



# 中华人民共和国国家环境保护标准

HJ 1007-2018

## 固定污染源废气 碱雾的测定 电感耦合等离子体发射光谱法

### **Stationary source emission—Determination of alkali mist —Inductively coupled plasma optical emission spectrometry method**

(发布稿)

本电子版为发布稿。请以中国环境出版集团出版的正式标准文本为准。

2018-12-26 发布

2019-06-01 实施

生态环境部 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 试剂和材料.....	1
6 仪器和设备.....	2
7 样品.....	2
8 分析步骤.....	3
9 结果计算与表示.....	4
10 精密度和准确度.....	4
11 质量保证和质量控制.....	4
12 废物处理.....	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》，保护生态环境，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电感耦合等离子体发射光谱法。

本标准为首次发布。

本标准由生态环境部生态环境监测司、法规与标准司组织制订。

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、天津市生态环境监测中心、杭州市环境监测中心站和长春市环境监测中心站。

本标准生态环境部2018年12月26日批准。

本标准自2019年6月1日起实施。

本标准由生态环境部解释。

# 固定污染源废气 碱雾的测定

## 电感耦合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电感耦合等离子体发射光谱法。

本标准适用于钢铁行业固定污染源废气中碱雾的测定。

当采样体积为 200 L（标干体积）时，方法检出限为 0.2 mg/m<sup>3</sup>，测定下限为 0.8 mg/m<sup>3</sup>。

### 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

本标准测定的碱雾指在生产过程中产生的含钠及其化合物的液滴和颗粒物（以 NaOH 计）。

### 4 方法原理

以等速采样的方式，将固定污染源废气中的碱雾捕集到石英纤维滤筒中。采样后的滤筒用水提取，提取液中的钠元素用电感耦合等离子体发射光谱仪测定，根据钠元素含量和采样的标干体积计算碱雾的浓度。

### 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。实验用水为电阻率  $\geq 18 \text{ M}\Omega\cdot\text{cm}$  的去离子水。

#### 5.1 氯化钠（NaCl）。

5.2 硝酸： $\rho(\text{HNO}_3) = 1.42 \text{ g/ml}$ ，优级纯。

5.3 钠标准贮备液： $\rho(\text{Na}^+) = 1000 \text{ mg/L}$ 。

在  $400 \sim 450^\circ\text{C}$  灼烧至恒重后，准确称取  $2.5421 \text{ g}$  氯化钠(5.1)，用水溶解并定容至  $1000 \text{ ml}$  容量瓶中，混匀。转入聚乙烯瓶中，于  $4^\circ\text{C}$  以下冷藏，密封可保存 6 个月。亦可购买市售有证标准溶液。

5.4 钠标准使用液： $\rho(\text{Na}^+) = 100 \text{ mg/L}$ 。

移取  $10.00 \text{ ml}$  钠标准贮备液(5.3)，用水稀释定容至  $100 \text{ ml}$  容量瓶中，混匀，临用现配。

5.5 硝酸溶液：1+1。

5.6 石英纤维滤筒：滤筒对粒径大于  $0.5 \mu\text{m}$  的颗粒物阻隔效率不低于 99.9%。

5.7 滤膜： $0.45 \mu\text{m}$  无机水系微孔滤膜。

5.8 载气：氩气，纯度  $\geq 99.9\%$ 。

## 6 仪器和设备

6.1 烟尘采样器：性能和技术指标应符合 HJ/T 48 的规定。

6.2 电感耦合等离子体发射光谱仪。

6.3 分析天平：检定分度值  $0.1 \text{ mg}$ 。

6.4 超声波清洗器：超声频率范围为  $40 \sim 100 \text{ kHz}$ ，超声功率范围为  $100 \sim 600 \text{ W}$ 。

6.5 电热板：控温精度优于  $\pm 5^\circ\text{C}$ 。

6.6 具塞锥形瓶。

6.7 一般实验室常用仪器和设备。

## 7 样品

### 7.1 样品采集

固定污染源废气的监测点位、频次、排气参数的测定等按照 GB/T 16157、HJ/T 373 和 HJ/T 397 的有关规定执行。

采样前，应对采样器进行流量校准和采样系统气密性检查，采样过程中仪器自动调节流量维持等速采样。采样结束后用水清洗采样嘴和弯管内壁至具塞锥形瓶(6.6)中，密封瓶口。

### 7.2 样品保存

滤筒样品采集后将封口向内折叠，竖直放入滤筒保存盒中密封保存。具塞锥形瓶中的清洗液密闭保存。

样品在干燥、避光、室温环境下保存。

### 7.3 试样的制备

### 7.3.1 超声波提取法

将采样后的滤筒剪成小块，放入装有清洗液的具塞锥形瓶中，用适量的水浸没滤筒，将具塞锥形瓶放入超声波清洗器中，超声提取 10 min。经滤膜(5.7)过滤，用水清洗滤膜和具塞锥形瓶，滤液中加入 2 ml 硝酸溶液（5.5），用水定容至 100 ml 容量瓶中。

### 7.3.2 加热浸出法

将采样后的滤筒剪成小块，放入装有清洗液的具塞锥形瓶中，用适量的水浸没滤筒，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。经滤膜(5.7)过滤，用水清洗滤膜和具塞锥形瓶，滤液中加入 2 ml 硝酸溶液（5.5），用水定容至 100 ml 容量瓶中。

## 7.4 空白试样的制备

取与采样用同批次滤筒，按与试样的制备（7.3.1 或 7.3.2）相同的步骤至少制备 2 个空白试样。

## 8 分析步骤

### 8.1 仪器参考分析条件

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 电感耦合等离子体发射光谱仪参考分析条件

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)	观测方向	观测距离 (mm)	测定波长 (nm)
1.5	0.55	0.22	1.0	1.4	径向	15	589.592

### 8.2 标准曲线的建立

分别准确移取 0.00 ml、1.00 ml、2.00 ml、5.00 ml、10.00 ml、20.00 ml 钠标准使用液（5.4）置于一组 100 ml 容量瓶中，加入 2 ml 硝酸溶液（5.5），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。用电感耦合等离子体发射光谱仪进行测定，以钠元素质量浓度为横坐标，响应值为纵坐标，建立标准曲线。

### 8.3 试样测定

按照与建立标准曲线相同的仪器参考分析条件（8.1）和分析步骤进行试样的测定。

注：若钠浓度超出标准曲线，试样应稀释后测定，并记录稀释倍数（*D*）。

### 8.4 空白试验

按照与试样的测定相同的步骤进行空白试样的测定。

## 9 结果计算与表示

### 9.1 结果计算

废气中碱雾浓度按下式计算：

$$\rho = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \times V_i}{1000 V_{nd}} \times 1.74 \times D \quad (1)$$

式中： $\rho$ ——废气中碱雾的浓度（以NaOH计）， $\text{mg}/\text{m}^3$ ；

$\rho_1$ ——试样中钠（ $\text{Na}^+$ ）浓度， $\text{mg}/\text{L}$ ；

$\rho_0$ ——空白试样中钠（ $\text{Na}^+$ ）浓度平均值， $\text{mg}/\text{L}$ ；

$V_i$ ——试样定容体积， $\text{ml}$ ；

$V_{nd}$ ——标准状态下干烟气的采样体积， $\text{m}^3$ ；

$D$ ——试样稀释倍数；

1.74——NaOH的摩尔质量/ $\text{Na}^+$ 的摩尔质量。

注：空白样品与实际样品稀释同样倍数。

### 9.2 结果表示

测量结果的小数点后位数的保留与方法检出限一致，最多保留三位有效数字。

## 10 精密度和准确度

### 10.1 精密度

6家实验室分别对钠含量为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次重复测定。实验室内相对标准偏差分别为：1.9%~11%、0.6%~8.7%和1.3%~9.2%；实验室间相对标准偏差分别为6.4%、4.3%和2.8%；重复性限分别为：0.5  $\text{mg}/\text{m}^3$ 、0.9  $\text{mg}/\text{m}^3$ 和2.0  $\text{mg}/\text{m}^3$ ；再现性限分别为：0.7  $\text{mg}/\text{m}^3$ 、1.3  $\text{mg}/\text{m}^3$ 和2.3  $\text{mg}/\text{m}^3$ 。

### 10.2 准确度

6家实验室分别对碱雾（加标量为0.35 mg、1.00 mg和1.40 mg）（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%。

## 11 质量保证和质量控制

### 11.1 采样过程控制

11.1.1 定期对流量计、皮托管、温度传感器等进行校准。

11.1.2 采样嘴应先背向气流方向插入管道，采样时采样嘴必须对准气流方向，偏差不得超过 $10^\circ$ 。气体进入采样嘴的速度应与采样点的烟气速度相等，其相对误差应在10%以内。

11.1.3 采样过程跟踪率要求达到 $1.0 \pm 0.1$ ，否则应重新采样。

## 11.2 空白

每批样品应至少分析同批次空白样品2个。空白滤筒超声提取液或加热浸出液中钠（以NaOH计）的测定值应小于 $1 \text{ mg/m}^3$ ，否则不能使用。

## 11.3 标准曲线

每批样品测定前均要求建立标准曲线，其相关系数大于0.999。每20个样品（或每批样品）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 $\pm 10\%$ 以内。否则，应重新建立标准曲线。

## 11.4 准确度控制

每20个样品（或每批样品）应至少测定10%的有证标准样品或实验室自行配制的质控样品，有证标准样品测定结果应在其给出的不确定范围内，实验室自行配制的质控样品，其回收率应在80%~110%之间。

## 12 废物处理

实验过程中产生的废物应分类收集，按相关要求集中处置。

---