

# 中华人民共和国国家环境保护标准

HJ 544-2016

代替 HJ 544-2009

---

## 固定污染源废气 硫酸雾的测定 离子色谱法

**Stationary source emission-Determination of sulfuric acid  
mist-Ion chromatography**

(发布稿)

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。

2016-03-29发布

2016-05-01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 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.....	1
7 仪器和设备.....	2
8 样品.....	3
9 分析步骤.....	5
10 结果计算与表示.....	6
11 精密度和准确度.....	7
12 质量保证和质量控制.....	8
13 废物处理.....	9
14 注意事项.....	9

## 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硫酸雾的测定方法，制定本标准。

本标准规定了测定固定污染源废气中硫酸雾的离子色谱法。

本标准是对《固定污染源废气 硫酸雾的测定 离子色谱法（暂行）》（HJ 544-2009）的修订。

本标准首次发布于 2009 年，原标准起草单位为北京市环境保护监测中心。本次为第一次修订，修订的主要内容如下：

——修订了方法的检出限、方法原理、干扰和消除、试剂和材料、仪器和设备、样品采集、样品运输和保存、试样制备和分析步骤；

——增加了术语和定义、精密度和准确度；

——补充完善了质量保证和质量控制。

自本标准实施之日起，原标准《固定污染源废气 硫酸雾的测定 离子色谱法（暂行）》（HJ 544-2009）废止。

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。

本标准验证单位：北京市理化分析测试中心、北京大学环境工程实验室、江苏省环境监测中心、北京市海淀区环境保护局监测站、北京市房山区环境保护监测站、北京市环境保护监测中心。

本标准环境保护部 2016 年 3 月 29 日批准。

本标准自 2016 年 5 月 1 日起实施。

本标准由环境保护部解释。

# 固定污染源废气 硫酸雾的测定 离子色谱法

## 1 适用范围

本标准规定了测定固定污染源废气中硫酸雾的离子色谱法。

本标准适用于固定污染源废气中硫酸雾的测定。

测定有组织排放废气，当采样体积为  $0.40 \text{ m}^3$ （标准状态），定容体积为  $100 \text{ ml}$ ，进样体积为  $25 \text{ }\mu\text{l}$  时，方法检出限为  $0.2 \text{ mg/m}^3$ ，测定下限为  $0.80 \text{ mg/m}^3$ 。测定无组织排放废气，当采样体积为  $3.0 \text{ m}^3$ （标准状态），定容体积为  $50.0 \text{ ml}$ ，进样体积为  $25 \text{ }\mu\text{l}$  时，方法检出限为  $0.005 \text{ mg/m}^3$ ，测定下限为  $0.020 \text{ mg/m}^3$ 。

## 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。凡是不注明日期的引用文件，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 55 大气污染物无组织排放监测技术导则
- 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。

硫酸雾 sulfuric acid mist

本标准测定的硫酸雾包括硫酸小液滴、三氧化硫及颗粒物中可溶性硫酸盐。

## 4 方法原理

用玻璃纤维滤筒（或石英纤维滤筒）串联内装  $50 \text{ ml}$  吸收液的吸收瓶，采集有组织排放废气中硫酸雾样品；用石英纤维滤膜采集无组织排放废气中硫酸雾样品。采集到的样品经前处理后，用离子色谱仪对硫酸根进行分离测定，根据保留时间定性，峰面积或峰高定量。

## 5 干扰和消除

有机污染物会污染色谱柱和干扰样品的测定，可采用  $\text{C}_{18}$  固相萃取柱去除。

## 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  $\geq 18 \text{ M}\Omega\cdot\text{cm}$  的去离子水。

6.1 甲醇： $\rho(\text{CH}_3\text{OH})=0.79 \text{ g/ml}$ 。

6.2 氢氧化钠（NaOH）：优级纯。

6.3 氢氧化钾（KOH）：优级纯。

6.4 硫酸钾（ $\text{K}_2\text{SO}_4$ ）：基准试剂。

称取  $5.0 \text{ g}$  硫酸钾于瓷坩埚中，放入烘箱于  $105 \text{ }^\circ\text{C}$  烘  $2 \text{ h}$ ，冷却至室温后置于干燥器内保

存，备用。

6.5 吸收液： $c(\text{NaOH})=30\text{ mmol/L}$  或  $c(\text{KOH})=30\text{ mmol/L}$ 。

称取 1.20 g 氢氧化钠 (6.2)，用水溶解并定容至 1000 ml 聚乙烯瓶中，混匀；或称取 1.68 g 氢氧化钾 (6.3)，用水溶解并定容至 1000 ml 聚乙烯瓶中，混匀，临用现配。

6.6 淋洗贮备液：根据仪器型号及色谱柱说明书使用条件进行配制。于  $0^{\circ}\text{C}\sim 4^{\circ}\text{C}$  冷藏、密封可保存 3 个月。

6.7 淋洗液：将淋洗贮备液 (6.6) 稀释得到淋洗液，临用现配。

注 1：如仪器型号具备自动在线生成淋洗液功能，可自动生成。

注 2：淋洗液使用前应进行脱气处理，避免气泡进入离子色谱系统。

6.8 硫酸钾贮备液： $\rho(\text{SO}_4^{2-})=1000\text{ mg/L}$ 。

准确称取 1.8140 g 硫酸钾 (6.4)，用水溶解并定容至 1000 ml 容量瓶，摇匀。于  $0^{\circ}\text{C}\sim 4^{\circ}\text{C}$  冷藏、密封可保存 3 个月。也可直接购买市售有证标准溶液。

6.9 硫酸钾标准使用液： $\rho(\text{SO}_4^{2-})=100\text{ mg/L}$ 。

移取 10.00 ml 硫酸钾贮备液 (6.8)，用水稀释定容至 100 ml 容量瓶，摇匀。硫酸钾标准使用液于  $0^{\circ}\text{C}\sim 4^{\circ}\text{C}$  冷藏、密封可保存 1 个月。

6.10  $\text{C}_{18}$  固相萃取柱：200 mg/3 ml。

$\text{C}_{18}$  固相萃取柱使用前须进行活化。用注射器分别量取 10 ml 甲醇 (6.1) 和 15 ml 实验用水，依次轻推过柱，将小柱平放约 30 min，即可开始使用。

6.11 玻璃纤维滤筒或石英纤维滤筒。

滤筒对粒径大于  $3\ \mu\text{m}$  的颗粒物阻隔效率不低于 99.9%。如玻璃纤维滤筒空白值高于检出限，用实验用水反复浸洗滤筒，将滤筒装入盛有实验用水的大烧杯，用石蜡封口膜或表面皿盖好烧杯，放入超声波清洗器中清洗 10 min，然后测定浸泡水的电导率，电导率值应小于  $3.0\text{ mS/m}$ ，否则重复上述步骤。将洗涤完毕的滤筒放在滤筒架上，置于干燥箱中常温晾干，干燥后放入滤筒盒中备用。石英纤维滤筒无需前处理。

6.12 石英纤维滤膜：直径 90 mm。

6.13 水系微孔滤膜：孔径  $0.45\ \mu\text{m}$ 。

6.14 水系微孔滤膜过滤器：孔径  $0.45\ \mu\text{m}$ 。

6.15 一次性注射器：10 ml。

6.16 聚乙烯管：用于密封冲击式吸收瓶。

6.17 滤膜盒：聚四氟乙烯 (PTFE) 或聚苯乙烯 (PS) 材质。

6.18 载气：高纯氮气，纯度 $\geq 99.99\%$ 。

## 7 仪器和设备

7.1 烟尘采样器：5 L/min $\sim$ 50 L/min，烟枪具备加热和保温功能。

7.2 中流量颗粒物采样器：流量 80 L/min $\sim$ 130 L/min，误差 $\leq 2\%$ 。

7.3 冲击式吸收瓶：75 ml。

7.4 离子色谱仪：由离子色谱仪、操作软件及所需附件组成的分析系统。所配备的阴离子分离柱（聚二乙烯基苯/乙基乙烯苯基质，具有烷醇季铵功能团、亲水性、高容量色谱柱）和阴离

子保护柱、检测器等测定设备适用于硫酸根的检测。

7.5 分析天平：感量 0.1 mg。

7.6 采样冷却装置：冰水浴。

7.7 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。

7.8 电炉或电热板。

7.9 玻璃漏斗：直径 60 mm。

7.10 具塞磨口锥形瓶：250 ml。

7.11 旋盖式广口聚乙烯密封管：50 ml。

7.12 水性抽气过滤装置。

7.13 具塞比色管：50 ml，100 ml。

7.14 一般实验室常用仪器和设备。

## 8 样品

### 8.1 样品采集

#### 8.1.1 有组织排放废气

有组织排放废气布点及采样应符合 GB/T 16157 中的相关规定。废气采样装置见图 1。

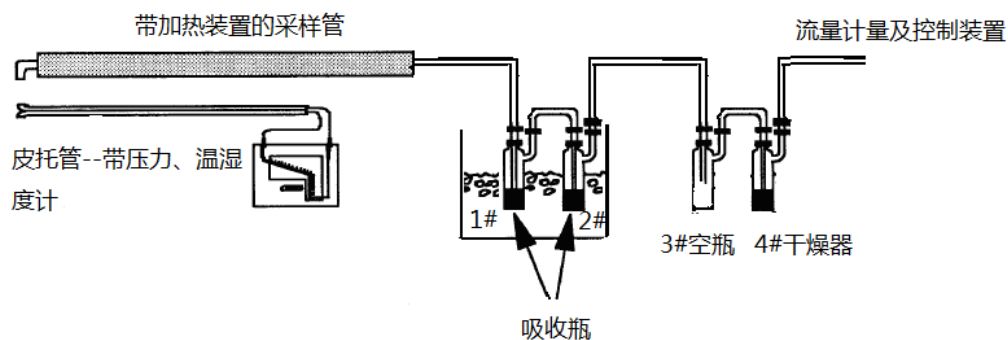


图 1 有组织排放废气采样装置图

将滤筒（6.11）装入采样器头部的滤筒夹内，在烟尘采样器后串联两支内装 50 ml 吸收液（6.5）的冲击式吸收瓶，采集三氧化硫气体和穿透滤筒的细小液滴，然后再与空瓶及干燥器连接。连接管应尽可能短并检查系统的气密性和可靠性。将装有滤筒的采样器伸入排气筒内的采样点等速采样，采样过程中，烟枪加热温度不低于烟气温度。根据硫酸雾浓度选择适当的采样时间，连续 1 小时采样，或在 1 小时内以等时间间隔采集 3 个~4 个样品，同时测定温度、压力等参数。采样完毕后，小心取出滤筒放入旋盖式广口聚乙烯密封管中，用少量实验用水冲洗采样嘴及弯管内壁，洗涤液并入密封管中，盖好瓶塞，第一、二支冲击式吸收瓶用聚乙烯管（6.16）密封好待测。

#### 8.1.2 有组织排放全程序空白

每次采集样品应至少带两套全程序空白样品。将同批次滤筒以及装好吸收液的吸收瓶带至采样现场，不与采样器连接，采样结束后带回实验室待测。

注 3: 须使用同批次滤筒分别进行样品采集及空白实验。

### 8.1.3 无组织排放废气

无组织排放废气布点应符合 HJ/T 55 中的相关规定。用配有石英纤维滤膜 (6.12) 的中流量颗粒物采样器以 100 L/min 流量采集样品, 连续 1 小时采样, 或在 1 小时内以等时间间隔采集 3 个~4 个样品计平均值, 如浓度偏低可适当延长采样时间。采集样品后的滤膜应对折放入干净纸袋或滤膜盒 (6.17) 中保存。

### 8.1.4 无组织排放全程序空白

每次采集样品应至少带两个全程序空白样品。将同批次滤膜带至采样现场, 不与采样器连接, 采样结束后带回实验室待测。

注 4: 须使用同批次滤膜分别进行样品采集及空白实验。

## 8.2 样品运输和保存

采集的样品及全程序空白应于 0℃~4℃ 冷藏、密封保存, 于 24 小时内完成试样制备。若不能及时测定, 应将制备好的试样于 0℃~4℃ 冷藏、密封可保存 30 天。

## 8.3 试样制备

### 8.3.1 超声波萃取法

#### 8.3.1.1 有组织排放废气

将有组织排放废气 (8.1.1) 采样所得密封管中的样品 (洗液和滤筒) 及第一支吸收瓶中的吸收液全部移入 100 ml 具塞比色管中, 用适量实验用水洗涤旋盖式广口聚乙烯密封管及冲击式吸收瓶内壁, 洗涤液并入具塞比色管, 定容至刻线 (需浸没滤筒)。将具塞比色管放入超声波清洗器中, 玻璃纤维滤筒超声 45 分钟, 石英纤维滤筒超声 60 分钟。冷却混匀, 将浸出液经 0.45 μm 水系微孔滤膜过滤器 (6.14) 过滤至洁净容器中待测。第二支吸收瓶中的样品全部移入另一支 100 ml 具塞比色管中, 用适量实验用水洗涤冲击式吸收瓶内壁, 洗涤液并入具塞比色管中定容待测。

#### 8.3.1.2 有组织排放全程序空白

将有组织排放全程序空白 (8.1.2) 按照有组织排放废气超声波萃取法 (8.3.1.1) 相同步骤制备有组织排放全程序空白试样。

#### 8.3.1.3 有组织排放实验室空白

将同批次滤筒及两支冲击式吸收瓶按照有组织排放废气超声波萃取法 (8.3.1.1) 相同步骤制备有组织排放实验室空白试样。

#### 8.3.1.4 无组织排放废气

将无组织排放废气 (8.1.3) 采样所得滤膜放入 50 ml 旋盖式广口聚乙烯密封管中, 准确加入 50 ml 实验用水 (需浸没滤膜), 旋紧旋盖, 放入超声波清洗器中, 超声 60 分钟, 冷却混匀。将浸出液经 0.45 μm 水系微孔滤膜过滤器 (6.14) 过滤至洁净容器中待测。

#### 8.3.1.5 无组织排放全程序空白

将无组织排放全程序空白 (8.1.4) 按照无组织排放废气超声波萃取法 (8.3.1.4) 相同步骤制备无组织排放全程序空白试样。

#### 8.3.1.6 无组织排放实验室空白

将同批次滤膜按照无组织排放废气超声波萃取法 (8.3.1.4) 相同步骤制备无组织排放实验

室空白试样。

### 8.3.2 加热浸出法

#### 8.3.2.1 有组织排放废气

将有组织排放废气（8.1.1）采样所得密封管中的样品（洗液和滤筒）及第一支吸收瓶中的吸收液全部移入 250 ml 具塞磨口锥形瓶中，用适量实验用水洗涤旋盖式广口聚乙烯密封管及冲击式吸收瓶内壁，洗涤液并入锥形瓶，加入约 100 ml 实验用水浸没滤筒，瓶口上倒放一玻璃漏斗，于电炉或电热板上加热近沸，约 30 分钟后取下，冷却后将浸出液经 0.45 μm 水系微孔滤膜（6.13）过滤至 100 ml 容量瓶中，用适量实验用水洗涤锥形瓶及样品残渣 3 次~4 次，洗涤液经微孔滤膜（6.13）过滤并入容量瓶中，定容待测。第二支吸收瓶中的样品全部移入另一支 100 ml 具塞比色管中，用实验用水洗涤冲击式吸收瓶内壁，洗涤液并入比色管中定容待测。

#### 8.3.2.2 有组织排放全程序空白

将有组织排放全程序空白（8.1.2）按照有组织排放废气加热浸出法（8.3.2.1）相同步骤制备有组织排放全程序空白试样。

#### 8.3.2.3 有组织排放实验室空白

将同批次滤筒及两支冲击式吸收瓶按照有组织排放废气加热浸出法（8.3.2.1）相同步骤制备有组织排放实验室空白试样。

#### 8.3.2.4 无组织排放废气

将无组织排放废气（8.1.3）采样所得滤膜放入 250 ml 具塞磨口锥形瓶中，加入约 100 ml 实验用水浸没滤膜，瓶口上倒放一玻璃漏斗，于电炉或电热板上加热近沸，约 30 分钟后取下，冷却后将浸出液经 0.45 μm 水系微孔滤膜（6.13）过滤至 50 ml 容量瓶中，用适量实验用水洗涤锥形瓶及样品残渣 3 次~4 次，洗涤液经水系微孔滤膜（6.13）过滤并入容量瓶中，定容待测。

#### 8.3.2.5 无组织排放全程序空白

将无组织排放全程序空白（8.1.4）按照无组织排放废气加热浸出法（8.3.2.4）相同步骤制备无组织排放全程序空白试样。

#### 8.3.2.6 无组织排放实验室空白

将同批次滤膜按照无组织排放废气加热浸出法（8.3.2.4）相同步骤制备无组织排放实验室空白试样。

## 9 分析步骤

### 9.1 色谱参考条件

根据仪器使用说明书优化测量条件或参数。参考条件：淋洗液为 20 mmol/L 的氢氧化钾溶液，流速为 1.00 ml/min，抑制器电流为 75 mA，检测器温度 30 °C，柱温为室温（不低于 18 °C），进样体积可根据样品浓度的高低选择 25 μl~100 μl。

### 9.2 标准曲线的绘制

分别准确移取 0.00 ml、1.00 ml、2.00 ml、5.00 ml、10.00 ml、20.00 ml 硫酸钾标准使用液（6.9）置于一组 100 ml 容量瓶中，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 的标准系列。用离子色谱仪进行测定，



以保留时间为横坐标，仪器响应值为纵坐标，绘制标准曲线。离子色谱图见图 2。

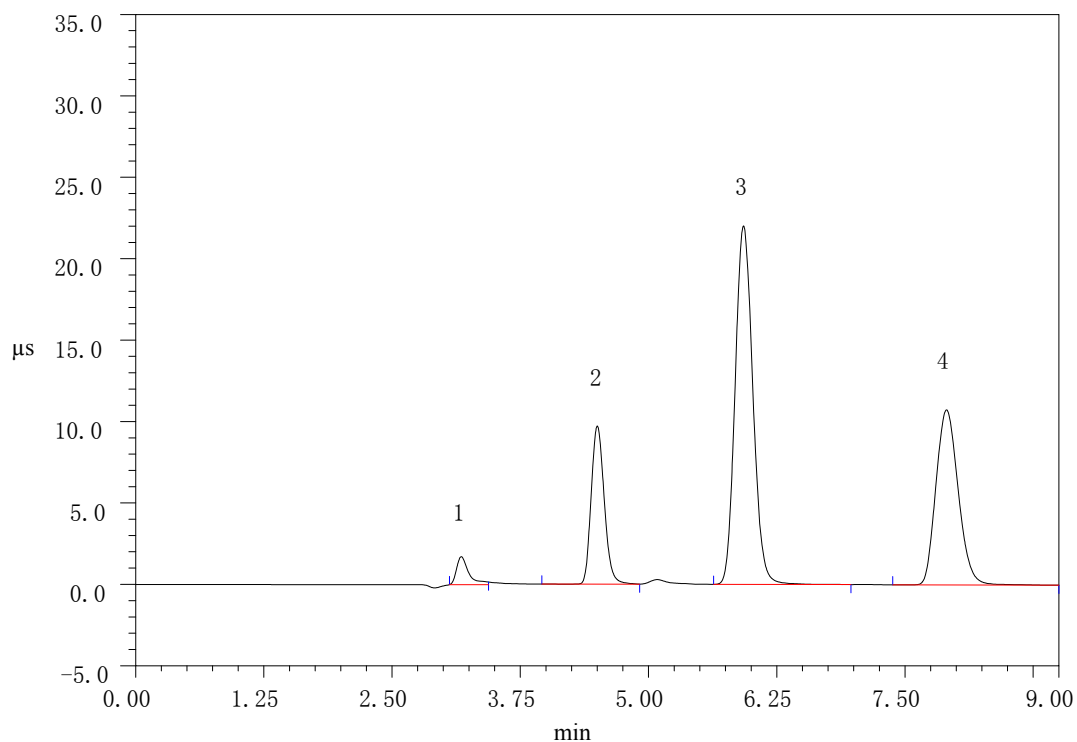


图 2 硫酸根离子色谱图

### 9.3 试样测定

按照与绘制标准曲线相同的色谱条件（9.1）和分析步骤（9.2），将试样（8.3）注入离子色谱仪测定硫酸根浓度，以保留时间定性，仪器响应值定量。

注 5：存在有机物干扰的试样需用 C<sub>18</sub> 固相萃取柱（6.10）去除。用一次性注射器（6.15）抽取试样，在注射器前端套上 C<sub>18</sub> 固相萃取柱（6.10），轻推试样过柱，弃去初始的 3 ml 试液，收集剩余的过柱洗脱液。

注 6：若待测目标化合物的浓度超出标准曲线，则试样与实验室空白应稀释相同倍数后测定，并记录稀释倍数（DF）。

### 9.4 全程序空白测定

按照与绘制标准曲线相同的色谱条件（9.1）和分析步骤（9.2），将全程序空白试样（8.3）注入离子色谱仪测定全程序空白试样中硫酸根浓度。

### 9.5 实验室空白测定

按照与绘制标准曲线相同的色谱条件（9.1）和分析步骤（9.2），将实验室空白试样（8.3）注入离子色谱仪测定实验室空白试样中硫酸根浓度。

## 10 结果计算与表示

### 10.1 有组织排放废气中硫酸雾浓度按下式计算

$$\rho = \frac{(\rho_1 + \rho_2 - \rho_0) \times V_t}{V_{nd}} \times DF \times \frac{98.08}{96.06} \quad (1)$$

式中： $\rho$ ——有组织排放废气中硫酸雾的浓度， $\text{mg}/\text{m}^3$ ；

$\rho_1$ ——测定的滤筒及第一支吸收瓶试样中硫酸根（ $\text{SO}_4^{2-}$ ）浓度， $\mu\text{g}/\text{ml}$ ；

$\rho_2$ ——测定的第二支吸收瓶试样中硫酸根（ $\text{SO}_4^{2-}$ ）浓度， $\mu\text{g}/\text{ml}$ ；

$\rho_0$ ——测定的实验室空白试样中硫酸根（ $\text{SO}_4^{2-}$ ）浓度平均值， $\mu\text{g}/\text{ml}$ ；

$V_t$ ——待测试样体积， $\text{ml}$ ；

$V_{nd}$ ——标准状态(101.325kPa, 273K)下干烟气的采样体积， $\text{L}$ ；

DF——试样稀释倍数；

98.08—— $\text{H}_2\text{SO}_4$ 的摩尔质量， $\text{g}/\text{mol}$ ；

96.06—— $\text{SO}_4^{2-}$ 的摩尔质量， $\text{g}/\text{mol}$ 。

10.2 无组织排放废气中硫酸雾浓度按下式计算

$$\rho = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \times V_t}{V_n} \times DF \times \frac{98.08}{96.06} \quad (2)$$

式中： $\rho$ ——无组织排放废气中硫酸雾的浓度， $\text{mg}/\text{m}^3$ ；

$\rho_1$ ——测定的试样中硫酸根（ $\text{SO}_4^{2-}$ ）浓度， $\mu\text{g}/\text{ml}$ ；

$\rho_0$ ——测定的实验室空白试样中硫酸根（ $\text{SO}_4^{2-}$ ）浓度， $\mu\text{g}/\text{ml}$ ；

$V_t$ ——待测试样体积， $\text{ml}$ ；

$V_n$ ——标准状态(101.325 KPa, 273 K)下的采样体积， $\text{L}$ ；

DF——试样稀释倍数；

98.08—— $\text{H}_2\text{SO}_4$ 的摩尔质量， $\text{g}/\text{mol}$ ；

96.06—— $\text{SO}_4^{2-}$ 的摩尔质量， $\text{g}/\text{mol}$ 。

10.3 结果表示

对于有组织排放废气，当硫酸雾浓度大于或等于  $1.0 \text{ mg}/\text{m}^3$  时，结果保留三位有效数字；当小于  $1.0 \text{ mg}/\text{m}^3$  时，结果保留至小数点后 2 位。

对于无组织排放废气，当硫酸雾浓度大于或等于  $1.0 \text{ mg}/\text{m}^3$  时，结果保留三位有效数字；当小于  $1.0 \text{ mg}/\text{m}^3$  时，结果保留至小数点后 3 位。

## 11 精密度和准确度

### 11.1 精密度

6 家实验室对含硫酸根（ $\text{SO}_4^{2-}$ ）浓度为  $7.02 \pm 0.23 \text{ mg}/\text{L}$ 、 $11.1 \pm 0.5 \text{ mg}/\text{L}$  和  $16.0 \pm 0.7 \text{ mg}/\text{L}$  的统一样品进行了测定：

石英滤筒实验室内相对标准偏差分别为 0.3%~2.9%、0.5%~3.4%、0.3%~2.2%；实验室间相对标准偏差分别为 2.4%、1.6%、1.7%；重复性限  $r$  分别为 0.03 mg/L、0.13 mg/L、0.10 mg/L；再现性限  $R$  分别为 0.53 mg/L、0.75 mg/L、0.89 mg/L。

玻璃纤维滤筒实验室内相对标准偏差分别为 0.4%~3.2%、0.8%~3.7%、0.3%~2.2%；实验室间相对标准偏差分别为 2.4%、1.8%、1.1%；重复性限  $r$  分别为 0.04 mg/L、0.17 mg/L、0.13 mg/L；再现性限  $R$  分别为 0.56 mg/L、0.84 mg/L、0.76 mg/L。

石英滤膜实验室内相对标准偏差分别为 0.2%~1.7%、0.8%~3.4%、0.3%~3.3%；实验室间相对标准偏差分别为 1.3%、1.9%、1.0%；重复性限  $r$  分别为 0.02 mg/L、0.13 mg/L、0.18 mg/L；再现性限  $R$  分别为 0.32 mg/L、0.83 mg/L、0.79 mg/L。

## 11.2 准确度

6 家实验室对含硫酸根 ( $\text{SO}_4^{2-}$ ) 浓度为  $7.02 \pm 0.23$  mg/L、 $11.1 \pm 0.5$  mg/L 和  $16.0 \pm 0.7$  mg/L 的有证标准物质进行了测定：

石英滤筒实验室内相对误差分别为 -3.4%~2.4%、-2.1%~2.3%、-2.3%~1.9%；相对误差最终值分别为  $0.25\% \pm 2.4\%$ 、 $0.73\% \pm 1.6\%$ 、 $0.42\% \pm 1.6\%$ 。

玻璃纤维滤筒实验室内相对误差分别为 -2.6%~3.0%、-2.7%~2.3%、0%~2.8%；相对误差最终值分别为  $-0.15\% \pm 2.4\%$ 、 $0.18\% \pm 1.6\%$ 、 $1.6\% \pm 1.2\%$ 。

石英滤膜实验室内相对误差分别为 -1.6%~2.1%、-2.7%~2.4%、-1.5%~1.9%；相对误差最终值分别为  $0.02\% \pm 1.3\%$ 、 $0.38\% \pm 1.8\%$ 、 $0.26\% \pm 1.1\%$ 。

6 家实验室对含硫酸根 ( $\text{SO}_4^{2-}$ ) 浓度为  $7.02 \pm 0.23$  mg/L、 $11.1 \pm 0.5$  mg/L 和  $16.0 \pm 0.7$  mg/L 的统一样品进行了加标分析测定：

石英滤筒加标回收率分别为 96%~102%、97%~102%、97%~102%；加标回收率最终值分别为  $100\% \pm 2.2\%$ 、 $101\% \pm 1.6\%$ 、 $100\% \pm 1.6\%$ 。

玻璃纤维滤筒加标回收率分别为 97%~103%、97%~102%、100%~103%；加标回收率最终值分别为  $99.8\% \pm 2.3\%$ 、 $100\% \pm 1.7\%$ 、 $102\% \pm 1.3\%$ 。

石英滤膜加标回收率分别为 98%~102%、96%~102%、98%~102%；加标回收率最终值分别为  $99.9\% \pm 1.3\%$ 、 $100\% \pm 2\%$ 、 $100\% \pm 1.2\%$ 。

## 12 质量保证和质量控制

12.1 滤筒和滤膜应选用空白较低且数值稳定的产品。空白滤筒和空白滤膜的硫酸根含量应低于方法测定下限。

12.2 每次测试应至少带同批次全程序空白样品及实验室空白样品各两套。全程序空白及实验室空白中硫酸根含量应小于方法测定下限，否则需查找原因。

12.3 离子色谱标准曲线的相关系数应  $\geq 0.999$ 。

12.4 离子色谱仪每测定 10 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标准溶液浓度值的相对误差应  $\leq 10\%$ 。否则，应重新绘制标准曲线。

12.5 采样吸收效率实验。第二支吸收瓶中硫酸根浓度应小于样品总量的 10%，否则应重新采集样品。

12.6 样品采集的质量保证与质量控制按照 HJ/T 373 中“5 废气监测质量保证和质量控制技术

要求”执行。

### 13 废物处理

实验中产生的废液和废弃物应集中收集，妥善保管，委托有资质的单位进行处理。

### 14 注意事项

14.1 每次分析样品结束后，应用淋洗液清洗仪器管路。实验结束后用实验用水清洗仪器泵及抑制器，以免其受到淋洗液腐蚀。

14.2 如出现仪器分析精度下降，应检查柱效及抑制器工作状态，必要时进行更换，以确保测定结果的准确性。

14.3 实验所用器具均不可用硫酸浸泡清洗，避免空白值较高。