



中华人民共和国国家环境保护标准

HJ 539—2009

环境空气 铅的测定 石墨炉原子吸收分光光度法（暂行）

**Ambient air—Determination of lead
—Graphite furnace 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 试剂和材料..... | 1 |
| 5 仪器和设备..... | 2 |
| 6 样品..... | 2 |
| 7 分析步骤..... | 2 |
| 8 结果计算..... | 3 |
| 9 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，规范环境空气中铅的监测方法，制定本标准。

本标准规定了测定环境空气中铅的石墨炉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。

环境空气 铅的测定 石墨炉原子吸收分光光度法（暂行）

1 适用范围

本标准规定了测定环境空气中铅的石墨炉原子吸收分光光度法。

本标准适用于环境空气中铅的测定。

方法检出限为 0.05 $\mu\text{g}/50\text{ ml}$ 试样溶液，当采样体积为 10 m^3 时，检出限为 0.005 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ，测定下限为 0.020 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ 。

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 15432 环境空气 总悬浮颗粒物的测定 重量法

HJ/T 194 环境空气质量手工监测技术规范

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 方法原理

用乙酸纤维或过氯乙烯等滤膜采集环境空气中的颗粒物样品，经消解后制备成试样溶液，用石墨炉原子吸收分光光度计测定试样溶液中铅的浓度。

4 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。

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

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

4.3 氢氟酸： $w(\text{HF})=40\%$ ，优级纯。

4.4 硝酸溶液：1+9。

用硝酸（4.1）配制。

4.5 硝酸溶液：1+1。

用硝酸（4.1）配制。

4.6 硝酸溶液： $\rho(\text{HNO}_3)=1\%$ 。

用硝酸（4.1）配制。

4.7 硝酸-过氧化氢混合液：1+1。

用硝酸（4.1）和 30%过氧化氢（4.2）配制。

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

称取 21.599 g $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ （110℃烘干 2 h）溶于水中，用（1+9）硝酸溶液（4.4）定容至 1 000 ml。铅标准贮备液也可使用市售有证标准溶液。

4.9 铅标准使用液： $\rho(\text{Pb})=0.5\text{ }\mu\text{g/ml}$ 。

将铅标准贮备液（4.8）用 1% HNO_3 （4.6）逐级稀释后，配制成含铅 0.5 $\mu\text{g/ml}$ 的标准使用溶液。

4.10 氩气：纯度不低于 99.9%。

5 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。

- 5.1 中流量采样器：流量范围 80~130 L/min。
- 5.2 乙酸纤维或过氯乙烯滤膜等滤膜：0.45 μm。要求滤膜空白含铅量低，且空白值稳定。
- 5.3 石墨炉原子吸收分光光度计。
- 5.4 电热板。
- 5.5 聚四氟乙烯烧杯。

6 样品

6.1 样品的采集

按 GB/T 15432 步骤进行样品采集，用中流量采样器以 100 L/min 流量，采集滤膜样品 10 m³，当铅浓度过低，可适当增加采样体积，采样时应详细记录采样条件。

6.2 样品的保存

滤膜样品采集后对折放入干净纸袋或膜盒中，放入干燥器中保存。

6.3 试样的制备

取适量样品滤膜剪成小块，置于聚四氟乙烯烧杯中，加入 (1+1) 硝酸-过氧化氢混合液 (4.7) 10 ml 浸泡 2 h 以上，加热至微沸 (勿使其崩溅)，保持 10 min，冷却。滴加 40% 氢氟酸 (4.3) 2 ml，加热蒸至近干，使氢氟酸挥发殆尽，冷却。加 (1+9) 硝酸溶液 (4.4) 5 ml，加热使残渣溶解，冷却。将溶液转移至 50 ml 容量瓶中，再用水稀释至标线。

注：在样品预处理过程中，用硝酸-过氧化氢混合液 (4.7) 加热后，若滤膜消解完全，可不加氢氟酸，若使用石英纤维滤膜，也不加氢氟酸。

6.4 空白试样的制备

取同批号等面积滤膜两个，和样品同时处理操作，制备成空白试样。

7 分析步骤

7.1 石墨炉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，表 1 所列条件和参数供参考。

表 1 石墨炉原子吸收分光光度法工作条件

| | | |
|----------|----------------------------|------|
| 波长 | 283.3 nm | |
| 灯电流 | 8 mA | |
| 狭缝 | 0.7 nm | |
| 干燥温度与时间 | 90℃, 15 s; 120℃, 15 s。两级干燥 | |
| 灰化温度与时间 | 700℃ | 20 s |
| 原子化温度与时间 | 1 900℃ | 5 s |
| 清洗温度与时间 | 2 600℃ | 5 s |

7.2 标准曲线的绘制

7.2.1 标准系列的配制

取 7 支 50 ml 容量瓶，按表 2 配制铅标准系列。用 1% 硝酸溶液 (4.7) 稀释至标线，摇匀。

表 2 铅标准系列

| 瓶 号 | 0 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 |
|---------------------------|-----|------|------|------|------|------|
| 铅标准使用液/ml | 0 | 1.00 | 2.00 | 3.00 | 4.00 | 5.00 |
| 铅质量浓度/($\mu\text{g/L}$) | 0.0 | 10.0 | 20.0 | 30.0 | 40.0 | 50.0 |

7.2.2 绘制标准曲线

向石墨管中移入 20 μl 标准工作溶液，按照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。

注：当样品的背景很高，可考虑加 0.2 mg 磷酸二氢铵 ($\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$) 作为基体改进剂，适当提高灰化温度，消除基体干扰。

7.3 试样测定

按标准曲线绘制时的仪器工作条件和操作步骤，分别测定试样 (6.3) 和空白试样 (6.4) 的吸光度。

8 结果计算

根据所测的吸光度值，由线性回归方程计算出试样和空白试样中铅的质量浓度，并由式 (1) 计算环境空气中铅的质量浓度 ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)。

$$\rho(\text{Pb}) = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \times 50}{V_{\text{nd}} \times 1000} \times \frac{S_t}{S_a} \quad (1)$$

式中： $\rho(\text{Pb})$ ——环境空气中铅的质量浓度， $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ；

ρ_1 ——试样中铅的质量浓度， $\mu\text{g/L}$ ；

ρ_0 ——空白试样中铅质量浓度的平均值， $\mu\text{g/L}$ ；

50——试样溶液体积，ml；

S_t ——样品滤膜总面积， cm^2 ；

S_a ——测定时所取样品滤膜面积， cm^2 ；

V_{nd} ——标准状态 (101.325 kPa, 273 K) 下的采样体积， m^3 。

9 质量保证和质量控制

9.1 质量保证和质量控制按 HJ/T 194 的相关规定执行。

9.2 全部器皿在使用前要用 (1+9) 硝酸溶液浸泡过夜或用 (1+1) 硝酸溶液浸泡 40 min，以除去器壁上吸附的铅。

中华人民共和国国家环境保护标准
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

*

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: 135111·066

定价: 12.00 元