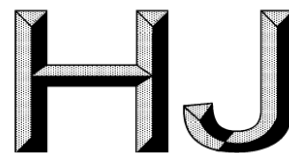


附件 4



中华人民共和国国家环境保护标准

HJ □□□-20□□

固定污染源废气 碱雾的测定 等离子体发射光谱法

Stationary source emission—Determination of alkaline mist

—Plasma optical emission spectrometry method

(征求意见稿)

201□-□□-□□发布

201□-□□-□□实施

环 境 保 护 部 发 布

目 次

前 言.....	i
1 适用范围.....	1
2 规范性引用文件.....	1
3 术语和定义.....	1
4 方法原理.....	1
5 干扰和消除.....	1
6 试剂和材料.....	2
7 仪器和设备.....	2
8 样品.....	2
9 分析步骤.....	3
10 结果计算与表示.....	4
11 精密度和准确度.....	4
12 质量保证和质量控制.....	5

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，规范固定污染源废气中碱雾的测定方法，制定本标准。

本标准规定了测定固定污染源废气中碱雾的等离子体发射光谱法。

本标准为首次发布。

本标准由环境保护部环境监测司、科技标准司组织制订。

本标准起草单位：哈尔滨市环境监测中心站。

本标准验证单位：黑龙江省环境监测中心站、国家环境分析测试中心、北京市环境保护监测中心、天津市环境监测中心、杭州市环境监测中心站和长春市环境监测中心站。

本标准环境保护部20□□年□□月□□日批准。

本标准自20□□年□□月□□日起实施。

本标准由环境保护部解释。

固定污染源废气 碱雾的测定 等离子体发射光谱法

1 适用范围

本标准规定了测定固定污染源废气中碱雾的等离子体发射光谱法。

本标准适用于固定污染源废气中碱雾的测定。

当采样体积为 0.6 m^3 (标准干态烟气下),碱雾(以NaOH计)的方法检出限为 0.04 mg/m^3 ,测定下限为 0.16 mg/m^3 。

2 规范性引用文件

本标准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 16157 固定污染源排气中颗粒物测定与气态污染物采样方法

HJ/T 48 烟尘采样器技术条件

HJ/T 373 固定污染源监测质量保证与质量控制技术规范(试行)

HJ/T 397 固定源废气监测技术规范

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

碱雾 alkali mist

本标准测定的碱雾包括氢氧化钠、碳酸钠及碳酸氢钠等液态和固态碱性颗粒(以NaOH计)。

4 方法原理

以等速采样的方式,使固定污染源排气通过采样管收集于石英纤维滤筒上。采集后的碱雾样品用实验用水提取后,用等离子体发射光谱仪对钠进行测定,结果以NaOH计。

5 干扰和消除

5.1 废气颗粒物中的钠盐会干扰测定。

5.2 光谱干扰主要包括连续背景和谱线重叠干扰。通过选择正确的分析线,采用直接干扰校正法扣除背景干扰可以获得满意的结果。非光谱干扰主要包括化学干扰、电离干扰、物理干扰及去溶剂干扰等。

6 试剂和材料

除非另有说明，分析时均使用符合国家标准的分析纯试剂。实验用水为电阻率 ≥ 18 M Ω ·cm的去离子水。

6.1 氯化钠 (NaCl)：基准试剂。

6.2 硝酸：优级纯， ρ (HNO₃) = 1.42 g/ml。

6.3 氯化钠贮备液： ρ (Na⁺) = 1000 mg/L。

在 400 °C ~ 450 °C 灼烧至恒重后，称取 2.5421 g 氯化钠 (6.1)，用实验用水溶解并定容至 1000 ml 容量瓶中，混匀。转入聚乙烯瓶中，于 4 °C 下冷藏，密封可保存 3 个月。亦可购买市售有证标准溶液。

6.4 氯化钠标准使用液： ρ (Na⁺) = 100 mg/L。

移取 10.00 ml 氯化钠贮备液 (6.3)，用实验用水稀释定容至 100 ml 容量瓶中，混匀，临用现配。

6.5 硝酸溶液：1+1。

于 400 ml 实验用水中加入 500 ml 硝酸 (6.2)，用实验用水稀释并定容至 1000 ml。

6.6 石英纤维滤筒：滤筒对粒径大于 0.5 μ m 的颗粒物阻隔效率不低于 99.9%。

6.7 0.45 μ m 微孔滤膜：用于过滤制备的样品。

7 仪器和设备

7.1 烟尘采样器：性能和技术指标应符合 HJ/T 48 的规定。

7.2 等离子体发射光谱仪。

7.3 分析天平：感量 0.1 mg。

7.4 超声波清洗器：超声频率范围为 40 kHz~100 kHz，超声功率范围为 100 W~600 W。

7.5 一般实验室常用仪器和设备。

8 样品

8.1 样品采集

8.1.1 采样前准备工作

采样前进行资料收集和现场调查，确认采样现场符合采样基本要求。按照 HJ/T 397 选取采样位置、开设采样孔，确定采样点位置和数目。石英纤维滤筒密封保存带至现场。

8.1.2 采样步骤

将采样管插入排气筒，测定排气参数，选择合适的采样嘴，计算各采样点等速采样流量。

安装采样嘴，按照 GB/T 16157 进行采样系统气密性检查。

设定每个采样点的采样时间，将采样管插入排气筒，密封采样孔，使采样嘴及皮托管全压测孔正对气流，位于第一个采样点。启动采样泵，开始采样。第一点采样结束，移至第二个采样点继续，按照顺序依次在各点采样。采样过程中仪器自动调节流量保持等速采样。根

据碱雾浓度选择适当的采样时间，连续 1 h 采样获取平均值，或在 1 h 内以等时间间隔采集 3~4 个样品，并计算平均值，采样体积不少于 0.6 m³。采样结束后，抽出采样管，取出石英纤维滤筒，将滤筒封口向内折叠，竖直放回原采样套筒中密封保存。记录排气参数（温度、动压、静压等），采样时间和采样的标况体积。

8.2 样品的保存

滤筒样品采集后将封口向内折叠，竖直放回原采样套筒中密封保存，7 d 内完成测定。

8.3 样品的制备

8.3.1 超声波提取法

将采样后的滤筒和清洗采样嘴、弯管内壁的洗液一并移入 100 ml 具塞比色管中，用适量的实验用水浸没滤筒，加塞，将比色管放入超声波清洗器中，超声提取 10 min。将滤筒提取液经 0.45 μm 微孔滤膜过滤后，加入硝酸溶液（6.5）2 ml，定容至 100 ml 容量瓶中。

8.3.2 加热浸出法

将采样后的滤筒和清洗采样嘴、弯管内壁的洗液一并移入 150 ml 锥形瓶中，用适量的实验用水浸没滤筒，瓶口上放一玻璃漏斗，于电炉或电热板上加热近沸，约 10 min 后取下，冷却至室温。将滤筒浸出液经 0.45 μm 微孔滤膜过滤后，加入硝酸溶液（6.5）2 ml，定容至 100 ml 容量瓶中。

8.4 实验室空白试样的制备

取与采样用同批次滤筒，按与试样制备相同的步骤（8.3.1 或 8.3.2）进行至少 2 个实验室空白试样的制备。

9 分析步骤

9.1 仪器参考条件

采用仪器使用说明书推荐的仪器工作参数。表 1 给出了测量参考分析条件。

表 1 等离子体发射光谱仪参考条件表

等离子体流量 (L/min)	载气流量 (L/min)	辅助气流量 (L/min)	进样量 (ml/min)	高频功率 (kW)	观测距离 (mm)
1.5	0.55	0.22	1.0	1.4	15

9.2 校准曲线的绘制

分别准确移取 0.00 ml、1.00 ml、2.00 ml、5.00 ml、10.0 ml、20.0 ml 氯化钠标准使用液（6.4）置于一组 100 ml 容量瓶中，加入硝酸溶液（6.5）2 ml，用实验用水定容并混匀。配

制成浓度分别为 0 mg/L、1.00 mg/L、2.00 mg/L、5.00 mg/L、10.0 mg/L、20.0 mg/L 的钠标准系列。用等离子体发射光谱仪进行测定，以目标物质量浓度为横坐标，响应值为纵坐标，绘制标准曲线。

9.3 试样测定

按照与绘制标准曲线相同的仪器条件（9.1）和分析步骤（9.2），进行试样的测定。

注：若钠浓度超出标准曲线，则试样应稀释后测定，并记录稀释倍数（DF）。

9.4 实验室空白试验

按照与绘制标准曲线相同的仪器条件（9.1）和分析步骤（9.2），进行实验室空白试样的测定。

10 结果计算与表示

10.1 结果计算

废气中碱雾浓度按下式计算：

$$\rho = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \times V_t}{1000V_{nd}} \times DF \times 1.73 \quad (1)$$

式中： ρ ——废气中碱雾的浓度（以NaOH计）， mg/m^3 ；

ρ_1 ——试样中钠（ Na^+ ）浓度， mg/L ；

ρ_0 ——实验室空白试样中钠（ Na^+ ）浓度平均值， mg/L ；

V_t ——试样定容体积， ml ；

V_{nd} ——标准状态（101.325 kPa，273.15 K）下干烟气的采样体积， m^3 ；

DF ——试样稀释倍数；

1.73——NaOH的摩尔质量/ Na^+ 的摩尔质量。

10.2 结果表示

当测定结果大于或等于 $1.00 \text{ mg}/\text{m}^3$ 时，结果保留三位有效数字；当小于 $1.00 \text{ mg}/\text{m}^3$ 时，结果保留至小数点后2位。

11 精密度和准确度

11.1 精密度

6家实验室分别对浓度为0.50 mg、1.50 mg和3.40 mg（以NaOH计）的统一空白滤筒加标样品，进行了6次平行测定。实验室内相对标准偏差分别为1.67%~4.96%、0.80%~3.70%和1.36%~4.35%；实验室间相对标准偏差分别为7.10%、4.45%和3.04%；重复性限分别为： $0.05 \text{ mg}/\text{m}^3$ 、 $0.10 \text{ mg}/\text{m}^3$ 和 $0.24 \text{ mg}/\text{m}^3$ ；再现性限分别为： $0.11 \text{ mg}/\text{m}^3$ 、 $0.20 \text{ mg}/\text{m}^3$

和 0.36 mg/m^3 。

11.2 准确度

6家实验室分别对0.35 mg、1.00 mg和1.40mg（以NaOH计）的统一实际样品进行了加标回收率的测定。加标回收率分别为82.5%~96.5%、90.1%~108%和95%~105%；加标回收率最终值分别为91.2%±10%、98.2%±14%和102%±8%。

12 质量保证和质量控制

12.1 样品采集

12.1.1 定期对流量计、皮托管、温度传感器等进行校准。

12.1.2 采样嘴背向气流方向插入排气管道，采样时对准气流方向，角度偏差不超过 10° ，气体进入采样嘴的速度与测点的气流流速的相对误差应在±10%以内。

12.1.3 等速采样的跟踪率要求达到 1.0 ± 0.1 。

12.2 实验室空白

每批样品应至少分析同批次实验室空白样品2个。

实验室空白滤筒超声提取液或加热浸出液的钠（以 NaOH 计）的测定值应小于 1 mg/m^3 ，否则不能使用。

12.3 校准曲线

每批样品测定前均要求建立校准曲线，其相关系数大于 0.999。以其他来源的标准物质配制接近标准曲线中间浓度的标准溶液进行分析确认时，其相对误差应控制在 10%以内。等离子体发射光谱仪每测定 10~20 个样品应带一个标准曲线中间浓度校核点，中间浓度校核点测量值与其浓度值的相对误差应在 10%以内。否则，应重新绘制标准曲线。
