



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

2009-12-30 发布

2010-04-01 实施

环 境 保 护 部 发 布

中华人民共和国环境保护部

公 告

2009 年 第 74 号

为贯彻《中华人民共和国环境保护法》，保护环境，保障人体健康，现批准《固定污染源废气 铅的测定 火焰原子吸收分光光度法（暂行）》等十四项标准为国家环境保护标准，并予发布。

标准名称、编号如下：

- 一、固定污染源废气 铅的测定 火焰原子吸收分光光度法（暂行）（HJ 538—2009）；
- 二、环境空气 铅的测定 石墨炉原子吸收分光光度法（暂行）（HJ 539—2009）；
- 三、环境空气和废气 砷的测定 二乙基二硫代氨基甲酸银分光光度法（暂行）（HJ 540—2009）；
- 四、黄磷生产废气 气态砷的测定 二乙基二硫代氨基甲酸银分光光度法（暂行）（HJ 541—2009）；
- 五、环境空气 汞的测定 巯基棉富集-冷原子荧光分光光度法（暂行）（HJ 542—2009）；
- 六、固定污染源废气 汞的测定 冷原子吸收分光光度法（暂行）（HJ 543—2009）；
- 七、固定污染源废气 硫酸雾的测定 离子色谱法（暂行）（HJ 544—2009）；
- 八、固定污染源废气 气态总磷的测定 喹钼柠酮容量法（暂行）（HJ 545—2009）；
- 九、环境空气 五氧化二磷的测定 抗坏血酸还原-钼蓝分光光度法（暂行）（HJ 546—2009）；
- 十、固定污染源废气 氯气的测定 碘量法（暂行）（HJ 547—2009）；
- 十一、固定污染源废气 氯化氢的测定 硝酸银容量法（暂行）（HJ 548—2009）；
- 十二、环境空气和废气 氯化氢的测定 离子色谱法（暂行）（HJ 549—2009）；
- 十三、水质 总钴的测定 5-氯-2-(吡啶偶氮)-1,3-二氨基苯分光光度法（暂行）（HJ 550—2009）；
- 十四、水质 二氧化氯的测定 碘量法（暂行）（HJ 551—2009）。

以上标准自 2010 年 4 月 1 日起实施，由中国环境科学出版社出版，标准内容可在环境保护部网站（bz.mep.gov.cn）查询。

特此公告。

2009 年 12 月 30 日

目 次

前 言	iv
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.....	2
9 结果计算.....	3
10 质量保证和质量控制.....	3

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 400 L 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）

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

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和分析纯试剂；实验用水，GB/T 6682，二级。

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

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

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

5.4 硝酸溶液： $\phi(\text{HNO}_3)=1\%$ 。

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： $\rho(\text{Pb})=1.00 \text{ mg}/\text{ml}$ 。

称取 0.5000 g 金属铅（99.99%）于 100 ml 烧杯中，用（1+1）硝酸溶液（5.5） 15 ml 溶解，冷却后，移入 500 ml 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： $\rho(\text{Pb})=100 \mu\text{g}/\text{ml}$ 。

将铅标准贮备液（5.6）用 $1\% \text{ HNO}_3$ （5.4）稀释为每毫升含 $100 \mu\text{g}$ 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 3 h (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 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 20 L/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 250 ml 锥形瓶中，加入 (1+1) 硝酸溶液 (5.5) 50 ml 和 30%过氧化氢 (5.3) 15 ml 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 2 h。冷却后小心滴加 30%过氧化氢 (5.3) 5 ml，必要时可补加少量水，再在电热板上加热至微沸，保持微沸 1 h。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) 2 ml，加热使残渣溶解，冷却后将溶液转移至 50 ml 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：283.3 nm；狭缝宽度：0.8 nm；灯电流：5 mA；火焰类型：空气-乙炔；气体流量：乙炔 2.1 L/min，空气 8.0 L/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 50 ml 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/($\mu\text{g/ml}$)	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 50 ml 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质量浓度。

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

式中： $\rho(\text{Pb})$ ——固定污染源废气中的铅质量浓度， mg/m^3 ；

ρ_1 ——试料溶液中铅质量浓度， $\mu\text{g}/\text{ml}$ ；

ρ_0 ——空白试料中铅质量浓度的平均值， $\mu\text{g}/\text{ml}$ ；

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（101.325 kPa，273 K）下干气的采样体积，L。

10 质量保证和质量控制

按 HJ/T 373 的相关规定执行。

中华人民共和国国家环境保护标准
固定污染源废气 铅的测定
火焰原子吸收分光光度法（暂行）

HJ 538—2009

*

中国环境科学出版社出版发行
(100062 北京崇文区广渠门内大街16号)

网址: <http://www.cesp.com.cn>

电话: 010-67112738

北京市联华印刷厂印刷

版权所有 违者必究

*

2010年3月第1版 开本 880×1230 1/16

2010年3月第1次印刷 印张 0.75

字数 30千字

统一书号: 135111·067