

HJ

中华人民共和国国家环境保护标准

HJ 549—2009

环境空气和废气 氯化氢的测定 离子色谱法(暂行)

Ambient air and waste gas -Determination of hydrogen
chloride-Ion chromatography

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 试剂和材料.....	1
5 仪器和设备.....	2
6 样品.....	2
7 分析步骤.....	3
8 结果计算.....	4
9 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，规范空气和废气中氯化氢的监测方法，制定本标准。

本标准规定了测定空气和废气中氯化氢的离子色谱法。

本标准由环境保护部科技标准司组织制订。

本标准主要起草单位：北京市环境保护监测中心。

本标准环境保护部于 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。

环境空气和废气 氯化氢的测定 离子色谱法（暂行）

1 适用范围

本标准规定了测定环境空气和废气中氯化氢的离子色谱法。

本标准适用于环境空气和废气中氯化氢的测定。

对于有组织排放废气，本方法检出限为 $1\mu\text{g}/50\text{ml}$ ，当采样体积为 10L 时，检出限为 $0.5\text{mg}/\text{m}^3$ ，测定下限为 $2\text{mg}/\text{m}^3$ 。

对于环境空气，本方法检出限为 $0.2\mu\text{g}/10\text{ml}$ ，当采样体积为 60L 时，检出限为 $0.003\text{mg}/\text{m}^3$ ，测定下限为 $0.012\text{mg}/\text{m}^3$ 。

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和气态污染物采样方法

HJ/T 194 环境空气质量手工监测技术规范

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

用碱性吸收液吸收氯化氢气体生成氯化物。将样品注入离子色谱仪，分离出氯离子，根据保留时间定性，响应值定量。

4 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，去离子水，GB/T 6682，二级。

4.1 吸收液：氢氧化钾-碳酸钠溶液， $c(\text{KOH})=0.089\text{mol}/\text{L}$ ， $c(\text{Na}_2\text{CO}_3)=0.12\text{mol}/\text{L}$ 。

称取 5.0g 氢氧化钾和 12.72g 无水碳酸钠，溶解于水，稀释至 1000ml。也可根据仪器型号及色谱柱使用条件进行配置。

4.2 淋洗液：由 1 份吸收液加 49 份水配制，临用现配。

4.3 氯化钾标准储备溶液： $\rho(\text{Cl}^-)=1000\mu\text{g}/\text{ml}$ 。

称取 2.103g 氯化钾（基准试剂，于 110℃ 烘干 2h），溶解后移入 1000ml 容量瓶中，用淋洗液（4.2）稀释至标线，摇匀。也可使用有证标准溶液进行配置。氯化钾贮备液于（0~4）℃ 密封可保存 3 个月。

4.4 氯化钾标准使用液 I： $\rho(\text{Cl}^-)=100\mu\text{g}/\text{ml}$ 。

吸取 10.00ml 氯化钾标准贮备溶液（4.3），置于 100ml 容量瓶中，用淋洗液（4.2）稀释至标线，摇匀，临用现配。

4.5 氯化钾标准使用液 II： $\rho(\text{Cl}^-)=10\mu\text{g}/\text{ml}$ 。

吸取 10.00ml 氯化钾标准贮备溶液（4.3），置于 1000ml 容量瓶中，用淋洗液（4.2）稀释至标线，摇匀，临用现配。

以上试剂均贮于塑料瓶中。

4.6 0.45 μm 乙酸纤维微孔滤膜。

4.7 0.3 μm 乙酸纤维微孔滤膜。

5 仪器和设备

除非另有说明，分析时均使用符合国家标准的 A 级玻璃量器。

5.1 多孔玻板吸收管：10ml。

5.2 大型气泡吸收管：10ml。

5.3 烟气采样器：流量范围，（0~1）L/min。

5.4 空气采样器：流量范围，（0~1）L/min。

5.5 采样管：用硬质玻璃或氟树脂材质，具有适当尺寸的管料，并应附有可加热至 120℃ 以上的保温夹套。

5.6 聚四氟乙烯滤膜夹：尺寸与滤膜（4.7）相配。

5.7 连接管：用聚四氟乙烯软管或内衬聚四氟乙烯薄膜的硅橡胶管。

5.8 离子色谱仪：含电导检测器及阴离子色谱柱。

5.9 真空过滤装置。

5.10 聚四氟乙烯或聚乙烯塑料瓶。

5.11 具塞比色管：10ml、50ml。

6 样品

6.1 样品采集

6.1.1 有组织排放

采样按 GB/T 16157《固定污染源排气中颗粒物测定和气态污染物采样方法》中的有关规定执行。在采样装置上串联两支各装 5.0ml 吸收液(4.1)的多孔玻板吸收管,以 0.5L/min 流量,采样(15~30)min。在采气过程中,保持采样管保温夹套温度在 120℃,以避免水汽于吸收管之前凝结。若排气中含有氯化物颗粒性物质,应在吸收瓶之前接装放入滤膜(4.7)的滤膜夹。

6.1.2 空气

采样按《环境空气质量手工监测技术规范》(HJ/T 194)执行。采样器应在使用前进行气密性检查和流量校准。将微孔滤膜(4.7)装在滤膜夹内,后面串联两支各装 10ml 吸收液/淋洗液(4.2)的大型气泡吸收管,用空气采样器以 1L/min 流量,采气 60min。

6.2 样品保存

样品采集后用聚四氟乙烯管密封,于(0~4)℃冷藏保存,48h 内分析测定。

6.3 试样制备

6.3.1 有组织排放样品

采样后,将两支吸收管中的样品(6.1.1)溶液分别注入 50mL 具塞比色管中,用水稀释至标线,摇匀。分别吸取 10.00mL 上述样品溶液,置于另一 50mL 具塞比色管中,用水稀释至标线,摇匀。

6.3.2 有组织排放空白样品

同(6.3.1)处理全程序空白样品。

6.3.3 空气样品

将两支吸收管中的样品(6.1.2)分别移入两支 10 ml 具塞比色管中,用少量淋洗液(4.2)洗涤吸收管内壁,润洗液一并移入比色管,稀释至 10ml 标线,摇匀。

6.3.4 空气空白样品

全程序空白样品处理步骤同 6.3.3。

7 分析步骤

7.1 色谱条件

仪器条件可参照说明书进行选择,以下所列条件和参数仅供参考。

流速: 1.00ml/min; 进样体积: 100 μ l。

柱温: 室温(不低于 18℃) \pm 0.5℃。

7.2 标准曲线的绘制

7.2.1 取 6 支 50ml 容量瓶，按表 1 配制标准系列 I。

表 1 氯化钾标准系列 I

管号	0	1	2	3	4	5
KCl 标准使用液 I(4.4)(ml)	0	0.50	1.00	5.00	10.0	25.0
淋洗液 (ml)	50.00	49.5	49.0	45.0	40.0	25.0
Cl ⁻ 浓度 (μg/ml)	0	1.00	2.00	10.0	20.0	50.0

各管混匀后，注入离子色谱仪，测量仪器响应值及保留时间。以仪器响应值对 Cl⁻ 浓度 (μg/ml)，绘制标准曲线 I，此标准曲线适用于固定污染源废气样品。

7.2.2 取 6 支 10ml 容量瓶，按表 2 配制标准系列 II。

表 2 氯化钾标准系列 II

管号	0	1	2	3	4	5
KCl 标准使用液 II(4.5)(ml)	0	0.10	0.25	0.50	1.00	2.00
淋洗液 (ml)	10.0	9.90	9.75	9.50	9.00	8.00
Cl ⁻ 浓度 (μg/ml)	0	0.10	0.25	0.50	1.00	2.00

各管混匀后，注入离子色谱仪，测量仪器响应值及保留时间。以仪器响应值对 Cl⁻ 浓度 (μg/ml)，绘制标准曲线 II，此标准曲线适用于空气样品。

7.3 试料的测定

将试样 (6.3) 用 0.45μm 乙酸纤维微孔滤膜 (4.6) 过滤后得到试料，保存于聚四氟乙烯或聚乙烯塑料瓶中。同法处理全程序空白试样。测定时将试料注入离子色谱仪，在与绘制标准曲线相同的条件下测定 Cl⁻ 含量。

8 结果计算

8.1 固定污染源废气中氯化氢的浓度按下式 (1) 计算：

$$\rho(\text{HCl}) = \frac{(\rho_1 + \rho_2 - 2\rho_0) \times V_1}{V_{nd}} \times \frac{50}{10.0} \times \frac{36.45}{35.45} \quad (1)$$

式中：ρ(HCl) — 固定污染源废气中 HCl 的浓度，mg/m³；

ρ₁、ρ₂ — 分别为第一、二管试料中 Cl⁻ 浓度，μg/ml；

ρ₀ — 空白试料中 Cl⁻ 浓度，μg/ml；

V₁ — 稀释后试样体积，ml；

V_{nd} — 标准状态下干气的采样体积，L。

36.45—HCl 的摩尔质量, g/mol;

35.45—Cl⁻的摩尔质量, g/mol。

8.2 空气中氯化氢的浓度按下式 (2) 计算:

$$\rho(\text{HCl}) = \frac{(\rho_1 + \rho_2 - 2\rho_0) \times 10.0}{V_n} \times \frac{36.45}{35.45} \quad (2)$$

式中: $\rho(\text{HCl})$ —空气中 HCl 的浓度, mg/m³;

ρ_1 、 ρ_2 —分别为第一、二管试料中 Cl⁻ 浓度, $\mu\text{g/ml}$;

ρ_0 —空白试料中 Cl⁻ 浓度, $\mu\text{g/ml}$;

V_n —标准状态下采样体积, L。

9 质量保证和质量控制

9.1 质量控制与质量保证参照 HJ/T 373 执行。

9.2 对于有组织排放废气, 吸收液浓度是淋洗液浓度的 50 倍, 故样品溶液在测定前须稀释 50 倍, 使其浓度与淋洗液相近, 当浓度相差大时, 测定误差大。

9.3 当废气中氯化氢浓度低时, 吸收液可配浓度低一些, 测定时稀释至与淋洗液浓度相近。

9.4 本法灵敏度高, 吸收管、连接管及各器皿均应仔细洗涤; 操作中注意防止自来水及空气微尘中氯化物的干扰。
