

# HJ

中华人民共和国国家环境保护标准

HJ 543—2009

---

## 固定污染源废气 汞的测定 冷原子吸收分光光度法（暂行）

Stationary source emission-Determination of mercury-  
Cold atomic absorption spectrophotometry

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 干扰.....	1
5 试剂和材料.....	1
6 仪器和设备.....	3
7 样品.....	3
8 分析步骤.....	3
9 结果计算.....	4
10 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汞的监测方法，制定本标准。

本标准规定了测定固定污染源废气中汞的冷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。

# 固定污染源废气 汞的测定

## 冷原子吸收分光光度法（暂行）

警告：汞及其化合物毒性很强，操作时应加强室内通风；反应后的含汞废气在排出之前用碘-活性炭吸附，以免污染空气；检测后的残渣残液应做妥善的安全处理。

### 1 适用范围

本标准规定了测定固定污染源废气中汞的冷原子吸收分光光度法。

本标准适用于固定污染源废气中汞的测定。

方法检出限为  $0.025\mu\text{g}/25\text{ml}$  试样溶液，当采样体积为 10L 时，检出限为  $0.0025\text{mg}/\text{m}^3$ ，测定下限为  $0.01\text{mg}/\text{m}^3$ 。

### 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 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 373 固定污染源监测质量保证与质量控制技术规范（试行）

### 3 方法原理

废气中的汞被酸性高锰酸钾溶液吸收并氧化形成汞离子，汞离子被氯化亚锡还原为原子态汞，用载气将汞蒸气从溶液中吹出带入测汞仪，用冷原子吸收分光光度法测定。

### 4 干扰

有机物如苯、丙酮等干扰测定。

### 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，GB/T 6682，二级。

5.1 浓盐酸： $\rho(\text{HCl})=1.19\text{g}/\text{ml}$ ，优级纯。

5.2 硫酸： $\rho(\text{H}_2\text{SO}_4)=1.84\text{g}/\text{ml}$ ，优级纯。

5.3 高锰酸钾（ $\text{KMnO}_4$ ）：优级纯。

5.4 氯化汞（ $\text{HgCl}_2$ ）：优级纯。

5.5 硫酸溶液： $\rho(\text{H}_2\text{SO}_4)=10\%$ 。

移取 10.0mL 硫酸(5.2)至 100 mL 水中。

5.6 硫酸溶液： $c(1/2 \text{H}_2\text{SO}_4)=0.5\text{mol/L}$ 。

取 6.9ml 硫酸(5.2)徐徐加入 400ml 水中，冷却后用水稀释至 500ml。

5.7 硫酸溶液： $c(1/2 \text{H}_2\text{SO}_4)=1.0\text{mol/L}$ 。

取 13.8ml 硫酸(5.2)徐徐加入 400ml 水中，冷却后用水稀释至 500ml。

5.8 高锰酸钾溶液： $c(1/5\text{KMnO}_4)=0.1\text{mol/L}$ 。

称取 3.2g 高锰酸钾(5.3)，用水溶解并稀释到 1000ml。过滤后，滤液贮存于棕色瓶中备用。

5.9 吸收液

将 0.1mol/L 高锰酸钾溶液(5.8)与 10%硫酸溶液(5.5)等体积混合，使用前配制。

5.10 氯化亚锡甘油溶液： $\omega(\text{SnCl}_2\cdot 2\text{H}_2\text{O})=25\%$ 。

称取 25.0g 氯化亚锡( $\text{SnCl}_2\cdot 2\text{H}_2\text{O}$ )于 150ml 烧杯中，加 10.0ml 浓盐酸(5.1)，搅拌使其溶解，加入甘油 90ml，冷却后贮于棕色瓶中。

注：氯化亚锡甘油溶液临用前倒入汞反应瓶中，吹氮气除去其中的本底汞，至测汞仪读数回零。

5.11 盐酸羟胺溶液： $\omega(\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl})=10\%$ 。

称取 10.0g 盐酸羟胺( $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$ )用少量水溶解，并用水稀释至 100ml。

5.12 汞标准贮备液： $\rho(\text{Hg}) = 1000\mu\text{g/ml}$ 。

称取 0.1354g 氯化汞 (5.4)，溶解于 0.5mol/L 硫酸溶液 (5.6) 中，移入 100ml 容量瓶中，以 0.5mol/L 硫酸溶液 (5.6) 稀释至标线。此溶液每毫升含 1000 $\mu\text{g}$  汞。

汞标准贮备液也可使用市售有证标准溶液。

5.13 汞标准中间液： $\rho(\text{Hg}) = 10.0\mu\text{g/ml}$ 。

吸取氯化汞标准贮备液 (5.12) 1.00ml，移入 100ml 容量瓶中，用 0.5mol/l 硫酸溶液 (5.6) 稀释至标线，此溶液每毫升相当于含 10.0 $\mu\text{g}$  汞。

5.14 汞标准使用液： $\rho(\text{Hg}) = 1.00\mu\text{g/ml}$ 。

临用前，吸取氯化汞标准中间液 (5.13) 10.00ml，移入 100ml 容量瓶中，用 0.5mol/L 硫酸溶液 (5.6) 稀释至标线。此溶液每毫升相当于含 1.00 $\mu\text{g}$  汞。

5.15 碘-活性炭

称取 10 g 碘 ( $\text{I}_2$ ) 和 20 g 碘化钾 (KI) 于烧杯中，再加入 200 mL 蒸馏水或去离子水，配成溶液，然后向溶液中加入约 100 g 活性炭，用力搅拌至溶液脱色后倾出溶液，将活性炭

在(100~110)°C烘干，置于干燥器中备用。

5.16 氮气(N<sub>2</sub>): 纯度99.999%。

注: 如使用空气作为载气, 应经过活性炭净化。

## 6 仪器和设备

除非另有说明, 分析时均使用符合国家标准 A 级玻璃仪器。

6.1 烟气采样器: 流量范围(0~1)L/min。

6.2 大型气泡吸收管: 10ml。

6.3 冷原子吸收测汞仪。

6.4 汞反应瓶。

6.5 汞吸收塔: 250 mL 玻璃干燥塔, 内填充碘-活性炭(5.15)。为保证碘-活性炭的效果, 使用(1~2)月后, 应重新更换。

## 7 样品

### 7.1 样品的采集

按照《固定污染源排气中颗粒物测定与气态污染物采样方法》(GB/T16157)进行烟气采样。在采样装置上串联两支各装10ml吸收液(5.9)的大型气泡吸收管, 以0.3L/min流量, 采样(5~30) min。

注: 橡皮管对汞有吸附, 采样管与吸收管之间采用聚乙烯管连接, 接口处用聚四氟乙烯生料带密封; 当汞浓度较高时, 可使用大型冲击式吸收采样瓶。

### 7.2 现场空白

将两支装有10ml 吸收液(5.9)的大型气泡吸收管带至采样点, 不连接烟气采样器, 并与样品在相同的条件下保存、运输, 直到送交实验室分析, 运输过程中应注意防止沾污。

### 7.3 样品的保存

采样结束后, 封闭吸收管进出气口, 置于样品箱内运输, 并注意避光, 样品采集后应尽快分析。若不能及时测定, 应置于冰箱内(0~4)°C保存, 5天内测定。

### 7.4 试样的制备

采样后, 将两支吸收管中的吸收液合并移入 25ml 容量瓶中, 用吸收液(5.9)洗涤吸收管 1~2 次, 洗涤液并入容量瓶中, 用吸收液(5.9)稀释至标线, 摇匀。

### 7.5 空白试样的制备

按试样的制备(7.4)方法制备空白试样。

## 8 分析步骤

### 8.1 标准曲线的绘制

8.1.1 取 7 个汞反应瓶，按表 1 配制汞标准系列。

表 1 汞标准系列

瓶号	0	1	2	3	4	5	6
汞标准使用液(ml)	0	0.10	0.20	0.40	0.60	0.80	1.00
吸收液(ml)	5.0	4.9	4.8	4.6	4.4	4.2	4.0
汞含量(μg)	0	0.10	0.20	0.40	0.60	0.80	1.00

8.1.2 将各瓶摇匀后放置 10min，滴加 10%盐酸羟胺溶液(5.11)，至紫红色和沉淀完全褪去为止。

8.1.3 在瓶中加入 1.0mol/L 硫酸溶液(5.7)至 25ml，再加 25%氯化亚锡甘油溶液(5.10)3.0ml，迅速盖严瓶塞。

8.1.4 按测汞仪操作程序进行测定，以仪器的响应值对汞含量(μg)绘制标准曲线，并算出标准曲线的线性回归方程。

注：温度对测定灵敏度有影响，当室温低于 10℃时不利于汞的挥发，灵敏度较低，应采取增高操作环境温度度的办法来提高汞的气化效率。并注意标准溶液和试样温度的一致性。

### 8.2 试料的制备

吸取适量试样，放入汞反应瓶中，用吸收液（5.9）稀释至 5.0ml。同法制备空白试料。

### 8.3 试料的测定

按标准曲线的绘制步骤(8.1.2~8.1.4)进行试料和空白试料的测定，并记录仪器的响应值。

## 9 结果计算

根据所测得的试料和空白试料的响应值，由线性回归方程计算试料和空白试料中的汞含量。并由式(1)计算固定污染源废气中的汞浓度(μg/m<sup>3</sup>)。

$$\rho(\text{Hg}) = \frac{W_1 - W_0}{V_{nd}} \times \frac{V_t}{V_a} \quad (1)$$

式中： $\rho(\text{Hg})$ ——固定污染源废气中的汞浓度(μg/m<sup>3</sup>)；

$W_1$ ——试料中的汞含量，μg；

$W_0$ ——空白试料中的汞含量，μg；

$V_a$ ——测定时所取试样溶液体积，ml；

$V_t$ ——试样溶液总体积，ml；

$V_{nd}$ ——标准状态(101.325kPa, 273K)下干气的采样体积， $m^3$ 。

## 10 质量保证和质量控制

10.1 质量保证和质量控制按《固定污染源监测质量保证与质量控制技术规范（试行）》（HJ/T 373）相关规定执行。

10.2 全部玻璃器皿在使用前要用 10%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汞。

10.3 测定样品前必须做试剂空白试验，空白值应不超过 0.005 $\mu\text{g}$  汞。

---