

# 居住区大气中铅卫生检验标准方法 原子吸收分光光度法

GB 11739—89

Standard method for hygienic examination of  
lead in air of residential areas—  
Atomic absorption spectrophotometry

## 1 主题内容与适用范围

本标准规定了用原子吸收分光光度法测定居住区大气中铅的浓度。

本标准适用于居住区大气总悬浮颗粒物及可吸入颗粒物中铅浓度的测定。

### 1.1 灵敏度

火焰原子吸收法对 $0.5 \mu\text{g}/\text{mL}$ 铅可产生1%吸收，石墨炉原子吸收法为 $4.1 \times 10^{-4} \mu\text{g}$ 铅。

### 1.2 检出下限

火焰原子吸收法为 $0.24 \mu\text{g}/\text{mL}$ 铅；石墨炉原子吸收法为 $6.6 \times 10^{-5} \mu\text{g}$ 铅。

### 1.3 测定范围

总悬浮颗粒物中的铅用大流量采样器，若以 $1.1 \text{ m}^3/\text{min}$ 流量采气 $420 \text{ m}^3$ ，其测量范围，空气-乙炔火焰原子吸收法为 $5 \times 10^{-4} \sim 7 \times 10^{-3} \text{ mg}/\text{m}^3$ ；石墨炉原子吸收法为 $5 \times 10^{-6} \sim 7 \times 10^{-5} \text{ mg}/\text{m}^3$ 。

可吸入颗粒物中的铅，用可吸入颗粒物采样器，以采样器规定的流量，采气 $1.0 \text{ m}^3$ ，石墨炉原子吸收法测量范围为 $5 \times 10^{-4} \sim 7 \times 10^{-3} \text{ mg}/\text{m}^3$ 。

### 1.4 干扰

按本法规定条件操作，未见其他金属元素对铅测定有干扰。

## 2 原理

采集在玻璃纤维滤纸上的铅及其化合物，经稀硝酸加热浸出，以离子形态定量地转移到溶液中，于 $283.3 \text{ nm}$ 铅谱线用原子吸收分光光度法进行测定。

## 3 试剂和材料

**3.1 水：**所有实验用水均为无铅的去离子水。

**3.2 玻璃纤维滤纸（以下简称滤纸）：**用于大流量采样器采集总悬浮颗粒物时，滤纸为“49”型，规格为 $200 \text{ mm} \times 250 \text{ mm}$ ；用于可吸入颗粒物采样器采集可吸入颗粒物时，滤纸直径由所用的采样器决定。

**3.3 硝酸：**用优级纯硝酸以水配制成 $1+1$ 、 $0.8 \text{ mol}/\text{L}$ 、 $2 \text{ mol}/\text{L}$ 浓度的溶液。

**3.4 铅标准溶液：**准确称取 $0.5000 \text{ g}$ 金属铅（99.99%）于 $150 \text{ mL}$ 烧杯中，加入 $20 \text{ mL}$ （ $1+1$ ）硝酸，加热溶解后取下放冷，移入 $500 \text{ mL}$ 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 $1.00 \text{ mL}$ 含 $1000 \mu\text{g}$ 铅。临用时，用 $0.8 \text{ mol}/\text{L}$ 硝酸溶液稀释成 $1.00 \text{ mL}$ 含 $100 \mu\text{g}$ 和 $1.00 \text{ mL}$ 含 $1.0 \mu\text{g}$ 铅的标准溶液。

## 4 仪器和设备

**4.1 大流量采样器：**流量范围 $1.1 \sim 1.7 \text{ m}^3/\text{min}$ 。滤纸规格为 $200 \text{ mm} \times 250 \text{ mm}$ ，可采颗粒物直径为 $0.1 \sim 100 \mu\text{m}$ 。并能连续稳定采样 $24 \text{ h}$ 以上。

**4.2 可吸入颗粒采样器:**采集空气中粒径为 $10\mu\text{m}$ 以下的颗粒物的采样器入口要求:  $D_{50}^{1)} = 10 \pm 1\mu\text{m}$ ,  $\sigma_g^{2)} = 1.5 \pm 0.1$ , 可连续稳定工作12h以上, 流量误差小于5%。

注: 1)  $D_{50}$ ——颗粒物中值直径。

2)  $\sigma_g$ ——几何标准差。

**4.3 电热恒温水浴锅。**

**4.4 玻璃器皿:**所用容量瓶和试管等玻璃器皿必须用10%硝酸浸泡清洗, 并用去离子水冲洗干净。

**4.5 铅空心阴极灯。**

**4.6 原子吸收分光光度计:**附石墨炉。

## 5 采样

**5.1 总悬浮颗粒物采样:**将 $200\text{mm} \times 250\text{mm}$ 滤纸, 平置于大流量采样器的采样夹上夹紧。以 $1.1 \sim 1.7\text{m}^3/\text{min}$ 流量采气, 火焰法采气 $420\text{m}^3$ , 石墨炉法采气 $10\text{m}^3$ 。

**5.2 可吸入颗粒物采样:**将滤纸平置于可吸入颗粒物的采样器采样夹上夹紧, 以采样器规定的流量采气 $1.0\text{m}^3$ 。

采样后, 小心取下采样滤纸, 尘面向内对折, 放于清洁纸袋中, 再放入样品盒内保存待用。记录采样时的温度和大气压力。

## 6 分析步骤

### 6.1 标准曲线的绘制

**6.1.1** 取6只50mL容量瓶, 按表1或表2加入铅标准溶液, 用 $0.8\text{mol/L}$ 硝酸溶液稀释至刻度, 制备标准系列。

表1 火焰法标准系列

瓶号	0	1	2	3	4	5
100 $\mu\text{g/mL}$ 标准液, mL	0	0.50	1.50	2.50	3.50	5.00
铅浓度, $\mu\text{g/mL}$	0	1.0	3.0	5.0	7.0	10.0

表2 石墨炉法标准系列

瓶号	0	1	2	3	4	5
1.0 $\mu\text{g/mL}$ 标准液, mL	0	0.50	1.50	2.50	3.50	5.00
铅浓度, $\mu\text{g/mL}$	0	0.010	0.030	0.050	0.070	0.100

**6.1.2** 将原子吸收分光光度计调至最佳工作状态, 在铅的工作条件下〔见附录A (参考件)〕, 测定标准系列各点吸光度 (或峰高)。

**6.1.3** 以减去零浓度溶液的吸光度 (或峰高) 为纵坐标, 铅浓度 ( $\mu\text{g/mL}$ ) 为横坐标, 绘制标准曲线, 并计算回归线斜率, 以斜率倒数作为计算因子  $B_s$  [ $\mu\text{g}/(\text{mL} \cdot \text{吸光度})$  或  $\mu\text{g}/(\text{mL} \cdot \text{mm})$ ]。

**6.1.4** 当仪器稳定性较差时, 可用单点校正法求校正因子: 与样品测定的同时, 取与样品铅浓度相接