ICS 13.040.99
CCS Z 10

HJ

中华人民共和国国家生态环境标准

HJ 1490.1—2026
部分代替 HJ/T 63.1—2001、HJ/T 64.1—2001

固定污染源废气 铜、镍、镉的测定 火焰原子吸收分光光度法

Stationary source emission—Determination of copper,nickel,cadmium —Flame atomic absorption spectrophotometric method

本电子版为正式标准文件，由生态环境部环境标准研究所审校排版。

2026-08-12 发布　　2027-01-01 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　方法原理 1
4　试剂和材料 1
5　仪器和设备 2
6　样品 3
7　分析步骤 4
8　结果计算与表示 4
9　准确度 5
10　质量保证和质量控制 6
附录A（资料性附录）　方法的精密度和正确度 7

前　言

为贯彻《中华人民共和国生态环境法典》《生态环境监测条例》等法律法规的规定，防治生态环境污染，改善生态环境质量，规范固定污染源有组织排放废气颗粒物中铜、镍、镉的测定方法，制定本标准。

本标准规定了测定固定污染源有组织排放废气颗粒物中铜、镍、镉的火焰原子吸收分光光度法。

本标准是对《大气固定污染源　镍的测定　火焰原子吸收分光光度法》（HJ/T 63.1—2001）、《大气固定污染源　镉的测定　火焰原子吸收分光光度法》（HJ/T 64.1—2001）中固定污染源有组织排放废气部分的修订。

《大气固定污染源　镍的测定　火焰原子吸收分光光度法》（HJ/T 63.1—2001）、《大气固定污染源　镉的测定　火焰原子吸收分光光度法》（HJ/T 64.1—2001）首次发布于2001年，起草单位为中国环境监测总站。本次为第一次修订，修订的主要内容有：

——修订了适用范围的相关表述；

——增加了目标元素铜；

——修订了滤筒的材质，使用石英滤筒采集样品；

——增加了微波消解前处理方法；

——修订了计算公式；

——增加了质量保证和质量控制的内容。

自本标准实施之日起，固定污染源有组织排放废气中镍、镉的火焰原子吸收分光光度法不再执行《大气固定污染源　镍的测定　火焰原子吸收分光光度法》（HJ/T 63.1—2001）、《大气固定污染源　镉的测定　火焰原子吸收分光光度法》（HJ/T 64.1—2001）的相关规定。

本标准的附录A为资料性附录。

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。

本标准主要起草单位：天津市生态环境监测中心、山东省淄博生态环境监测中心。

本标准验证单位：湖北省生态环境监测中心站、广西壮族自治区生态环境监测中心、天津市滨海新区生态环境监测中心、华测检测认证集团北京有限公司、国检测试控股集团京诚检测有限公司、天津市宇相津准科技有限公司、天津市环科检测技术有限公司。

本标准生态环境部2026年8月12日批准。

本标准自2027年1月1日起实施。

本标准由生态环境部解释。

固定污染源废气　铜、镍、镉的测定 火焰原子吸收分光光度法

警告：实验过程中使用的镉及其化合物毒性较强、镍及其化合物具有一定致癌性，硝酸和高氯酸具有强腐蚀性和强氧化性，溶液配制及样品前处理过程应在通风橱内操作，按要求佩戴防护器具，避免吸入呼吸道或接触皮肤和衣物。

1　适用范围

本标准规定了测定固定污染源有组织排放废气颗粒物中铜、镍、镉的火焰原子吸收分光光度法。

本标准适用于固定污染源有组织排放废气颗粒物中铜、镍、镉的测定。

采样量为 600 L（标准状态干烟气），消解定容体积为 50 mL，铜、镍、镉的检出限分别为 3 μg/m^3、4 μg/m^3、2 μg/m^3，测定下限分别为 12 μg/m^3、16 μg/m^3、8 μg/m^3。

2　规范性引用文件

本标准引用了下列文件或其中的条款。凡是注明日期的引用标准，仅注日期的版本适用于本标准。凡是未注日期的引用标准，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本标准。其他文件被新文件废止、修改、修订的，新文件适用于本标准。

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 397　固定源废气监测技术规范

3　方法原理

固定污染源废气中的颗粒物被石英滤筒截留，经硝酸-高氯酸或硝酸-盐酸消解后引入火焰原子化器中，经高温原子化，形成目标元素的基态原子蒸气，对相应元素的锐线光源或连续光源发射的特征谱线产生选择性吸收，在一定范围内其吸光度与质量浓度成正比。

4　试剂和材料

除非另有说明，分析时均使用符合国家标准的优级纯试剂，实验用水为新制备的去离子水或相当纯度的水。

4.1　硝酸（HNO_3）：ρ=1.4 g/mL，$w\in$[65.0%，68.0%]。

4.2　高氯酸（$HClO_4$）：$w\in$[70.0%，72.0%]。

4.3　盐酸（HCl）：ρ=1.18 g/mL，$w\in$[36.0%，38.0%]。

4.4　金属铜：光谱纯。

4.5　金属镍：光谱纯。

4.6　金属镉：光谱纯。

4.7　硝酸溶液 I。

硝酸（4.1）和水以 1：1 的体积比混合。

4.8　硝酸溶液 II 。

硝酸（4.1）和水以 1：99 的体积比混合。

4.9　硝酸-盐酸混合溶液。

于约 500 mL 水中加入 55.5 mL 硝酸（4.1）及 167.5 mL 盐酸（4.3），再用水稀释至 1 L。

4.10　铜标准贮备液：ρ（Cu）=1 000 mg/L。

称取 1 g（精确到 0.000 1 g）金属铜（4.4），用 30 mL 硝酸溶液 I（4.7）加热溶解，冷却后用水定容至 1 L。贮存于聚乙烯瓶内，4℃以下冷藏保存，有效期 2 a。或直接购买市售有证标准物质。

4.11　铜标准使用液：ρ（Cu）=100 mg/L。

准确移取铜标准贮备液（4.10）10.00 mL 于 100 mL 容量瓶中，用硝酸溶液 II（4.8）定容至标线，摇匀。贮存于聚乙烯瓶内，4℃以下冷藏保存，有效期 1 a。

4.12　镍标准贮备液：ρ（Ni）=1 000 mg/L。

称取 1 g（精确到 0.000 1 g）金属镍（4.5），用 30 mL 硝酸溶液 I（4.7）加热溶解，冷却后用水定容至 1 L。贮存于聚乙烯瓶内，4℃以下冷藏保存，有效期 2 a。或直接购买市售有证标准物质。

4.13　镍标准使用液：ρ（Ni）=100.0 mg/L。

准确移取镍标准贮备液（4.12）10.00 mL 于 100 mL 容量瓶中，用硝酸溶液 II（4.8）定容至标线，摇匀。贮存于聚乙烯瓶内，4℃以下冷藏保存，有效期 1 a。

4.14　镉标准贮备液：ρ（Cd）=1 000 mg/L。

称取 1 g（精确到 0.000 1 g）金属镉（4.6），用 30 mL 硝酸溶液 I（4.7）溶解，用水定容至 1 L。贮存于聚乙烯瓶内，4℃以下冷藏保存，有效期 2 a。或直接购买市售有证标准物质。

4.15　镉标准使用液：ρ（Cd）=10.0 mg/L。

准确移取镉标准贮备液（4.14）5.00 mL 于 500 mL 容量瓶中，用硝酸溶液 II（4.8）定容至标线，摇匀。贮存于聚乙烯瓶内，4℃以下冷藏保存，有效期 1 a。

4.16　燃气：乙炔，纯度≥99.5%。

4.17　助燃气：空气，进入燃烧器前应除去其中的水、油和其他杂质。

4.18　滤筒：石英滤筒，对粒径大于 0.3 μm 颗粒物的阻留效率不低于 99.9%。

4.19　滤膜：0.45 μm 醋酸纤维材质或其他性能相似的滤膜。

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 级玻璃器皿。

5.1　烟尘采样器：采样流量为 5 L/min～80 L/min、烟气温度测定范围为 0℃～500℃，其性能和技术指标符合 HJ/T 48 的规定。

5.2　火焰原子吸收分光光度计：具有背景校正功能。

5.3　光源：铜、镍、镉元素锐线光源或连续光源。

5.4　电热板：具有温控功能，温控精度±5℃。

5.5　微波消解装置：由微波消解仪、微波消解容器、旋转盘等组成，具有温度控制和程序升温功能。

5.6　分析天平：分度值为 0.1 mg。

5.7　抽滤装置：循环水式多用真空泵，压力量程为-0.1 MPa～0 MPa。

5.8　陶瓷或聚四氟乙烯剪刀。

5.9　一般实验室常用仪器和设备。

6 样品

6.1 样品的采集

采样过程按照 GB/T 16157、HJ/T 397 中相关规定执行，采集的样品体积不少于 600 L（标准状态干烟气）。

6.2 样品的保存

采样完毕，小心取出滤筒（6.1），将封口向内折叠，竖直放回原滤筒盒内，带回实验室放入干燥器中保存。

6.3 现场空白

取与样品相同批次的空白滤筒（4.18），带至采样现场，安装在采样装置上不进行采样，随后取出，并与样品在相同的条件下保存、运输。

6.4 试样的制备

6.4.1 电热板消解法

用剪刀（5.8）将滤筒（6.1）剪碎，置于 150 mL 锥形瓶中，用少量水润湿，加入 30 mL 硝酸（4.1）和 1 mL 高氯酸（4.2）[以酸液浸过样品为宜，不足时加硝酸（4.1）；对于有机物含量较高的试样，可增加高氯酸（4.2）用量]，瓶口插入一短颈玻璃漏斗，在电热板（5.4）上加热至沸腾，蒸至近干时取下冷却。再加 10 mL 硝酸（4.1），继续加热至近干，稍微冷却。加少量水静置 0.5 h 浸提，抽滤（5.7），用水定容至 50 mL 容量瓶标线，摇匀，待测。

注 1：在试样溶液蒸至近干时，温度不宜过高，以免迸溅。

注 2：满足本方法的质量控制要求，经验证后可使用其他手动或自动消解方法。

注 3：消解液常温保存不超过 30 d。

6.4.2 微波消解法

用剪刀（5.8）将滤筒（6.1）剪碎，置于微波消解罐中，加入 25 mL 硝酸-盐酸混合溶液（4.9），使滤筒碎片浸没其中，盖上消解盖，200℃下消解 15 min。消解结束后，取出消解罐组件，冷却，以水淋洗消解罐内壁，加入约 10 mL 水，静置 0.5 h 进行浸提，抽滤（5.7），用水定容至 50 mL 容量瓶标线，摇匀，待测。

注 1：有机物含量较高的试样，可在冷却后补加适量高氯酸（4.2），加热至近干。

注 2：消解液常温保存不超过 30 d。

6.5 空白试样的制备

6.5.1 现场空白试样制备

将现场空白样品（6.3），按照试样的制备（6.4）相同的步骤，制备现场空白试样。

6.5.2 实验室空白试样制备

将与样品相同批次的空白滤筒（4.18），按照试样的制备（6.4）相同的步骤，制备实验室空白试样。

7 分析步骤

7.1 仪器参考测量条件

不同型号仪器的最佳测试条件不同，根据仪器使用说明书调节仪器至最佳工作状态。仪器参考测量条件见表 1。

表 1 仪器参考测量条件

目标元素	铜	镍	镉
光源	铜空心阴极灯	镍空心阴极灯	镉空心阴极灯
测定波长（nm）	324.7	232.0	228.8
灯电流（mA）	3.0	5.0	3.0
通带宽度（nm）	1.2	0.2	1.2
燃烧头高度（mm）	5		
火焰类型	空气-乙炔火焰，贫燃		
背景校正方式	塞曼、氘灯等背景校正方式		

7.2 标准曲线的建立

铜和镍：分别移取 0.00 mL、0.20 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL 的铜标准使用液（4.11），镍标准使用液（4.13）分别置于 100 mL 容量瓶中，用硝酸溶液 II（4.8）定容至标线，摇匀。此标准系列铜、镍浓度为 0.00 mg/L、0.20 mg/L、0.50 mg/L、1.00 mg/L、2.00 mg/L、3.00 mg/L（此为参考浓度）。按照仪器参考测量条件（7.1），由低浓度到高浓度依次进样分析。以标准系列溶液中铜、镍的质量浓度为横坐标，对应的吸光度为纵坐标，建立铜、镍的标准曲线。

镉：分别移取 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 的镉标准使用液（4.15）于 100 mL 容量瓶中，用硝酸溶液 II（4.8）定容至标线，摇匀。此标准系列镉浓度为 0.00 mg/L、0.10 mg/L、0.20 mg/L、0.50 mg/L、0.80 mg/L、1.00 mg/L（此为参考浓度）。按照仪器参考测量条件（7.1），由低浓度到高浓度依次进样分析。以标准系列中镉的质量浓度为横坐标，对应的吸光度为纵坐标，建立镉的标准曲线。

7.3 试样的测定

按照与标准曲线建立（7.2）相同的测量条件（7.1）测定试样。若试样浓度超出标准曲线范围，应将试样用硝酸溶液 II（4.8）稀释后重新测定。

7.4 空白试样的测定

按照与试样测定（7.3）相同的分析条件测定空白试样。

8 结果计算与表示

8.1 结果计算

固定污染源有组织排放废气颗粒物中金属元素的质量浓度，按照公式（1）计算：

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

式中：ρ ——样品中金属元素的质量浓度，μg/m^3；

ρ_1 ——试样中金属元素的质量浓度，mg/L；

ρ_0 ——实验室空白试样中金属元素的质量浓度，mg/L；

D ——试样稀释倍数；

V ——试样消解后定容体积，mL；

V_{nd} ——标准状态（273.15 K，101.325 kPa）干烟气的采样体积，m^3。

8.2 结果表示

测定结果最多保留 3 位有效数字，保留位数与方法检出限一致。

9 准确度

9.1 精密度

7 家实验室分别对铜浓度为 41.8 μg/m^3、126 μg/m^3、209 μg/m^3 的标准样品重复测定 6 次：实验室内相对标准偏差分别为 1.1%～3.8%、1.3%～7.9%、0.60%～2.5%，实验室间相对标准偏差分别为 1.7%、5.0%、4.7%，重复性限分别为 3 μg/m^3、13 μg/m^3、8 μg/m^3，再现性限分别为 4 μg/m^3、25 μg/m^3、36 μg/m^3。

7 家实验室分别对镍浓度为 5.75 μg/m^3、17.2 μg/m^3、28.7 μg/m^3 的标准样品重复测定 6 次：实验室内相对标准偏差分别为 3.5%～8.2%、2.3%～4.0%、2.1%～3.8%，实验室间相对标准偏差分别为 8.5%、6.5%、8.2%，重复性限分别为 1 μg/m^3、2 μg/m^3、3 μg/m^3，再现性限分别为 2 μg/m^3、5 μg/m^3、9 μg/m^3。

7 家实验室分别对镉浓度为 2.58 μg/m^3、7.83 μg/m^3、13.1 μg/m^3 的标准样品重复测定 6 次：实验室内相对标准偏差分别为 2.8%～13%、1.9%～8.0%、2.5%～4.9%，实验室间相对标准偏差分别为 7.8%、6.6%、6.9%，重复性限分别为 1 μg/m^3、1 μg/m^3、2 μg/m^3，再现性限分别为 1 μg/m^3、3 μg/m^3、4 μg/m^3。

7 家实验室分别对铜加标浓度为 144 μg/m^3、432 μg/m^3、727 μg/m^3 的实际样品重复测定 6 次：实验室内相对标准偏差分别为 0.71%～3.8%、0.86%～3.5%、0.66%～3.1%，实验室间相对标准偏差分别为 13%、14%、14%，重复性限分别为 11 μg/m^3、31 μg/m^3、46 μg/m^3，再现性限分别为 62 μg/m^3、2.0×10^2 μg/m^3、3.4×10^2 μg/m^3。

7 家实验室分别对镍加标浓度为 6.92 μg/m^3、21.2 μg/m^3、35.5 μg/m^3 的实际样品重复测定 6 次：实验室内相对标准偏差分别为 1.5%～15%、0.83%～4.9%、1.0%～4.9%，实验室间相对标准偏差分别为 5.6%、11%、11%，重复性限分别为 2 μg/m^3、2 μg/m^3、3 μg/m^3，再现性限分别为 2 μg/m^3、9 μg/m^3、13 μg/m^3。

7 家实验室分别对镉加标浓度为 37.8 μg/m^3、114 μg/m^3、188 μg/m^3 的实际样品重复测定 6 次：实验室内相对标准偏差分别为 0.63%～4.7%、1.2%～3.8%、1.5%～4.6%，实验室间相对标准偏差分别为 8.7%、7.7%、6.7%；重复性限分别为 4 μg/m^3、10 μg/m^3、16 μg/m^3，再现性限分别为 12 μg/m^3、31 μg/m^3、47 μg/m^3。

精密度结果参见附录 A 中表 A.1 和表 A.2。

9.2 正确度

7 家实验室分别对铜浓度为 41.8 μg/m^3、126 μg/m^3、209 μg/m^3 的标准样品重复测定 6 次：相对误差分别为-6.2%～7.2%、-5.9%～10%、-5.6%～8.0%，相对误差最终值分别为 2.6%±11%、1.6%±12%、0.87%±11%。

7 家实验室分别对镍浓度为 5.75 μg/m^3、17.2 μg/m^3、28.7 μg/m^3 的标准样品重复测定 6 次：相对误差分别为-7.6%～24%、-3.5%～15%、-3.2%～14%，相对误差最终值分别为 3.0%±20%、3.7%±12%、2.6%±12%。

7 家实验室分别对镉浓度为 2.58 μg/m^3、7.83 μg/m^3、13.1 μg/m^3 的标准样品重复测定 6 次：相对误差分别为-1.3%～17%、-2.6%～12%、-3.2%～10%，相对误差最终值分别为 5.5%±14%、4.6%±10%、4.4%±11%。

7 家实验室分别对铜加标浓度为 144 μg/m^3、432 μg/m^3、727 μg/m^3 的实际样品重复测定 6 次：加标回收率分别为 80.9%～122%、80.0%～129%、80.2%～126%。铜的加标回收率最终值分别为 104%±25.4%、104%±28.4%、105%±27.5%。

7 家实验室分别对镍加标浓度为 6.92 μg/m^3、21.2 μg/m^3、35.5 μg/m^3 的实际样品重复测定 6 次：加标回收率分别为 94.7%～108%、88.0%～123%、89.0%～121%。镍的加标回收率最终值分别为 102%±11.0%、103%±22.2%、102%±20.8%。

7 家实验室分别对镉加标浓度为 37.8 μg/m^3、114 μg/m^3、188 μg/m^3 的实际样品重复测定 6 次：加标回收率分别为 93.4%～121%、96.1%～117%、94.7%～117%。镉的加标回收率最终值分别为 103%±17.7%、102%±15.5%、103%±14.0%。

正确度结果参见附录 A 中表 A.3 和表 A.4。

10 质量保证和质量控制

10.1 空白试验

每 20 个样品或每批次样品（少于 20 个）应至少分析 1 个现场空白和 1 个实验室空白。空白样品中目标元素测定值应低于检出限。

10.2 标准曲线

每次分析样品均应绘制标准曲线，标准曲线至少包含 6 个浓度点（含零浓度点），标准曲线线性相关系数应≥0.999。否则，应重新建立标准曲线。

10.3 连续校准

每 20 个样品或每批次样品（少于 20 个）应至少分析 1 个标准曲线中间点浓度的标准溶液，其测定结果与标准曲线该点浓度的相对误差应在±10%范围内。否则，应找出原因予以纠正，并待仪器稳定后重新建立标准曲线。

附 录 A
（资料性附录）
方法的精密度和正确度

7 家实验室分别对 3 个不同浓度的标准样品进行测定，测得的各目标元素的方法精密度结果见表 A.1。

表 A.1 标准样品方法精密度

元素名称	理论浓度（μg/m^3）	平均测定值（μg/m^3）	实验室内相对标准偏差（%）	实验室间相对标准偏差（%）	重复性限（μg/m^3）	再现性限（μg/m^3）
铜	41.8	44	1.1～3.8	1.7	3	4
	126	131	1.3～7.9	5.0	13	25
	209	217	0.60～2.5	4.7	8	36
镍	5.75	6	3.5～8.2	8.5	1	2
	17.2	19	2.3～4.0	6.5	2	5
	28.7	31	2.1～3.8	8.2	3	9
镉	2.58	3	2.8～13	7.8	1	1
	7.83	8	1.9～8.0	6.6	1	3
	13.1	14	2.5～4.9	6.9	2	4

7 家实验室分别对 3 个不同浓度的实际样品进行测定，测得的各目标元素的方法精密度结果见表 A.2。

表 A.2 实际样品方法精密度

元素名称	样品浓度（μg/m^3）	加标浓度（μg/m^3）	平均测定值（μg/m^3）	实验室内相对标准偏差（%）	实验室间相对标准偏差（%）	重复性限（μg/m^3）	再现性限（μg/m^3）
铜	ND	144	149	0.71～3.8	13	11	62
	ND	432	452	0.86～3.5	14	31	2.0×10^2
	ND	727	765	0.66～3.1	14	46	3.4×10^2
镍	ND	6.92	7	1.5～15	5.6	2	2
	ND	21.2	22	0.83～4.9	11	2	9
	ND	35.5	36	1.0～4.9	11	3	13
镉	ND	37.8	39	0.63～4.7	8.7	4	12
	ND	114	117	1.2～3.8	7.7	10	31
	ND	188	196	1.5～4.6	6.7	16	47
注：ND 表示未检出。							

7 家实验室分别对 3 个不同浓度的标准样品进行测定，测得的各目标元素的方法正确度结果见表 A.3。

表 A.3 标准样品方法正确度

元素名称	理论浓度（μg/m^3）	平均测定值（μg/m^3）	相对误差（%）	相对误差最终值（%）
铜	41.8	44	-6.2～7.2	2.6±11
	126	131	-5.9～10	1.6±12
	209	217	-5.6～8.0	0.87±11

续表

元素名称	理论浓度（μg/m³）	平均测定值（μg/m³）	相对误差（%）	相对误差最终值（%）
镍	5.75	6	-7.6～24	3.0±20
	17.2	19	-3.5～15	3.7±12
	28.7	31	-3.2～14	2.6±12
镉	2.58	3	-1.3～17	5.5±14
	7.83	8	-2.6～12	4.6±10
	13.1	14	-3.2～10	4.4±11

7 家实验室分别对 3 个不同浓度的实际样品进行测定，测得的各目标元素的方法正确度结果见表 A.4。

表 A.4 实际样品方法正确度

元素名称	样品浓度（μg/m³）	加标浓度（μg/m³）	平均测定值（μg/m³）	加标回收率范围（%）	加标回收率最终值（%）
铜	ND	144	149	80.9～122	104±25.4
	ND	432	452	80.0～129	104±28.4
	ND	727	765	80.2～126	105±27.5
镍	ND	6.92	7	94.7～108	102±11.0
	ND	21.2	22	88.0～123	103±22.2
	ND	35.5	36	89.0～121	102±20.8
镉	ND	37.8	39	93.4～121	103±17.7
	ND	114	117	96.1～117	102±15.5
	ND	188	196	94.7～117	103±14.0
注：ND 表示未检出。					