

中华人民共和国国家标准

居住区大气中二氧化硫卫生标准  
检验方法 四氯汞盐盐酸副玫瑰  
苯胺分光光度法

UDC 614.78:613  
.15:546.22  
.31  
GB 8913—88

Hygienic determination method of sulfur  
dioxide in air of residential areas—Tetra-  
chloromercurate (TCM) - pararosaniline  
spectrophotometric method

## 1 适用范围

本标准适用于居住区大气中二氧化硫质量浓度的测定。

### 1.1 灵敏度

最终比色体积为25 ml时，1  $\mu\text{g}$  二氧化硫应有0.03吸光度。

### 1.2 检出下限

本法检出下限为0.75  $\mu\text{g}$ 。采样体积为30 L时，最低检出浓度为25  $\mu\text{g}/\text{m}^3$ 。

### 1.3 浓度测定范围

用10 ml样品溶液，本法的线性范围为0.8~27  $\mu\text{g}$ ，按本法规定的采样条件，30~60 min样品可测浓度范围是25~1000  $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ，24 h样品可测范围是13~500  $\mu\text{g}/\text{m}^3$ 。

### 1.4 干扰及排除

对已知的各种干扰，本法已采取有效措施进行排除，其中二氧化氮加氨基磺酸去除；臭氧通过分析前放置20 min使其分解；重金属用EDTA二钠盐和磷酸进行络合和隐蔽，在10 ml样品液中存在60  $\mu\text{g}$   $\text{Fe}^{3+}$ ，10  $\mu\text{g}$   $\text{Mn}^{2+}$ ，10  $\mu\text{g}$   $\text{Cr}^{3+}$ ，10  $\mu\text{g}$   $\text{Cu}^{2+}$ 和22  $\mu\text{g}$   $\text{V}^{5+}$ 对本法不干扰，氨、硫化物和醛类不干扰二氧化硫的测定。

## 2 原理

空气中的二氧化硫用四氯汞钾溶液吸收后，与甲醛和盐酸副玫瑰苯胺（PRA）反应产生紫红色，根据生成颜色的深浅，比色定量。

## 3 试剂

所用的一般试剂纯度应为分析纯，基准试剂要求为优级纯。所有的实验用水均为重蒸馏水或去离子水，水质在25  $^{\circ}\text{C}$ 时电导率应小于1.0  $\mu\text{S}/\text{cm}$ ，pH6.0~7.2。

### 3.1 吸收液\*（0.04 mol/L四氯汞钾溶液）

称取10.86 g二氯化汞，5.96 g氯化钾，0.066 g乙二胺四乙酸二钠盐溶于水中，并稀释至1000 ml。

\* 吸收液毒性较大，取用时必须十分小心，接触到皮肤时，应立即用水冲洗，含吸收液的废液应集中处理，处理方法见附录C。

### 3.2 0.6%氨基磺酸溶液

称取0.6 g氨基磺酸，溶于100 ml水中，此试剂应每天新鲜配制。

**3.3 0.2%甲醛溶液**

量取含量为36%~38%的甲醛1 ml, 用水稀释到200 ml, 此试剂应每天新鲜配制。

**3.4 0.016%盐酸副玫瑰苯胺溶液**

**3.4.1** 1 mol/L 盐酸溶液: 量取浓盐酸(比重约1.19g/ml) 86 ml, 用水稀释到1000 ml。

**3.4.2** 3 mol/L 磷酸溶液: 量取浓磷酸(比重约1.69g/ml) 205 ml, 用水稀释到1000 ml。

**3.4.3** 0.2% 盐酸副玫瑰苯胺贮备溶液: 准确称取0.200g 盐酸副玫瑰苯胺盐酸盐(PRA, 其纯度不得少于95%, 纯度检验方法见附录A) 溶于100 ml 盐酸溶液中。

**3.4.4** 0.016% 盐酸副玫瑰苯胺工作溶液: 准确量取贮备溶液20 ml\* 于250 ml 容量瓶中, 加25 ml 磷酸溶液, 并用水稀释到刻度。本液于暗处保存可放置六个月。

\* 贮备溶液的用量应按PRA纯度检验结果作修正, 以100%减去纯度百分比, 每缺1%, 贮备溶液用量再增加0.2 ml。

**3.5 二氧化硫标准溶液**

**3.5.1** 亚硫酸钠标准贮备溶液: 称取0.200 g 亚硫酸钠( $\text{Na}_2\text{SO}_3$ ) 溶解于250 ml 新煮沸放冷的水中, 此液每毫升含有相当于320~400  $\mu\text{g}$  二氧化硫。准确浓度按附录B的方法进行标定。二氧化硫的准确浓度是用加过量碘液氧化后, 用硫代硫酸钠标准溶液回滴后计算出来的。

**3.5.2** 亚硫酸钠标准工作液: 按标定计算的结果, 用吸收液将标准贮备溶液稀释成每毫升含5  $\mu\text{g}$  二氧化硫的标准工作液。

**3.6 二氧化硫渗透管**

购置经准确标定的二氧化硫渗透管, 要求在25或 $30 \pm 0.1^\circ\text{C}$ 时, 渗透率在0.25~1.5  $\mu\text{g}/\text{min}$ 之间。

**4 仪器与设备****4.1 采样装置**

**4.1.1** 导管: 采样管前的进气导管应采用聚四氟乙烯、聚丙烯或硅硼玻璃等材料制成。

**4.1.2** 吸收管: 按采样周期不同, 可分为两种。

**4.1.2.1** 多孔玻板吸收管(图1): 用于30~60 min 样品采集, 可装吸收液10 ml。吸收管的滤板阻力为30~40 mm Hg (流量500 ml/L), 筛板鼓泡应分散均匀。

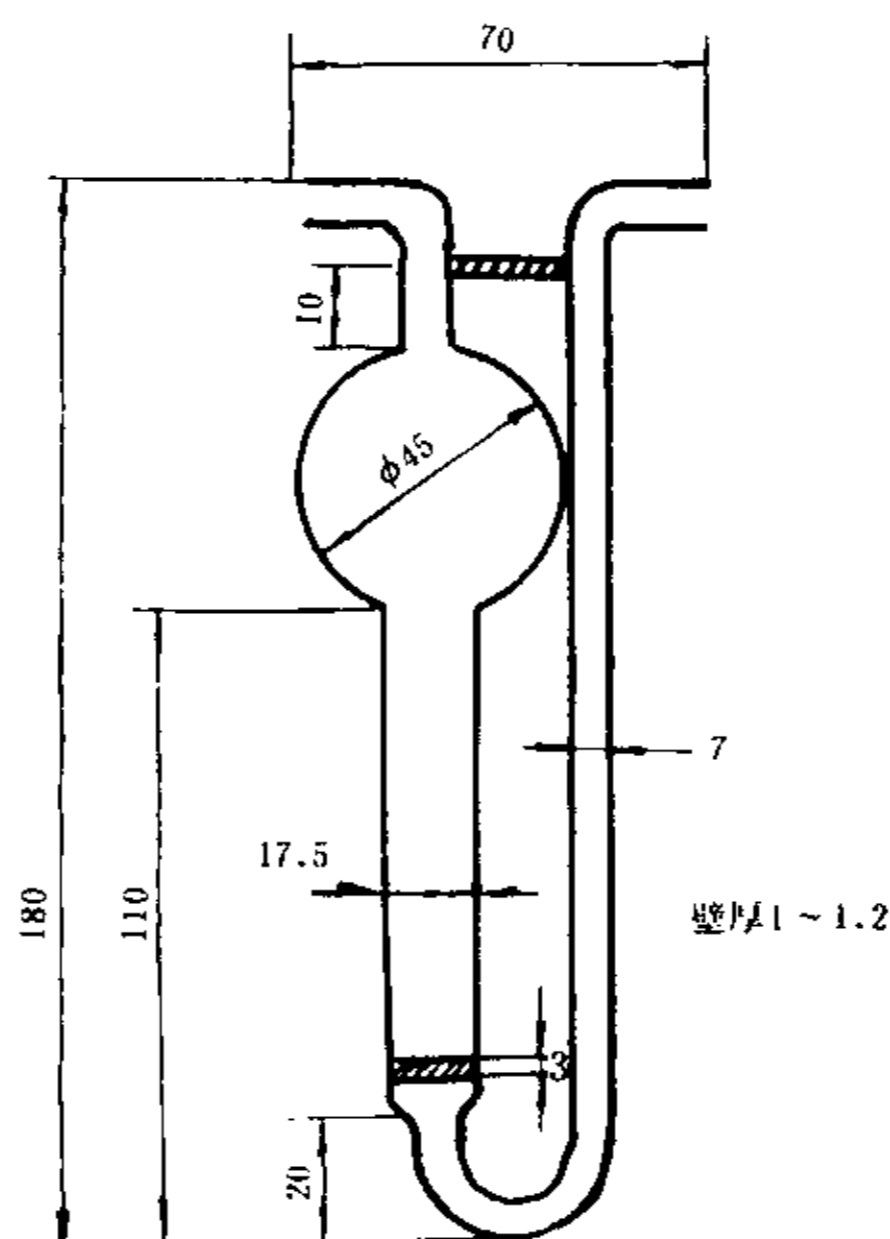


图1 多孔玻板吸收管

4.1.2.2 冲击式采样管 (图 2): 用于 24 h 样品的采集, 可装吸收液 50 ml, 喷嘴孔径在 0.37~0.41 mm 之间, 喷嘴离吸收管底部的距离应为 6 mm。

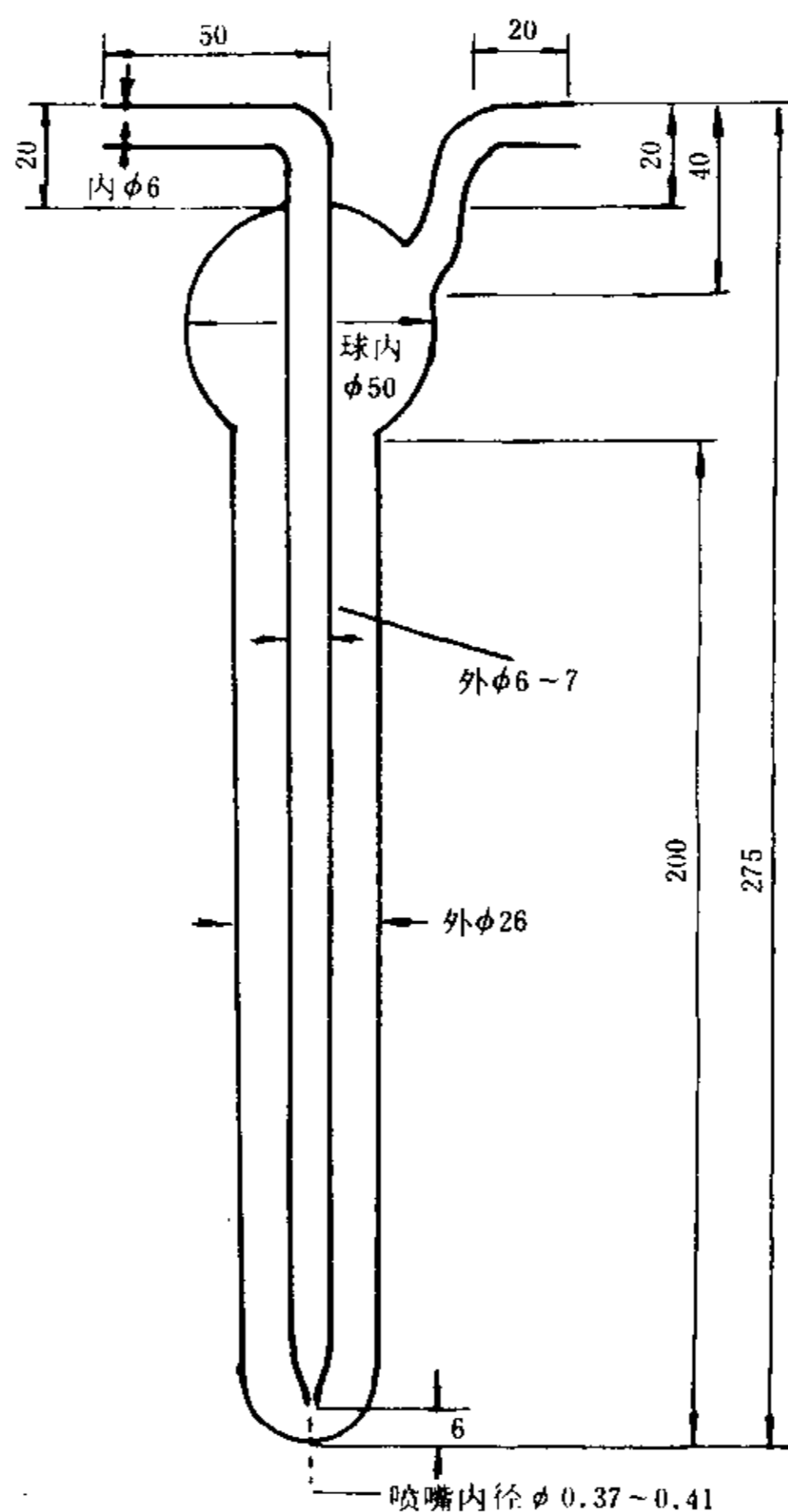


图 2 冲击式采样管

4.1.3 保护性过滤器: 用于过滤采样系统中的颗粒物, 以免影响转子流量计的使用。

4.1.4 流量计量装置: 转子流量计或其他流量计均可使用。30~60 min 样品流量值为 0.50 L/min, 24 h 样品为 0.20 L/min, 使用前与使用后均应用皂膜流量计标定准确流量。

4.2 分光光度计: 可测波长为 550 nm 左右吸光度, 狭缝小于 20 nm 的分光光度计。

4.3 分析天平: 感量为 0.1 mg。

4.4 恒温水浴锅 (0~37℃): 要求可控制温度达到  $22 \pm 1$  °C, 用于样品显色。

4.5 超级恒温水浴: 要求可控制温度为  $25 \pm 0.1$  °C 或  $30 \pm 0.1$  °C, 渗透管配气用。

4.6 恒流抽气泵: 在采样条件下, 抽气流量最大可达 1 L/min, 而且流量稳定可调。恒流误差小于 2%。采样前和采样后应用皂膜计精确校准采样系统流量。

## 5 采样

### 5.1 30~60 min 样品

用多孔板吸收管, 内装 10 ml 吸收液, 以 0.5 L/min 流量采样 30 或 60 min。

### 5.2 24 h 样品

用冲击式采样管, 内装 50 ml 吸收液, 以 0.20 L/min 流量采样 24 h。