



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**

2009-12-30 发布

2010-04-01 实施

环 境 保 护 部 发 布

中华人民共和国环境保护部 公 告

2009 年 第 74 号

为贯彻《中华人民共和国环境保护法》，保护环境，保障人体健康，现批准《固定污染源废气 铅的测定 火焰原子吸收分光光度法（暂行）》等十四项标准为国家环境保护标准，并予发布。

标准名称、编号如下：

- 一、固定污染源废气 铅的测定 火焰原子吸收分光光度法（暂行）（HJ 538—2009）；
- 二、环境空气 铅的测定 石墨炉原子吸收分光光度法（暂行）（HJ 539—2009）；
- 三、环境空气和废气 砷的测定 二乙基二硫代氨基甲酸银分光光度法（暂行）（HJ 540—2009）；
- 四、黄磷生产废气 气态砷的测定 二乙基二硫代氨基甲酸银分光光度法（暂行）（HJ 541—2009）；
- 五、环境空气 汞的测定 巯基棉富集-冷原子荧光分光光度法（暂行）（HJ 542—2009）；
- 六、固定污染源废气 汞的测定 冷原子吸收分光光度法（暂行）（HJ 543—2009）；
- 七、固定污染源废气 硫酸雾的测定 离子色谱法（暂行）（HJ 544—2009）；
- 八、固定污染源废气 气态总磷的测定 喹钼柠酮容量法（暂行）（HJ 545—2009）；
- 九、环境空气 五氧化二磷的测定 抗坏血酸还原-钼蓝分光光度法（暂行）（HJ 546—2009）；
- 十、固定污染源废气 氯气的测定 碘量法（暂行）（HJ 547—2009）；
- 十一、固定污染源废气 氯化氢的测定 硝酸银容量法（暂行）（HJ 548—2009）；
- 十二、环境空气和废气 氯化氢的测定 离子色谱法（暂行）（HJ 549—2009）；
- 十三、水质 总钴的测定 5-氯-2-(吡啶偶氮)-1,3-二氨基苯分光光度法（暂行）（HJ 550—2009）；
- 十四、水质 二氧化氯的测定 碘量法（暂行）（HJ 551—2009）。

以上标准自 2010 年 4 月 1 日起实施，由中国环境科学出版社出版，标准内容可在环境保护部网站（bz.mep.gov.cn）查询。

特此公告。

2009 年 12 月 30 日

目 次

前 言.....	iv
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.....	2
7 样品.....	2
8 分析步骤.....	3
9 结果计算.....	3
10 质量保证和质量控制.....	3

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 10 L 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）

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

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的分析纯试剂。实验用水，GB/T 6682，二级。

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

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

5.3 高锰酸钾（ KMnO_4 ）：优级纯。

5.4 氯化汞（ HgCl_2 ）：优级纯。

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

量取 10.0 ml 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 6.9 ml 硫酸（5.2）徐徐加入 400 ml 水中，冷却后用水稀释至 500 ml 。

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

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

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

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

5.9 吸收液

将 0.1 mol/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。

HJ 543—2009

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

称取 25.0 g 氯化亚锡 ($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) 于 150 ml 烧杯中，加 10.0 ml 浓盐酸 (5.1)，搅拌使其溶解，加入甘油 90 ml，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： $w(\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl})=10\%$ 。

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

5.12 汞标准贮备液： $\rho(\text{Hg})=1\ 000\ \mu\text{g}/\text{ml}$ 。

称取 0.135 4 g 氯化汞 (5.4)，溶于 0.5 mol/L 硫酸溶液 (5.6) 中，移入 100 ml 容量瓶中，以 0.5 mol/L 硫酸溶液 (5.6) 稀释至标线。此溶液每毫升含 1 000 μg 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： $\rho(\text{Hg})=10.0\ \mu\text{g}/\text{ml}$ 。

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

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

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

5.15 碘-活性炭

称取 10 g 碘 (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℃ 烘干，置于干燥器中备用。

5.16 氮气 (N_2)：纯度 $\varphi(\text{N}_2)=99.999\%$ 。

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：10 ml。

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 个月，应重新更换。

7 样品

7.1 样品的采集

按照 GB/T 16157 进行烟气采样。在采样装置上串联两支各装 10 ml 吸收液 (5.9) 的大型气泡吸收管，以 0.3 L/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 10 ml 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玷污。

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℃ 保存，5 d 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 25 ml 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 支汞反应瓶，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 10 min，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 1.0 mol/L 硫酸溶液（5.7）至 25 ml，再加 25% 氯化亚锡甘油溶液（5.10）3.0 ml，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，应采取增高操作间环境温度的办法来提高汞的气化效率。并要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 5.0 ml。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的质量浓度（μg/m³）。

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

式中： $\rho(\text{Hg})$ ——固定污染源废气中的汞的质量浓度，μg/m³；

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（101.325 kPa，273 K）下干气的采样体积，m³。

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

HJ 543—2009

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 40 min, 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 μg 汞。

中华人民共和国国家环境保护标准
固定污染源废气 汞的测定
冷原子吸收分光光度法（暂行）

HJ 543—2009

*

中国环境科学出版社出版发行
(100062 北京崇文区广渠门内大街16号)

网址: <http://www.cesp.com.cn>

电话: 010-67112738

北京市联华印刷厂印刷

版权所有 违者必究

*

2010年3月第1版 开本 880×1230 1/16

2010年3月第1次印刷 印张 0.75

字数 30千字

统一书号: 135111·062

定价: 12.00元