

HJ

国家环境保护总局标准

HJ/T 27—1999

固定污染源排气中氯化氢的测定 硫氰酸汞分光光度法

Stationary source emission—determination of hydrogen chloride—
Mercuric thiocyanate 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

固定污染源排气中氯化氢的测定 硫氰酸汞分光光度法

HJ/T 27—1999

Stationary source emission—Determination of hydrogen chloride—
Mercuric thiocyanate spectrophotometric method

1 适用范围

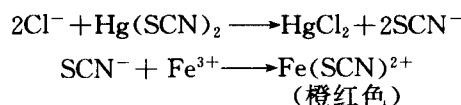
1.1 本标准适用于固定污染源有组织排放和无组织排放的氯化氢测定。

1.2 在无组织排放样品分析中,当采气体积为 60 L 时,氯化氢的检出限为 0.05 mg/m³,定量测定的浓度范围为 0.16 mg/m³~0.80 mg/m³;在有组织排放样品分析中,当采气体积为 10 L 时,氯化氢的检出限为 0.9 mg/m³,定量测定的浓度范围为 3.0 mg/m³~24 mg/m³。

1.3 在本标准规定的显色条件下,当采气体积为 100 L 时,氟化氢 (HF) 浓度高于 0.2 mg/m³,硫化氢 (H₂S) 浓度高于 0.1 mg/m³,以及氰化氢 (HCN) 浓度高于 0.1 mg/m³ 时,将对氯化氢的测定产生干扰。

2 原理

用稀氢氧化钠溶液吸收氯化氢 (HCl)。吸收溶液中的氯离子和硫氰酸汞反应,生成难电离的二氯化汞分子,置换出的硫氰酸根与三价铁离子反应生成橙红色硫氰酸铁络离子,根据颜色深浅,用分光光度法测定。反应式为:



3 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成本标准的条文。

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和去离子水。

4.1 氢氧化钠。

4.2 硫氰酸汞。

4.3 硫酸铁铵: [NH₄Fe (SO₄)₂ · 12H₂O]。

4.4 氯化钾: 优级纯,于 110 °C 烘干 2 h。

4.5 高氯酸: ρ=1.76 g/ml。

4.6 无水乙醇。

4.7 硫氰酸汞-乙醇溶液: c=0.04 g/100 ml。

称取 0.04 g 硫氰酸汞 (4.2),用无水乙醇 (4.6) 配成 100 ml 溶液,放置一周后将上清液吸至另一

棕色细口瓶中备用。

4.8 高氯酸溶液:1+1.5。

用量筒量取高氯酸(4.5)50 ml,缓慢倒入 75 ml 水中,搅拌均匀后装入干净的试剂瓶中。

4.9 硫酸铁铵溶液: $c=3.0\text{ g}/100\text{ ml}$ 。

称取 3.0 g 硫酸铁铵(4.3),用高氯酸溶液(4.8)溶解并稀释至 100 ml,如混浊应过滤。

4.10 氢氧化钠吸收液: $c(\text{NaOH})=0.05\text{ mol/L}$ 。

称取氢氧化钠(4.1)2.0 g,溶于 1 000 ml 水中。

4.11 氯化钾标准储备液: $c(\text{KCl})=1\ 000\ \mu\text{g}/\text{ml}$ 。

称取 2.045 g 氯化钾(4.4),溶解于水,移入 1 000 ml 容量瓶中,用氢氧化钠吸收液(4.10)稀释至刻度,摇匀。

4.12 氯化钾标准使用液: $c(\text{KCl})=10.0\ \mu\text{g}/\text{ml}$ 。

移取 10.0 ml 氯化钾标准储备液(4.11)于 1 000 ml 容量瓶中,用氢氧化钠吸收液(4.10)稀释至刻度,摇匀。

4.13 乙酸纤维微孔滤膜: $0.3\ \mu\text{m}$ 。

5 仪器

5.1 分光光度计。

5.2 具塞比色管:10 ml。

5.3 采样仪器

参照 GB 16157—1996 中 9.3 配置采样装置。

5.3.1 有组织排放监测采样仪器

5.3.1.1 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 °C 以上的保温夹套。

5.3.1.2 滤膜夹:尺寸与滤膜(4.13)相配。

5.3.1.3 样品吸收装置

多孔玻板吸收瓶,50 ml。

5.3.1.4 流量计量装置

见 GB 16157—1996 中 9.3.6。

5.3.1.5 抽气泵

见 GB 16157—1996 中 9.3.7。

5.3.1.6 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。

5.3.2 无组织排放监测采样仪器

5.3.2.1 引气管

用聚乙烯软管或聚四氟乙烯软管,头部装接一玻璃漏斗。

5.3.2.2 样品吸收装置

多孔玻板吸收管,10 ml。

5.3.2.3 滤膜夹、流量计量装置、抽气泵、连接管

参见 5.3.1 相应部分。

6 样品采集和保存

参考 GB 16157—1996 中 9.4 部分采集样品。

6.1 有组织排放样品采集