

HJ

中华人民共和国环境保护行业标准

HJ/T 63.1—2001

大气固定污染源 镍的测定
火焰原子吸收分光光度法

Stationary source emission—Determination of nickel—
Flame absorption spectrophotometric method

2001-07-27 发布

2001-11-01 实施

国家环境保护总局 发布

HJ/T 63.1—2001

前 言

本标准是 GB 16297—1996《大气污染物综合排放标准》配套标准分析方法之一。

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 镍的测定 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镍及其化合物的测定。

1.2 测定范围

当采样体积为 10 m^3 时,将滤膜制备成 10 ml 样品进行测定,检出限为 $3\times 10^{-5}\text{ mg/m}^3$,测定范围 $10\sim 500\text{ }\mu\text{g/m}^3$ 。

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 16297—1996 大气污染物综合排放标准

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

GB T 15432—1995 环境空气 总悬浮颗粒物的测定 重量法

3 定义

本标准中大气固定污染源中的镍及其化合物:系指经滤筒或滤膜采集的颗粒物中能被硝酸-高氯酸浸出的镍及化合物。

4 原理

用玻璃纤维滤筒和过氯乙烯滤膜采集的样品,经硝酸-高氯酸溶液加热浸取制备成样品溶液。根据特征谱线强度,确定样品溶液中镍的浓度。

5 试剂

本标准中除另有说明外,均使用符合国家标准分析纯试剂和去离子蒸馏水或同等纯度的水。

5.1 硝酸 (HNO_3): $\rho=1.42\text{ g/ml}$,优级纯。

5.2 硝酸溶液,1% (V/V)

用硝酸 (5.1) 配制。

5.3 硝酸溶液,1+1

用硝酸 (5.1) 配制。

5.4 高氯酸 (HClO_4), $\rho=1.67\text{ g/ml}$,优级纯。

5.5 镍标准储备液, 100.0 g/ml

称取 1.000 g 镍 (含量不低于 99.99%) 于烧杯中,加入硝酸 (5.3) 10 ml ,加热,直至溶解完全,然后用水稀释定容至 1000 ml ,混匀。

5.6 镍标准溶液, 0.100 g/L

移取 10.00 ml 镍标准储备液 (5.5) 至 100 ml 容量瓶中,用硝酸溶液 (5.2) 稀释至刻度,混匀。

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 总悬浮颗粒采样器。按 GB/T 15432—1995 执行。
- 6.3 烟尘采样器。按 GB/T 15432—1995 执行。
- 6.4 玻璃纤维滤筒和过氯乙烯滤膜。

7 样品的采集和保存

7.1 样品的采集

7.1.1 无组织排放

采样时间及采样监控点位置的确定，按照 GB 16297—1996《大气污染物综合排放标准》附录 C 规定进行。操作步骤按 GB/T 15432—1995《环境空气 总悬浮颗粒物的测定 重量法》进行采样。

7.1.2 有组织排放

采样点数目、采样点位设置及操作步骤，按 GB/T 16157—1996《固定污染源排气中颗粒物的测定和大气污染物采样方法》有关规定进行。采样频次和时间，按 GB 16297—1996《大气污染物综合排放标准》有关规定进行。

7.2 样品的保存

采样结束后，将滤筒或滤膜取出，编号后，放入干燥洁净的器皿中。并按采样要求，做好记录。

8 分析步骤

8.1 校准曲线的绘制

取 6 个 100 ml 容量瓶，分别加入镍标准溶液（5.6）0、0.5、1.0、2.0、4.0、8.0、10.0 ml，然后用硝酸溶液（5.2）稀释至刻度。

根据选定的原子吸收分光光度计工作条件，测定溶液的吸光度。以吸光度对镍浓度（mg/L），绘制标准曲线，并算出校准曲线的回归直线方程。

仪器参数可参照仪器说明书进行选择。以下条件仅供参考：

波长：232.0 nm 光谱通带：0.09 nm 灯电流：10 mA
火焰类型：贫燃型 火焰高度：7.5 mm
乙炔流量：2.2L/min 空气流量：9.5L/min

8.2 样品的测定

滤筒样品：将滤筒剪碎，置于 150 ml 锥形瓶中，用少量水润湿，加 30 ml 硝酸（5.1）和 5 ml 高氯酸（5.4）（以酸液浸过样品为宜，不足加入硝酸），瓶口插入一短颈玻璃漏斗，在电热板上加热至沸腾，蒸至近干时取下冷却。再加 10 ml 硝酸（5.1），继续加热至近干（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）。稍冷，加少量水过滤，每次转移洗涤液时应用玻璃棒将絮状纤维挤压干净，浓缩滤液至近干。冷却后，转移到 25 ml 容量瓶中，再用水稀释至刻度，此溶液即为试样溶液。

滤膜样品：将滤膜剪碎，置于 100 ml 锥形瓶中，加 10 ml 硝酸（5.1）浸泡过夜。再加 2 ml 高氯酸（5.4），瓶口插入一短颈玻璃漏斗，其他步骤同滤筒的处理方法，所用酸量均减半。

注：对于过氯乙烯滤膜，建议加硝酸（5.1）后过夜，以免有机物过多加入高氯酸（5.4）后发生爆炸。

8.3 空白溶液的制备

取同批号空白滤膜或滤筒（每种至少两个），按 8.2 的操作步骤，制备空白溶液。

8.4 样品溶液的测定

按校准曲线绘制时的仪器工作条件，注入硝酸溶液（5.2），将仪器调零，分别注入空白溶液

(8.3) 和样品溶液 (8.2), 记录吸光度值。

9 计算和结果表示

9.1 浓度的计算

根据所测的吸光度值, 在校准曲线上查出或由回归方程计算出样品溶液 (8.2) 和空白溶液 (8.3) 中镍的浓度, 并由下式计算大气污染源中镍的含量, mg/m^3 。

$$\text{滤膜: } c(\text{Ni}, \text{mg}/\text{m}^3) = \frac{V(a-b)}{V_{\text{nd}} \cdot 10^6} \times \frac{S_1}{S_a}$$

$$\text{滤筒: } c(\text{Ni}, \text{mg}/\text{m}^3) = \frac{V(a-b)}{V_{\text{nd}} \cdot 10^6}$$

式中: c ——镍及其化合物 (换算成镍) 浓度, mg/m^3 ;

a ——样品溶液中镍浓度, $\mu\text{g}/\text{ml}$;

b ——空白溶液中镍浓度, $\mu\text{g}/\text{ml}$;

V ——样品溶液体积, ml ;

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

S_1 ——滤膜总面积, cm^2 ;

S_a ——测定时所取滤膜面积, cm^2 。

其中:

$$V_{\text{nd}} = V_t \cdot \frac{273}{273+t} \times \frac{P}{101.3}$$

式中: V_t ——采样体积, m^3 ;

t ——采样时的环境温度, $^\circ\text{C}$;

P ——采样时的大气压力, kPa 。

9.2 排放速率的计算

根据 GB 16297—1996《大气污染物综合排放标准》的有关条款确定排放速率。

10 精密度和准确度

四个实验室火焰法测定含 $53\text{ mg}/\text{kg}$ 和 $276\text{ mg}/\text{kg}$ 镍的标准参考物。

10.1 精密度

精密度分别为 4.0% 和 3.4% 。

10.1.1 重复性

重复性相对标准偏差分别为 5.4% 和 3.9% 。

10.1.2 再现性

再现性相对标准偏差分别为 14.9% 和 5.4% 。

10.2 准确度

相对误差分别为 5.1% 和 5.5% 。