



中华人民共和国国家环境保护标准

HJ 546—2009

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）

**Ambient air—Determination of phosphorus pentoxide
—Molybdenum blue ascorbic acid to deoxidize spectrophotometric method**

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 仪器设备..... 2

7 样品..... 2

8 分析步骤..... 3

9 结果计算..... 3

10 质量保证和质量控制..... 3

前 言

为了贯彻《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，规范空气中五氧化二磷的测定方法，制定本标准。

本标准规定了测定空气中五氧化二磷的抗坏血酸还原-钼蓝分光光度法。

本标准由环境保护部科技标准司组织制订。

本标准主要起草单位：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 五氧化二磷的测定

抗坏血酸还原-钼蓝分光光度法（暂行）

1 适用范围

本标准规定了测定空气中五氧化二磷的抗坏血酸还原-钼蓝分光光度法。

本标准适用于空气中五氧化二磷的测定。

本标准的检出限为 $0.8 \mu\text{g}/50 \text{ ml}$ ，当采样体积为 5 m^3 时，检出限为 $0.2 \mu\text{g}/\text{m}^3$ ，测定下限为 $0.8 \mu\text{g}/\text{m}^3$ ；当采样体积为 300 L 时，检出限为 $0.003 \text{ mg}/\text{m}^3$ ，测定下限为 $0.012 \text{ mg}/\text{m}^3$ 。

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。

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

用过氯乙烯等滤膜采集空气中五氧化二磷，采样后，加水与五氧化二磷生成正磷酸。在酸性介质中有酒石酸锑钾存在下，正磷酸与钼酸铵反应生成磷钼杂多酸，用抗坏血酸还原为蓝色的络合物，于 700 nm 波长处测定吸光度，即可计算出空气中五氧化二磷的含量。

4 干扰和消除

当五价砷大于 $5 \mu\text{g}/\text{ml}$ 、四价硅大于 $8 \mu\text{g}/\text{ml}$ 、六价铬大于 $16 \mu\text{g}/\text{ml}$ 时对本法测定有干扰，加入亚硫酸钠和硫代硫酸钠溶液可消除干扰。

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。水，GB/T 6682，三级。

5.1 硫酸： $\rho(\text{H}_2\text{SO}_4)=1.84 \text{ g}/\text{ml}$ ，优级纯。

5.2 磷酸二氢钾： $\rho(\text{KH}_2\text{PO}_4)=2.34 \text{ g}/\text{ml}$ ，基准试剂。

5.3 硫酸溶液： $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)=5 \text{ mol}/\text{L}$ 。

量取 140 ml 硫酸（5.1），边搅拌边缓缓注入盛有 500 ml 水的烧杯中，冷却后，用水稀释至 1000 ml ，混匀。

5.4 钼酸铵溶液： $\rho[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}]=40 \text{ g}/\text{L}$ 。

称取 43.34 g 钼酸铵 $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ ，溶于水，并稀释至 1000 ml ，混匀，贮存于聚乙烯塑料瓶中，于冰箱内保存。

5.5 抗坏血酸溶液： $\rho(\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6)=17 \text{ g}/\text{L}$ 。

称取 2.60 g 抗坏血酸，溶于水，并稀释至 150 ml ，贮存于棕色瓶中。于冰箱内保存，如不变色可长期使用。

5.6 酒石酸锑钾溶液： $\rho[\text{K}(\text{SbO})\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6]=2.70 \text{ g}/\text{L}$ 。

称取 2.74 g 酒石酸锑钾 $[\text{K}(\text{SbO})\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 1/2\text{H}_2\text{O}]$ ，溶于适量水中，用水稀释至 1000 ml ，混匀。

5.7 亚硫酸钠溶液： $\rho(\text{Na}_2\text{SO}_3)=100 \text{ g}/\text{L}$ 。

HJ 546—2009

称取 100 g 亚硫酸钠，溶于水，移入 1 000 ml 容量瓶中，用水稀释至刻线，混匀。

5.8 硫代硫酸钠溶液： $\rho(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=10\text{ g/L}$ 。

称取 15.70 g 硫代硫酸钠 ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)，溶于水，移入 1 000 ml 容量瓶中，用水稀释至刻线，混匀。

5.9 磷酸二氢钾标准贮备液

准确称取 0.191 7 g 于 105~110℃ 电烘箱中干燥至恒重的磷酸二氢钾 (5.2)，溶于水，移入 1 000 ml 容量瓶中，用水稀释至刻线，混匀，此溶液每毫升相当于含 100.0 μg 五氧化二磷。

5.10 磷酸二氢钾标准使用液

临用时，吸取 10.00 ml 磷酸二氢钾标准贮备液 (5.9) 于 100 ml 容量瓶中，用水稀释至刻线，此溶液每毫升相当于含 10.0 μg 五氧化二磷。也可使用有证的标准溶液。

5.11 混合还原剂

临用时，分别取 40 ml 亚硫酸钠溶液 (5.7) 及硫代硫酸钠溶液 (5.8)，与 20 ml 水混合均匀。

5.12 混合显色剂

临用时，将 25 ml 硫酸溶液 (5.3)、7.5 ml 钼酸铵溶液 (5.4) 和 15 ml 抗坏血酸溶液 (5.5) 混合在一起，加入 2.5 ml 酒石酸锑钾溶液 (5.6)，混匀。该显色剂在室温下只能稳定 4 h。

注 1：钼酸铵与抗坏血酸溶液混合后加入，可避免硅钼蓝生成。

注 2：加入酒石酸锑钾可加快室温下的反应速度。

6 仪器设备

除非另有说明，分析时均使用符合国家标准 A 级玻璃量器。

6.1 颗粒物采样器：中流量采样器，80~130 L/min；小流量采样器，10~15 L/min 或 0~30 L/min。

6.2 可见分光光度计：具有 3 cm 比色皿。

6.3 过氯乙烯等滤膜：0.45 μm 。

6.4 烘箱。

7 样品

7.1 样品的采集

7.1.1 使用中流量采样器采样

采样时，将滤膜装在颗粒物采样器的滤膜夹内，以 100 L/min 流量，采样 45~60 min，并记录采样条件。采样后，将滤膜用干净的镊子取出，对叠放在样品盒中带回实验室。

7.1.2 使用小流量采样器采样

采样时，将滤膜装在颗粒物采样器的滤膜夹内，以 15 L/min 流量，采样 10~20 min，并记录采样条件。采样后，将滤膜用干净的镊子取出，对叠放在样品盒中带回实验室。

7.2 样品的保存

样品应于 0~4℃ 干燥保存，1 周内测定。

7.3 试样的制备

用镊子将采样滤膜从样品盒内取出，置于 50 ml 烧杯中，加入 10 ml 水，摇动烧杯使水浸润滤膜，再加入 1.0 ml 硫酸溶液 (5.3)，搅动并浸泡 15 min 以上，用中速定量滤纸过滤样品于 50 ml 容量瓶中，用 20 ml 水分数次洗涤烧杯及滤渣，洗涤液合并于容量瓶中。

7.4 空白试样的制备

取同批号空白滤膜，按步骤 7.3 同时操作，制备成空白试样。

8 分析步骤

8.1 标准曲线的绘制

取 8 支 50 ml 容量瓶，按表 1 配制标准系列。

表 1 五氧化二磷标准系列

瓶 号	0	1	2	3	4	5	6	7
磷酸二氢钾标准使用液（5.10）/ml	0.00	0.10	0.50	0.90	1.30	1.70	2.10	2.50
五氧化二磷含量/μg	0.00	1.00	5.00	9.00	13.0	17.0	21.0	25.0

向容量瓶内分别加入 5 ml 水，1.0 ml 硫酸溶液（5.3）和 2.5 ml 混合还原剂（5.11），混匀，放置 10 min，加水至约 40 ml，加入 8.0 ml 混合显色剂（5.12），加水稀释至刻线，混匀。

室温在 20℃ 以上，显色 25 min；室温低于 20℃ 时，显色 35 min。在波长 700 nm 处，用 3 cm 比色皿，以水为参比，测定吸光度，以五氧化二磷含量（μg）对吸光度绘制标准曲线，并计算标准曲线的回归方程。

8.2 测定

于试样（7.3）和空白试样（7.4）的容量瓶中各加入 2.5 ml 混合还原剂（5.11），混匀，放置 10 min，以下步骤同标准曲线的绘制。

9 结果计算

按式（1）计算出空气中五氧化二磷含量的质量浓度：

$$\rho(\text{P}_2\text{O}_5) = \frac{m - m_0}{V_{\text{nd}}} \tag{1}$$

式中： $\rho(\text{P}_2\text{O}_5)$ ——空气中五氧化二磷含量的质量浓度，μg/m³；
 m ——由标准曲线计算得出样品滤膜上五氧化二磷的含量，μg；
 m_0 ——由标准曲线计算得出空白滤膜上五氧化二磷的含量，μg；
 V_{nd} ——标准状态（101.325 kPa，273 K）下所抽取空气的体积，m³。

10 质量保证和质量控制

质量保证和质量控制应符合 HJ/T 194 的要求。采样器应在使用前进行气密性检查和流量校准，采样和分析过程中不要用手指触摸滤膜，防止带入污染。

中华人民共和国国家环境保护标准
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

*

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：135111·059

定价：12.00元