

HJ

中华人民共和国国家环境保护标准

HJ 538—2009

固定污染源废气 铅的测定 火焰原子吸收分光光度法（暂行）

Stationary source emission-Determination of lead-
Flame atomic absorption spectrometry

本电子版为发布稿。请以中国环境科学出版社出版的正式标准文本为准。

2009-12-30发布

2010-04-01实施

环 境 保 护 部 发 布

目 次

前 言.....	II
1 适用范围.....	1
2 规范性引用文件.....	1
3 方法原理.....	1
4 干扰和消除.....	1
5 试剂和材料.....	1
6 仪器和设备.....	2
7 样品.....	2
8 分析步骤.....	3
9 结果计算.....	3
10 质量保证和质量控制.....	4

前 言

为贯彻《中华人民共和国环境保护法》和《中华人民共和国大气污染防治法》，保护环境，保障人体健康，规范固定污染源废气中铅的监测方法，制定本标准。

本标准规定了测定固定污染源废气中铅的火焰原子吸收分光光度法。

本标准由环境保护部科技标准司组织制订。

本标准起草单位：北京市环境保护监测中心。

本标准环境保护部 2009 年 12 月 30 日批准。

本标准自 2010 年 4 月 1 日起实施。

本标准由环境保护部解释。

固定污染源废气 铅的测定

火焰原子吸收分光光度法（暂行）

1 适用范围

本标准规定了测定固定污染源废气中铅的火焰原子吸收分光光度法。

本标准适用于固定污染源废气中铅的测定。

方法检出限为 $5\mu\text{g}/50\text{ml}$ 试样溶液，当采样体积为 400L 时，检出限为 $0.013\text{mg}/\text{m}^3$ ，测定下限为 $0.052\text{mg}/\text{m}^3$ 。

2 规范性引用文件

本标准内容引用了下列文件或其中的条款。凡是不注日期的引用文件，其有效版本适用于本标准。

GB/T 16157 固定污染源排气中颗粒物测定与气态污染物采样方法

HJ/T 373 固定污染源监测质量保证与质量控制技术规范（试行）

3 方法原理

用石英纤维滤筒采集废气样品，经消解制备成试样溶液，用原子吸收分光光度计测定试样溶液中铅的浓度。

4 干扰和消除

超过铅 100 倍的 Fe^{3+} 、 Al^{3+} 、 Be^{3+} 、 Cr^{3+} 、 Cd^{2+} 、 Cu^{2+} 、 Zn^{2+} 、 Co^{2+} 、 Hg^{2+} 、 Sn^{2+} 、 Mn^{2+} 、 Mg^{2+} 、 Ag^+ 等离子不干扰测定， SiO_3^{2-} 稍有干扰。 Na^+ 、 K^+ 、 Ca^{2+} 稍有增感作用，当浓度高时，可采用稀释的方法消除干扰。

5 试剂和材料

除非另有说明，分析时均使用符合国家标准分析纯试剂；实验用水，GB/T 6682，二级。

5.1 硝酸： $\rho(\text{HNO}_3)=1.42\text{ g/ml}$ ，优级纯。

5.2 高氯酸： $\rho(\text{HClO}_4)=1.67\text{g/ml}$ ，优级纯。

5.3 过氧化氢： $\omega(\text{H}_2\text{O}_2)=30\%$ ，优级纯。

5.4 硝酸溶液： $\varphi(\text{HNO}_3)=1\%$ 。

用硝酸(5.1)配制。

5.5 硝酸溶液：1+1。

用硝酸(5.1)配制。

5.6 铅标准贮备液： $\rho(\text{Pb})=1.00\text{mg/ml}$ 。

称取 0.5000g 金属铅(99.99%)于 100ml 烧杯中，用(1+1)硝酸溶液(5.5)15ml 溶解，冷却后，移入 500ml 容量瓶中，用水稀释至标线。

铅标准贮备液也可使用市售有证标准溶液。

5.7 铅标准使用液： $\rho(\text{Pb})=100\mu\text{g/ml}$ 。

将铅标准贮备液(5.6) 用 1% HNO_3 (5.4)稀释为每毫升含 100 μg 铅的标准使用液。

5.8 乙炔：纯度不低于 99.6%。

6 仪器和设备

除非另有说明，分析时均使用符合国家标准的 A 级玻璃仪器。

6.1 烟尘采样器：流量范围(5~50)L/min。

6.2 石英纤维滤筒。

注：如滤筒空白值较高，使用前可先用热(1+1)硝酸溶液(5.5)浸泡约 3h(不能煮沸，以免破坏滤筒)。从酸中取出后，在水中浸泡 10 min，取出用水淋洗至近中性，烘干后即可使用。

6.3 原子吸收分光光度计。

6.4 电热板。

7 样品

7.1 样品的采集

按照《固定污染源排气中颗粒物测定与气态污染物采样方法》(GB/T 16157)进行样品采集。当温度低于 400℃时在管道内等速采样。当温度高于 400℃时，铅呈气态存在，应将废气导出管道外，使温度降至 400℃以下，以 20L/min 流量恒流采样（10~30）min。

7.2 样品的保存

滤筒样品采集后将封口向内折叠，竖直放回原采样盒中，放入干燥器中保存。

7.3 试样的制备

将滤筒剪成小块，放入 250ml 锥形瓶中，加入(1+1)硝酸溶液(5.5)50ml 和 30%过氧化氢(5.3)15ml 浸没样品滤筒，瓶口插入一小漏斗，于电热板上加热至微沸，保持微沸 2h。冷却后小心滴加 30%过氧化氢(5.3)5ml，必要时可补加少量水，再在电热板加热至微沸，保持微沸 1h。冷却后过滤，滤液滤入烧杯中，用水洗涤锥形瓶、滤渣三次以上，洗涤液与滤液合并。将装有滤液的烧杯放在电热板上，将滤液蒸至近干（蒸干温度不宜太高，以免崩溅），再加入(1+1)硝酸溶液(5.5)2ml，加热使残渣溶解，冷却后将溶液转移至 50ml 容量瓶中，用水稀释至标线。

7.4 空白试样的制备

取同批号空白滤筒两个，和样品同时处理操作，制备成空白试样。

8 分析步骤

8.1 原子吸收分光光度计工作条件

仪器参数可参照说明书进行选择，以下所列条件和参数供参考。

波长：283.3nm；狭缝宽度：0.8nm；灯电流：5mA；火焰类型：空气-乙炔；气体流量：乙炔 2.1L/min，空气 8.0L/min；燃烧器高度：10.0 cm。

8.2 标准曲线的绘制

8.2.1 标准溶液的配制

取 7 个 50ml 容量瓶，按表 1 配制铅标准系列。用 1%硝酸溶液(5.4)稀释至标线，摇匀。

表 1 铅标准系列

瓶号	0	1	2	3	4	5	6
铅标准使用液(ml)	0	0.50	1.00	2.00	3.00	4.00	5.00
铅浓度(μg/ml)	0.00	1.00	2.00	4.00	6.00	8.00	10.0

8.2.2 绘制标准曲线

按选定的仪器工作条件，测定铅标准系列的吸光度，并计算标准曲线的线性回归方程。

8.3 试料的制备

取适量试样溶液于 50ml 容量瓶中，用 1%硝酸溶液(5.4)稀释至标线。同法制备空白试料。

8.4 试料的测定

按标准曲线绘制的仪器工作条件，测定试料和空白试料的吸光度。

9 结果计算

根据所测定的吸光度值，由线性回归方程计算出试料和空白试料中铅的浓度，并由式(1)计算固定污染源废气中的铅浓度(mg/m³)。

$$\rho(\text{Pb}) = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \times 50}{V_{nd}} \times \frac{V_t}{V_a} \quad (1)$$

式中： $\rho(\text{Pb})$ ——固定污染源废气中的铅浓度(mg/m³)；

ρ_1 ——试料溶液中铅浓度，μg/ml；

ρ_0 ——空白试料中铅浓度的平均值，μg/ml；

50——试料溶液体积，ml；

V_t ——试样溶液总体积，ml；

V_a ——测定时所取试样溶液体积，ml；

V_{nd} ——标准状态(101.325kPa，273K)下干气的采样体积，L。

10 质量保证和质量控制

按《固定污染源监测质量保证与质量控制技术规范（试行）》（HJ/T 373）相关规定执行。
