

HJ

国家环境保护总局标准

HJ/T 43—1999

固定污染源排气中氮氧化物的测定 盐酸萘乙二胺分光光度法

Stationary source emission—Determination of nitrogen oxid—
N(1-naphtye)—ethylenediamine dihydrochloride
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

固定污染源排气中氮氧化物的测定 盐酸萘乙二胺分光光度法

HJ/T 43—1999

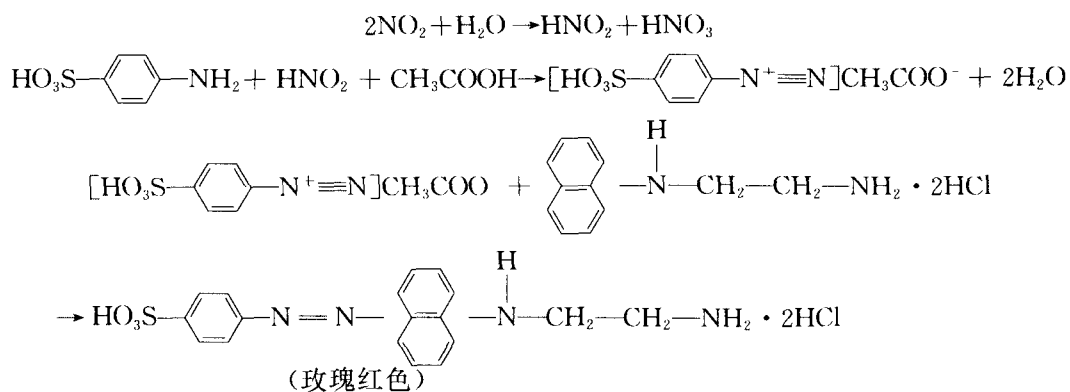
Stationary source emission—Determination of nitrogen oxide—
N(1-naphtyl)—ethylenediamine dihydrochloride
spectrophotometric method

1 适用范围

- 1.1 本标准适用于固定污染源有组织排放的氮氧化物测定。
- 1.2 当采样体积为 1L 时，本方法的定性检出浓度为 0.7 mg/m³，定量测定的浓度范围为 2.4～208 mg/m³。更高浓度的样品，可以用稀释的方法进行测定。
- 1.3 在臭氧浓度大于氮氧化物浓度 5 倍，二氧化硫浓度大于氮氧化物浓度 100 倍条件下，对氮氧化物测定有干扰。

2 方法原理

氮氧化物 (NO_x) 包括一氧化氮 (NO) 及二氧化氮 (NO₂) 等。在采样时，气体中的一氧化氮等低价氧化物首先被三氧化铬氧化成二氧化氮，二氧化氮被吸收液吸收后，生成亚硝酸和硝酸，其中亚硝酸与对氨基苯磺酸起重氮化反应，再与盐酸萘乙二胺偶合，呈玫瑰红色，根据颜色深浅，用分光光度法测定。



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 试剂和材料

除非另有说明，分析中均使用符合国家标准的分析纯试剂和不含亚硝酸根的去离子水。

4.1 对氨基苯磺酸。

- 4.2 冰乙酸。
 4.3 盐酸萘乙二胺。
 4.4 三氧化铬。
 4.5 海砂(或河砂)。
 4.6 盐酸: $\rho=1.19\text{ g/ml}$ 。
 4.7 亚硝酸钠。
 4.8 吸收贮备液

称取 5.0 g 对氨基苯磺酸(4.1),通过玻璃小漏斗直接加入 1000 ml 容量瓶中,加入 50 ml 冰乙酸(4.2)和 900 ml 水,盖塞振摇使溶解,待对氨基苯磺酸完全溶解后,加入 0.050 g 盐酸萘乙二胺(4.3)[N-(1-naphthyl)-ethylenediamine dihydrochloride] 溶解后,用水稀释至标线。此为吸收贮备液,贮于棕色瓶内,在冰箱中可保存两个月。保存时,可用聚四氟乙烯生胶带密封瓶口,以防止空气与贮备液接触。

4.9 吸收使用液

按 4 份贮备液(4.8)和 1 份水的比例混合。该吸收使用液的吸光度应不超过 0.05。

4.10 三氧化铬-海砂(或河砂)氧化管

筛取 20-40 目海砂(或河砂)(4.5),用 12% 盐酸(3.6)溶液浸泡一夜,用水洗至中性,烘干。把三氧化铬(4.4)及海砂(或河砂)按 1:20 (W/W) 混合,加少量水调匀,放在红外灯下或烘箱内于 105°C 烘干,烘干过程中应搅拌几次。制备好的三氧化铬-砂子,应是松散的,若是粘在一起,说明三氧化铬比例太大,可适当增加一些砂子,重新制备。

称取约 8g 制备好的三氧化铬-砂子装入双球玻璃管(5.5),两端用少量脱脂棉塞好。用乳胶管或用塑料管制的小帽将氧化管两端密封。使用时氧化管与吸收瓶之间用一小段乳胶管连接,采集的气体尽可能少与乳胶管接触,以防氮氧化物被吸附。

4.11 亚硝酸钠标准贮备液: $c(\text{NO}_2^-)=100\text{ }\mu\text{g/ml}$ 。

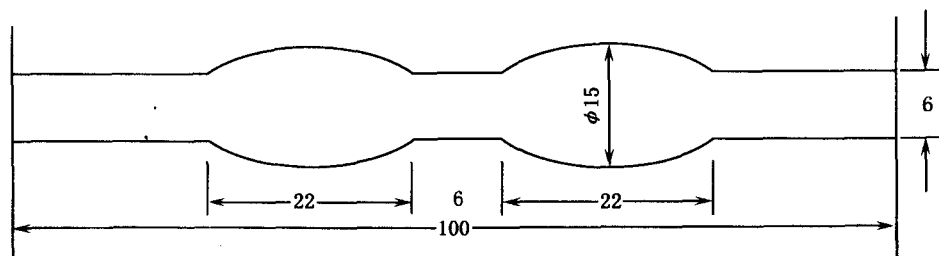
称取 0.1500 g 粒状亚硝酸钠(4.7) (NaNO_2 : 预先在干燥器内放置 24 h 以上),溶解于水,移入 1000 ml 容量瓶中,用水稀释至标线,贮于棕色瓶保存在冰箱中,可稳定 3 个月。

4.12 亚硝酸钠标准使用液: $c(\text{NO}_2^-)=10.0\text{ }\mu\text{g/ml}$ 。

临用前,吸取 10.0 ml 亚硝酸钠标准贮备液(4.11),置于 100 ml 容量瓶中,用水稀至标线,摇匀。

5 仪器

- 5.1 分光光度计:具 1 cm 比色皿。
 5.2 多孔玻板吸收瓶:125 ml。
 5.3 具塞比色管。
 5.4 冰袋。
 5.5 双球玻璃管(见图)。



双球玻璃管(单位, mm)

5.6 采样仪器

参考 GB 16157—1996 中 9.3 配置采样仪器

5.6.1 采样管