

HJ

国家环境保护总局标准

HJ/T 31—1999

固定污染源排气中光气的测定 苯胺紫外分光光度法

Stationary source emission—Determination of phosgene—
Aniline ultraviolet spectrophotometric method

1999-08-18 发布

2000-01-01 实施

国家环境保护总局 发布

国家环境保护总局标准

固定污染源排气中光气的测定 苯胺紫外分光光度法

HJ/T 31—1999

Stationary source emission—Determination of phosgene—
Aniline ultraviolet spectrophotometric method

1 适用范围

1.1 本标准适用于固定污染源有组织排放和无组织排放的光气测定。

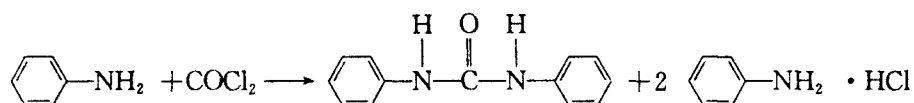
1.2 在无组织排放样品分析中,当采样体积为 60 L 时,光气的检出限为 0.02 mg/m³,定量测定的浓度范围为 0.06~1.0 mg/m³。

在有组织排放样品分析中,当采样体积为 15 L 时,光气的检出限为 0.4 mg/m³,定量测定的浓度范围为 1.2~20 mg/m³。

1.3 在本标准规定的条件下,氯气浓度大于 1 600 mg/m³ 时对光气测定有干扰。

2 方法原理

含光气 (COCl₂) 的气体先经装有硫代硫酸钠和无水碳酸钠的双联玻璃球,以除去氯、二氧化氮、氨等干扰气,而后被苯胺溶液吸收,生成 1,3-二苯基脲,用溶剂在酸性条件下萃取,在波长 257 nm 处测定吸光度,其值与光气含量成正比。反应式如下:



3 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中的引用而构成为本标准的条文:

GB 16297—1996 大气污染物综合排放标准

GB 16157—1996 固定污染源排气中颗粒物测定和气态污染物采样方法。

4 试剂与材料

除非另有说明,分析中均使用符合国家标准和分析纯试剂和去离子水。

4.1 硫酸: $\rho=1.84 \text{ g/ml}$ 。

4.2 甲醇。

4.3 硫代硫酸钠。

4.4 无水碳酸钠。

4.5 苯胺

常压蒸馏,收集 183~184°C 的馏分。

4.6 正己烷

在 1 000 ml 分液漏斗中,按正己烷与浓硫酸 (4.1) 50+3 (V/V) 的比例,将浓硫酸 (4.1) 缓慢加

入试剂中，上塞，倒置分液漏斗，用力震荡数分钟（注意经常放气），静置分层后弃去浓硫酸。再重复上述步骤，直至弃去的浓硫酸为浅色止。酸洗结束后再用去离子水水洗，步骤同上，直至弃去的去离子水 pH 为 7 左右，然后进行蒸馏，收集 68~69°C 的馏分。

4.7 二氯甲烷

以同（4.6）的步骤进行酸洗和水洗，然后进行常压蒸馏，收集 39~40°C 的馏分。

4.8 异戊醇

常压蒸馏，收集 129~130°C 的馏分。

4.9 混合萃取剂

取正己烷（4.6）、二氯甲烷（4.7）、异戊醇（4.8）按 1+1+0.2（V/V/V）比例混合配制。

4.10 硫酸溶液：1+1。

用量筒量取 250 ml 浓硫酸（4.1），缓慢地倒入（边搅拌）250 ml 水中。

4.11 吸收液

称取新蒸馏的苯胺（4.5）0.25 g，溶解于 1 000 ml 水中，此溶液置于冰箱中可保存一个月。

4.12 1,3-二苯基脲标准储备液：相当于 100.0 μg （光气）/ml。

称取 127.5 mg 1,3-二苯基脲，溶于甲醇（4.2），移入 500 ml 容量瓶，用甲醇稀释至刻度。

4.13 1,3-二苯基脲标准使用液：相当于 1.00 μg （光气）/ml。

临用时，吸取标准储备液（4.12）1.00 ml，于 100 ml 容量瓶中，用吸收液稀释至刻度。

5 仪器

5.1 紫外分光光度计：具 1 cm 石英比色皿。

5.2 多孔玻板吸收瓶：125 ml。

5.3 U 型多孔玻板吸收管：10 ml。

5.4 具塞比色管：25 ml。

5.5 双联玻璃球管（见图 1）：

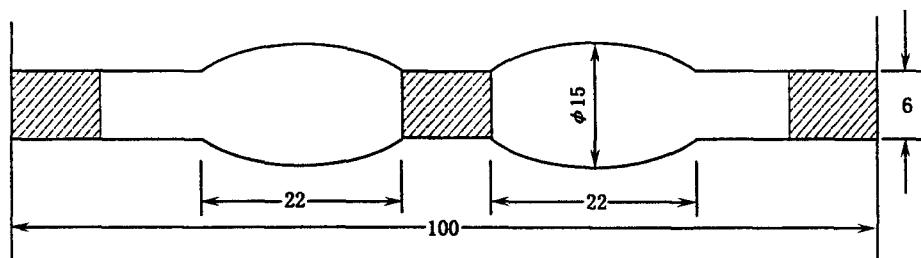


图 1 双联玻璃球管

5.6 采样仪器

参照 GB 16157—1996 中 9.3 配置采样仪器。

5.6.1 有组织排放监测采样仪器

5.6.1.1 采样管

用适当尺寸的硬质玻璃或氟树脂材质的管料，并具有可加热至 120°C 以上的保温夹套。

5.6.1.2 样品吸收装置

吸收瓶（5.2）见 GB 16157—1996 中 9.3 图 34（a）。

5.6.1.3 流量计量装置

见 GB 16157—1996 中 9.3.6。

5.6.1.4 抽气泵

见 GB 16157—1996 中 9.3.7。