

HJ

中华人民共和国环境保护行业标准

HJ/T 64.1—2001

大气固定污染源 镉的测定 火焰原子吸收分光光度法

Stationary Source Emission—Determination of cadmium—
Flame atomic absorption spectrophotometric method

2001-07-27 发布

2001-11-01 实施

国家环境保护总局 发布

前 言

为配合 GB 16297—1996《大气污染物排放标准》的贯彻实施，规范大气固定污染源中镉的测定方法，特制定本标准。

本标准规定了大气固定污染源中镉的样品采集和样品保存方法，镉的火焰原子吸收分光光度法的分析步骤等。

本标准经文献调研，方法研究和方法验证等过程，并在全中国范围内征求意见后制定。

本标准由国家环境保护总局科技标准司提出。

本标准由中国环境监测总站负责起草。

本标准由国家环境保护总局解释。

大气固定污染源 镉的测定 火焰原子吸收分光光度法

1 范围

1.1 适用范围

本标准适用于大气固定污染源有组织和无组织排放中镉及其化合物的测定。

1.2 方法检出限

当采集 10 m³ 气体的滤膜制备成 10 ml 样品时, 最低检出限为 3×10^{-6} mg/m³, 测定范围 0.05 ~ 1.0×10^{-3} mg/m³。

1.3 干扰

当钙的浓度高于 1 000 mg/L 时, 抑制镉的吸收。

2 引用标准

下列标准所包含的条文, 通过在本标准中引用而构成本标准的正式条文。本标准出版时, 所示版本均为有效。所有标准都会被修订, 使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 15432—1995 环境空气 总悬浮颗粒物测定 重量法

GB/T 16157—1996 固定污染源排气中颗粒物的测定与气态污染物采样方法

GB 16297—1996 大气污染物综合排放标准

3 定义

本标准中大气固定污染源中的镉, 系指经滤筒或滤膜采集的颗粒物中能被硝酸-高氯酸体系浸出的镉及其化合物。

4 原理

将经硝酸-高氯酸消解后的试样溶液喷入空气-乙炔贫燃火焰中, 于 228.8 nm 处测定吸光值, 根据特征谱线的光强度, 可确定样品溶液中镉的浓度。

5 试剂

本标准所用试剂除非另有说明, 均使用符合国家标准和分析纯试剂和去离子水或同等纯度的水。

5.1 硝酸 (HNO₃), $\rho=1.42$ g/ml, 优级纯;

5.2 硝酸溶液, 1+1

用硝酸 (5.1) 配制;

5.3 硝酸溶液, 1+99

用硝酸 (5.1) 配制;

5.4 高氯酸 (HClO₄), $\rho=1.67$ g/ml, 优级纯;

5.5 镉标准贮备液 (Cd), 0.100 mg/ml

准确称取光谱纯 (或含量不低于 99.99%) 的镉 0.100 0 g, 用适量硝酸溶液 (5.2) 溶解, 必要时加热至溶解完全, 用去离子水稀释定容至 1 000 ml, 混匀。

5.6 镉标准使用液 (Cd), 10.0 μ g/ml

临用时, 用硝酸溶液 (5.3) 逐级稀释镉贮备液 (5.5) 而成。

6 仪器

一般实验室仪器和：

- 6.1 原子吸收分光光度计及相应的辅助设备。
- 6.2 总悬浮颗粒物采样器。
- 6.3 烟尘采样器。
- 6.4 玻璃纤维滤筒。
- 6.5 过氯乙烯滤膜。

7 样品采集和保存

7.1 样品的采集

7.1.1 有组织排气：采样点数目、采样点位设置及采样方法，按 GB/T 16157—1996 中第 4、8 章有关规定执行；采样频次和时间，按 GB 16297—1996 中第 8 章有关规定执行。采用玻璃纤维滤筒（6.4）采集排气中的颗粒物。详细记录采样条件。

7.1.2 无组织排气：采样点数目、采样点位设置和采样时间按 GB 16297—1996 中附录 C 中有关规定执行。采样方法参照 GB/T 15432—1995 第 5 章中有关规定执行，采用过氯乙烯滤膜（6.5）采集样品。滤膜安装时，将“毛”面朝上。详细记录采样条件。

7.2 样品的保存

采集后的样品放置在样品袋中，于干燥洁净的干燥器中保存。

8 分析步骤

8.1 试样溶液的制备

8.1.1 玻璃纤维滤筒：将试样滤筒剪碎（切勿使尘粒抖落），置于锥形瓶中，加入 30 ml 硝酸（5.1），5 ml 高氯酸（5.4），瓶口插入一个小漏斗，于电热板上加热至微沸，保持微沸 2 h。稍冷，再加入 10 ml 硝酸（5.1），继续加热微沸至近干。如果样品消解不完全，可加入少量硝酸（5.1）继续加热至样品颜色变浅。冷却，加入少量水，用定量滤纸过滤，用水洗涤锥形瓶、滤渣数次，合并洗涤液和滤液，加热浓缩至 5 ml 左右，转移到 25 ml 容量瓶中，用水稀释至标线，即为试样溶液。

8.1.2 过氯乙烯滤膜：取试样滤膜置于锥形瓶中，加入 10 ml 硝酸（5.1），放置过夜。其后消解方法与 8.1.1 同，但酸量减半。

8.2 空白试验溶液的制备

取同批号空白滤筒或滤膜至少两个以上，按 8.1.1 或 8.1.2 条操作，制备成空白试验溶液。

8.3 校准曲线的绘制

取 7 个 25 ml 容量瓶，分别加入镉标准使用液（5.6）0.00、0.25、0.50、1.00、1.50、2.00、2.50 ml，然后用硝酸溶液（5.3）稀释至标线，配制成工作标准溶液，该标准溶液含镉分别为 0.00、0.10、0.20、0.40、0.60、0.80、1.00 mg/L。

按仪器说明书的操作步骤调试仪器并选择仪器参数，测定工作标准溶液的吸光度值，以吸光度值对镉浓度（mg/L）绘制校准曲线，并算出校准曲线的回归直线方程。

8.4 试样溶液的测定

按校准曲线绘制时的仪器工作条件，吸入硝酸溶液（5.3），将仪器调零，分别吸入空白溶液（8.2）和试样溶液（8.1），记录吸光度值。

9 计算和结果表示

9.1 排放浓度

根据所测的吸光度值，在校准曲线上查出或由回归方程算出试样溶液（8.1）和空白溶液（8.2）的

浓度，并由下式计算固定污染源排放中镉的含量， mg/m^3 。

9.2.1 有组织排放：

$$c(\text{Cd}, \text{mg}/\text{m}^3) = \frac{25 \cdot (a-b)}{V_{\text{nd}} \times 1\,000}$$

式中： c ——镉及其氧化物（换算成镉）浓度， mg/m^3 ；

a ——试样溶液中镉的浓度， $\mu\text{g}/\text{ml}$ ；

b ——空白滤筒溶液中镉的浓度， $\mu\text{g}/\text{ml}$ ；

V ——试样溶液体积， ml ；

V_{nd} ——换算成标准状态下（ 0°C 、 $101\,325\text{ Pa}$ ）干气的采样体积， m^3 。

9.2.2 无组织排放：

$$c(\text{Cd}, \text{mg}/\text{m}^3) = \frac{25 \cdot (a-b)}{V_{\text{nd}} \cdot 1\,000} \times \frac{S_{\text{t}}}{S_{\text{a}}}$$

式中： c ——镉及其氧化物（换算成镉）浓度， mg/m^3 ；

a ——试样溶液中镉的浓度， $\mu\text{g}/\text{ml}$ ；

b ——空白滤膜溶液中镉的浓度， $\mu\text{g}/\text{ml}$ ；

25——试样溶液体积， ml ；

V_{nd} ——换算成标准状态下（ 0°C 、 $101\,325\text{ Pa}$ ）干气的采样体积， m^3 ；

S_{t} ——试样滤膜总面积， cm^2 ；

S_{a} ——测定时所取滤膜面积， cm^2 。

9.2 排放速率

排放速率按 GB 16297—1996 中有关规定计算。

10 精密度与准确度

10.1 精密度

四个实验室火焰法测定水系沉积标准参考物（经多个实验室多次测定得平均值 $3.88\text{ mg}/\text{kg}$ ）为统一试样。重复性相对标准偏差为 6.38% ，再现性相对标准偏差为 16.7% 。

10.2 准确度

四个实验室火焰法测定水系沉积标准参考物（经多个实验室多次测定得平均值 $3.88\text{ mg}/\text{kg}$ ）为统一试样。相对误差为 5.0% 。

中华人民共和国环境保护
行 业 标 准
大气固定污染源 镉的测定
火焰原子吸收分光光度法

HJ/T 64.1—2001

*

中国环境科学出版社出版发行
(100036 北京海淀区普惠南里 14 号)
北京市燕山印刷厂印刷
版权专有 不得翻印

*

2001 年 10 月第 一 版 开本 880×1230 1/16
2001 年 10 月第一次印刷 印张 1/2
印数 1—3 000 字数 11 千字

统一书号: 1380163·017

定价: 6.00 元