

中华人民共和国国家标准

环境空气 铅的测定
火焰原子吸收分光光度法

GB/T 15264—94

Ambient air—Determination of lead—Flame
atomic absorption spectrophotometric method

1 主题内容与适用范围

1.1 主题内容

本标准规定了用火焰原子吸收分光光度法测定环境空气中颗粒铅,方法操作简单、快速而准确。

1.2 适用范围

本方法适用于环境空气中颗粒铅的测定。方法检出限为 $0.5 \mu\text{g}/\text{mL}$ (1%吸收),当采样体积为 50 m^3 进行测定时,最低检出浓度为 $5 \times 10^{-4} \text{ mg}/\text{m}^3$ 。

2 定义

环境空气中的铅,系指酸溶性铅及铅的氧化物。

3 原理

用玻璃纤维滤膜采集的试样,经硝酸-过氧化氢溶液浸出制备成试料溶液。直接吸入空气-乙炔火焰中原子化,在 283.3 nm 处测量基态原子对空心阴极灯特征辐射的吸收。在一定条件下,根据吸收光度与待测样中金属浓度成正比。

4 试剂

本标准中除另有说明外,均为无铅分析纯试剂和去离子水或同等纯度的水。

4.1 铅:含量不低于 99.99%。

4.2 硝酸(HNO_3), $\rho=1.42 \text{ g}/\text{mL}$,优级纯。

4.3 硝酸(HNO_3), $\rho=1.42 \text{ g}/\text{mL}$,分析纯。

4.4 过氧化氢(H_2O_2),约 30%(m/m)。

4.5 氢氟酸(HF),约 40%(m/m)。

4.6 硝酸溶液,1%:用硝酸(4.2)配制。

4.7 硝酸溶液,1+1:用硝酸(4.2)配制。

4.8 硝酸-过氧化氢混合液:用硝酸(4.2)和过氧化氢(4.4),按(1+1)配制,临时现配。

4.9 铅标准储备溶液, $c=1.000 \text{ g}/\text{L}$:称取 $1.000 \pm 0.001 \text{ g}$ 铅(4.1)于器皿中,加入硝酸(4.2)15 mL,加热,直至溶解完全,然后用水稀释定容至 1 000 mL,混匀。

4.10 铅标准溶液, $c=0.100 \text{ g}/\text{L}$:用移液管取 10.00 mL 铅标准储备溶液(4.9)至 100 mL 容量瓶内,用硝酸溶液(4.6)稀释至标线,混匀。

4.11 燃气:乙炔,纯度不低于 99.6%。用钢瓶气或由乙炔发生器供给。

国家环境保护局 1994-10-26 批准

1995-06-01 实施

4.12 氧化剂:空气,一般由气体压缩机供给,进入燃烧器以前,应经过适当过滤,以除去其中的水、油和其他杂物。

4.13 滤膜:超细玻璃纤维滤膜。空白滤膜的最大含铅量,要明显低于本方法所规定测定的最低检出浓度(见 1.2 条)。

5 仪器

一般实验室仪器和:

5.1 原子吸收分光光度计及相应的辅助设备。光源选用空心阴极灯或无极放电灯。操作参数可参照仪器说明书进行选择。

5.2 4号多孔玻璃过滤器。

5.3 总悬浮颗粒采样器:中流量采样器。

注:实验用的玻璃器皿用洗涤剂洗净后,在硝酸溶液(4.7)中浸泡。使用前,先后用自来水和无铅水彻底洗净。

6 样品

6.1 采集

中流量采样器,玻璃纤维滤膜过滤直径为 8 cm 时,以 50~150 L/min 流量,采样 30~60 m³。采样应将滤膜毛面朝上,放入采样夹中拧紧。采样后小心取下滤膜尘面朝里对折两次叠成扇形,放回纸袋中,并详细记录采样条件。

6.2 试料溶液

6.2.1 硝酸-过氧化氢溶液浸出法

取试样滤膜,置于高型烧杯中,加入 10 mL 硝酸-过氧化氢混合溶液(4.8)浸泡 2 h 以上,微火加热至沸腾,保持微沸 10 min,冷却后加入过氧化氢(4.4)10 mL,沸腾至微干,冷却,加硝酸溶液(4.6)20 mL,再沸腾 10 min,热溶液通过多孔玻璃过滤器(5.2),收集于烧杯中,用少量热硝酸溶液(4.6)冲洗过滤器数次。待滤液冷却后,转移到 50 mL 容量瓶中,再用硝酸溶液(4.6)稀释至标线,即为试料溶液。

6.2.2 空白溶液制备

取同批号等面积空白滤膜,按 6.2.1 条操作,制备成空白溶液。

7 步骤

7.1 干扰及其消除

对于火焰原子吸收法,在实验条件下,铈在波长 217.0 nm 处有吸收干扰测定,但在 283.3 nm 处,铈不干扰测定。

7.2 校准曲线的绘制

参照表 1,取 6 个 100 mL 容量瓶,分别加入铅标准溶液(4.10),然后用硝酸溶液(4.6)稀释至标线,配制成工作标准溶液,其浓度范围包括试料中被测铅浓度。

表 1

序 号	0	1	2	3	4	5	6
铅标准溶液(4.10)加入体积,mL	0	0.50	1.00	2.00	4.00	8.00	10.00
工作标准溶液浓度,mg/L	0	0.50	1.00	2.00	4.00	8.00	10.00

根据选定的原子吸收分光光度计工作条件,测定工作标准溶液的吸光度。以吸光度对铅浓度(mg/L),绘制标准曲线。

注:① 装有内部存储器的仪器,输入空白和三个工作标准溶液,存入一条校准曲线,测定试料时可直接读出浓度。

② 在测定过程中,要定期地复测空白和标准溶液,以检查基线的稳定性和仪器灵敏度是否发生了变化。

7.3 试料溶液测定

按校准曲线绘制时的仪器工作条件,吸入硝酸溶液(4.6),将仪器调零,吸入空白(6.2.2)和试料溶液(6.2.1),记录吸光度值。

注:当试料溶液(6.2.1)的响应值处于标准曲线上限范围以外时,要用硝酸溶液(4.6)稀释,使其响应值移至直线区域,并记录下稀释倍数(N)。

7.4 试料的回收试验

对于每批测定,均应将已知含铅量的试样通过方法的全过程操作,以便确定处理和测定过程中对待测铅的回收率影响。

8 计算和结果表示

根据所测的吸光度值,在校准曲线上查出试料溶液和空白溶液的浓度,并由下式计算空气中铅的含量, mg/m^3 。

$$C(\text{Pb}, \text{mg}/\text{m}^3) = \frac{V \cdot (a - b) \cdot N}{V_n \cdot 1000} \times \frac{S_i}{S_a}$$

式中: C ——铅及其无机化合物(换算成铅)浓度, mg/m^3 ;

a ——试料溶液中铅浓度, $\mu\text{g}/\text{mL}$;

b ——空白溶液中铅浓度, $\mu\text{g}/\text{mL}$;

V ——试料溶液体积, mL ;

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

S_i ——试料滤膜总面积, cm^2 ;

S_a ——测定时所取滤膜面积, cm^2 。

9 精密度和准确度

9.1 精密度

五个实验室火焰法测定含 $1.0\text{ mg}/\text{L}$ 及 $5.0\text{ mg}/\text{L}$ 铅的统一试料。

9.1.1 重复性

重复性相对标准偏差分别为 4.0% 和 2.4% 。

9.1.2 再现性

再现性相对标准偏差分别为 4.6% 和 3.1% 。

9.2 准确度

五个实验室火焰法分析 $0.6\text{ mgPb}/\text{L}$, 试料的加标回收百分率为 $95.5\% \sim 105.0\%$ 。

附加说明:

本标准由国家环境保护局科技标准司提出。

本标准由重庆市环境科学研究所负责起草。

本标准主要起草人覃长华、黎明、盛和明。

本标准由中国环境监测总站负责解释。