 方法提要

试料与混合熔剂按比例混合，于 1100 °C 高温熔融。在高温硫化物试金熔体中，铂族元素以硫化物状态进入钼扣而同脉石分离，钼扣中贱金属硫化物可用 HCl 溶解，铂族元素的硫化物不溶而保留在残渣中。用盐酸溶解镍钼扣，抽滤，沉淀和滤膜转入封闭溶样器中，用王水溶解。为了把富集于钼扣而在酸溶时又进入溶液的少量贵金属定量回收，采用 SnCl_2 作为还原剂，在 HCl 介质中再用 Te 共沉淀一次，以保证定量收集所有贵金属元素。在 ICP-MS 上直接测定所有铂族元素，由于钨具有挥发性，采用常规校准方法误差较大，所以钨采用同位素稀释法测定，以保证分析结果的准确度和精密度。

3. 方法流程

样品处理步骤



4. 注意事项

(1) 方法的关键问题之一是控制试剂空白，主要是捕集剂镍的空白。解决方法是进行试剂提纯或使用羰基镍。

(2) 该法可以同时测定 Au，Au 的回收率约为 80%。

(3) 当样品中 Re 的含量较高时，可能含有较高的放射成因 ^{187}Os ，应通过测定 $^{187}\text{Os}/^{190}\text{Os}$ 求得 ^{187}Os 的含量，与通过 $^{192}\text{Os}/^{190}\text{Os}$ 求得的普通钨结果相加。

二、应用实例

研制的新方法已广泛应用于地质科研和地质调查样品分析中，每年完成大量铂族元素分析任务，为当前开展的地质找矿和调查工作提供了可靠的技术支持。比如：镍钼试金法

为谢学锦院士的 76 元素试点填图重要项目分析了大约 5000 多样品，提交 6 个铂族元素大约 30000 多个测试数据，这是首次采用镍钨试金 ICP-MS 新技术测定大批量地质化探扫描面样品中所有铂族元素的应用，取得了满意的成果。同时该方法为地质标样研制提供大量定值数据。据不完全统计，为国土资源系统各类复杂基体铂族元素标准物质 19 个（水系沉积物、海洋沉积物、大洋锰结核、土壤、橄榄岩、超基性岩、铬铁矿、玄武岩、白云岩、铂族矿石等）提供定值数据。该方法已在全国多家地质实验室推广应用，在地调局系统以及全国范围内举办 ICP-MS 技术培训多次，社会效益和间接经济效益显著。

三、推广转化方式

（1）所建立的方法已发布为国家标准方法：GB/T 17418《地球化学样品中贵金属分析方法》第 7 部分：铂族元素的测定 镍钨试金-电感耦合等离子体质谱法，制订人：李冰，杨红霞，刘崴。

（2）提供研究成果相关内容，开展相关分析测试技术培训和技术咨询。

技术依托单位：

联 系 人：李冰

通讯地址：北京市百万庄大街 26 号 国家地质实验测试中心

邮政编码：100037

联系电话：010-68999596

电子邮件：libing_12@sohu.com

碱熔沉淀分离富集 ICP-MS 测定稀土等 25 个元素

一、成果概要

采用敞开或封闭混合酸溶的方法测定地质样品中稀土、铈钼钨钨等元素时,往往由于样品未能全部分解的原因致使分析结果显著偏低。与酸溶法相比,熔融法分解能力强,特别适合于难溶地质样品的处理。但熔融法的缺点是同时引入大量熔剂,给后续的 ICP-MS 测定带来基体效应以及含盐量高引起的锥口堵塞等问题。本工作建立了偏硼酸锂熔融或过氧化钠熔融-电感耦合等离子体质谱 (ICP-MS) 方法,重点解决稀土等 25 个元素的测定问题,可作为难溶样品的多元素配套分析方法。

1. 方法特点

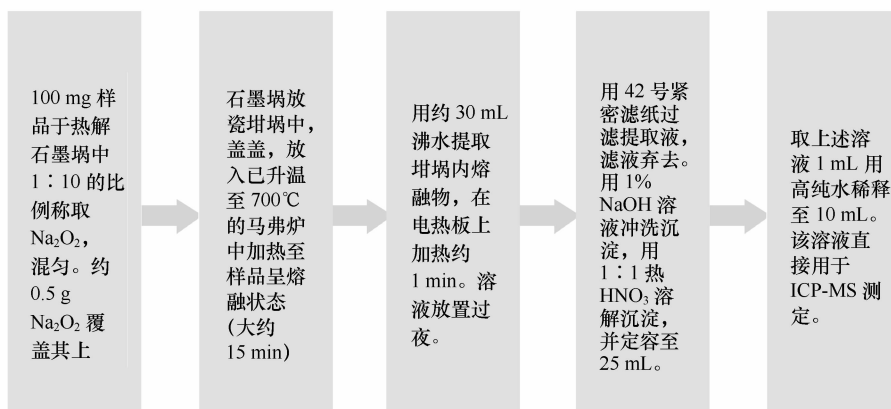
采用碱性沉淀分离掉大量熔剂, 解决了 ICP-MS 测定中含盐量高的问题。可作为封闭压力酸溶-ICP-MS 法的补充方法, 主要解决酸难溶样品的问题。

2. 方法提要

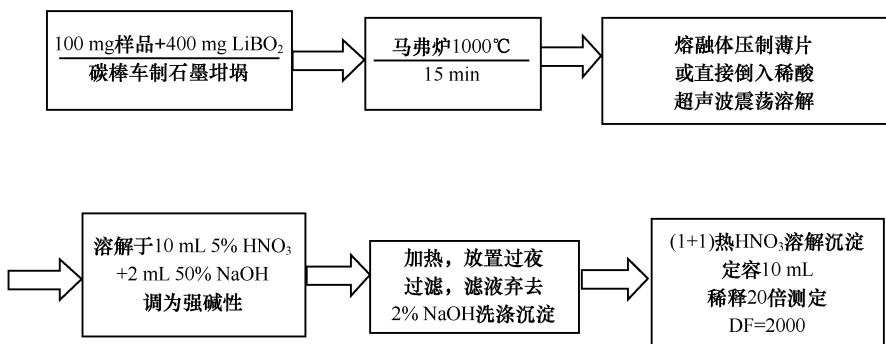
样品经偏硼酸锂熔融或过氧化钠熔融分解后，将提取液碱性沉淀。被测元素在碱性介质中随基体元素一起沉淀，通过过滤分离掉大量熔剂，再将沉淀用酸复溶后用 ICP-MS 可测定全部稀土以及铈、钍、镧、铀等 25 个元素。本方法适用于硅酸盐岩石中锰、钴、钼、钨、铋、钒、镉、钕、钽、铪、铯、钡、锶、钇、铟、铊、铷、铯、钫、铀、钍、镭、锕、钚、镅、锔、锿、镗、铈和铉等 22 个元素量的测定，也适用于土壤、沉积物样品中上述元素量的测定。

3. 方法流程

Na₂O₂ 熔融法流程



偏硼酸锂熔融法样品处理步骤



4. 注意事项

熔剂偏硼酸锂空白较过氧化钠低，但须使用热解石墨坩埚，成本稍高。

二、应用实例

目前已完成大量地质样品分析（包括大陆科学深钻样品）。同时已在全国多家地质实验室推广应用。在地调局系统和全国范围内举办 ICP-MS 培训班多次。

三、推广转化方式

（1）所建立的方法已发布为国家标准方法：GB/T 14506-2010《硅酸盐岩石化学分析方法》第 29 部分：稀土等元素量的电感耦合等离子体质谱法测定，制订人：李冰，杨红霞，刘巍。

（2）提供研究成果相关内容，开展相关分析测试技术培训和技术咨询。

四、技术依托单位

联系人：李冰

通讯地址：北京市百万庄大街 26 号 国家地质实验测试中心

邮政编码：100037

联系电话：010-68999596

电子邮件：libing_12@sohu.com

4. 注意事项

试料粒度必须小于 $74\ \mu\text{m}$ (-200 目), 否则不能保证取样的代表性。

由于高倍稀释, 任何来自环境和试剂的杂质将被放大 1000 ~ 2000 倍, 所以必须对使用的水和酸的中杂质进行检查, 最好使用亚沸蒸馏酸和超纯水, 并保证样品处理环境的洁净。

有机质含量高时应预先将有机质于 500°C 灼烧去除后再分析, 此时不宜分析 As。

此方法不适用于 Al 含量高于 20% 的样品。

不适用于古老变质花岗岩中的 Zr、Hf 的测定。

当 Sn 以锡石状态存在时可能因溶解不完全而导致结果偏低。

二、应用实例

研制的新方法已广泛应用于地质科研和地质调查样品分析中, 为当前开展的地质调查工作以及提供了可靠的技术支持。比如: ①参加了 6 次大型国际实验室分析能力测试 (测试样品包括海洋沉积物、玄武岩、蛇纹岩等样品, 世界各国多达 80 多个实验室参加, 报出元素 52 ~ 76 个, 测试合格率 > 90%, 取得的优异成绩为我国地质实验测试能力争得了荣誉。②封闭溶样 ICP-MS 完成 3000 件以上样品 (包括大陆科学深钻样品), 为我国的大陆深钻研究提供了 40 多种元素大约 100000 多个重要数据。为地质标样研制提供大量定值数据。据不完全统计, 为国土资源系统各单位提供了 80 多个地质标样的定值分析服务, 包括水系沉积物 20 个; 碳酸盐岩样 10 个; 海洋沉积物和锰结核 12 个; 特殊景观沉积物 8 个; 稀土稀有矿石 6 个; 共提交大约 50 多个元素, 9602 个测试数据。③目前已有多个分析方法在全国多家地质实验室推广应用, 在地调局系统和全国范围内举办培训班多次, 社会效益和间接经济效益显著。

三、推广转化方式

(1) 所建立的方法已发布为国家标准方法: GB/T 14506-2010《硅酸盐岩石化学分析方法》第 30 部分: 44 个元素量的电感耦合等离子体质谱法测定, 制修订人: 李冰, 杨红霞, 刘巍。

(2) 提供研究成果相关内容, 开展相关分析测试技术培训和技术咨询。

四、技术依托单位

联系人: 李冰

通讯地址: 北京市百万庄大街 26 号 国家地质实验测试中心

邮政编码: 100037

联系电话: 010-68999596

电子邮件: libing_12@sohu.com

半熔/氨水封闭溶解- ICP - MS 痕量超痕量溴碘分析方法

一、成果概要

碘在环境地球化学中非常重要，但碘的特殊化学性质，尤其是痕量超痕量碘的准确测定一直是困扰分析界的难题。因此，必须根据地质科研的新需求，研发痕量超痕量碘溴分析新方法，以适应不同基体地质样品的多元素配套分析系统。

对于测定各种样品中的痕量金属元素来说 ICP - MS 是一种非常强有力的多元素同时分析技术，但对于卤素，即 Cl、Br、I，由于其电离电位较高，在氩等离子体中灵敏度都比较差，加之样品处理等复杂因素，所以应用报道不多。不过，尽管卤素的第一电离能比较高，如碘的第一电离能为 10.45eV，在氩等离子体中只能达到大约 25% 的电离，但和其它分析方法相比，还是具有比较高的灵敏度。碘的不同形态以及易挥发、易污染性等因素使碘的 ICP - MS 测定复杂化，因此如处理不当，测定的准确性和重现性受到极大影响。碘是多价态元素(0, -1, +5, +7)，碘在不同介质和条件下具有多种形态，其行为也大不相同。如碘化氢，在室温状态下将呈气态而挥发，I⁻ 1 在空气中很容易被氧化为游离碘而损失。所以如何正确处理样品以及选择测定溶液的介质是准确测定样品中全碘的关键。

地调项目“痕量超痕量元素分析新技术新方法在地质调查中的应用研究”团队建立了两个测定碘的方法：方法一：半熔 ICP - MS 测定地质样品中碘溴砷硒；方法二：氨水封闭溶解 ICP - MS 直接测定土壤，沉积物和生物样品中碘。新方法的检出限达到或优于国际同类工作先进水平。建立的配套分析方法先进实用，可操作性强，分析效率提高，已在我国地质系统实验室内推广应用，并在国内其他培训班中推广应用。研究成果显著提高了等离子体质谱为主体的现代分析技术在地质实验测试领域的开发应用水平。分析方法被编录到有关专著，全社会共享。

方法一特点：

(1) 碘由于其易挥发，易污染，以及在一般地质样品中含量较低，属于难分析元素。本工作采用碳酸钠和氧化锌混合熔剂半熔法，ICP - MS 直接同时测定地质样品中的碘溴（也可测定 As 和 Se）。该方法首次将半熔法与 ICP - MS 技术结合，为地质样品中比较难以测定的非金属元素溴碘提供了新方法。

(2) 采用阳离子交换树脂分离溶液中大量的钠离子，解决了 ICP - MS 测定中高盐引起的基体效应，可以以较低稀释倍数将样品引入等离子体。由此达到提高灵敏度，降低检出限的目的。

(3) 用氨水清洗进样系统，大大降低了 ICP - MS 测定中碘的记忆效应。

方法二特点：

(1) 首次建立了稀氨水（10%）封闭压力溶解土壤，沉积物和生物样品碘，ICP - MS 直接测定的方法。其特点是减少了碘污染和可能的挥发损失，方法的过程空白显著降

低。碘的检出限、精密度和准确度优于半熔法。

方法一提要：

样品用碳酸钠和氧化锌（艾斯卡试剂 $\text{Na}_2\text{CO}_3:\text{ZnO} = 3:2$ ）混合试剂混匀，经烧结后用热水浸取，浸取液用强酸性阳离子树脂静态交换分离溶液中大量钠等阳离子，采用电感耦合等离子质谱直接测定溶液中的碘、溴。方法检出限：溴 $0.15 \mu\text{g/g}$ ，碘 $0.03 \mu\text{g/g}$ 。测定范围：碘 $0.028 \sim 100 \mu\text{g/g}$ ，溴为 $0.15 \sim 100 \mu\text{g/g}$ 。

方法二提要：

样品用稀氨水密封溶解，采用电感耦合等离子质谱直接测定溶液中的碘。该方法适用于土壤和沉积物中碘元素的测定，方法检出限为 $0.01 \mu\text{g/g}$ 。测定范围： $0.01 \sim 100 \mu\text{g/g}$ 。同样适用于植物样品中碘的测定。不适用于岩石矿物样品中碘的测定。

方法一流程：

称取 1.00 g 混合熔剂于 30 mL 瓷坩埚中，再称取 0.2500 g 试料，将样品与熔剂充分混匀，最后再称取 0.50 g 混合熔剂均匀覆盖在试料上。将坩埚放入马弗炉中，从低温升至 800°C 再保持 40 min ，取出。冷却后将坩埚中混合物倒入 100 mL 烧杯中，用水将坩埚冲洗干净，总体积不超过 25 mL 。将烧杯置于电热板上煮沸大约 5 min 取下。冷却后转移至 25 mL 试管中，稀释至刻度。摇匀，放置澄清。吸取 10 mL 清液于 50 mL 干烧杯中，加入 8 g 预先处理好的阳离子树脂，静态交换 1 h 。在静态交换过程中需摇动 $2 \sim 3$ 次。干过滤分离掉树脂。滤液中加入 0.1 mL 氨水，摇匀，直接用 ICP-MS 测定。

方法二流程：

称取 0.1000 g 试料于封闭溶样器的聚四氟乙烯内罐中，加入 5 mL $\phi(\text{NH}_4\text{OH}) = 10\%$ 的氨水，盖上 Teflon 坩埚盖，装入钢套中，拧紧，并放入烘箱中，加热 10 h ，温度控制在 $185^\circ\text{C} \pm 5^\circ\text{C}$ 。待冷却后开盖，取出 Teflon 内罐。用水将内罐中溶液转移至 10 mL 刻度试管中，稀释至刻度，摇匀，放置澄清或用离心机离心。澄清溶液直接用 ICP-MS 测定。

注意事项：

碘有很强记忆效应，可在样品之间用 $2\% \text{ NH}_4\text{OH}$ 快速清洗。

强酸阳离子交换树脂的处理：用 HNO_3 处理为 H^+ 型，水洗至中性，抽滤干备用。

氨水溶解方法不适用于岩石矿物样品中痕量碘的测定。

二、应用实例

研制的新方法已广泛应用于地质科研和地质调查样品分析中，并在全国多家分析实验室推广应用。

三、推广转化方式

技术依托单位：

联系人：李冰

通讯地址：北京市百万庄大街 26 号 国家地质实验测试中心

邮政编码：100037

联系电话：010-68999596

电子邮件：libing_12@sohu.com

封闭压力酸溶乙醇增强 ICP – MS 测定地质样品中超痕量碲

一、成果概要

20 世纪 90 年代以来,我国的地质事业得到了快速发展,资源和环境并重的科学发展观、不断深入的地质研究和多目标地质调查对地质实验测试技术提出越来越高的要求。而常规的分析技术和方法已经不能适应新的分析要求。比如,深海沉积物和锰结核样品中的碲具有重要的研究意义,但痕量超痕量碲的分析一直是国内外难分析元素之一。地质样品中 Te 的测定一般采用氢化物发生原子荧光法、分光光度法和极谱法等。氢化物发生法虽然可以测定更低含量的 Te,但是过渡元素及可氢化元素间都存在一定干扰,测定前通常需要进行分离富集,不适合大批量样品尤其是地质大调查样品的快速测定,而且氢化物发生法在测定基体复杂的地质样品时也不够理想。地质样品中 Te 的含量通常很低,一般只有 $0.0x \sim x \mu\text{g/g}$ 。目前很多地质标准物质中只有 Te 的参考值而没有定值。为适应现代多目标地质调查的要求,需要开发新的适用于快速测定大量样品的更灵敏的碲的分析方法。

本工作在以往工作基础上重点解决 Te 的测定问题。由于加入乙醇后样品溶液在雾化效率等方面与纯水溶液有较大的区别,从而使得 ICP – MS 在测定 Te 时的工作参数有较大的改变。乙醇可以增强 Te 的灵敏度,但其他多元素的灵敏度却因载气流速等参数的改变而降低,所以加入乙醇后的样品溶液只用于单独测定 Te。作为多元素配套分析方法,对于土壤和沉积物样品采用分取封闭压力酸溶 47 个元素的样品溶液,加入乙醇并优化仪器测定参数后直接测定 Te。对于 Te 含量较高且难分解的大洋多金属结核样品则采用 Na_2O_2 熔融法进行分解。在乙醇的增强作用下,样品分解后不经分离富集和氢化物发生便可直接在 ICP – MS 上进行测定。

建立了 $\text{HF} - \text{HNO}_3$ 密封酸溶以及 Na_2O_2 熔融处理样品,乙醇增强灵敏度,电感耦合等离子体质谱直接测定地质样品中微量和超痕量碲的方法。样品溶液中加入乙醇 ($\psi = 4\%$),在 0.85 L/min 的载气流速下,碲信号可增强 2.5 倍以上。碲的方法检出限 (10σ , $\text{DF} = 1000$) 为 $0.02 \mu\text{g/g}$ 。用土壤和水系沉积物国家一级标准物质验证了方法的准确度,标准物质的绝大多数分析结果与标准值的误差在允许范围内。分析了大洋多金属结核样品及深海沉积物中的微量碲,结果与其他方法相符,精密度试验 $\text{RSD} (n = 3) < 10\%$ 。封闭溶样乙醇增强 ICP – MS 测定地质样品中碲的方法在国内外尚未见到同类报道。

1. 方法特点

(1) 地质样品中碲的含量很低,其测定比较困难。本方法通过加入乙醇增强了碲的灵敏度,实现了不用分离富集或氢化物发生法直接测定土壤和沉积物中痕量和超痕量碲的测定。

(2) 为深海沉积物和大洋锰结核样品中碲的准确测定提供了新方法。

2. 方法提要

HF-HNO₃ 密封酸溶或 Na₂O₂ 熔融处理样品，乙醇增强灵敏度（碲信号可增强 2.5 倍以上），电感耦合等离子体质谱直接测定地质样品中微量和超痕量碲。

3. 方法流程

(1) 封闭酸溶法：准确称取 50 mg 样品于聚四氟乙烯坩埚中，加入 2 mL 浓 HF，1 mL 浓 HNO₃，轻轻摇匀，盖上盖，放入密封钢套中拧紧。放入烘箱中，185℃ 恒温约 15 h。待样品冷却后取出，置于电热板上低温蒸至近干。取下，加入 0.5 mL 浓 HNO₃，蒸至近干。重复操作一次，以赶尽 HF。待坩埚稍冷后加入 8 mol/L 的 HNO₃ 5 mL，盖上盖，放入密封套中，置于电热板上低温加热 1 h。取下冷却，定容至 10 mL，摇匀。分取 2 mL 溶液于 10 mL 刻度管中，加入适量乙醇，用水定容，摇匀，上 ICP-MS 测定。

(2) 碱熔法：在 10 mL 刚玉坩埚中预先加入两粒 NaOH，熔融。冷却后称取 0.5 g Na₂O₂ 均匀铺在坩埚底部。准确称取 100 mg 样品于坩埚中，样品表面再覆盖一薄层 Na₂O₂，于 700℃ 熔融 40 min。取出，放入盛有 1.2 mol/L 热 HCL 的烧杯中提取。在电热板上低温蒸至约 10 mL。用水冲入 25 mL 刻度管中，加入 5 mL 浓 HCL，定容摇匀。分取上层清液 1 mL，加适量乙醇，用水定容至 10 mL，摇匀。上 ICP-MS 测定。

4. 注意事项

仪器工作参数最佳化以及工作曲线校准也必须采用和分析样品同样乙醇浓度的溶液。

二、应用实例

研制的新方法已应用于地质科研和地质调查样品分析中，为当前开展的地质调查工作以及提供了可靠的技术支持。比如：碲的分析方法成功用于海洋地质标准物质课题，提供了深海沉积物、大洋锰结核和海山富钴结壳中碲的测定，获得了满意的结果，该项目组负责人王毅民非常满意，赞誉我们“建立的碲分析新方法，解决了海洋地球化学分析中的一大难题。所获结果已用于相关的地球化学研究中，先后发现了碲在结壳中的高度富集现象，其富集系数高达 13350，为海洋矿物成因和古海洋环境研究找到了新的切入点”。

三、推广转化方式

提供研究成果相关内容，开展相关分析测试技术培训和技术咨询。

技术依托单位：

联系人：李冰

通讯地址：北京市百万庄大街 26 号 国家地质实验测试中心

邮政编码：100037

联系电话：010-68999596

电子邮件：libing_12@sohu.com

稳定同位素分析技术

一、内容概述

国家地质实验测试中心稳定同位素实验室引进的 MAT253，配备了双路进样和连续流进样两种进样模式，可以完成大气降水、湖泊水、岩溶水、植物抽提水及冰芯样品的氢、氧同位素分析；石油、土壤抽提物、现代及古环境样品有机提取物单体碳、氢同位素分析；天然气、顶空气单体碳、氢同位素分析；油页岩、土壤、干酪根、动植物组织、稠油等所含有机质样品的平均 C、N 同位素组成分析；碳酸盐碳、氧同位素组成分析；硅酸盐、硫酸盐等矿物氧同位素组成分析；遍及现代环境与古环境、石油与天然气资源、生态环境与生命科学等应用领域。

(1) 双路进样系统-同位素比值质谱 (DI-IRMS) 用于各类样品下线处理富集所获得如 CO_2 、 H_2 、 CO 、 N_2 等气体的 C、H、O、N 同位素组成的测定；

(2) 元素分析仪-连续流接口-同位素比值质谱 (Flash EA-ConFlo-IRMS) 用于固体 (比如油页岩、土壤、干酪根、腐殖质、动植物组织等)、液体 (如稠油等) 的平均 C、N 同位素组成的测定；

(3) 气相色谱-燃烧/高温热解接口-同位素比值质谱 (GC-Combustion/TC-IRMS) 用于液体和气体样品 (如：石油、各种有机天然提取物、天然气以及顶空气等样品) 中单个化合物的 C、H 同位素组成的测定；

(4) Gas BenchII-IRMS，用水平衡法测试水中的氢、氧同位素 (D/H in water through equilibration with H_2/Pt ; $^{18}\text{O}/^{16}\text{O}$ in water through equilibration with CO_2)、溶解无机碳 ($^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ of dissolved inorganic carbon (DIC))、碳酸盐的碳、氧同位素 ($^{18}\text{O}/^{16}\text{O}$ and $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ from carbonates) 测定；

(5) CO_2 激光氟化装置-MAT253 可以完成硅酸盐、硫酸盐、碳酸盐等矿物氧同位素 ($^{18}\text{O}/^{16}\text{O}$ 、 $^{17}\text{O}/^{16}\text{O}$) 分析。

二、应用范围及应用实例

稳定同位素分析技术支撑了单分子稳定同位素分析技术研究，多环芳烃的植物挥发过程及其定量研究，湖泊中长链烯酮的母源及其与温度的关系，沉积物样品中痕量长链烯酮的分析快速气相色谱检测沉积物中痕量长链烯酮，陨石、矿物氧同位素组成及氧同位素异

常分析技术研究等多项基金、地质调查和科技部创新项目，完成了岩溶水及地下水氢氧同位素、天然气水合物碳氢同位素、石笋碳氧同位素、植物及土壤有机碳、氮同位素分析、矿物岩石氧同位素等多项地质调查项目的测试服务。

三、推广转化方式

稳定同位素分析技术应用服务平台，欢迎以项目合作和测试服务等多种方式进行合作。

技术依托单位：

联系人：王广

通讯地址：北京市百万庄大街 26 号 国家地质实验测试中心

邮政编码：100037

联系电话：010－68999594

电子邮件：wangguang77@live.cn

非传统稳定同位素示踪技术的研发及应用

一、内容概述

同位素示踪技术是矿床学研究的重要手段，近代许多成矿理论的革命和找矿突破均得益于同位素示踪技术的应用。近年来，随着同位素分析测试技术的突破性进展，Fe、Cu、Zn、Mg、Mo 等矿化元素同位素的高精度测试成为现实，从而使得运用同位素手段对成矿物质来源进行直接示踪成为可能。这必将为矿床学研究注入新的活力，并有可能带来革命性变化。

近年来，在国家自然科学基金委员会、科技部、部科技司和中国地质调查局的支持下，以朱祥坤研究员及其团队率先在我国开辟了这一研究领域，从这些新兴同位素体系测试方法的建立、同位素示踪体系参照系的构筑、同位素分馏理论研究以及典型矿床中同位素分布演化规律总结等方面进行了系列研究，为今后的找矿勘查工作提供了新的技术支撑。

(1) 同位素测试方法的建立：在国内首次建立了铁、铜、锌、镁、钼、钛、硒等非传统稳定同位素高精度测试方法。所建方法包括样品的化学纯化和同位素质谱测定两部分。由于地质样品往往具有复杂的化学成分，在进行同位素高精度分析之前，需要对样品进行纯化。经过反复实验，分别建立了适用于无机和有机样品的消解与纯化方法。在此基础上，通过对基体效应、浓度效应、酸度效应、干扰信号等多方面的系统研究与评估，建立了铁、铜、锌、镁、钼、钛、硒同位素的多接收器等离子体质谱测定方法，所建方法的精度达到国际同类实验室的领先或先进水平。这些新方法的建立，将为我国的地质调查工作和找矿评价突破提供更有力的技术支撑。

(2) 非传统稳定同位素示踪体系参照系构筑：对不同地质体同位素组成进行了调查和资料总结，初步描绘了铁、铜、锌、钼等同位素的地质分布特点，为这些新同位素体系的地质示踪提供了参照系。

(3) 非传统稳定同位素分馏理论研究：1) 开展了非传统稳定同位素体系在氧化-还原、结晶-沉淀、吸附-淋滤、生物作用等过程中同位素质量分馏的实验研究；2) 研究了铁、铜、锌等同位素在不同矿物对间的质量分馏，对同位素分馏系数提出了制约；3) 对变质作用过程中铁同位素的地球化学行为进行了研究，发现在绿片岩相-低角闪岩相区域变质作用条件下，单矿物间可以发生同位素交换，但全岩样品基本保持原岩的铁同位素特征。这方面的研究成果不仅丰富和发展了同位素地球化学理论，同时为这些新同位素体系在地学中的应用奠定了必要的理论基础。

(4) 非传统稳定同位素体系在成矿作用研究中的应用：研究主要对不同类型矿床中铁、铜、锌等同位素的基本分布特征进行了调查。并在此基础上，对一些关键的成矿作用过程中铁、铜、锌同位素的演化规律进行了研究：1) 对华北地区（鞍本、冀东、五台、

吕梁等) 条带状铁矿开展了铁同位素组成分布特征和演化规律的研究, 为成矿环境和成矿物质来源提出了制约; 2) 对华南新元古代新余式铁矿和福禄组铁建造开展了铁同位素组成的研究, 并与太古宙条带状铁建造进行了对比, 对其沉积环境进行了制约; 3) 通过对铜陵、大冶等地区矽卡岩矿床的研究, 总结了流体出溶和矿化过程中铁、铜同位素的演化规律, 初步构筑了铁、铜同位素示踪该类矿床成矿作用的理论模型; 4) 通过对攀枝花钒钛磁铁矿的研究, 总结了岩浆作用过程中铁同位素的演化规律, 并对攀枝花矿床的成矿机理提出了制约; 5) 对白云鄂博进行了比较系统的铁、镁同位素研究, 深化了对复杂矿床成因的认识; 6) 对川黔滇地区会泽、板板桥、天桥等铅锌矿进行了比较系统的锌同位素研究, 总结了锌同位素的变化规律, 阐述了锌同位素变化的控制因素, 探讨了锌同位素组成变化的地质意义。

(2) 基本原理: 运用所建立的新方法, 在系统掌握这些新的同位素体系在自然界不同物质中的分布特征基础上, 结合同位素分馏基本理论和非传统同位素在成矿作用过程中的分布特征和变化规律, 从矿化元素本身对成矿物质来源和成矿作用过程进行示踪。

(3) 技术特点: 利用新兴的同位素体系对成矿作用等重大地质问题进行直接的示踪是本技术的特点所在。

(4) 技术指标: 所建方法的精度均已达到国际同类实验室的领先或先进水平。

二、应用范围及应用实例

非传统同位素示踪技术在地学中有着广泛的应用, 在地幔过程、岩浆演化、成矿作用、环境变化、太阳系早期演化等研究领域, 均显示了很好的应用前景。下面介绍课题组在成矿作用研究方面的几个应用实例:

1. 前寒武纪条带状铁建造的沉积环境研究

华北地区(鞍山、冀东、五台、吕梁等) 条带状铁矿呈现明显的铁的重同位素富集, 表明当时海水中的 Fe 只有少部分沉淀, 暗示条带状铁建造的沉积环境相对还原, 即当时大气圈的氧逸度比较低; 华南新元古代新余式铁矿和福禄组铁建造具有与太古宙条带状铁建造相似的铁同位素特征, 指示其沉积环境的氧化还原状态与太古宙相近, 说明新元古代铁建造沉淀时的水体没有和大气充分交换, 即水体仍处于被冰川部分覆盖的状态。

2. 宣龙式铁矿的形成机理

宣龙式铁矿是以赤铁矿为主的矿床, 对其成因一直以来都存在争议, 主要有蓝藻成因和铁细菌成因两种观点。如果是蓝藻细菌, 很小面积就可以将铁完全氧化, 铁同位素不会发生分馏; 而如果是铁细菌作用, 只会发生部分的氧化, 导致铁同位素发生分馏。宣龙式铁矿呈现出铁的重同位素富集的特征, 说明其为部分氧化作用的结果, 是铁细菌作用的产物, 不支持蓝藻成因。

3. 白云鄂博矿床成因

白云鄂博 Fe-REE-Nb 矿床是世界著名的巨型多金属矿床。对其矿床形成机制的认识存在很大分歧, 争论的焦点在于铁的物质来源和赋矿层 H8 白云质大理岩成因(水成或火成)。白云鄂博地区含铁沉积建造与世界其他地区含铁沉积建造的 Fe 同位素组成类似($\delta^{56}\text{Fe} > 0$), 与白云鄂博铁矿的 Fe 同位素组成差别较大, 白云鄂博铁矿床的 $\delta^{56}\text{Fe}$ 集中

在 0 附近，与白云鄂博地区灰绿岩、世界不同地区火成岩和岩浆型铁矿（攀枝花铁矿）的 Fe 同位素组成特征一致，表明白云鄂博铁矿可能不是沉积成因的，更有可能与岩浆作用有关；H8 白云岩相对于腮林忽洞微晶丘富集铁和镁的重同位素，不支持微晶丘成因。H8 白云岩的 $\delta^{26}\text{Mg} - \text{DSM3}$ 部分落在地幔岩范围，部分落在地幔岩和沉积白云岩之间，不支持正常白云岩沉积成因，更倾向于火成碳酸浆成因观点。

4. 新桥矿床成因

新桥矿床的成因一直以来就存在较大的争议（同生沉积、岩浆热液、叠加改造型），争议的原因在于以胶状黄铁矿为主的层状矿体显示出某些同生沉积的特点。新桥矿床矽卡岩和最早生成的金属矿物均相对岩体富集铁的轻同位素，而围岩相对岩体富集铁的重同位素，指示了流体富集铁的轻同位素的特征不是由于围岩组分的加入所导致的，含矿流体主要来自岩浆；新桥矿床包括胶状黄铁矿在内的含铁矿物的铁同位素组成呈现出系统的时空演化规律，并且其变化规律符合同位素分馏的基本理论，表明其为同一热液体系的产物，新桥矿床为岩浆热液型矿床。

5. 弓长岭富铁矿成因

对于弓长岭富铁矿的成因主要有贫矿经热液改造、原始沉积以及菱铁矿变质分解三种观点。课题组从铁同位素的角度对该富铁矿的形成过程进行了示踪示范研究。弓长岭富铁矿呈现明显的重同位素富集，暗示了菱铁矿（富集铁的轻同位素）分解作用不是富铁矿形成的主要原因；富矿样品的 Fe 同位素组成与全铁含量呈负相关关系，并且相对贫矿，铁同位素组成的变化范围较小，表明在原岩沉积的过程中铁质发生了富集，受后期变质热液活动的影响发生进一步富集。

三、推广转化方式

研究成果将主要以公开发表论文和报告的形式进行推广。

技术依托单位：中国地质科学院地质研究所

联系人：王涛 姚培毅

通讯地址：北京百万庄大街 26 号中国地质科学院地质研究所

邮政编码：100037

联系电话：68999672 68999668

电子邮件：taowang@cags.ac.cn yaopei yi@cags.ac.cn

自主研发的电热式 X 射线荧光分析熔样机

一、内容概述

Front-X 系列电热式熔样机是专门为固体粉末样品 X 射线荧光分析研制的, 可用于在 1150℃ 以下, 将盛放于铂-黄合金坩埚或由其他材料制成的坩埚中的岩石、矿物、矿石、土壤、炉渣等物料及熔剂进行熔解并自动混合均匀, 取出冷却后, 即可形成适合于 X 射线荧光分析用的玻璃状圆片。熔样机可在 15 分钟内, 同时制备 4 个样品, 单个样品的平均熔制时间为 4 分钟, 熔制出的样片均匀平整、无气泡, 满足高精度分析要求。其熔样温度、精度、效率等主要技术指标达到国外同类产品的水平, 成本大大降低, 可取代进口产品。熔样机的特点如下:

采用高性能保温隔热材料和小炉门设计 (专利号: ZL 03 2 60941.8), 能保护加热元件及炉膛免受大的热冲击, 并减小开启炉盖后的泄温, 使连续熔样操作升温快, 达到节能的效果, 熔样机总功率小于 3 kW, 功耗远低于国内外同类产品。

可控 4 工位旋转陶瓷载样盘设计 (专利号: ZL 03 2 66100.2), 可直接放置铂-黄合金坩埚, 造价低, 使用寿命长; 且装卸样品时, 均可控制转盘, 使目标样品转至炉口处进行取放, 便于操作。

三维转摆设计, 确保样品充分混匀。

热电偶控温, 温控精度高, 在通常熔样温度下温度显示误差优于 $\pm 3^{\circ}\text{C}$, 可为分析过程提供可靠的质量保证, 并可为研究工作提供准确的试验参数。

二、应用范围及应用实例

自 2005 年底研制成功后, 主要在国家地质实验测试中心的科研工作中使用。2008 年年底, 由于中心测试服务工作中大量样品积压, 生产人员开始尝试使用该熔样机; 由于熔制速度快 (最多时 10 h 熔制 180 件样品)、效果好, 不仅解决了当时的样品积压问题, 而且很符合生产人员的工作需求, 逐渐取代了原来的进口产品。目前, 该熔样机已成为中心科研、生产的主要制样设备。

三、推广转化方式

目前, 已以成品的形式在国内地质、铝业、钢铁、水泥等行业销售。

技术依托单位:

联系人: 詹秀春

通讯地址: 北京市百万庄大街 26 号 国家地质实验测试中心

邮政编码: 100037

联系电话: 010-68999594

电子邮件: zhanxiuchun@yahoo.com.cn

中国农业生态地球化学评价体系 研究与成果集成

一、内容概述

以地方病普查、特征元素分布与迁移规律研究、元素生态风险评价和地质、水文、气候背景分析为研究主线的地方病地球化学研究取得了较丰硕的成果，在地方病致病元素分布规律、迁移特征、来源以及人体暴露模式等方面均有新的发现。特别是元素地球化学分析与基础地质、水文资料挖掘相结合的做法为地方病研究提供了新的思路。为充分利用多目标成果、深入挖掘地质信息、解决人类健康问题起到了重要作用。取得成果如下：

(1) 查明了鲁西南郯城和嘉祥等地的高碘地方性甲状腺肿和地氟病的分布状况，明确了水源高碘和高氟与地方病的对应关系，为今后综合防控和治理提供了前提。

(2) 通过空间分析研究了元素在土壤、地下水等环境介质中的分布规律，结果表明，I、F 元素在土壤中的富集主要受土壤质地影响。

(3) 元素 I 在土壤和地下水中主要以离子态存在，反映了研究区碱性、还原环境特点，I⁻既容易在土壤中滞留、富集，又溶于水易被人体吸收，是造成高碘地甲肿的元凶。

(4) 研究区人体过量的 I 和 F 摄入主要由饮用高碘高氟地下水引起，为开展地方病防治指明了方向。

(5) 综合分析研究区地质构造、地层结构、沉积历史、水文地质以及气候条件，认为深层地下水高碘高氟主要来自第四系海相、湖相沉积，而浅层地下水高碘高氟主要来自黄河泛滥沉积。受到构造、地层等影响，地下水径流滞缓，加上强烈蒸发的气候条件，造成郯城等沉积厚度较大的区域地下水各深度均富集 I 和 F。而嘉祥等沉积厚度较小的地区出现地下水 I 和 F 含量浅层高、深层低的现象。这一结论为寻找适饮水源提供了科学依据。

(6) 元素形态分析中离子交换态离散度较大的原因主要是离子态含量低、测试时稀释倍数高、仪器精度难以满足要求以及提取剂产生干扰。在离子交换态引进大量 Mg 盐会降低仪器灵敏度，但是降低浓度又会影响提取效率。

(7) 建议利用 ICP-MS 等现代化的测试技术，提高分析测量的灵敏度；采用硝酸镁代替氯化镁作为离子交换态的提取剂，可避免由于 Cl⁻对金属较强的络和能力而造成的过量提取。

(8) 内蒙古河套地区地下水砷含量超标现象比较明显。水砷形态分析结果表明，地

下水砷主要以无机砷为主，且部分样品中砷以三价的形式存在。

(9) 水中砷、铁、锰超标，尤其是砷含量超标有害人体健康，当地人群出现不同程度的慢性砷中毒症状。慢性砷中毒对人体的危害是不可逆的，对于地下水砷污染严重的地区改水或安装大型除砷器等措施的制定与实施势在必行。

二、应用范围及应用实例

高碘地方性甲状腺肿大及其环境因素的研究，为地方政府找水改水和合理配置碘盐提供了科学依据。地下水砷超标的研究也为当地的改水、除砷提出了建议。

元素形态分析技术研究成果已经在本中心的生产实践中推广运用，提高了分析的质量。

三、推广转化方式

主要的推广方式是宣传报道和人员培训，一方面普及饮水安全知识，一方面给地方政府决策提供建议。同时在行业实验室推广分析测试新技术的应用。

技术依托单位：国家地质实验测试中心

联系人：刘晓端

通讯地址：北京市西城区百万庄大街 26 号生态环境地球化学研究室

邮政编码：100037

联系电话：68320365

电子邮件：liuxiaoduan@sina.com

大型城市水土环境污染机理与 综合修复技术研究

一、内容概述

本项目通过与法方合作研究，迅速引进、消化和吸收法国大型城市水土环境修复方法、技术和经验，提高我国在本领域的自主创新能力，为我国修复被污染城市水土环境、构建“环境与经济协调发展的和谐社会”提供技术保障。包括：引进相关理论与技术，学习“大型城市水土环境修复”的先进理念和经验，提出若干种有特色的修复技术，通过典型地区的小规模试验，评估其应用效果。出版有关理论与技术研究成果，把研究成果提交国土资源、城建、环保等有关政府部门，供宏观决策使用。

二、应用范围及应用实例

一是利用 OCT 技术进行土壤重金属污染的生态效应的评估。在研究区，Cd、Hg、Zn、Cu、Cr、As 和 Pb 等元素在地质与土壤背景中的含量值并不高，现有的高异常主要来源于污灌、污泥施肥和现代工业生产，并呈现不同地球化学行为的多种重金属在空间上的叠加，形成多元素综合污染；最大衬度系数（污染强度）可达背景值的数倍至近百倍；平均衬度系数最高也超过 10。污染区主要与污染区和污泥施肥区重合，并与二煤气厂有关；重金属污染的高风险区也与污染区和污泥施肥区重合。创新性地提出利用植物组织的内部结构的变化来评价重金属对农作物危害效应，通过小规模试验获得了蔬菜叶 OCT 指标与重金属 Cd 污染程度的关系。在前人的研究中，主要通过测试植物组织中重金属的含量高低来评估土壤中重金属元素的含量对作物的影响。在本项目中，课题组创造性地提出用植物组织的内部结构的变化来评价重金属对农作物危害效应。植物组织的内部结构的变化通过 OCT 仪（光学相干层析成像系统）来测定。利用植物叶子不同内部结构层对 OCT 反射光强度的影响，分别用反射光强度的平均值、方差、变差系数和光能量损耗等指标来衡量不同结构层在重金属胁迫下的变化，并通过小规模试验获得了蔬菜叶 OCT 指标与重金属 Cd 污染程度的关系。实验证明，使用 OCT 技术来反映重金属的生态效应是切实可行的。二是利用炭石灰来固定土壤中的重金属，使土壤重金属固定在土壤矿物中而不能进入食物链，通过阻断灾害链的方法来达到土壤污染治理的目的。在研究多种重金属元素不同浓度下的溶出率随时间变化的规律的规律的基础上，提出用一种工业废弃物——炭石灰来固定土壤重金属的思路。炭石灰是活性炭和石灰的混合物，具有比较固定的组分，主要为活性炭和 $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ，所占的比例分别为 13.08% 和 73.17%。实验证明，当炭石灰与土壤中重金属含量的比例达到一个合适的范围时，炭石灰对重金属具有良好的吸附作用，特别是对

Cd、Pb、Cr 和 Zn 的溶出率具有较强的抑制作用，从而证明了用炭石灰治理土壤中重金属污染是可行的。一般农田土壤中 Cd 的浓度小于 2 mg/kg，通过研究分析，炭石灰的添加量为 2.5 g/kg 时足以降低元素的溶出率，从而使重金属的水稳定性增加。

三、推广转化方式

本项目立足于解决我国重点领域（环境）的某些关键问题。①理念与经验的引进：深入理解城市环境污染的机理与过程，引进新的环境管理理念和思路，把“垃圾-大气-水-土”作为一个整体，实施增值治理，克服当前国内垃圾-大气-水-土多部门管理、分头治理、财政投入多而效果不佳等方面的不足。②法国同行们的经验的消化：利用法国的经验，提出天津市大毕庄地区环境综合修复的方案和技术。③吸收：利用国外的理论——重金属的长期稳定性理论，创新研发有价值的、具有自主知识产权的炭石灰土壤治理新技术，通过小规模试验，验证应用效果。④拓展：研发了全新的、具有自主知识产权的“土壤重金属生态效应评价”的 OCT 技术。

本项目尚未对研究成果进行实质性的成果转化和应用。

技术依托单位：国家地质实验测试中心

联 系 人：陈明

通讯地址：北京市西城区百万庄大街 26 号

邮政编码：100037

联系电话：13901088931

电子邮件：hcnming@vip.sina.com

地下水污染测试技术研究

一、内容概述

《地下水污染测试技术研究》项目围绕全国地下水污染调查评价工作的要求，研究制定了地下水有机污染组分分析技术和方法，研究制定了地下水污染调查评价样品分析质量控制方法，对地下水污染样品分析测试工作中野外样品采集方法和质量控制方法、实验室日常分析质量监控方法和地下水样品测试质量远程实时监控系统等共性和关键技术问题进行研究并实施应用，成果显著。本项目有效培育和提升了承担地下水污染样品测试任务的实验室有机污染物样品分析的技术能力，构建了地下水污染分析技术研究—方法开发—实际应用—人才培养的产学研平台，为全国地下水污染调查评价样品测试工作的顺利进行和取得数据的可比性和有效性提供了有效的技术支持。项目组率先提出的地下水远程实时监控的质量控制方法、天然基体地下水监控样品的研制技术和野外加标控制方法具有创新性。

二、应用范围及应用实例

1. 建立了适合现行地下水分析技术的质量控制技术体系

本项目研究建立了适合现行地下水分析技术的地下水样品分析质量的全流程、全方位和全要素的质量控制技术体系，配套研制的《地下水污染调查评价样品分析质量控制技术要求》（试行）、质量监控样品和地下水样品测试质量实时监控管理系统（V1.0），《水资源调查用标准物质选择与应用指南》支持了地下水样品分析质量控制技术方法的应用实施，大幅度提高了地下水样品分析测试技术能力和质量水平。

2. 形成了地质实验室地下水有机分析的技术能力和人才队伍

地质实验室 2006 年前基本没有开展有机分析，仅仅 3 年时间，通过本项目的实施，组织地下水样品有机分析培训、建立分析方法、实验室间比对考核、专家现场指导、研讨交流会以及指导仪器设备购置、环境条件改善等多种形式，进行实验室有机分析技术能力的培育、评价与确认，有效提高实验室地下水样品有机分析测试技术水平，使承担任务的实验室从零开始，高起点、高效率地形成了有机分析技术能力，13 个经认定具备资格的实验室在 2006~2009 年四年间累计承担完成了 4 万余组样品之 110 万余项有机污染物分析，满足了全国地下水污染调查评价工作的要求，同时涌现出一批不同层次地下水有机分析专业人才，形成了地下水有机分析研究团队和专家团队。

3. 实现了地下水样品有机分析质量的远程实时监控

针对地下水分析不同于固体样品的分析，时效性强，基本没有重复分析的可能之现状，为了确保不同实验室、不同批次、不同人分析数据的可比性和有效性，率先提出地下水实时监控的质量控制思路，采用密码的方式发至有关实验室，要求与日常分析样品批同

时使用，可以检查实验室的日常分析过程是否处于良好的质量控制状态，有效地提高样品分析质量。利用现代网络技术远程实时反馈监控样品测试结果，进行实时结果评价和实验室分析流程监控的程序，初步构建了地下水有机分析质量远程实时监控的工作方法，研究建设的“地下水样品测试质量实时监控管理系统（V1.0）”，实现了地下水有机分析质量远程实时监控。

4. 取得了野外样品采集质量控制加标方法研究的新进展

采样是任何分析过程的第一步，一般也是最重要的一步。采样过程中的错误不可避免地导致以后难以更正的错误。项目组在收集国内外现有水质样品采集技术方法的基础上，研究筛选确定地下水样品采集容器和保存时间，配合编制地下水污染调查评价样品采集和保存技术要求。研究形成的两种现场野外加标方法，首次应用于全国地下水污染调查评价的野外采样工作，取得了新的进展，同时制作了野外现场加标方法示范培训光盘，用于指导野外地质人员正确实施野外现场加标的操作，确保野外样品采集的质量。

5. 完善了地下水无机和有机污染组分分析技术方法体系

对地下水污染调查样品测试项目的分析方法，依据方法的技术、质量水平和应用水平进行分类，按三个层次开展工作：①分析中有相应标准方法（GB、DZ、EPA）和经验证确认的非标方法编辑成册，供实验室参考使用。编制了《地下水污染调查评价样品无机分析方法汇编》、《地下水污染调查评价样品有机分析方法汇编》、《地下水污染调查评价样品分析相关标准、规范》、《电感耦合等离子体质谱光谱标准分析方法汇编》等。②指导承担地下水有机污染物分析实验室结合本实验室仪器条件编制日常分析作业指导书，进行方法评估、参数测试和确认。13个承担地下水污染调查评价样品有机分析任务的实验室分别结合各自仪器条件和使用方法，在专家指导下进行了方法条件试验和参数确认，编制了实验室有机分析作业指导书。③对需要验证确认的方法进行研究。项目组对地下水污染调查评价的37项必测挥发性有机物和半挥发性有机物指标的分析方法进行研究和确认。无机分析中电感耦合等离子光谱法（ICP-AES）和电感耦合等离子质谱法（ICP-MS）、有机分析中气相色谱（GC）、气-质联用（GC-MS）和高效液相色谱（HPLC）等先进技术的应用，有力地推动了地下水分析技术的进步，结合地下水污染样品分析技术的研究成果和应用情况，编辑出版了“全国地下水污染测试技术研究成果应用专辑”。

6. 开展了我国地下水中典型有机污染物种类的筛查研究

通过检索美国环保局（USEPA）、美国地质调查局（USGS）和欧盟近年来的地下水质量年度报告，调研了地下水中最常检出的有机组分；在典型区域采样分析的基础上查明了地下水中典型的有机污染物类型，形成有机污染物的检出率排序表，列出检出率高的前50个污染物的名单，结合这些物质在我国的使用情况，开展了我国不同地区或不同类型的地下水中典型有机污染物种类的筛查研究，形成初步的待检指标表，为更全面的掌握我国地下水的质量和十二五地下水有机污染调查的增项做前期准备。

7. 初步探索了地下水天然基体监控样品的研制技术

针对目前市售的水质标准物质都是纯净水配制，不能反映地下水基体的问题，探索研究天然基体地下水监控样品的制备技术，研制了天然基体地下水无机微量组分监控样品，成功用于地下水无机组分能力验证试验和日常分析的质量监控。同时研究设计质量监控样

品待测指标、浓度水平、制备数量、类型编码规则等内容，对于确保地下水样品分析的测量溯源性，保证测量结果的一致性、可比性，起到了关键作用，也为下一步继续开展地下水天然基体监控样品和标准样品的研制奠定了良好的基础。

8. 构建了地下水污染分析技术研究—方法开发—实际应用—人才培养的产学研平台

通过本项目的实施，构建了以大学为前沿方法探索单位、以国家地质实验测试中心以及各大区所为主体研究单位、各地矿实验室为方法实际应用单位的地下水分析技术产学研研发平台，保证了地下水污染分析技术的创新性、严密性和实用性，实现了教学、科研与生产的紧密结合，避免了研究开发与实际应用的脱节，是测试技术研究和利用模式的新探索，值得推广。

9. 取得了准确可靠的地下水污染调查评价样品的海量分析数据

地下水污染调查评价样品分析任务全部由获得中国地质调查局“地下水污染调查评价样品测试实验室”资格的实验室承担，实验室内部质量控制中准确度控制合格率为100%，精密度控制合格率大于95%；实验室外部质量控制中实验室的地下水样品测试远程实时质量监控数据优秀率达88.7%，总体合格率达99%；实验室间比对和能力验证数据平均满意率为90.2%；承担任务的实验室全部通过有机分析结果检查验收；野外样品采集通过质量验收；表明地下水污染调查评价样品的海量分析数据准确可靠，本项目建立的全流程、全方位和全要素的质量控制技术体系运行有效。

三、推广转化方式

本项目成果已经在地质矿产行业实验室得到广泛应用。本项目曾多次组织技术培训和交流，推广研究成果的应用。

技术依托单位：国家地质实验测试中心

联系人：王苏明

通讯地址：北京市西城区百万庄大街26号

邮政编码：100037

联系电话：010-68999899；13910710982

电子邮件：wangsuming@cags.net.cn

城市环境地球化学调查方法技术及污染机理研究

一、内容概述

“城市环境地球化学调查方法技术及污染机理研究”项目通过三个不同类型城市的示范研究，已基本完成了城市环境地球化学调查方法技术的搭建、运行、完善和使用，同时结合地球化学原理对苏州、徐州城市污染特征及污染机理进行了研究，对如皋长寿人群与环境地球化学的关系进行了论证，对遥感波谱技术在城市环境地球化学调查中应用的可能性进行了探索性研究，取得了一些重要认识和研究成果。

（一）方法的技术特点与技术优势

1. 整体性

城市环境地球化学调查方法是在区域地球化学填图和环境监测与质量评价方法基础上发展起来的一套综合技术方法。方法主要包含以下内容：城市功能分区、污染源追索、调查区的优选、地球化学方法的确定与使用、地球化学异常验证与解释评价、环境质量评价。其中城市功能分区、污染源追索与环境质量评价相当于环境监测与质量评价方法的部分内容，其余三项相当于地球化学调查方法的部分内容。但是就本项目提出的调查技术方法而言，绝不是上述两种方法的简单并合，而是有机联合不可分割的整体。其关键在于由功能分区为其污染源调查分析选择所需要的地球化学调查方法。对于面污染选择地球化学填图方法，对于线污染选择地球化学剖面法，对于点污染既需要选择填图法，又需要选择剖面法，才不致遗漏污染信息。

2. 完整性

该方法的另一个特点是适用于多介质调查。本项目不仅对土壤介质进行了较系统的调查，而且还对地下水、地表水、大气飘尘、种植物等进行了不同程度的环境地球化学调查。除此之外，不仅对介质中的重金属污染特征进行了调查，还对介质中存在的有机污染物污染特征进行了调查，根据这些调查最终可对示范城市水、土生态环境状况有一个较全面的认识和较准确的评价。

3. 互补性

如网格采样有时需要用剖面采样补充，环境质量评价需要地球化学评价补充。特别是后者，由于评价标准的局限（土壤重金属评价标准仅局限于八种，缺少有机污染物烃类、

酚类、苯类、有机氯类等标准),使环境质量评价不能全面进行,这时可用地球化学评价进行补充。虽然地球化学评价标准多采用的是背景值或异常下限,相对于不同功能区或不同地区为一个相对数值,得到一个相对富集或贫化的地球化学异常的环境评价概念,但其最终结果因能提供污染物富集的趋势和强度,同样能达到调查的目的。

4. 信息化系统

将城市环境地球化学调查方法信息化和系统化,建立城市环境调查方法技术的信息化系统是该方法的另一个亮点。从城市地球化学调查开始,根据调查计划逐步搭建并完善系统的计算机模型和相关数据库,最终实现从数据的采集到制图、地球化学评价和环境质量评价等一套完整的城市环境地球化学调查的计算机可视化操作系统。该系统可为各个层面的用户提供城市环境地球化学调查信息的存储、查询、处理等技术服务。

综合以上技术特点,在城市环境调查中使用本项目提出的技术方法基本能收到快速、全面、经济、省力的效果,在同类方法中具有较强的技术优势。

(二) 城市环境污染机理研究方法与成果

城市环境污染机理的研究实质上是对地球化学污染异常的验证与推断解释。这一工作可结合地球化学调查同时进行。研究时采用剖面法(水平横剖面和垂直纵深剖面)研究污染物在水、土介质中横向和纵向上的迁移富集特征;运用偏提取方法研究土壤污染元素的活性和植物有效性;匹配采集植物样品,研究植物对污染物的吸收性和污染效应。

本项目在苏州和徐州环境地球化学调查基础上,在苏州钢铁厂、焦化厂附近发现重金属 Cu、Pb、Zn、Cd、As、Mo、Hg 异常和多环芳烃异常,在苏州城区北部和浒光河沿岸分别发现以 Hg 为主和以 Cd 为主的重金属异常;在徐州钢铁厂附近发现与苏州相同的地球化学异常。因此采用上述方法对异常进行验证与推断解释。研究结果发现,苏州钢铁厂和焦化厂是该区的主要污染源,居民生活废弃物是造成城北污染的主要原因。污染方式主要为烟尘排放,顺风、顺水在东南方向形成土壤重金属和多环芳烃异常富集区,同时通过污水排放对浒光河上游河水重金属产生影响;同样徐州钢铁厂也是该区的主要污染源,向东影响荆马河一带,向南影响到奎河一带。污染影响方式仍然是燃烧烟尘排放,对下风下水带土壤产生影响,同时对荆马河水和奎河水产生影响,使这一带土壤和河水中的重金属含量相对较高。有机氯农药的植物有效性和环境迁移模拟试验表明,HCHs 中的 γ -666 易于从土壤中迁移到植物体内,因此本项目提示在徐州奎河流域骆驼山和朱庄—高家营一带的 γ -666 和 β -666 的高异常区,应注意防止该有机氯农药污染对植物的影响。

二、应用范围及应用实例

遥感波谱技术在城市环境地球化学调查中应用的可行性研究为城市环境调查提供了一条新思路。利用土壤重金属对不同波段光谱的响应关系、植物叶面光谱与土壤重金属测试数据之间的定量关系模型,在苏州和徐州地区试验研究中已取得初步成果。研究发现喇叭

草和苋菜的反射光谱对土壤中的 Cu、Pb、Zn、Cd 特别是 Cd 的响应关系最明显。因此可用可见光谱的绿峰、红谷以及红边兰移特征差异监测土壤 Cd 等重金属的污染。

三、推广转化方式

主要包括：宣传报道、会议交流、人员培训、技术咨询、现场服务、技术转让、技术入股等等，结合自身成果特点，可进行适当修改、补充和完善。

技术依托单位：国家地质实验测试中心

联 系 人：刘晓端

通讯地址：北京市西城区百万庄大街 26 号

邮政编码：100037

联系电话：010－689999579

电子邮件：liuxiaoduan@sina.com

不同景观城市的生态地球化学环境调查与风险评估方法技术研究

一、内容概述

《不同景观城市的生态地球化学环境调查与风险评估方法技术研究》项目是中国地质调查局科技外事部下达的工作项目。主要技术方法的基本研究思路和特点：

1. 不同景观城市的生态地球化学环境调查与风险评估的方法技术

重点进行包头城市不同功能区内大气—水体—植物体中主要典型污染物（重金属或有机污染物）的迁移与人体健康效应研究。利用遥感高光谱数据从宏观上分析解译土壤与植物中重金属的相关关系。城市环境地球化学调查方法技术的综合研究，提出具有广泛适用性、普遍性和高水平的城市环境地球化学调查技术方法。

2. 城市多介质界面环境地球化学调查新方法技术及预测/预警研究

在典型大城市地区（长江、珠江三角洲地区）开展多介质环境地球化学调查新技术新方法：将研究区域水、土、大气多介质中无机污染物和有机污染物的分布特征结合起来进行研究，探讨不同景观城市地区有机、无机污染物质迁移扩散的共同机理；利用气象卫星风迹图辨析污染源；进一步开展利用宇宙射线成因核素铍-7的地球化学示踪研究。建立符合实际情况的城市地表环境中典型污染物质的（水、水中悬浮颗粒物、土壤、沉积物）多介质分配、动态交换规律以及预测生态风险的数学模型。

3. 典型地区土壤地球化学动态监测及预警预报研究

构建和完善土壤质量预测模型；完善土壤中重金属的空间特性研究；优化和改善土壤环境质量神经网络评价模型，解决神经网络训练样本过程中的不收敛问题，提高评价效率；对系统性能进一步优化，全面实现系统 COM 组件与 MObjects、Matlab、Surfer 的连接，完善设计接口引擎，优化系统。

4. 中国东部典型地区土壤污染形成、迁移机理及评价方法技术研究

有益有害元素及有机化合物的环境地球化学背景值和基准值研究；污染元素及其环境效应及控制因素研究；城市建设对城市地球化学环境的影响效应研究。

5. 研究运用新技术揭示特殊地质环境下毒性元素的分布与运移规律

环境基础矿物学与地球化学关系研究；研究有害元素的分布规律、存在形式、生物有效性；研究有害元素的微区分布和迁移规律；应用同位素示踪技术，追索有毒元素的迁移转化途径；综合分析栖霞山铅锌银矿矿区环境中毒性元素分布、迁移、转化、扩散和富集规律，探索毒性元素运移机理，评估矿山环境质量。

取得的主要成果

（1）城市环境地球化学调查技术方法是生态地球化学系统研究的一部分，以城市生

态系统为主要研究对象，因此要全面考虑系统内的环境要素，如土壤、水（地下水和地表水）、大气、植物、动物、人体等介质，综合分析影响城市生态地球化学环境变化的条件，如地质背景、水文地质、地理环境、土壤母质、社会环境等条件。

(2) 水体是地球化学元素运移的介质或归宿，人类活动的后果会造成土壤-水之间的元素交换。大气和大气悬浮物是城市环境地球化学系统污染物运移的主要介质，城市环境地球化学调查应根据处于不同地理位置城市的特点，注重规范部署地下水和地表水样品的采集和分析，开展大气和大气悬浮物化学组分的研究，有助于全面反映生态系统元素的迁移转化规律，完整、综合地开展生态环境风险评价。

(3) 利用大气主动、被动采样技术和大气干湿沉降对 POPs 的大气传输通量以及大气-土壤交换进行研究，开展了上海崇明岛地区的半挥发性有机污染物在大气、土壤的分布特征和交换通量研究。

(4) 利用源解析技术判断污染物的来源，利用多介质模型方法进行污染物的季节性变化规律和源-汇关系的判断。初步揭示了亚热带地区 OCPs 特殊的环境行为，确认珠江三角洲对 POPs，特别是 OCPs 的全球循环起到重要作用。

(5) 利用时间序列分析方法以及逸度模型进行 OCPs 和 PCBs 预测预警分析，在东滩沉积柱状样所跨越近 60 余年中，HCHs、HCB 和 PCBs 的一些异构体表现出具有周期大致为 8 年的周期性变化，初步推断与气候变化有关。上海新江湾城表层土壤已经受到了较大程度的 PAHs 污染。

(6) 通过暴露假设（暴露途径），收集暴露参数（如暴露频率、暴露年限、摄入量），估算暴露浓度，从而确定潜在的暴露人群经由各暴露途径的污染物的摄入量和暴露程度，得出生态或健康风险值，进行综合生态风险评价。

(7) 宇宙射线成因核素示踪技术，利用大气气溶胶中 ^{7}Be 与大气颗粒物密切相关的 POPs 之间的相关关系，针对广州地区大气气溶胶中 ^{7}Be 活度分布及年际变化规律，结合国内外现有科研成果进行分析对比，进一步探讨了 ^{7}Be 作为地球化学示踪剂的应用范围。

(8) 利用遥感生态地球化学技术对工业城市大气环境进行监测，圈定了城市大气沉降异常区域，开发了对《土壤地球化学环境重金属污染动态监测及预测/预警系统》。运用系统对城市土壤中重金属污染物的分布、来源进行分析，并对土壤重金属质量作出评价和预测。

(9) 上海新江湾城土壤环境的主要问题是点源污染，来自垃圾堆放场的污染使得局部土壤重金属含量偏高，甚至超过国家土壤环境质量标准。新江湾城土壤环境调查为今后监测城市土壤环境，特别是居民密集区的土壤环境提供了基础。

(10) 上海崇明岛表层土壤目前是清洁的，只是在岛内排污河入海口周围土壤呈现高值。崇明岛土壤垂向剖面显示，重金属元素含量逐年增长，而且易于进入生态链的离子交换态和碳酸盐结合态也在逐年增长，说明重金属元素受环境条件的改变形态发生了变化。这主要受长江上游水体环境和污染物排放量的影响。

(11) 探讨用标准化法计算土壤环境基线值，取得了初步的研究成果。用计算结果分析崇明岛的土壤和沉积物可以看出，崇明表层土壤目前虽然干净，但也有“隐患”，有的元素高于基线值的程度比较大，说明存在污染问题。

(12) 通过对南京市栖霞山铅锌多金属矿区整个生态系统环境质量的调查与评价，发

现栖霞山矿区土壤和地下水中重金属元素存在较严重的污染，研究区蔬菜中的重金属超过国家标准，土壤矿物分析和铅同位素分析结果进一步证明生态环境中的重金属污染来自矿山排污，并已经对周边环境和人体健康造成威胁。

二、应用范围及应用实例

(1) 项目研究成果已经用于城市环境地球化学的调查、评价工作中，由本项目发现的矿山城市环境问题为下步研究工作打下了坚实的基础。

(2) 包头市的矿山环境问题已经向包钢有关领导作了汇报，希望引起高度的关注。

三、推广转化方式

(1) 举办了《城市环境地球化学调查技术方法培训班》，参加人员包括全国各省地质调查院、中国地调局各大区地调中心技术主管、地质院校、省地质勘查局的相关技术人员。

(2) 在中国地理学会和中国环境协会等学术团体举办的学术研讨会上，多次以《城市环境地球化学》为主题进行了学术交流。

技术依托单位：国家地质实验测试中心

联系人：杨红霞

通讯地址：北京市西城区百万庄大街 26 号

邮政编码：100037

联系电话：010-689999579

电子邮件：liuxiaoduan@sina.com

树木年轮样品多元素联测技术研究

一、内容概述

树木的每一年轮由于生长量少，含量低，如何利用少量的样品获取更多的需求信息成为年轮样品整个分析过程需解决的关键问题。针对分析过程中遇到的困难，本项目设计了树木年轮的联测技术。首先利用 X-射线荧光光谱法快速、无损测定，得到树木年轮中大部分元素的含量，而且用过的样品还可为后续的其他分析利用。然后利用微波消解将 X-射线荧光光谱用过的样品进行消解，进行质谱、光谱等的测定。微波消解利用微波效应，配合高压密闭容器，通过对温度压力的精确控制，使样品在高温高压下反应，缩短消解时间，减少试剂，避免相互玷污。其研究成果主要为：

1. 建立树木年轮样品分析方法 3 个

(1) 树木年轮中常量、微量多元素的快速、无损测定 X-射线荧光光谱法；该方法测定的元素约 18 项，具体元素和指标如下：

常量元素为 Ca、Mg、Al、Si、P、S、Cl、K、Na 等；

微量元素为 Ti、Mn、Fe、Cu、Zn、Rb、Sr、Ba、Pb 等。

各个元素的检出限见表 1 所示。

该方法能够保证样品化学组成不会被破坏，经过 X 荧光光谱法分析后该样品还可以用于后续的质谱光谱等方法分析，实现了少量样品联测技术的设计目标。

表 1 X-射线荧光光谱法测定元素的检出限

元素	LD/10 ⁻⁶	元素	LD/10 ⁻⁶
Mn	9	S	91
Cu	2.5	Cl	75
Rb	1	K	100
Sr	4	Ca	149
Na	86	Ti	16
Mg	76	Fe	10
Al	81	Zn	5.6
Si	71	Pb	16
P	87	Ba	21

(b) 树木年轮中 Cu、Pb、Zn、Co、Ni、Cd、Cr、Mo、As、Mn、Rb、Sr、Ba 等痕量重金属元素的测定-电感耦合等离子体质谱法（ICP-MS）。

各个元素的测定检出限见下表 2。

表 2 ICP-MS 测定元素的检出限

(单位: $\mu\text{g/g}$)

分析元素	测定检出限 (3SD)
Cr	0.03
Mo	0.002
Cd	0.001
Co	0.001
Ni	0.04
Cu	0.028
Zn	0.385
Pb	0.035
As	0.046
Mn	0.017
Rb	0.023
Sr	0.020
Ba	0.075

用微波消解-电感耦合等离子体质谱法分析树木年轮中 Cu、Pb、Zn、Co、Ni、Cd、Cr、Mo、As、Rb、Sr、Ba 等 13 种元素是一种行之有效的方法。它取样量少、干扰少,可同时进行多元素分析,满足了树木年轮中微量元素的分析要求。可实现生长锥采样代替圆盘采样,使采样后的树木不会死亡。

此外,该方法由于过程比较简单,流程短,在实验过程中可以避免污染,样品的空白低,可用于多种生物样品痕量元素的测定研究,满足分析工作者的要求。

(3) 原子荧光法测定树木年轮中 Hg 等元素。

冷原子原子荧光法测定 Hg 元素具有较高的灵敏度,在该方法中 Hg 元素的检出限为 1.06 ng/g 。

2. 研究设计了两套制样模具

该模具制备的树木年轮样品具有一定的机械强度和平整表面,满足 X-射线荧光光谱分析的需要。该模具制备样品简单快捷,大大提高了工作效率,也可适用于其他样品的制备。图 1 为制样模具的实物图。

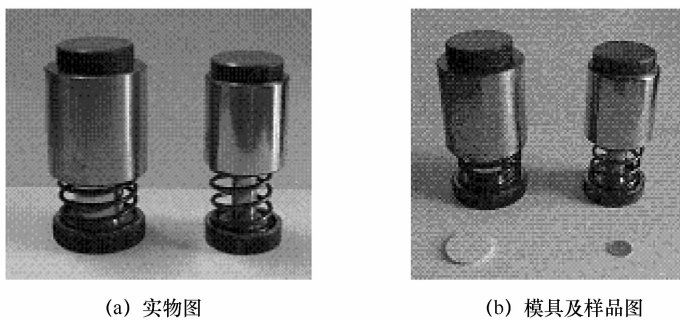


图 1 制样模具实物图

二、应用范围及应用实例

在众多记录环境历史变化的信息源中，树木年轮具有定年准确、分辨率高、连续性强、树轮指示量测精确和地域分布广泛等特点，能够揭示环境中的污染元素的历史变化，是较为可靠的年代信息源之一。通过使用多元素联测技术，测定每个树木年轮中重金属元素，可以提取年轮中存储着的树木存活当年生态环境条件的某些信息，重建土壤重金属污染历史序列，并在此基础上预测污染趋势，为生态地球化学评价工作提供技术支撑。

在本项目组参与的研究项目国家重点基础研究发展规划项目“首都北京及周边地区大气、水、土环境污染机理与调控原理”、国家地质实验测试中心“树木年轮在重建土壤重金属污染史中的应用研究”项目中采用此项目建立的树木年轮多元素联测技术方法，准确有效地分析了采集的百余件树木年轮样品中多种元素的含量，保障了分析数据的准确性。

树木年轮中多元素联测技术研究可以通过分析少量的树木年轮样品获取较多的环境信息，为树木年轮化学研究的开展提供了有效的技术支持。

三、推广转化方式

本项目组曾多次参加学术交流会议，推广研究成果的应用。

技术依托单位：国家地质实验测试中心

联系人：许春雪

通讯地址：北京市西城区百万庄大街 26 号

邮政编码：100037

联系电话：010 - 68999581

电子邮件：xuchunxue1980@163.com

长江流域典型土壤及沉积物中 Cd 等重金属地球化学行为模拟实验研究

一、内容概述

本项目以环境地球化学的理论和方法为指导,以重金属的地球化学特征及吸附和释放机制为主线,深入开展了长江水系水体及沉积物中重金属的分布、来源及富集情况的研究;选取长江流域典型重金属污染土壤和沉积物为基体,研究了重金属 Cd、Pb 在选定的土壤及典型沉积物中单个金属及复合重金属的吸附解吸机理和单个重金属在所选土壤中动态迁移机理,并在不同 pH 值的条件下,对所选沉积物中重金属 Cd、Pb 的释放情况做了进一步研究。研究表明:

(1) 长江水系水体中,重金属 Cu、Ni、Fe、Co、Sc 和 Al 的空间分布都非常相似,分别在源头至长江重庆上游段出现了最高值,而 Zn 和 Pb、Cd 和 As 也分别出现了相似的分布规律,但重金属元素 Hg 的空间分布却不同于别的重金属元素的空间分布。长江表层沉积物中重金属不同程度地受到了人为因素的影响,除 Co、Ni 和 Hg 外,Cr、Cu、Zn、Pb、Cd 和 As 的平均值都超过了背景值,且 Cu、Zn、Pb、Cd、As 和 Hg 在过去几十年有明显的累积现象。

(2) 各重金属元素的空间分布和多元统计分析表明,长江水系表层水中重金属元素 Al、Sc、Fe、Cu、Ni 和 Co 主要来自于矿物和岩石的风化和侵蚀作用,Pb 和 Zn 来自两方面的影响,自然因素和大气沉降,As 和 Cd 主要为工业排污造成,而 Se 的污染源主要为农业污染,Hg 和 Cr 的来源比较复杂,可能为多种因素造成的结果。

(3) 地累积指数和富集因子法都表明,长江沉积物不同程度地受到了 Cd 的污染,尤其是在顺安河和湘江位点分别达到强和极强污染;同时,Pb 和 As 也在这一带达到中度污染到强污染,Cu、Zn 和 Hg 在不同位点表现出中度到强度污染;而沉积物没有受到 Cr、Co 和 Ni 的污染。总体来看,污染沉积物中各重金属污染程度为 $Cd > Pb > Cu > As > Zn > Hg$ 。重金属的潜在生态危害因子表明,Cd 在所有位点都表现出很强或极强的生态危害性,Cu、Zn、Pb、As 和 Hg 潜在的生态危害指数在大多位点都为轻微生态危害,而 Cr、Co 和 Ni 潜在的生态危害指数在所有位点都为轻微生态危害。

(4) 所选污染土壤和沉积物重金属吸附实验结果表明,水稻土对 Cd、Pb 的吸附性能很强,Pb 在不同实验土壤上的吸附能力明显高于土壤对 Cd 的吸附能力。相同质量原状、砂粒和粉-粘粒土壤分别对 Cd、Pb 的吸附能力相差都不大。3 个粒度不同且性质不同的土壤对 Cd 的等温线可较好的用 Freundlich 等温方程的拟合,而对 Pb 的吸附可较好的用 Temkin 等温方程拟合。沉积物对 Cd、Pb 的吸附趋势和水稻土对 Cd、Pb 的吸附趋势相同,Freundlich 和 Langmuir 方程都能较好的拟合沉积物对 Cd 的吸附,Temkin 方程能较好的拟合沉积物对 Pb 的吸附。水稻土和沉积物对 Cd、Pb 的解吸量都随土壤和沉积物对 Cd、Pb

吸附量的增加而增加。Cd、Pb 两种重金属相比，土壤/沉积物对 Cd 的解吸量比对 Pb 的解吸量大，二次幂函数可以用来模拟土壤和沉积物吸附量和解吸量之间的关系。水稻土和沉积物对 Cd、Pb 的解吸率不同，对 Cd 的解吸率随着加入浓度的增加而逐渐增加，而 Pb 在土壤/沉积中的解吸率在初始浓度低时，解吸率高，随着浓度的升高，解吸率开始降低到最低点然后又升高，说明 Pb 在土壤和沉积物中的吸附先以单分子层的吸附为主，随着浓度增加，双分子吸附逐渐占主导作用。

(5) Cd 在自然土壤中主要分布在弱酸态、可还原态和残渣态中，Pb 在所研究土壤中优先存在于可还原态和残渣态中；Cd 在 3 个典型沉积物中在水溶态和弱酸态中所占的比例最大，而在残渣态中的比例最小，Pb 主要存在于可还原态中，说明 Cd 比 Pb 在土壤和沉积物中的反应活性大。Cd 被土壤和沉积物吸附后主要转入到弱酸态中，其次为水溶态和可还原态，Pb 被土壤和沉积物吸附后主要转入到弱酸态和可还原态中。与自然土壤相比，Cd、Pb 在吸附后的土壤中可迁移态的比例远远超过了在自然土壤中的比例，这也说明了洞庭湖地区水稻土具有大量的表面活性位点去截留重金属 Cd 和 Pb，表面活性位点的数量大大超过了高能位点的数量。Cr、Cu、Zn、Ni、Co、Hg 和 As 在 3 个自然土壤或 Cd、Pb 吸附后土壤中都主要存在于残渣态中，残渣态在总量中的所占的含量最大。

(6) 土壤和沉积物中 Cd、Pb 重金属的形态分析研究表明，Cd 在所研究洞庭湖地区土壤和南京至上海典型沉积物中都存在高风险，而 Pb 在洞庭湖地区土壤中存在低至中等风险，在沉积物中存在低风险。同时，当外源重金属进入土壤/沉积物后，主要转入到重金属的次生相中，对生态系统构成严重的威胁。

(7) Cd、Pb 与 Cu、Zn 混合溶液和自身相互混合溶液的竞争中，随着竞争离子初始浓度的升高，Cd 和竞争离子在洞庭湖地区土壤中的吸附都受到一定的影响，吸附量均要低于单一离子存在时的吸附量；而 Pb 在混合溶液和单一溶液中的吸附量没有明显的变化，表现出 Pb 在所研究土壤中更强的竞争能力。Cd、Pb 与 Ca、Na 混合溶液的竞争吸附中，随着 Ca、Na 离子浓度的增大，Cd 在所研究土壤中的吸附量都降低，主要由于土壤溶液中离子强度的增大导致 Cd 离子的活性降低和 Cd 与 Ca、Na 互相竞争吸附点位造成。而 Ca、Na 离子浓度的增大对所研究土壤吸附 Pb 几乎不造成影响，这主要归因于 Pb 在土壤中以专性吸附为主。Cd、Pb 与海泡石、膨润土和腐殖质的竞争吸附中，Cd 在洞庭湖地区土壤中的吸附量随海泡石投入比例的升高而降低，而随膨润土和腐殖质初始比例的升高而增大，且腐殖质比膨润土更加增强了 Cd 在土壤中的吸附。由于 Pb 在洞庭湖地区土壤中较强的吸附能力，溶液中的 Pb 几乎全被土壤吸附，所以黏土矿物和腐殖质的加入对 Pb 吸附的影响不明显。但总体来说，海泡石、膨润土和腐殖质的投入都增强了 Pb 在洞庭湖地区土壤中的吸附能力。

(8) 长江南京至上海段沉积物中重金属元素 Cd、Pb、Cu、Zn 的浓度均高于世界沉积物中相应元素的平均值，说明该段沉积物样品均有不同程度的污染。沉积物中重金属的释放主要在酸性条件下发生，且随 pH 的升高而迅速降低，重金属释放的顺序大致为 $\text{Cu} > \text{Cd} > \text{Zn} > \text{Pb}$ 。4 种典型沉积物中重金属 Cd 的迁移性和生物有效性较大，而 Pb、Cu 和 Zn 的生物有效性较小，Cd 在沉积物中容易造成二次污染。

(9) 动态模拟实验研究表明，Cd、Pb 在洞庭湖地区水稻土中都很难迁移，大量的重金属在土壤表层吸附沉淀，这为总项目研究的结果，即洞庭湖地区地下水中低浓度的重金

属离子提供了证明。在长达 80 天的淋滤实验后，Cd 主要转入到弱酸态和可还原态中，说明外源 Cd 进入水稻土后，在土壤中的存在形态不稳定，环境的变化会造成其二次释放，对土壤有一定的潜在的生态危害性。

二、应用范围及应用实例

本项目根据测定的长江流域水体中重金属的含量，采用统计学方法研究了长江水体中重金属空间分布特征，分析了重金属 Cd 等元素来源、富集和生态风险性；通过吸附解吸模拟实验对采集的典型土壤和沉积物中 Cd、Pb 等参数化学行为进行研究。该项目的研究成果为长江水系重金属污染的治理提供了基础科学依据。这些技术方法的使用为生态地球化学调查评价等工作提供了有效的技术支撑，可供农业、环境等相关行业研究者进行环境地球化学行为研究时使用，具有广泛的应用前景。

三、推广转化方式

本项目发表文章 6 篇，其中 SCI 1 篇，中文核心期刊 5 篇，主要介绍和宣传该项目的成果。本项目组曾多次参加学术交流会议，推广研究成果的应用。

技术依托单位：国家地质实验测试中心

联 系 人：王亚平

通讯地址：北京市西城区百万庄大街 26 号

邮政编码：100037

联系电话：010-68999581

电子邮件：wypsm@yeah.net

实验室管理信息系统（LIMS）及 质量保证平台

一、内容概述

国家地质实验测试中心实验室管理信息系统（LIMS）及质量保障平台是根据实验室认证认可的要求，遵循国际标准化组织和国际电工委员会发布的 ISO/IEC17025 - 1999《检测和校准实验室能力的通用要求》，以《质量手册》、《程序文件》、《地质矿产实验室测试质量管理规范》为依据，自主开发的管理信息系统。系统实现了对实验室核心业务全流程以及实验室的客户、仪器设备、标准物质、标准方法、样品、数据、人员、货币工作量、数据质量、客户抱怨等要素进行全方位、规范化综合管理。系统将标准物质数据库、标准方法数据库与 LIMS 系统进行了全面的整合，为贯彻质量管理规范提供了丰富的标准物质和标准方法信息，提高了工作效率，优化了资源配置，可有效地对检测业务全过程进行质量管理策略的实施情况进行跟踪与监控。本系统除了实现了 LIMS 的功能外，还特别注重了对 LIMS 所管理海量数据的深度挖掘，为单位领导与各级管理部门提供多种统计数据和决策支持。

二、应用范围及应用实例

系统适合于在岩矿分析、水质分析、化探分析、煤分析、环境样品分析等实验室推广使用。系统实现了与天平等设备的联结，可以直接采集称取的样品重量等原始记录并保存在数据库中。样品分析过程中由大型分析仪器取得的分析结果等原始数据文件经过压缩后直接保存在数据库中，以保证其原始性，并可以在事后随时查询。在对原始分析结果进行存储的同时还可对这些数据进行数据处理，并将计算的结果与作业信息进行匹配后记录在数据库表中。质量管理的种类分为密码标样、密码重份、明码标样、明码重份、空白样品等层次由相应的人员进行管理和实施。本成果已在国家地质实验测试中心获得全面应用，中心安装的 LIMS 系统客户端主机的装机数量达到 40 多台。LIMS 系统实施多年以来在提高工作效率，优化工作流程，减少重复劳动，降低生产成本，缩短检测周期，提高数据质量，提高检测能力和效益等方面取得了明显的效果，已成为中心检测工作核心业务系统。

三、推广转化方式

本成果可以通过宣传报道、现场安装与个性化服务、人员培训、技术咨询等方式进行推广应用。

技术依托单位：国家地质实验测试中心

联 系 人：罗代洪

通讯地址：北京市西城区百万庄大街 26 号

邮政编码：100037

联系电话：010－68999560

电子邮件：dluo@cags.ac.cn

土壤、沉积物及生物样品中主要有机污染物 分析方法研究及其应用

一、内容概述

（一）建立了土壤、沉积物及生物样品中微量持久性有机污染物的系列分析方法

围绕全国土壤质量调查和农业生态地球化学调查要求，研究建立土壤、农产品（粮食、水果、蔬菜）及其他生物样品（鱼、肉）中微量持久性有机污染物分析方法和分析质量控制办法。逐步建立方法技术配套、各项技术指标先进的农业生态地球化学调查分析方法体系。测定的目标化合物包括：10种有机氯农药，多氯联苯中二氯至七氯总量和8个代表性化合物分量，16种多环芳烃。系列分析方法包括：土壤中有有机氯农药及多氯联苯分量的GC-ECD测定方法；沉积物中有有机氯农药及多氯联苯分量的GC-ECD测定方法；土壤和沉积物中有有机氯农药和多氯联苯分量的GC-MS测定方法；4-氨基安替比啉比色法测定土壤中挥发酚方法；土壤中多氯联苯总量的GC-MS分析方法；土壤中多环芳烃的GC-MS分析方法；水果、蔬菜中有有机氯农药、多氯联苯分量的GC-ECD分析方法；水果、蔬菜中有有机氯农药、多氯联苯分量的GC-MS分析方法；水果、蔬菜中多环芳烃的GC-MS分析方法；粮食中有有机氯农药、多氯联苯分量的GC-ECD分析方法；粮食中有有机氯农药、多氯联苯分量的GC-MS分析方法；粮食中多环芳烃的GC-MS分析方法；动物组织样品中有有机氯农药、多氯联苯分量的GC-ECD分析方法；动物组织样品中有有机氯农药、多氯联苯分量的GC-MS分析方法；动物组织样品中多环芳烃的GC-MS分析方法。

研究建立的土壤及生物样品中持久性有机污染物、多环芳烃的系列分析方法，快速、灵敏、准确，分析指标均满足地质调查的需要，部分技术指标优于国家标准和美国EPA方法。

制定了《土壤中有有机污染物测定的质量控制办法》，对分析方法及技术指标，质控样品的分析，待测物组分的确证等作了详细的规定。

（二）探索了土壤样品的制备方法

为保证样品的稳定性，探索了土壤样品的包装、保存，以及基体状态对测定结果的影响。

同一样品分别在冷藏和常温条件下，用锡箔包装和玻璃瓶包装进行试验。结果表明：保存条件对有机氯农药测定结果有影响；六六六受包装和保存条件影响较大，DDT受影响相对较小；相同保存温度下，瓶装好于锡纸包装；相同包装条件下，冷藏好于常温保存；不同化合物受保存条件影响有差异。最佳包装和保存条件为玻璃瓶包装，低温保存。

土壤干基和湿基样品实验结果表明,湿基样品含水率对测定结果影响较大,需要进行含水率校正。从整体数据上看,湿基样品测定结果高于干基样品,原因可能是在潮湿状态下,有机提取剂更容易到达土壤颗粒内部,提取效果个好。湿基样品测定结果总体上好于干基样品。用湿基土壤样品测定,需要进行含水率校正,统一以干基样品报结果,避免因含水率不同而造成误差。

(三) 典型地区有机地球化学填图

在江苏和安徽分别选择 50 平方公里区域,按照 1:5 万采样方式采集样品,同时调用库存的相同点位土壤样品。用本研究建立的方法进行测定,绘制该地区有机污染物的地球化学分布图。由于污染状况不同,江苏启东地区获得 5 张有机污染物分布图,安徽肥东地区获得 8 张有机污染物分布图。这些有机污染物分布图不仅反映了该地区有机污染现状,也反映了该地区污染的变化趋势。

二、应用范围及应用实例

应用本研究建立的土壤、沉积物中有机污染的分析方法,对在江苏、安徽按照 1:5 万采样方式采集的样品和库存样品:共 200 件,以及污染区的样品 5 件、黑龙江、吉林农田及森林覆盖土壤样品 10 个、山西农田土壤样品 6 个、城市公园绿化土壤 2 个以及海洋沉积物、河口沉积物,对这些样品进行分析测试,对于实验的几大类土壤的有机氯农药和多氯联苯的回收率均在方法的允许范围之内,从数据可以看出,研究建立的分析方法适用于不同基质土壤、沉积物样品的测定。通过对江苏、安徽、山西和东北等地样品的测定结果可以看出,本方法适合于污染物含量水平相差不大的常规地质调查土壤样品的测定。通过应用数据可以得出,中国大部分农业地区土壤中有机污染水平低,土壤质量较好。尤其是西北的黄土和东北的森林土和草甸土污染水平很低。经济发达地区农业种植土壤污染水平高于经济不发达地区。

对采集的土壤样品包括:江苏农田土壤、安徽农田土壤、北京公园绿化土壤、及北京郊区垃圾场土壤中的 16 种多环芳烃进行了分析,4 种替代物(d_8 -萘、 d_{10} -蒽、 d_{12} -屈、 d_{14} -二苯并[a,h]蒽)回收率在 45.2%~104.5%之间。结果表明该方法适用于实际样品的检测。并且结果显示土壤中萘、菲污染状况较为严重,高环数的 PAHs 也普遍存在。针对超市购买的果蔬类样品和野外采集的杂草、果实、树叶等植物类样品,以及粮食类,鱼虾、牛肉、猪肉、鸡肉等动物组织类样品进行分析测试,考察了方法的适用性,表明所建立的方法适用于大部分生物类样品。

三、推广转化方式

项目组在进行方法技术研究的同时,投入大量的人力和经费组织学术交流。先后两次到香港实验室参观学习,进行合作研究。面向行业多次组织学术交流、样品分析比对和基础知识培训等活动,有力地带动了全行业有机分析的技术进步。

1. 2007 年 7 月在北京召开全国土壤分析技术研讨会

当时具有承担土壤有机分析能的 6 家实验室总工和技术骨干共 15 人参加了会议,奚小环主任和叶家喻先生到会指导。会议就样品制备、目标化合物的提取与净化、测定方法

及技术指标、质量控制等作了充分讨论并达成共识。

2. 2008 年 1 月组织全国有机分析标准溶液比对

标准溶液比对目的是考察实验室设备运行、人员仪器操作、数据处理和结果表达情况。样品数量为 2 个，高浓度和低浓度样品各 1 个。测定项目为有机氯农药和多氯联苯分量等共计 20 个化合物。参加实验室 10 家，9 家实验室有结果。在对 9 个实验室的 572 测试数据进行稳健统计分析的基础上对参加实验室的仪器测定基本能力进行评价。在 2008 年 6 月培训班期间就比对结果进行分析和讨论。

3. 2008 年 6 月举办全国有机分析技术培训班

2008 年 6 月 24 ~ 29 日在北京举办全国有机分析技术培训班。来自全国地质行业 26 个单位的 50 名学员参加了此次培训。北京大学刘虎威教授、贵阳地化所肖保华博士、中国农业大学李重九教授和中科院生态所郑明辉教授等国内外知名专家教授给本次培训班进行授课。整个培训课程紧密结合地质调查中有机分析的特点和急需解决分析技术难点，把理论知识的学习和实际应用技术相结合。

4. 2008 年 12 月组织全国有机分析土壤样品比对

14 家实验室参加了 2008 年年底有机污染物土壤样品比对。比对实验室大部分都得到了比较满意的结果，少数实验室存在技术和管理问题。与 2008 年 1 月组织的标准溶液比对相比，参加的实验室数量增加了近一倍，测定质量明显提高。

5. 2009 年 4 月召开全国土壤分析技术研讨会

在 2008 年初有机污染物标准溶液比对和 2009 年初有机污染物土壤样品比对的基础上，进行技术研讨的会议。来自全国 17 家地质实验室共 40 人参加了研讨会。14 家实验室介绍了土壤样品有机污染物比对分析的实验过程，并就有关问题进行研讨。

技术依托单位：国家地质实验测试中心

联 系 人：吴淑琪

通讯地址：百万庄大街 26 号

邮政编码：100037

联系电话：010 - 68999554

电子邮件：wushuqi@cags. net. cn

土壤/大气汞交换通量测量技术

一、成果概述

汞是一种能以气态进行全球迁移的重金属元素，它侵害人体神经系统（特别是中枢神经系统）。联合国环境规划署（UNEP）认为“汞对世界各地人类健康和环境有重大的负面影响”，WHO（2001）已将汞及其化合物列为需首先考虑的环境污染物。各国政府也已高度关注，2009年2月，各国环境部长在肯尼亚内罗毕达成共识，开展拟定一项限制汞污染公约的谈判。2010年6月11日为期5天的关于拟定一项具有法律约束力的全球性汞问题文书政府间谈判委员会第一届会议在瑞典斯德哥尔摩闭幕。

对大气环境中的 Hg 进行实时观测是人类生存环境状况监测的重要环节，是防治 Hg 污染的第一步。

使用 Model 2537B Mercury Vapour Analyzer 仪器，Hg 检出限 0.001 ng/m^3 ，时间分辨率 5 min，采样流速 1.5 L/min 。实行原位、实时、自动测量土壤/大气 Hg 交换通量。从而达到估算土壤向大气释放 Hg 的速率和年释放量的目的。

方法技术具有原位、实时、自动观测的特点和操作简便、易维护、可以长期观测等优点。

二、应用范围及应用实例

陆地环境中地表土壤/大气 Hg 交换速率及释放通量估算。

目前已在北京、沈阳、广州、西安等大城市得到应用，测得北京、沈阳、广州土壤向大气释放 Hg 的速率分别为 $12.59 \pm 29.44 \text{ ng/m}^2 \cdot \text{hr}$ 、 $44.20 \pm 169.39 \text{ ng/m}^2 \cdot \text{hr}$ 、 $7.34 \pm 9.71 \text{ ng/m}^2 \cdot \text{hr}$ ，表明北京、广州、沈阳地表土壤主要是大气 Hg 的源，即以释放 Hg 为主。

三、推广转化方式

该项成果可通过会议或技术培训的方式向全国地勘单位、科研人员进行推广。

技术依托单位：中国地质科学院地球物理地球化学勘查研究所

联系人：张振海

通讯地址：河北省廊坊市金光道 84 号

邮政编码：065000

联系电话：0316-2267608

电子邮件：zhangzhenhai@igge.cn

油气地球化学中沥青化学仪器化测试技术研究

一、内容概述

适应当前油气资源调查与评价工作的需要,为了使我国油气地球化学分析测试技术跟上国际同行的发展水平,基于现有的仪器化的加速溶剂萃取技术、中压液相色谱技术、棒状薄层色谱分析测试技术、气相色谱和气相色谱-质谱技术,在国内率先将加速溶剂萃取技术应用到烃源岩氯仿沥青 A 分析,将中压液相色谱技术应用于石油地质样品的分离制备当中,并成功地实现了饱和烃、芳烃、羧酸化合物、醇类化合物、酮类化合物的有效的仪器化分离制备,大幅提高了分析测试的能力范围、样品分离制备的速度和质量。在国内首次将中压液相色谱技术应用于石油地质样品中卟啉类和咪唑类化合物分析的样品制备中,大幅提高了样品分析的速度和分析数据的重现性。系统地测定了用全氘代二十四烷烃为内标化合物对石油地质样品中开链烷烃进行 GC-FID 和 GC-MS 含量分析的质量-峰面积校正系数,成功地实现了用内标法对于石油地质样品中生物标志物单组分绝对含量的测定,建立了以 4-溴氟苯为内标化合物,用热解析气相色谱技术测定土壤和沉积物中苯系物的分析方法规范。以上技术方法通过比对实验建立了质量控制标准,已形成了能显著提高分析测试的质量和效率,降低分析测试成本,减少环境污染的仪器化的,对于石油沥青的常规地球化学分析的样品制备和测试技术方法系列。

二、应用范围及应用实例

基于本研究内容所取得的研究成果,以及相关研究工作的带动,形成了比较完整、系统的,涵盖饱和烃、芳烃、非烃的分子地球化学分析测试方法体系,并已为成都地调中心、贵州省地质调查院、中国地质科学研究院矿产资源研究所等单位进行了分析测试服务,提供 4600 余样次的分析测试数据。

三、推广转化方式

提供研究成果相关内容,开展相关油气分析测试技术咨询,承担相关地质调查和地质科研检测工作。

技术依托单位:国家地质实验测试中心

联系人:汪双清

通讯地址:北京市百万庄大街 26 号 国家地质实验测试中心

邮政编码:100037

联系电话:010-68992947

电子邮件:herr007@163.com

勘查地球化学样品中 76 元素测试方法技术和质量监控系统的研究

一、成果概述

“勘查地球化学样品中 76 元素测试方法技术和质量监控系统的研究”是 2000 年由 中国地质调查局和中国地质科学院在新一轮国土资源大调查中设立的科技项目，项目编号 DKD9904017。项目承担单位中国地质科学院地球物理地球化学勘查研究所，项目协作单位为 国家地质实验测试中心。项目起止时间为 2000 年 1 月至 2002 年 12 月。项目成果获 2011 年度国土资源科学技术一等奖。取得的主要成果如下：

(1) 率先将等离子体质谱仪 (ICP-MS) 和等离子体光学发射光谱仪 (ICP-OES) 等新引进的现代分析仪器应用于勘查地球化学大规模样品分析中，新研究建立了 ICP-MS 和 ICP-OES 直接测定稀土元素、稀有分散元素的分析方法，ICP-MS 测定超痕量贵金属元素的分析技术，X 射线荧光光谱法 (XRF) 测定痕量 Cl、Br、S 等元素，原子荧光光谱法 (AFS) 测定超痕量 Hg、Se、Ge，发射光谱法 (ES) 测定痕量 Ag、B、Sn 和石墨炉-原子吸收光谱法 (GF-AAS) 测定超痕量 Au 的多种新的分析方法。通过优化、筛选，制定了以现代大型分析仪器 ICP-MS、XRF 和 ICP-OES 为主体，结合其他多种专用分析技术与方法的勘查地球化学样品 76 元素配套分析系统。检出限降至地壳丰度值以下，分析方法技术指标处于国内外领先水平。

研制的配套分析方法如下：

①等离子体质谱法 (ICP-MS) 直接测定 Ba、Be、Bi、Cd、Co、Cr、Cs、Cu、Hf、Li、Mo、Nb、Ni、Pb、Rb、Sb、Sc、Sr、Ta、Th、Tl、U、V、W、Zn；

②等离子体质谱法 (ICP-MS) 直接测定 Y、La、Ce、Pr、Nd、Sm、Eu、Gd、Tb、Dy、Ho、Er、Tm、Yb、Lu；

③X 射线荧光光谱法 (XRF) 测定 Ba、Br、Ce、Cl、Co、Cr、Cu、Ga、La、Mn、Nb、Ni、P、Pb、Rb、S、Sc、Sr、Th、Ti、V、Y、Zn、Zr、Na₂O、K₂O、MgO、CaO、Fe₂O₃、Al₂O₃、SiO₂；

④等离子体光学发射光谱法 (ICP-OES) 测定 Al、Ba、Be、Ca、Co、Cr、Cu、Fe、K、La、Li、Mg、Mn、Na、Nb、Ni、P、Sr、Ti、V、Zn；

⑤铈镍试金法-等离子体质谱法 (ICP-MS) 测定 Pt、Pd、Rh、Ir、Os、Ru；

⑥封闭酸溶法-等离子体质谱法 (ICP-MS) 直接测定 Ga、In、Tl；

⑦等离子体质谱法 (ICP-MS) 直接同时测定 Ga、In、Tl；

⑧氢化物-原子荧光光谱法 (HG-AFS) 测定 As、Sb、Bi；

⑨氢化物-原子荧光光谱法测定 Se；

⑩氢化物-原子荧光光谱法 (HG-AFS) 直接测定 Ge；

- ⑪冷蒸气-原子荧光光谱法 (CV - AFS) 测定 Hg;
- ⑫泡沫塑料吸附富集 - 石墨炉原子吸收光谱法 (GF - AAS) 测定超痕量 Au;
- ⑬发射光谱法 (ES) 测定 Ag、B、Sn、Mo、Pb;
- ⑭催化分光光度法 (CF - COL) 测定 I;
- ⑮离子选择性电极法 (SIE) 测定 F;
- ⑯半微量凯式法 (VOL) 测定 N;
- ⑰氧化热解-电位法测定总碳和有机碳;
- ⑱等离子体质谱法 (ICP - MS) 直接测定 Te;
- ⑲氧化燃烧-气相色谱法测定 N 和 TC。

(2) 在 1:20 万区域地球化学调查样品 39 种元素分析质量监控系统的基础上, 首次提出了完全采用国家一级地球化学标准物质进行质量监控, 以单个标准物质来进行分析准确度和精密度的统计, 提高重复分析偏差和合格率要求, 制定了覆盖 76 种元素的新的质量监控系统。

二、应用范围及应用实例

1. 应用范围

- ①1:5 万区域化探样品中多元素分析;
- ②1:20 万区域化探样品中 39 元素分析;
- ③1:25 万多目标地球化学调查样品中 54 指标分析;
- ④各类地球化学样品中 76 种元素分析。

2. 推广应用情况

项目成果已在地质大调查计划中实施的 1:20 万区域地球化学调查样品 39 种元素分析、1:25 万多目标地球化学调查样品 54 种指标分析、全国 76 元素地球化学填图样品分析以及各类地质样品中痕量超痕量元素分析中得到了实际采用, 多种分析方法技术在全国 20 多家实验室得到推广应用, 促进了地质样品中痕量超痕量元素分析技术向前发展。

(1) 引领一批地球化学调查和科研项目的创新研究

所研制的配套分析方法, 其技术指标处于国内外领先水平, 满足了勘查地球化学研究和发展的需要, 为我国多目标地球化学调查和研究项目的创新提供了测试技术支撑。如为《西南四省 76 元素地球化学制图试点研究》、《广东省珠江三角洲经济区农业地质与生态地球化学调查》、《浙江省农业地质环境地球化学调查》、《内蒙古河套地区农业经济区生态地球化学调查》、《宁夏回族自治区银川盆地多目标区域地球化学调查》等项目的实施提供了大量测试数据。

(2) 推动地球化学调查和分析测试技术标准和规范的更新

研究成果写入了中华人民共和国地质矿产行业标准《DZ/T 0130 - 2006 地质矿产实验室测试质量管理规范》中的《DZ/T 0130.4 - 2006 区域地球化学调查 (1:50000 和 1:200000) 样品化学成分分析》和《DZ/T 0130.5 - 2006 多目标地球化学调查 (1:250000) 土壤样品化学成分分析》。部分研究成果融入管理规范中。项目负责人在全国多家地质实验室和多次行业会议上做两个《规范》的宣贯报告十几次。

(3) 推动地矿实验测试行业技术进步

举办了多期新方法新技术推广培训班，应邀在国际会议上做专题发言多次，在全国地矿行业（地质、冶金、有色等实验室）做专场技术讲座和技术推广二十多次，接待来实验室短期参观、无偿学习培训的实验室达五十多家、二百多人次。为全国地质实验室大量引进新型 ICP-MS、ICP-OES、XRF、GF-AAS、HG-AFS 起到了技术引领作用，使配套分析技术和质量监控系统中的多项新方法新技术在全国二十多家实验室推广采用，取得了显著的社会效益。

(4) 推动了地球化学填图国际合作。

本项目提供的分析测试技术，使中国地质科学院物化探研究所的国际地位进一步提高，扩大了国际影响，促进了国家之间地球化学调查研究合作，如中国与巴西、哥伦比亚、蒙古等国合作开展的区域地球化学填图工作。

(5) 取得较好经济效益。

项目成果被应用于国家、各部委研究院、所和大学承担的科研项目的大量样品分析中。2004~2011 年八年间，分析完成各类地质样品数量在 110 万件以上，提供基础数据 2 千万个以上。取得了显著的经济效益。

3. 应用前景及市场预期

目前，我国各类地质分析实验室的水平还参差不齐，部分实验室的水平急待提高。成果的推广应用可以明显提高各地质实验室的分析技术水平，推动地矿实验测试行业的技术进步，更好地为全国地质研究工作提供实验测试技术支撑。

三、推广转化方式

会议交流、人员培训、技术咨询、现场服务等。

技术依托单位：中国地质科学院地球物理地球化学勘查研究所

联系人：张振海

通讯地址：河北省廊坊市金光道 84 号

邮政编码：065000

联系电话：0316-2267608

电子邮件：zhangzhenhai@igge.cn

金属矿地气地球化学探测技术

一、内容概述

地气法系通过捕集器收集土壤中的气体，用极灵敏的分析技术测出气体中的某些元素的含量，发现异常，以达到资源勘查目的的地球化学方法。其原理是整个地球的壳层存在着上升气流，当气流通过矿体或其他高含量地质体时，会把成矿元素或伴生元素的超微细粒活动态（亚微米至纳米级）部分带到地表，一部分保留在气体中，另一部分将转化成各种活动态存在于地表疏松介质中。地气法就是通过捕集器捕集这些气体，测试元素的含量或其他地球化学指标，发现异常。

近年来，在国家自然科学基金、中国地质调查局和科技部 863 项目资助下，中国地质大学（北京）利用现代测试技术，使地气方法逐步走向成熟。

（1）采用 1000 级超净环境和通过试剂提纯，成功降低了空白金属元素含量，Cu、Pb、Co、Ni、Ba 等 $< 1 \text{ ng/mL}$ ；Zn、Mn $< 10 \text{ ng/mL}$ ；K、Na 等常量元素 $< 100 \text{ ng/mL}$ ；Ag、Au 及稀土元素 $< 0.01 \text{ ng/mL}$ ，大大提高了观测精度。

（2）采用四级杆 ICP/MS 和高分辨率质谱仪（HR-ICP/MS）测定了地气样品 43 ~ 58 个元素，重复分析误差主要矿化元素 $< 20\%$ ，Ag、Au 和稀土元素等 $< 100\%$ ；分析检出限：Cu、Pb、Co、Ni 等主要金属元素均达到 0.010 ng/mL 。

（3）通过在黄土覆盖区（甘肃蛟龙掌多金属矿、青海拉水峡镍矿）、冲积物覆盖区（山东邹平王家庄铜矿）、草原覆盖区（内蒙古拜仁大坝多金属矿）、森林沼泽区（内蒙古阿荣旗太平沟钼矿）和澳大利亚芒特艾萨铜矿实验，均能有效地指示隐伏矿。

（4）地气铅同位素示踪研究发现，隐伏矿上方金属元素异常铅主要来自深部隐伏矿，说明其异常物质主要来自矿化体，为地气法用于探测隐伏矿提供了理论依据。

二、应用范围及应用实例

（1）2004 年，青海地调院委托，在青海祁连盆地白垩系红层覆盖条件下，成功探测到隐伏多金属矿体；

（2）2005 年，青海有色局委托，青海拉水峡镍矿勘查；

（3）2006 年，龙国基投资有限公司委托，内蒙古阿荣旗太平沟钼矿地气测量，对成功寻找到该钼矿发挥了关键作用；

（4）2007 年，龙国基投资有限公司委托，内蒙古鄂伦春扎赉诺尔农场银多金属地气测量，发现了有意义的多元素异常；

（5）2007 年，青海有色地质八队委托，青海共和满隆山镍矿深穿透地气勘查，结果显示勘查区无找矿意义；

（6）2008 年，内蒙古地调院委托，内蒙古自治区西乌珠穆沁旗白音乌拉三队深穿透

地气实验，证明地气在草原区能够有效地指示隐伏矿；

(7) 2009 年，黑龙江省第一地质勘察院委托，黑龙江四山鸡东四山林场铜钼矿地气测量，在土壤异常不明显的情况下，地气测量获得了有价值的信息；

(8) 2009 年，澳大利亚 Pacific Geochemical 咨询公司和世界著名的矿业公司 Xstrata Copper 委托，在澳大利亚芒特艾萨铜矿 (Mt. Isa) 参与了多方法对比实验，结果证明地气方法在澳洲深风化壳覆盖条件下，能够有效地指示隐伏矿，结果获得对方的好评，在多种方法中地气法结果最佳，进一步合作正在磋商中，为我国地气探测技术走向世界打下了基础。

(9) 2011 年，青海齐鑫矿业委托，青海化隆去马镍矿地气勘查，结果证明地表矿化为玄武岩氧化次生富集产物，否定了勘查区的意义。

三、推广转化方式

有偿技术服务。

技术依托单位：中国地质大学（北京）

联系人：汪明启

通讯地址：学院路 29 号

邮政编码：100083

联系电话：82322334

电子邮件：mingqi@cugb.edu.cn

^{218}Po 快速测氦方法仪器及其应用

一、内容概述

氦及其子体的地球化学性质活泼，主要应用在寻找铀矿、石油勘探、地震预报、煤田陷落柱判断、水文学应用、放射性环境监测、饮疗和浴疗等方面。

^{218}Po 快速测氦方法、仪器及应用项目历经由石家庄经济学院（原河北地质学院）主持的地质矿产部行业基金项目、国家“八五”攻关项目子专题、国家自然科学基金项目和河北省科学技术研究与发展计划项目支持。提出 ^{218}Po 快速测氦方法并验证完善，完成了仪器的设计调试、样机试制、定型生产及工作测试，并重点将该技术和研制设备应用到寻找铀矿、石油勘探、煤田地质构造勘察及地热矿资源圈定等领域。

分析氦的衰变、积累和放射性平衡过程，提出通过收集氦的短寿命子体 ^{218}Po 核素快速探明土壤中自然状态氦浓度分布规律，进而推断、确定土壤或地层中所含矿物质情况，为地质找矿提供重要的依据及技术支持。

设计并研制了包括双探测器结构、便携式带电器、专用壤中氦子体取样器及取样片的低本底高灵敏度的快速 ^{218}Po 探测器。研制的仪器通过核工业航测遥感中心放射性勘查计量站的标定（参考标准：JJG（核工）024-1998《测氦仪检定规程》；JJG825-1993《测氦仪检定规程》）。

制定了壤中测氦的工作流程。采用项目组研制的 ^{218}Po 探测器完成了铀矿、石油勘探、煤田地质构造勘察及地热矿资源等多种地质找矿的勘查工作，取得较好效果。

成果获地质矿产部科技成果三等奖一项，河北省科技进步三等奖一项，获国家发明专利一项（塑料取样片，专利号：91106464.8），实用新型专利两项（壤中氦子体取样器，ZL200820240878.2；一种抽气式连续氦气检测仪，201120446989.0）。实施过程中，项目组成员发表 SCI 期刊论文、EI、ISTP 检索论文共 12 篇。

成果创新主要包括 ^{218}Po 快速测氦方法创新（创新重点：快速测氦）、快速测氦仪器技术创新（创新重点：双探测器结构、拥有自主知识产权的聚氯乙烯塑料膜取样片及壤中氦子体取样器。降低设备成本，提高设备精度）、并行地质找矿工作流程创新（创新重点：并行野外工作流程，误差修正及数据处理方法。提高了地质找矿工作的效率）。

通过以上成果的创新之处可得，本成果的最大优势是快速、低成本、高效率完成地质找矿或矿产普查工作。整体项目的实施为充分合理利用开发国土资源、高效地质找矿提供依据，为地质矿产普查工作提供了新方法，大大提高了地质找矿普查的工作效率，对促进国民经济和社会发展都起到了积极作用，具有显著的经济效益和社会效益。

二、应用范围及应用实例

应用单位：辽宁地矿局综合勘察院物探技术应用研究所

应用情况：1993 年 5 月 ~ 1995 年 6 月，应用项目组研制的 PF-1B ^{218}Po 探测仪，进行铀矿、煤田、地质灾害调查（滑坡体及采空区圈定）、隐伏数裂构造查明及大连市开发区地热勘查等综合应用。

应用单位：中国煤田地质总局物探研究所

应用情况：1994 年 10 月 ~ 12 月，应用项目组研制的 PF-1B ^{218}Po 探测仪，在山西潞安矿区进行煤田勘察及陷落柱圈定。

应用单位：邢台矿务局

应用情况：1991 年 1 月 ~ 1992 年 12 月，采用 ^{218}Po 快速测氦法及研制的 PF-1B ^{218}Po 探测仪在邢台矿务局的葛泉、东庞、平乡、大油村、西葛泉等井田进行煤田勘察及煤田陷落柱勘测工作，确定了四号水源井的位置，在南二轨道坡联络巷的二号剖面上完成岩溶构造异常的勘测。

应用单位：沙河市大油村煤矿

应用情况：1991 年，采用 ^{218}Po 法完成 DX-1 号煤田及陷落柱的勘测工作。

应用单位：山西省勘察研究院

应用情况：1989 ~ 1991 年，采用 ^{218}Po 法完成山西省忻州市的地热调查工程项目。

应用单位：山西省电力勘测设计院

应用情况：1992 ~ 1994 年，利用 ^{218}Po 法在榆社电厂、阳城电厂、阳泉电厂进行水源地勘测和厂址地基溶洞勘测。对潞城变电站地裂缝进行探测。

三、推广转化方式

采用自主知识产权转让转化和产品推广两种方式完成该成果的推广及普及。具体方式

为：

- (1) 自主产权转化或合作。企业可通过中国知识产权局查询到相关的专利信息，通过与企业合作方式完成该成果中市场前景好、技术方案具体完整专利的转化。

- (2) 通过在矿产普查、地质找矿行业内开展试用、评估、推广结合的方式进行产品推广及技术合作。

- (3) 利用矿产普查、地质找矿展会平台推广技术及产品。通过展会资源，选择那些知名度高、有项目有技术有资金等各方面资源的展会，专利权人及产品研发者能够直接获得一些投资信息，以及和投资方面的洽谈机会。

- (4) 通过网络进行成果展示，为有意合作者提供咨询平台，此举可打破了空间限制，强调同时在线洽谈对接。

技术依托单位：石家庄经济学院

联 系 人：亢俊健

通讯地址：河北省石家庄市槐安东路 136 号

邮政编码：050031

联系电话：13931128241

电子邮件：kangjj@sjzue.edu.cn

便携式近红外矿物分析仪升级改进与 矿物填图应用试验研究

一、内容概述

本项目经过初步试验证明激光诱导等离子光谱仪测量岩石标本中的元素是完全可行的，它具有测量精度高，速度快，准确等特点，但要成功研发激光诱导等离子光谱仪样机，改进完善的便携式近红外矿物分析仪 2 台，新建立蚀变矿物数据库 6 种，完成激光诱导等离子光谱仪的调研与预研，开展蚀变矿物填图应用试验研究，完成可见光 - 近红外光纤光谱矿物分析仪样机一台及操作软件一套。

二、应用范围

科学研究、技术服务和地质勘查业

三、推广转化方式

转化方式：合作开发

技术依托单位：南京地质矿产研究所

联系人：科技装备部

通讯地址：南京市中山东路 534 号

邮政编码：210016

联系电话：025 - 84897995

电子邮件：zkuiyu@yahoo.com.cn

堆中子活化分析为主的地球化学填图 76 元素配套分析方法研究

一、内容概述

堆中子活化分析为主的地球化学填图 76 元素配套分析方法研究是根据新一轮国土资源大调查项目指南，现代测试技术方法研究而申请立项的。该项目研究将提高国际公认先进分析技术中子活化分析在我国地质调查中的应用程度，发展现代地球化学勘查和土地质量调查的高新分析测试技术。其主要成果：

(1) 设计安装了微堆循环活化分析自动控制系统，通过 17 种元素循环活化分析条件实验，实现了半衰期小于 1 分钟核素的测定，建立了微堆循环活化分析方法。改善了方法的检出限，提高了方法的精密度和准确度，缩短了分析周期。

(2) 通过对超热辐照孔道的参数进行了详细的测量，测定了 63 种元素 126 个核素的镅比，确定了 43 个超热中子活化有利的元素。降低了铀裂变干扰，改善了定近 40 多种元素的测定下限，建立了微堆超热中子活化分析方法。

(3) 利用超热、循环活化分析技术和平面锗探测器在低能区分辨率较高的特性，改善了铂族、稀土、卤素和稀有分散及其他痕量元素的检出限，提高了仪器微堆中子活化分析方法的精密度和准确度。

(4) 建立了微堆仪器中子活化分析测定卤族和稀有分散元素的分析方法，采用超热中子活化分析和循环活化分析改善了 I、Br、In、Ga、Ta、Rb Cs、F、Hf 等的检出限，提高了方法的精密度和准确度。

(5) 建立了 P507 负载泡塑分离富集—微堆中子活化分析测定稀土元素的分析方法，利用超热中子活化分析降低了铀裂变对稀土元素测定影响，改善了 Gd、Ho、Tb 的测定下限，利用循环活化分析实现了对 Y 的测定，同时可进行 Dy、Er 的快速测定。

(6) 建立了镍铈试金分离富集—微堆中子活化分析测定铂族元素的分析方法，利用超热中子活化分析改善了 Pd、Rh、Ir 的测定下限，采用循环活化分析和平面锗探测器使 Rh 的检出限降低了一个量级。

(7) 建立了微堆仪器中子活化分析测定地质样品中 32 种元素的分析方法，对铀裂变干扰、谱线干扰、(n, p) 反应干扰进行了校正，利用超热中子活化分析改善方法的检出限，提高方法的精密度和准确度。

(8) 建立了氢化物原子荧光光谱测定 Se、Te、Ge 和石墨炉原子吸收测定 In、Tl 的分析方法。

(9) 建立了铅试金-ES 测定 Au、Pd、Pt；镍铈试金-POL 测定 Rh；XRF 测定 Cl、Br；COL 测定 Os、Ru 的分析方法。

(10) 建立了以微堆中子活化分析为主、X 荧光光谱分析为辅、结合其他先进测试技术的地球化学填图新增 76 种元素配套分析方法，提出了质量控制系统建议方案。

(11) 选用 12 个国家一级标准物质，对 76 种元素分析方法进行验证和考核，方法的检出限、精密度和准确度满足质量要求。分析方法有较好的适用性和实用性。

该项研究成果利用微堆中子活化分析对地球化学填图 76 种元素进行了系统的分析方法研究，建立了以堆中子活化分析为主的地球化学填图 76 种元素配套分析方法，提出了质量控制系统建议方案。手段先进，在地球化学填图 76 种元素测试技术方法取得了多项创新，方法具有检测限低、选择性好、准确度高、精密度好、简便快速、多元素同时测定等特点。可应用于地球化学勘查、环境地质和农业地质调查等领域，用于分析方法的比对、标准物质研制定值分析、仲裁分析等，研究成果达到同类国际先进水平。

二、应用范围及应用实例

(1) 山东省 1:25 万多目标区域地球化学调查 54 项元素的分析

(2) 1:5 万、1:20 万水系沉积物化探测量

(3) 山东胶莱盆地边缘深穿透地球化学金矿探测

(4) 地质环境评价、矿产勘查、土壤质量调查；

(5) 国家一级标准物质定值分析。

西藏地区沉积物成分分析标准物质 GBW07319-07332，黄河三角洲沉积物成分分析标准物质 GBW07343-07345，土壤成分分析标准物质 GBW0724-07430，水系沉积物成分分析标准物质 GBW07346-07351，稀有稀土矿石成分分析标准物质 GBW07184-07188，重晶石矿石成分分析标准物质 GBW07811-07817，玄武岩成分分析标准物质 GBW07126，碳酸盐岩成分分析标准物质 GBW07128-07136，矿石金分析标准物质 GBW07297-07300，生物成分分析标准物质 GBW10010-10019，生物成分分析标准物质 GBW10020-10028，生物成分分析标准物质 GBW10043-10052。

三、推广转化方式

该成果可在地球化学勘查、环境地质和农业地质调查样品测试分析和标准物质研制定值分析中推广应用。

《岩石矿物分析》第四版（地质出版社 2011.2）已收录

- (1) 微堆仪器中子活化分析地质试样中的 34 种元素
- (2) 微堆仪器中子活化分析测定地质样品中卤族元素
- (3) 微堆仪器中子活化分析多金属矿石
- (4) 微堆仪器中子活化分析测定地质试样中稀有元素
- (5) P507 萃淋树脂分离富集 - 微堆中子活化分析测定稀土元素分量
- (6) 微堆仪器中子活化分析测定地质试样中分散元素
- (7) 金活性炭富集微堆中子活化法
- (8) 铀试金富集-微堆中子活化测定铂、钯、铋、铊、钨、钼《区域地球化学勘查样品分析方法》(地质出版社 2004. 8) 已收录微堆中子活化分析法测定 22 种主、次、痕量元素。

技术依托单位：山东省地质科学实验研究院

联 系 人：洪飞

通讯地址：山东省济南市历山路 52 号

邮政编码：250013

联系电话：0531 - 86556931

电子邮件：sddky2000@sina.com.cn

铂族元素超痕量分析方法研究

一、内容概述

研究建立了一套可满足新一轮地球化学填图计划要求的、使用国产分析仪器的新分析方法，达到了前人所未达到的水平。Pt、Pd 分析在河南省岩石矿物测试中心原化学光谱法的基础上，研制了组合富集工艺，改进了光谱缓冲剂，研制了计算机相板测定系统，提高了弱信号检测能力，检出限 Pt 0.2×10^{-9} 、Pd 0.1×10^{-9} 。Rh、Ir 分析，建立了铈试金分离富集-催化极谱（或催化分光光度）测定系统，改进了铈试金的试剂配比，提高了富集效率；改进了催化极谱测定的底液，改进了光度法测定 Ir 的介质转化条件，使 Ir/Rh 的检出限达到 $0.02/0.01 \times 10^{-9}$ 。Os、Ru 分析，对蒸馏分离-催化分光光度法测定 Os、Ru（国家标准方法 GB/T17418 基础上）进行了系统的改进。改进了蒸馏装置；研制了独特的混合氧化剂和置换剂，研制了新型的 Os、Ru 稀释液，使 Os、Ru 的检出限降低到 0.02×10^{-9} 。

二、应用范围及应用实例

1. 在雅鲁藏布江大拐弯地区的应用

2002 年研究单位应用本研究成果完成了西藏雅鲁藏布江大拐弯地区波密、墨脱、林芝、米林四个图幅，3 千多件样品的铂、钯、金联测分析工作。测试工作经中国地调局专家组评审验收，四个图幅均为优秀。

2. 在 76 元素地球化学填图中的应用

76 元素地球化学填图项目是以西南四省区、东南五省市为试点；这将是人类历史上第一次得以了解元素周期表上除惰性气体外所有元素在地表的分布，是地球科学中的一项空前创举，为矿产资源评估、环境监控、生命演化都将提供极有价值的资料。

在此试点工作中，铂族元素属新增测试元素。在分析方法的考核中，应用此方法取得了铂钯超痕量分析第一的好成绩，并取得了试点样品的测试资格。用我们的分析数据制作了四川省（低密度）Pt Pd Rh Ir Os Ru 地球化学图，西南其他省区（低密度）Pt Pd Rh Ir Os Ru 地球化学图。谢学锦院士评价：“超痕量铂族元素分析技术已成为我国铂钯矿地球化学勘查战略的关键技术支撑”。

以上大面积的铂族元素地球化学图，在世界上确属首次制作；受到地学界普遍重视。

3. 在东天山荒漠区地球化学勘查中的应用

该方法还应用于东天山荒漠区的地球化学勘查工作中。该项研究针对我国大面积的干旱荒漠戈壁中薄弱的地球化学调查工作，将战略性超低密度地球化学方法与深穿透地球化学方法相结合，在东天山进行的 15 万平方公里荒漠戈壁覆盖区内新发现了十余处 U、Cu、Au、W、Pb - Ag - Zn，Pt - Pd 战略靶区，结束了在荒漠戈壁盆地不能进行地球化学调查

的历史。

4. 在国际地质样品测试中的应用

与南非地质科学委员会合作开展铂族元素地球化学勘查研究，发现了一条新的铂钯异常带，震动了西方矿业界，我们用本方法一直为南非分析各类地质样品不计其数，分析质量优秀。2004 年分析了来自哈萨克斯坦、巴西、哥伦比亚铂族化探样 1 万多件，为铂族元素找矿做出了贡献。

5. 在社会中的应用

近年来，一直有来自社会要求分析铂族元素的样品，有地质行业、大专院校、矿山企业、个人等。主要应用有：2010 赣南稀土高背景区生态地球化学评价技术研究 1000 件；2009 ~ 2012 全国地球化学基准值建立与综合研究—铂族元素分析 18000 件；2010 ~ 2012 尾矿样品与矿区生态环境样品分析测试 5800 件；2010 ~ 2012 北京地质大学、吉林大学、中国地科院能源所等单位 6000 件铂族元素分析。

三、推广转化方式

本成果的研究成功，为我国开展全球矿业发展战略研究提供了一项重要技术支撑，已经成功应用于国内外不同比例尺的地球化学填图样品的贵金属元素分析，解决了国家急需。成果已经推广到部物化探所等有关单位，应用效果很好。

技术依托单位：河南省岩石矿物测试中心

联 系 人：颜芝

通讯地址：郑州市金水路 28 号

邮政编码：450012

联系电话：0371 - 63895066

电子邮件：gogodd99@163.com

油母页岩含油率测试技术

一、内容概述

油母页岩测试方法是沈阳测试研究中心根据多年煤焦油检测经验提出的全新的测试方法，是对油母页岩这种新兴能源检测领域的一大创新，该方法采用格金低温干馏法进行油页岩含油率的测试，经对比试验和生产实践证明，该测试方法完全可行。

该方法明确了油页岩含油率测定使用格金低温干馏法，对整个试验过程、操作步骤作出了具体规定和详尽的阐述，便于指导生产操作。

在提出此方法的基础上，沈阳测试研究中心联合辽阳文圣仪表厂，发明了全新的多功能低温干馏仪。经东煤沈阳测试研究中心近年来的检测实践证明，采用沈阳测试研究中心使用的格金低温干馏法研制的多功能低温干馏仪进行测试，有以下几个方面优点：升温速度稳定准确；气密性好；受热均匀；残油收集方便，测试结果准确；降温快；节能环保，效率高。

综上所述该方法和设备具有测试数据准确，结实耐用，节时高效等优点。为油页岩检测引入了全新的检测方法，并附之以全新的检测设备，将油页岩检测带向全新的领域。

二、应用范围及应用实例

辽宁、山东、黑龙江、河北等省的相关油母页岩检测单位都已经在使用该方法和配套设备，并及时予以了相应的意见反馈。证实该方法及设备具备上述所述优点，将继续使用并不断地推广该方法及技术。

三、推广转化方式

形成国家或行业标准，向国家及行业有关部门申报油母页岩含油率测试方法的标准。并将测试中心研制的配套设备申请实用性专利，更好地推广该测试技术及设备应用，广泛地服务于找矿等相关领域。

技术依托单位：东北煤田地质局沈阳测试研究中心

联系人：李本军

通讯地址：辽宁省沈阳市沈河区大南街 307 号

邮政编码：110016

联系电话：024 - 24116528

电子邮件：libenjun3408@sina.com

新疆大黄山豫新煤业瓦斯抽采技术研究

一、内容概述

近年来，新疆大黄山豫新煤业有限责任公司为有效治理矿井瓦斯，提高矿井生产能力，保障安全生产，在治理矿井瓦斯方面取得了很好的成绩，公司主要以瓦斯抽放为主，并以合理调配风量的综合治理措施为根本方法，强化布置多方位立体钻孔抽放区域瓦斯、针对性预抽等综合瓦斯治理措施是行之有效的，在现有条件下必须尽可能使用顺层、穿层钻孔预抽、边掘边抽、边采边抽技术以及合理调配工作面风量，不断采用新技术新工艺新方法，进一步提高瓦斯综合治理技术含量，力争以最小的投入获取最大的效益，实现矿区瓦斯治理“技术、经济、安全、高效”一体化。

二、应用范围及应用实例

（一）具体做法

新疆大黄山豫新煤业有限责任公司在综合分析矿井瓦斯主要来源和抽放效果的前提下，对矿井瓦斯抽放系统、抽放方法、方式进行改造优化和完善。

（1）增大地面固定式抽放泵的能力，将 $90 \text{ m}^3/\text{min}$ 的抽放泵更换为两台额定抽放流量为 $500 \text{ m}^3/\text{min}$ 的抽放泵（一台运行，一台备用）。同时，将矿井抽放主管路更换为两趟 $\phi 377$ 的钢管，采空区抽放管路也更换为 $\phi 377$ 的钢管，使矿井瓦斯抽放系统的能力得到大幅提高。

（2）结合现场实际，对矿井瓦斯抽放方法进行优化，在井下的主要采煤工作面和掘进工作面各设置一台移动式瓦斯抽放泵（采煤工作面为 $60 \text{ m}^3/\text{min}$ ，掘进工作面为 $90 \text{ m}^3/\text{min}$ 的抽放泵），与地面固定式抽放泵形成接力抽放。并且，依据瓦斯来源和抽放难易程度的不同，分别对采面上隅角和采空区的瓦斯实施“低负压、大流量”和煤层瓦斯实施“高负压、低流量”抽放。

（3）完善矿井瓦斯抽放方式，形成了“采（掘）前预抽、架后采空区抽放、上隅角插管抽放、采面前部煤层卸压抽放和邻近采空区抽放”等多层面全方位的、有“黄山特色”的三维综合抽放方式。

目前，掘进工作面已形成了“掘前预抽煤层瓦斯、掘中交叉布置上下顺层孔和挂耳预抽煤层瓦斯，以及掘后对待掘煤层布置下行顺层孔预抽煤层瓦斯”等综合抽放方式。同时，将煤层预抽钻孔的布置方式由“扇形集中布置”改变为“三花眼顺层孔”，并对钻孔进行编组循环强抽。

采煤工作面已形成了“近距穿层钻孔抽放架后采空区瓦斯、邻近采空区抽放、上隅角插管抽放采空区瓦斯和采面煤壁前方抽放卸压瓦斯”等综合抽放方式。

（4）加大抽放钻孔数量，对煤层和采空区的瓦斯实施大范围、高密度抽放。井下每

月施工的抽放钻孔总长度由矿井抽放系统改造前的 5000 m 左右增加到改造后的 25000 ~ 28000 m。

（二）取得的效果

目前井下主采工作面 +735 采煤工作面比以前回采的 +733 采煤工作面采深大，但其供风量却降低到 $790 \text{ m}^3/\text{min}$ 左右（+733 采面配风量达到 $2200 \text{ m}^3/\text{min}$ ），回风流瓦斯浓度稳定在 0.3% ~ 0.35%，上隅角瓦斯浓度稳定在 0.4% 左右。

优化抽放方式以前，掘进巷道每掘 150 ~ 200 m，均会出现瓦斯超限，防突指标超等现象，每隔 100 m 就需打通风上山。优化后，掘进巷道连续掘进 800 ~ 1000 m，也不再存在瓦斯超限、防突指标超等现象，而且不用再打通风上山，提高了巷道掘进速度和质量。

目前，大黄山矿通风系统稳定，各个地点的风量能够满足矿井安全需求，且风流瓦斯浓度均低于 0.5%。

矿井利用井下抽出的瓦斯进行发电，公司已于 2008 年 12 月建成一期 8 台 500GF-T 型燃气发电机组，年发电量约为 1202 万度，为企业减少电费开支约 600 万。

三、推广转化方式

瓦斯抽放的实施彻底改善矿井生产技术条件，确保矿井安全生产，提高矿井产量，创造良好的经济及社会效益，丰富和发展大黄山瓦斯抽放理论和技术，为国内及新疆类似煤层条件发展抽放技术提供借鉴。

技术依托单位：新疆大黄山豫新煤业有限责任公司

联系人：张永强

通讯地址：新疆阜康市大黄山煤矿

邮政编码：831509

联系电话：13899621321

电子邮件：xmb3366027@sina.cn

煤灰高温黏度测试技术

一、内容概述

煤灰黏度是表征灰渣在熔化状态时的流动状态的重要指标，它对确定熔渣的出口温度有着重要的作用。在固定床煤气化炉中，为使炉渣顺利排出，其黏度应小于 $5 \text{ Pa} \cdot \text{s}$ ；在粉煤气化过程中，其黏度应小于 $25 \text{ Pa} \cdot \text{s}$ 。在液态排渣炉中，顺利操作的正常黏度范围是 $5 \sim 10 \text{ Pa} \cdot \text{s}$ ，最高不超过 $25 \text{ Pa} \cdot \text{s}$ 。用于液态排渣炉的煤，不仅要求有较低的灰熔温度，并且需要了解煤灰的化学性质和粘-温特性。这就需要通过灰黏度的测定，才能了解灰渣的这种特性，从而选择较为理想的燃料和确定排渣口的温度。

近年来面对世界性的能源危机，我国主要能源的煤炭优化利用正越来越受到研究者的关注。作为煤炭资源的发现及煤种定名的地勘行业，也在近年不断出台新标准，以使资源得到最佳的合理化利用，不管是动力用煤还是工业气化用煤，煤炭的高温熔融黏度都是一个相当重要的指标，现在煤田地质勘探行业已将其列入重要检测指标。

在此背景下，东北煤田地质局沈阳测试研究中心提出创新思路，根据国内地质实验测试及煤炭行业市场需求，通过自主设计研发检测设备，提出一种全新的适合地质实验测试及煤炭行业煤灰黏度测试的技术方法，该方法对煤种定性、燃料选择及确定排渣口的温度起到了至关重要的作用。该方法采用弱还原气氛下的空气超高温加热与智能数字化采集构成测试系统，对煤灰黏度进行测试，经对比试验和生产实践证明，该测试方法完全可行，弥补了地质及煤炭行业在煤灰黏度测试技术方法的一项空白。

根据测试方法，研制了与之配套的煤灰高温黏度测试仪，经过试验测试和分析论证，该方法完全可行，且升温速率快，耗电量低，测试数据准确。

二、应用范围及应用实例

采用该方法及与之配套的检测设备已为辽宁、黑龙江、内蒙古、山东、甘肃等省的地质检测单位及煤炭行业的相关检测单位的委托样品进行检测，受到了一致的认可和好评。

三、推广转化方式

仪器技术推广应用

技术依托单位：东北煤田地质局沈阳测试研究中心

联系人：李本军

通讯地址：辽宁省沈阳市沈河区大南街 307 号

邮政编码：110016

联系电话：024 - 24116528

电子邮件：libenjun3408@sina.com

矿物材料表面改性及新材料

一、内容概述

该成果以水镁石、硅灰石、高岭土、伊利石、粉石英、膨润土为代表性矿物，研究矿物的表面改性工艺及矿物/高分子复合材料的应用试验，研究了不同工艺条件下偶联剂、偶联助剂对复合材料的影响。该成果通过大量的矿物性能分析，通过工艺路线选择试验，偶联剂选择试验，偶联助剂选择试验，改性产品改性效果检测，以及矿物/高分子复合材料应用实验，复合材料性能检测等等各项研究试验，取得了一系列的实验数据。该成果完成了几个矿种的改性中间试验和几种不同高分子复合材料的应用中间试验，取得了优异的试验效果。该成果改性方法手段上有创造性，完成的技术指标先进。加入改性产品制备的矿物/高分子复合材料的机械性能、电性能、燃烧性能等各项检测指标达到国家标准。

二、应用范围

制造业

三、推广转化方式

转化方式：技术入股

技术依托单位：中国地质科学院郑州矿产综合利用研究所

联系人：科技处

通讯地址：郑州市陇海西路 328 号

邮政编码：450006

联系电话：0371 - 68617811

电子邮件：zzskjc@163.com

纳米复合多层类金刚石碳膜及特种摩擦学应用研究

一、内容概述

中国地质大学（北京）工程技术学院完成的《纳米复合多层类金刚石碳膜及其摩擦学应用研究》项目属于机械摩擦、磨损与润滑研究领域。项目组在 DLC 基纳米复合多层梯度薄膜合成及摩擦学性能研究（国家自然科学基金项目 50475057）和机械设备摩擦副耐磨减摩技术研究（国经贸技术〔1999〕598）的研究成果基础上，结合超低摩阻磨耗 DLC 梯度厚膜制备技术及其特种应用研究（科技部国际合作项目 2006DFB61260）和 Influence of Ag content and nanograin size on microstructure, mechanical and sliding tribological behavior of Ag-DLC films（香港特区创新基金项目 SRG 7002235）等项目，采用多种先进的气相沉积技术合成出性能优异的 DLC 薄膜，系统研究了制备技术、薄膜结构和薄膜综合摩擦学性能之间的关联性。

以多种气相沉积技术为制备手段，用复合化、纳米化、多层化和梯度化的研究思路合成出多种具有硬度高、摩擦系数低、膜基间结合力好和膜层结构细密的 DLC 薄膜，系统考察了多种薄膜结构和综合摩擦学性能，揭示了沉积工艺与薄膜结构、性能间的关系。

研究成果已发表论文 40 余篇，其中被 SCI 收录 10 余篇；EI 收录 20 余篇；ISTP 收录 10 余篇。获得国家发明专利 2 项，申报国家发明专利 8 项。参编国际专著 1 部。培养博士生 5 名、硕士生 10 余名。

本项目在镀膜设备等关键技术取得了突破，掌握了 DLC 纳米复合梯度超硬自润滑厚膜制备及应用的关键技术，显著改善苛刻服役条件下关键机械摩擦副零件的使用性能和寿命，对改善我国星际钻探和超深钻探装备关键零件使用性能具有重要意义。研究成果在绿色精密制造、航空航天和微电子学等领域亦有广泛的应用前景。研究过程中提出的新型制备技术和研究方法对材料设计、材料制备和摩擦学等领域的基础研究具有重要的借鉴价值。

二、应用范围

制造业

三、推广转化方式

技术依托单位：中国地质大学（北京）

联系人：科技处

通讯地址：北京市海淀区学院路 29 号

邮政编码：10083

联系电话：010-82322346

新疆特殊景观地区沉积物标准物质研制

一、内容概述

2002 年由中国地质调查局下达,新疆地质调查院承担的《新疆特殊景观地区沉积物标准物质研制》的技术方法研究项目,任务书编号:科[2002]011-06,项目编号:200220190012,由新疆矿产实验研究所具体实施。该项目是在样品的采集已经完成、标准基物的制备过程中,根据样品采集的地质背景特点提出项目研究申请的。样品的采集以及补采工作由新疆地质调查院地调五所在 2001 年 6 月 28 日完成。样品的制备和均匀性检验由廊坊物化探研究所和廊坊物化探研究所测试中心在 2002 年 4 月完成。2004 年 12 月 31 日由新疆矿产实验研究所提交了该项目的研究报告。该项目制备 8 个新疆特殊景观地区沉积物一级标准物质(6 个水系沉积物、2 个土壤),共计 70 种元素或成分进行了定值(个别元素或成分、个别元素或成分的部分样品提供参考值)。该项目首次提供了新疆特殊景观地区沉积物一级标准物质的定值,而且元素涵盖 70 种元素。填补了新疆特殊景观地区的沉积物的标准物质的空白。对我国开展西部地区资源大调查将会产生积极的影响,且适用于干旱荒漠地区地球化学填图对比计划的质量监控。经过考核、确认并应用于本所的分析检测和本次标样定值的分析检测。

二、应用范围及应用实例

新疆特殊景观地区沉积物标准物质共计六个水系沉积物(GSD-35、GSD-36、GSD-37、GSD-38、GSD-39、GSD-40)和两个土壤(GSS-41、GSS-42),在研制完成后用于新疆维吾尔自治区地质矿产勘察开发局各队级实验室的质量考核和 1:5 万化探样品测试的监控样。在全局多个实验室密检考核结果应用中,通过准确度 $\Delta\log C$ 参数的判别,其推荐值稳定可靠。

三、推广转化方式

2008 年该项目成果报告由全国标准物质委员会进行审定,研制的 8 个标准物质由国家技术监督总局批准为国家一级标准物质在全国发行。国家标准物质定级证书号为[2008]标准物质证字第 0920 号;2009 年通过自治区科技成果鉴定,成果登记号:(2009)新科鉴字第 0102 号。该项目获得了新疆地矿局优秀成果二等奖。

技术依托单位:新疆维吾尔自治区地质矿产实验研究所

联系人:蔡雪玫

通讯地址:新疆维吾尔自治区乌鲁木齐市克拉玛依西路 2 号

邮政编码:830000

联系电话:0991-4856470