

前 言

为贯彻执行《公共场所卫生管理条例》和 GB 9663~9673—1996、GB 16153—1996《公共场所卫生标准》，加强对公共场所卫生监督管理，特制定本标准。本标准中的方法是与 GB 9663~9673—1996、GB 16153—1996 相配套的监测检验方法。

本标准第一法为仲裁法。

本标准为首次发布。

本标准的附录 A 是标准的附录。

本标准的附录 B 是提示的附录。

本标准由中华人民共和国卫生部提出。

本标准起草单位：武汉市卫生防疫站、辽宁省卫生防疫站。

本标准主要起草人：张启生、王汉平(酚试剂法)、姜树秋、高伟、高贵春(气相色谱法)。

中华人民共和国国家标准

公共场所空气中甲醛测定方法

GB/T 18204.26—2000

Methods for determination of formaldehyde
in air of public places

1 范围

本标准规定了公共场所空气中甲醛浓度的测定方法。

本标准适用于公共场所空气中甲醛浓度的测定。

第一法 酚试剂分光光度法

2 原理

空气中的甲醛与酚试剂反应生成嗪,嗪在酸性溶液中被高铁离子氧化形成蓝绿色化合物。根据颜色深浅,比色定量。

3 试剂

本法中所用水均为重蒸馏水或去离子交换水;所用的试剂纯度一般为分析纯。

3.1 吸收液原液:称量 0.10 g 酚试剂 [$C_6H_4SN(CH_3)C : NNH_2 \cdot HCl$, 简称 MBTH], 加水溶解, 倾于 100 mL 具塞量筒中, 加水至刻度。放冰箱中保存, 可稳定三天。

3.2 吸收液:量取吸收原液 5 mL, 加 95 mL 水, 即为吸收液。采样时, 临用现配。

3.3 1% 硫酸铁铵溶液:称量 1.0 g 硫酸铁铵 [$NH_4Fe(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$] 用 0.1 mol/L 盐酸溶解, 并稀释至 100 mL。

3.4 碘溶液 [$c(\frac{1}{2}I_2) = 0.1000 \text{ mol/L}$]:称量 40 g 碘化钾, 溶于 25 mL 水中, 加入 12.7 g 碘。待碘完全溶解后, 用水定容至 1 000 mL。移入棕色瓶中, 暗处贮存。

3.5 1 mol/L 氢氧化钠溶液:称量 40 g 氢氧化钠, 溶于水中, 并稀释至 1 000 mL。

3.6 0.5 mol/L 硫酸溶液:取 28 mL 浓硫酸缓慢加入水中, 冷却后, 稀释至 1 000 mL。

3.7 硫代硫酸钠标准溶液 [$c(Na_2S_2O_3) = 0.1000 \text{ mol/L}$]:可用从试剂商店购买的当量试剂, 也可按附录 A 制备。

3.8 0.5% 淀粉溶液:将 0.5 g 可溶性淀粉, 用少量水调成糊状后, 再加入 100 mL 沸水, 并煮沸 2~3 min 至溶液透明。冷却后, 加入 0.1 g 水杨酸或 0.4 g 氯化锌保存。

3.9 甲醛标准贮备溶液:取 2.8 mL 含量为 36%~38% 甲醛溶液, 放入 1 L 容量瓶中, 加水稀释至刻度。此溶液 1 mL 约相当于 1 mg 甲醛。其准确浓度用下述碘量法标定。

甲醛标准贮备溶液的标定:精确量取 20.00 mL 待标定的甲醛标准贮备溶液, 置于 250 mL 碘量瓶中。加入 20.00 mL 0.1 N 碘溶液 [$c(\frac{1}{2}I_2) = 0.1000 \text{ mol/L}$] 和 15 mL 1 mol/L 氢氧化钠溶液, 放置 15 min。加入 20 mL 0.5 mol/L 硫酸溶液, 再放置 15 min, 用 [$c(Na_2S_2O_3) = 0.1000 \text{ mol/L}$] 硫代硫酸钠

溶液滴定,至溶液呈现淡黄色时,加入 1 mL 0.5% 淀粉溶液继续滴定至恰使蓝色褪去为止,记录所用硫代硫酸钠溶液体积(V_2),mL。同时用水作试剂空白滴定,记录空白滴定所用硫代硫酸钠标准溶液的体积(V_1),mL。甲醛溶液的浓度用公式(1)计算:

$$\text{甲醛溶液浓度(mg/mL)} = \frac{(V_1 - V_2) \times c_1 \times 15}{20} \dots\dots\dots(1)$$

式中: V_1 ——试剂空白消耗 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.1000 \text{ mol/L}$] 硫代硫酸钠溶液的体积,mL;

V_2 ——甲醛标准贮备溶液消耗 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.1000 \text{ mol/L}$] 硫代硫酸钠溶液的体积,mL;

c_1 ——硫代硫酸钠溶液的准确物质的量浓度;

15——甲醛的当量;

20——所取甲醛标准贮备溶液的体积,mL。

二次平行滴定,误差应小于 0.05 mL,否则重新标定。

3.10 甲醛标准溶液:临用时,将甲醛标准贮备溶液用水稀释成 1.00 mL 含 10 μg 甲醛,立即再取此溶液 10.00 mL,加入 100 mL 容量瓶中,加入 5 mL 吸收原液,用水定容至 100 mL,此液 1.00 mL 含 1.00 μg 甲醛,放置 30 min 后,用于配制标准色列管。此标准溶液可稳定 24 h。

4 仪器和设备

4.1 大型气泡吸收管:出气口内径为 1 mm,出气口至管底距离等于或小于 5 mm。

4.2 恒流采样器:流量范围 0~1 L/min。流量稳定可调,恒流误差小于 2%,采样前和采样后应用皂沫流量计校准采样系列流量,误差小于 5%。

4.3 具塞比色管:10 mL。

4.4 分光光度计:在 630 nm 测定吸光度。

5 采样

用一个内装 5 mL 吸收液的大型气泡吸收管,以 0.5 L/min 流量,采气 10 L。并记录采样点的温度和大气压力。采样后样品在室温下应在 24 h 内分析。

6 分析步骤

6.1 标准曲线的绘制

取 10 mL 具塞比色管,用甲醛标准溶液按表 1 制备标准系列。

表 1 甲醛标准系列

管号	0	1	2	3	4	5	6	7	8
标准溶液,mL	0	0.10	0.2	0.4	0.60	0.80	1.00	1.50	2.00
吸收液,mL	5.0	4.9	4.8	4.6	4.4	4.2	4.0	3.5	3.0
甲醛含量, μg	0	0.1	0.2	0.4	0.6	0.8	1.0	1.5	2.0

各管中,加入 0.4 mL 1% 硫酸铁铵溶液,摇匀。放置 15 min。用 1 cm 比色皿,在波长 630 μm 下,以水作参比,测定各管溶液的吸光度。以甲醛含量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制曲线,并计算回归线斜率,以斜率倒数作为样品测定的计算因子 $B_g(\mu\text{g}/\text{吸光度})$ 。

6.2 样品测定

采样后,将样品溶液全部转入比色管中,用少量吸收液洗吸收管,合并使总体积为 5 mL。按绘制标准曲线的操作步骤(见 6.1)测定吸光度(A);在每批样品测定的同时,用 5 mL 未采样的吸收液作试剂空白,测定试剂空白的吸光度(A_0)。