

HJ

国家环境保护总局标准

HJ/T 35—1999

固定污染源排气中乙醛的测定 气相色谱法

Stationary source emission—Determination of acetaldehyde—
Gas chromatography

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

固定污染源排气中乙醛的测定 气相色谱法

HJ/T 35—1999

Stationary source emission—Determination of acetaldehyde—
Gas chromatography

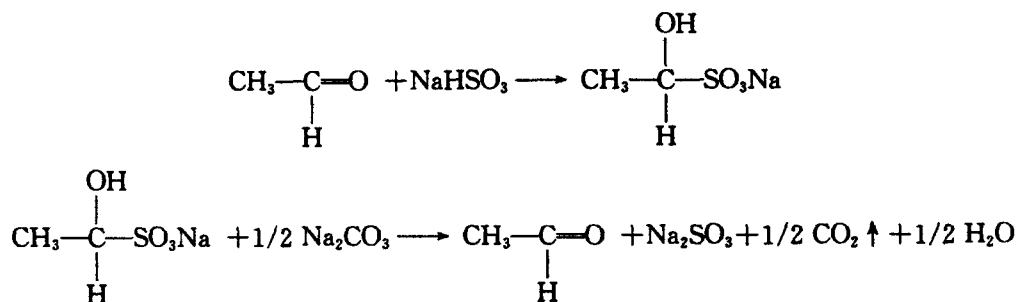
1 适用范围

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乙醛测定。

1.2 当采样体积为 100 L，进样体积为 1 μ l 时，乙醛的检出限为 4×10^{-2} mg/m³，乙醛的定量测定浓度范围为 0.14 mg/m³~30 mg/m³。

2 方法原理

用亚硫酸氢钠溶液采样，乙醛与亚硫酸氢钠发生亲核加成反应，在中性溶液中生成稳定的 α -羟基磺酸盐，然后在稀碱溶液中共热释放出乙醛，经色谱柱分离，用氢火焰离子化检测器测定，以标准样品色谱峰的保留时间定性，峰高定量。



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不含有有机物的蒸馏水。

不含有有机物的蒸馏水的制备：加入少量高锰酸钾的碱性溶液于普通的蒸馏水或去离子水中使呈红紫色，再进行蒸馏即得（在整个蒸馏过程中水应始终保持红紫色，否则应随时补加高锰酸钾）。

4.1 丙酮(CH₃COCH₃)。

4.2 三聚乙醛(CH₃CHO)₃。

4.3 浓盐酸(HCl)： $\rho=1.19$ g/ml。

4.4 浓硫酸(H₂SO₄)： $\rho=1.84$ g/ml。

- 4.5 无水碳酸钠 (Na_2CO_3 , 基准试剂)。
- 4.6 880 气相色谱载体 (酸洗硅烷化硅藻土白色载体) (GCS880 AW DMCS), 80~100 目。
- 4.7 聚乙二醇—20 000 固定液 (PEG-20M)。
- 4.8 亚硫酸氢钠吸收液: $c=10 \text{ g/L}$ 。
10.0 g 亚硫酸氢钠溶于蒸馏水中, 并稀释至 1 000 ml。
- 4.9 碳酸钠溶液: $c(\text{Na}_2\text{CO}_3)=2.0 \text{ mol/L}$ 。
106 g 碳酸钠溶于蒸馏水中, 并稀释至 500 ml。
- 4.10 饱和氯化钠水溶液。
- 4.11 氢氧化钠溶液: $c(\text{NaOH})=0.1 \text{ mol/L}$ 。
- 4.12 羟胺乙醇溶液: $c=21 \text{ g/L}$ 。
2.1 g 盐酸羟胺溶于 10 ml 水中, 用 95% 乙醇稀释到 100 ml。
- 4.13 溴酚蓝指示剂: $c=1 \text{ g/L}$ 。
0.1 g 溴酚蓝溶于 100 ml 20% 的乙醇中。
- 4.14 溴甲酚绿-甲基红指示剂: 3 份 1 g/L 溴甲酚绿乙醇溶液与 1 份 2 g/L 甲基红乙醇溶液混合。
- 4.15 盐酸标准溶液: $c(\text{HCl})=0.02 \text{ mol/L}$ 。

配制方法: 量取浓盐酸 (4.3) 1.7 ml, 用水稀释至 1 000 ml, 混匀。

标定方法: 准确称取基准无水碳酸钠 (4.5) (预先在 270~300°C 干燥至恒重) 0.0400 g 三份, 分别放于三个 250 ml 锥形瓶中, 并各加水 50 ml, 使其溶解, 加入溴甲酚绿-甲基红指示剂 (4.14) 10 滴, 以配制好的盐酸溶液滴定至溶液由绿色变为暗红色, 即为终点。

计算:

$$M = \frac{G}{V \times 0.05299}$$

式中: G ——所称碳酸钠的重量, g;

V ——滴定所消耗的盐酸溶液的体积, ml;

0.05299——1/2 毫摩尔 Na_2CO_3 的克数;

M ——盐酸标准溶液的浓度, mol/L。

4.16 乙醛标准贮备液

在一个 500 ml 容量瓶 (A 瓶) 中, 加入 400 ml 亚硫酸氢钠吸收液 (4.8), 再加入 5.00 ml 新鲜解聚的乙醛, 用亚硫酸氢钠吸收液 (4.8) 稀释至标线 (此乙醛标准贮备液在冰箱中可保存一个月)。与此同时, 吸取 5.00 ml 新鲜解聚的乙醛放入已加有 400 ml 重蒸馏水的 500 ml 容量瓶 (B 瓶) 中, 用重蒸馏水稀释至标线, 用羟胺法标定乙醛溶液的浓度。

解聚方法: 在装有分馏柱的蒸馏装置中加入 50 ml 三聚乙醛 (4.2) 和 0.5 ml 浓硫酸 (4.4), 缓慢加热, 使乙醛在 35°C 以下蒸出, 用一个冰水冷却的接收器收集解聚的新鲜乙醛。

标定方法: 分别吸取 21 g/L 羟胺乙醇溶液 (4.12) 5.00 ml 和 0.1 mol/L NaOH 溶液 (4.11) 10.0 ml 于 100 ml 碘量瓶中, 然后加入 5.00 ml 乙醛水溶液 (4.16, B 瓶), 塞好磨口玻璃塞, 摇匀, 在室温放置 30 min, 然后加 3 滴溴酚蓝指示剂 (4.13) 后, 用 0.02 mol/L 盐酸标准溶液 (4.15) 滴定至兰绿色。同时进行空白试验, 在 5.00 ml 羟胺乙醇溶液 (4.12) 和 10.0 ml NaOH 溶液 (4.11) 中加入 2.0 ml 饱和 NaCl 水溶液 (4.10) 及 3 滴溴酚蓝指示剂 (4.13), 用 0.02 mol/L 盐酸标准溶液 (4.15) 滴定至蓝绿色。另取 20 ml 蒸馏水, 加入 3 滴 0.1% 溴酚蓝指示剂 (4.13), 再滴定至终点。

按下式计算乙醛溶液浓度:

$$\text{乙醛溶液浓度}(\text{CH}_3\text{CHO}, \text{mg/ml}) = \frac{44.05 \times M \times (A - B + C)}{V}$$

式中: V ——所取乙醛水溶液样品的体积, ml;