

中华人民共和国国家标准

GB 8913—88

GB 8913—88

居住区大气中二氧化硫卫生标准 检验方法 四氯汞盐盐酸副玫瑰 苯胺分光光度法

Hygienic determination method of sulfur
dioxide in air of residential areas—Tetra-
chloromercurate(TCM)-pararosaniline
spectrophotometric method

中华人民共和国
国家标准
居住区大气中二氧化硫卫生标准
检验方法 四氯汞盐盐酸副玫瑰
苯胺分光光度法
GB 8913—88

*
中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

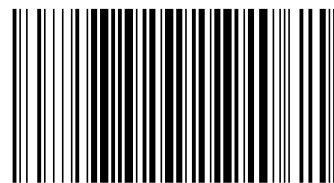
网址 www.bzchs.com
电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*
开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 18 千字
1988年11月第一版 2005年8月第二次印刷

*
书号: 155066·1-24664 定价 10.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533



GB 8913-1988

1988-02-23 发布

1988-12-01 实施

中华人民共和国卫生部 发布

附录 B
亚硫酸盐溶液中二氧化硫浓度的标定方法
(补充件)

B.1 试剂

B.1.1 0.05 mol/L 碘贮备溶液: 称取 40 g 碘化钾 (KI) 溶解于 25 ml 水中, 再加入 12.7 g 碘 (I_2), 待碘完全溶解后, 用水在 1 L 容量瓶中稀释至刻度, 移入棕色瓶中, 暗处保存。

B.1.2 0.005 mol/L 碘工作溶液: 量取 50 ml 碘贮备溶液, 加入 10 g 碘化钾, 在 500 ml 容量瓶中用水稀释至刻度。装于棕色瓶中, 本工作溶液应于临用时新配。

B.1.3 0.05% 淀粉指示剂: 称取 0.5 g 可溶性淀粉, 加 5 ml 水调成糊状, 再倒入 100 ml 沸水, 继续煮沸, 直至透明, 冷却后使用。

B.1.4 0.1 mol/L 碘酸钾标准溶液: 准确称取经 105℃ 干燥过的优级纯碘酸钾 (KIO_3) 3.5667 g, 溶于新煮沸放冷的水中, 移入 1 L 容量瓶中, 用水稀释至刻度。

B.1.5 0.1 mol/L 硫代硫酸钠标准贮备溶液 ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$): 溶解 25 g 硫代硫酸钠于 1000 ml 新煮沸冷却的水中, 加 0.1 g 无水碳酸钠, 放置一天后再标定其准确的浓度。

标定方法: 精确量取 25 ml 0.1 mol/L 碘酸钾溶液 (见 B.1.4) 置于 250 ml 碘量瓶中, 加 75 ml 新煮沸放冷的水, 加 3 g 碘化钾及 10 ml 1 mol/L 盐酸, 摇匀后放于暗处静置 5 min, 用硫代硫酸钠溶液 (见 B.1.5) 滴至淡黄色, 加 1 ml 0.5% 淀粉指示剂呈蓝色, 再继续用硫代硫酸钠溶液滴至蓝色刚刚消失, 即为终点。记录硫代硫酸钠溶液的用量 (V) 毫升数。用公式 (B.1) 计算其准确浓度:

$$\text{硫代硫酸钠浓度 (mol/L)} = \frac{0.1 \times 25}{V} \dots\dots\dots (B.1)$$

平行滴定两次, 所用硫代硫酸钠溶液相差不能超过 0.05 ml, 否则应重做平行测定。

B.1.6 0.01 mol/L 硫代硫酸钠标准工作溶液: 用移液管准确吸取 100 ml 经标定后浓度为 0.1 mol/L 的硫代硫酸钠标准贮备溶液于 1000 ml 容量瓶中, 用新煮沸放冷的水稀释至刻度。此溶液不稳定, 必须在临用前新配。

B.2 亚硫酸钠标准溶液的标定

取二只 250 ml 碘量瓶, 分别标上 “A”、“B”, 各瓶中分别加入 50 ml 碘工作溶液 (见 B.1.2), “A” 瓶中准确加入 25 ml 亚硫酸钠标准贮备溶液 (见 3.5.1), “B” 瓶中加入 25 ml 水, 混匀后静置 5 min, 分别用 0.01 mol/L 硫代硫酸钠标准工作溶液 (见 B.1.6) 滴定至淡黄色, 加 1 ml 0.5% 淀粉指示剂, 继续滴至蓝色刚刚消失为止, 分别记录 硫代硫酸钠溶液的用量, 并以公式 (B.2) 计算二氧化硫的含量。

$$\text{二氧化硫浓度 (}\mu\text{g/ml)} = \frac{32\,000 (B - A) \times M}{25} \dots\dots\dots (B.2)$$

式中: A ——样品滴定的硫代硫酸钠毫升数;

B ——空白滴定的硫代硫酸钠毫升数;

M ——硫代硫酸钠的准确浓度, mol/L;

25——亚硫酸钠标准贮备溶液毫升数;

32 000——1 ml 1 mol/L 的硫代硫酸钠相当于二氧化硫的微克数。

二次平行滴定, 误差应小于 0.05 ml, 否则重新标定。

中华人民共和国国家标准

居住区大气中二氧化硫卫生标准
检验方法 四氯汞盐盐酸副玫瑰
苯胺分光光度法

UDC 614.78:613
.15:546.22
.31
GB 8913—88

Hygienic determination method of sulfur
dioxide in air of residential areas—Tetra-
chloromercurate (TCM) - pararosaniline
spectrophotometric method

1 适用范围

本标准适用于居住区大气中二氧化硫质量浓度的测定。

1.1 灵敏度

最终比色体积为 25 ml 时, 1 μg 二氧化硫应有 0.03 吸光度。

1.2 检出下限

本法检出下限为 0.75 μg 。采样体积为 30 L 时, 最低检出浓度为 25 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ 。

1.3 浓度测定范围

用 10 ml 样品溶液, 本法的线性范围为 0.8~27 μg , 按本法规定的采样条件, 30~60 min 样品可测浓度范围是 25~1000 $\mu\text{g}/\text{m}^3$, 24 h 样品可测范围是 13~500 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ 。

1.4 干扰及排除

对已知的各种干扰, 本法已采取有效措施进行排除, 其中二氧化氮加氨基磺酸去除; 臭氧通过分析前放置 20 min 使其分解; 重金属用 EDTA 二钠盐和磷酸进行络合和隐蔽, 在 10 ml 样品液中存在 60 μg Fe^{3+} , 10 μg Mn^{2+} , 10 μg Cr^{3+} , 10 μg Cu^{2+} 和 22 μg V^{5+} 对本法不干扰, 氨、硫化物和醛类不干扰二氧化硫的测定。

2 原理

空气中的二氧化硫用四氯汞钾溶液吸收后, 与甲醛和盐酸副玫瑰苯胺 (PRA) 反应产生紫红色, 根据生成颜色的深浅, 比色定量。

3 试剂

所用的一般试剂纯度应为分析纯, 基准试剂要求为优级纯。所有的实验用水均为重蒸馏水或去离子水, 水质在 25℃ 时电导率应小于 1.0 $\mu\text{S}/\text{cm}$, pH 6.0~7.2。

3.1 吸收液* (0.04 mol/L 四氯汞钾溶液)

称取 10.86 g 二氯化汞, 5.96 g 氯化钾, 0.066 g 乙二胺四乙酸二钠盐溶于水, 并稀释至 1000 ml。

* 吸收液毒性较大, 取用时必须十分小心, 接触到皮肤时, 应立即用水冲洗, 含吸收液的废液应集中处理, 处理方法见附录 C。

3.2 0.6% 氨基磺酸溶液

称取 0.6 g 氨基磺酸, 溶于 100 ml 水中, 此试剂应每天新鲜配制。

3.3 0.2%甲醛溶液

量取含量为36%~38%的甲醛1 ml,用水稀释到200 ml,此试剂应每天新鲜配制。

3.4 0.016%盐酸副玫瑰苯胺溶液

3.4.1 1 mol/L盐酸溶液:量取浓盐酸(比重约1.19 g/ml) 86 ml,用水稀释到1000 ml。

3.4.2 3 mol/L磷酸溶液:量取浓磷酸(比重约1.69 g/ml) 205 ml,用水稀释到1000 ml。

3.4.3 0.2%盐酸副玫瑰苯胺贮备溶液:准确称取0.200 g盐酸副玫瑰苯胺盐酸盐(PRA,其纯度不得少于95%,纯度检验方法见附录A)溶于100 ml盐酸溶液中。

3.4.4 0.016%盐酸副玫瑰苯胺工作溶液:准确量取贮备溶液20 ml*于250 ml容量瓶中,加25 ml磷酸溶液,并用水稀释到刻度。本液于暗处保存可放置六个月。

*贮备溶液的用量应按PRA纯度检验结果作修正,以100%减去纯度百分比,每缺1%,贮备溶液用量再增加0.2 ml。

3.5 二氧化硫标准溶液

3.5.1 亚硫酸钠标准贮备溶液:称取0.200 g亚硫酸钠(Na_2SO_3)溶解于250 ml新煮沸放冷的水中,此液每毫升含有相当于320~400 μg 二氧化硫。准确浓度按附录B的方法进行标定。二氧化硫的准确浓度是用加过量碘液氧化后,用硫代硫酸钠标准溶液回滴后计算出来的。

3.5.2 亚硫酸钠标准工作液:按标定计算的结果,用吸收液将标准贮备溶液稀释成每毫升含5 μg 二氧化硫的标准工作液。

3.6 二氧化硫渗透管

购置经准确标定的二氧化硫渗透管,要求在25或30 \pm 0.1 $^{\circ}\text{C}$ 时,渗透率在0.25~1.5 $\mu\text{g}/\text{min}$ 之间。

4 仪器与设备**4.1 采样装置**

4.1.1 导管:采样管前的进气导管应采用聚四氟乙烯、聚丙烯或硅硼玻璃等材料制成。

4.1.2 吸收管:按采样周期不同,可分为两种。

4.1.2.1 多孔玻板吸收管(图1):用于30~60 min样品采集,可装吸收液10 ml。吸收管的滤板阻力为30~40 mm Hg(流量500 ml/L),筛板鼓泡应分散均匀。

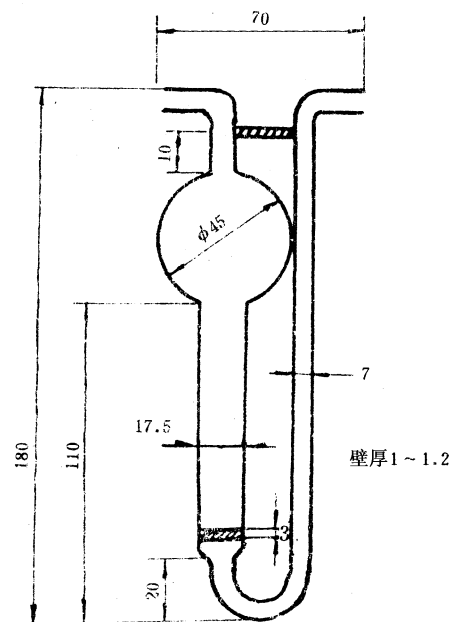


图1 多孔玻板吸收管

附录 A
盐酸副玫瑰苯胺纯化和纯度测定
(补充件)

A.1 盐酸副玫瑰苯胺纯度测定

盐酸副玫瑰苯胺应按下法作纯度测定,如纯度达不到要求,应按A.2进行纯化。

A.1.1 空白值检查

按3.4.4配制的0.016%盐酸副玫瑰苯胺工作液,作试剂空白测定(见6.2.2),吸光度应小于0.17。

A.1.2 纯度检查

量取盐酸副玫瑰苯胺贮备溶液(见3.4.3) 1 ml,用水稀释至100 ml。取此稀释液5 ml于50 ml容量瓶中,加5 ml 0.1 mol/L的乙酸-乙酸盐缓冲液,用水稀释至刻度,放置1 h后,以1 cm比色皿在540 nm处测定吸光度。

用下式计算盐酸副玫瑰苯胺的百分含量:

$$\text{盐酸副玫瑰苯胺}(\%) = \frac{A \times 21300}{W}$$

式中: A ——按本法测得的吸光度;

21300——分光光度计狭缝为10 nm时的计算常数;

W ——50 ml贮备溶液中盐酸副玫瑰苯胺的毫克数。

按本法测定与计算,盐酸副玫瑰苯胺的百分含量不应少于95%。

A.2 盐酸副玫瑰苯胺的纯化

A.2.1 量取正丁醇和1 mol/L盐酸各100 ml,于250 ml分液漏斗中,振摇3~5 min,使其互溶达到平衡,分离备用。

A.2.2 称取0.1 g待测的盐酸副玫瑰苯胺于100 ml烧杯中,加50 ml经平衡过的盐酸,溶解并放置几分钟,移入125 ml分液漏斗中。

A.2.3 加入50 ml平衡过的正丁醇,振摇2~3 min,将紫色不纯物转入有机相。

A.2.4 下面水相放入另一分液漏斗,再加20 ml平衡过的正丁醇萃取1~2次,以去除染料中的杂质。

A.2.5 萃取结束后,将水相通过一棉塞过滤,滤液收集在50 ml容量瓶中,用1 mol/L盐酸稀释至刻度,作贮备溶液。本贮备溶液应是红黄色。