

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

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 and 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象污染物采样方法

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 $1\text{ }000\text{ ml}$ ，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 气态污染物采样方法》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：2.2 L/min 空气流量：9.5 L/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 。

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

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

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_{t} ——滤膜总面积, cm^2 ;

S_{a} ——测定时所取滤膜面积, cm^2 。

其中:

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

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% 。