



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

本电子版为发布稿。请以中国环境科学出版社出版的正式标准文本为准。

2009-12-30发布

2010-04-01实施

环 境 保 护 部 发 布

目 次

前 言.....	II
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.....	3
8 结果计算.....	3
9 质量保证和质量控制.....	4

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 10m^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

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： $\omega(\text{H}_2\text{O}_2)=30\%$ ，优级纯。

4.3 氢氟酸： $\omega(\text{HF})=40\%$ ，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 21.599g $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ (110℃烘干 2h) 溶于水中，用(1+9)硝酸溶液(4.4)定容至 1000ml。

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： $\rho(\text{Pb})=0.5\mu\text{g/ml}$ 。

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： $0.45\mu\text{m}$ 。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《环境空气 总悬浮颗粒物的测定 重量法》(GB/T 15432) 步骤进行样品采集，用中流量采样器以 100L/min 流量，采集滤膜样品 10m^3 ，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)10ml 浸泡 2h 以上，加热至微沸(勿使其崩溅)，保持 10min，冷却。滴加 40%氢氟酸(4.3)2ml，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)5ml，加热使残渣溶解，冷却。将溶液转移至 50ml 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	8mA	
狭缝	0.7nm	
干燥温度与时间	90℃，15s；120℃，15s。两级干燥	
灰化温度与时间	700℃	20s
原子化温度与时间	1900℃	5s
清洗温度与时间	2600℃	5s

7.2 标准曲线的绘制

7.2.1 标准系列的配制

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

表 1 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
铅浓度(μg/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 20μl 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 0.2mg 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浓度，并由下式计算环境空气中铅的浓度(μg/m³)。

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

式中：

$\rho(\text{Pb})$ ——环境空气中铅的浓度(μg/m³)；

ρ_1 ——试样中铅浓度，μg/L；

ρ_0 ——空白试样中铅浓度的平均值, $\mu\text{g/L}$;

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_n ——标准状态(101.325kPa, 273K)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《环境空气质量手工监测技术规范》(HJ/T 194)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 40min, 以除去器壁上吸附的铅。
