

中华人民共和国国家标准

居住区大气中硝酸盐检验标准方法 镉柱还原-盐酸萘乙二胺分光光度法

GB 12374—90

Standard method for examination of nitrate in air of residential areas—Reduction of the cadmium column-spectrophotometry of N-(1-naphthyl) ethylene diamine hydrochloride

1 主题内容与适用范围

本标准规定了用镉柱还原-盐酸萘乙二胺分光光度法测定居住区大气中硝酸盐的质量浓度。
本标准适用于居住区大气中硝酸盐浓度的测定。

1.1 灵敏度

在最终测定体积 25 mL 溶液中,含有 1 μg 硝酸盐应有 0.029 吸光度。

1.2 检出下限

检出下限为 0.69 $\mu\text{g}/25\text{mL}(\text{NO}_3^-)$ 。

1.3 测定范围

用 20 mL 滤纸浸出液,本法测定范围为 0.5~5.0 μg 硝酸盐氮;总悬浮颗粒物中的硝酸盐用大流量采样器,采气体积 792 m^3 时,可测浓度范围为 0.028~0.28 $\mu\text{g}/\text{m}^3$;若测定可吸入颗粒物中硝酸盐,用可吸入颗粒物采样器采气体积 18.7 m^3 时,可测范围为 0.24~2.4 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ 。

1.4 干扰与排除

在常见的无机离子中,5 ppm Fe^{2+} 、4 ppm Zn^{2+} 、20 ppm Mn^{2+} 和 5 ppm Cu^{2+} 共存时,对 NO_3^- 还原率有影响,当将样品溶液调成碱性(pH=9.5)后,这些离子已全部形成氢氧化物沉淀,而予以排除。

2 原理

采集在玻璃纤维滤纸上的悬浮颗粒物,用水浸法溶出硝酸盐和亚硝酸盐。然后分成两份,一份在弱碱性 pH8~10 条件下,硝酸盐经镉柱还原成亚硝酸盐,亚硝酸盐与对氨基苯磺酰胺和盐酸萘乙二胺作用,生成紫红色偶氮化合物,比色定量,得硝酸盐和亚硝酸盐总量。另一份不经镉柱还原,测得亚硝酸盐含量。二者之差即为硝酸盐含量。

3 试剂和材料

方法中所用的试剂,除另有说明外,试剂的纯度均为分析纯。所应用的水,均为无硝酸根的蒸馏水或去离子水。

3.1 玻璃纤维滤纸:用于大流量采样器采集总悬浮颗粒物时,滤纸为“49”型,规格为 200 mm \times 250 mm;用于可吸入颗粒物采样器采集可吸入颗粒物时,滤纸直径由所用的采样器决定。

3.2 硫酸铜溶液。

3.2.1 2%硫酸铜溶液:称取 20 g 硫酸铜($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)溶于 500 mL 水中,用水稀释至 1L。

3.2.2 0.25 mol/L 硫酸铜溶液:称取 62.42 g 硫酸铜($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)溶于 1 L 水中。

中华人民共和国卫生部 1990-03-22 批准

1991-03-01 实施

- 3.3 1+1 和 1+100 盐酸溶液。
- 3.4 氢氧化钠溶液。
- 3.4.1 2 mol/L 氢氧化钠溶液:称取 80 g 氢氧化钠溶于 1 L 水中。
- 3.4.2 0.5 mol/L 氢氧化钠溶液:用 2 mol/L 氢氧化钠溶液稀释而成。
- 3.5 乙二胺四乙酸二钠(EDTA-2Na)-氯化钠溶液。
- 3.5.1 EDTA 甲液:称取 37 g 乙二胺四乙酸二钠和 6 g 氯化钠溶于 800 mL 水中,用 2 mol/L 氢氧化钠溶液调成 pH=9.0 后,再用水稀释至 1 L。
- 3.5.2 EDTA 乙液:量取 35 mL EDTA 甲液加水稀释至 1 L。
- 3.6 清洗液:量取 20 mL EDTA 甲液和 12.5 mL 1+100 盐酸溶液,混匀后,用水稀释至 1 L。
- 3.7 亚硝酸钠标准溶液。
- 3.7.1 储备液:准确称量 0.492 6 g 经 105℃干燥 2 h 的亚硝酸钠(优级纯),用少量水溶解,移入 1 L 容量瓶中,加入 1 mL 三氯甲烷作保存剂,并加水至刻度,此溶液 1.00 mL 含 100 μg 亚硝酸盐氮。
- 3.7.2 标准溶液:临用时,精确吸取 5.00 mL 亚硝酸钠标准储备溶液于 500 mL 容量瓶中加水稀释至刻度。此溶液 1.00 mL 含 1 μg 亚硝酸盐氮,再取 20.00 mL 上述标准液及 3.5 mL EDTA 甲液于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。此溶液 1.00 mL 含 0.2 μg 亚硝酸盐氮。
- 3.8 硝酸钾标准溶液。
- 3.8.1 贮备液:准确称量 0.721 8 g 经 110℃干燥 4 h 的硝酸钾,用少量水溶解,移入 1 L 容量瓶中,并加水至刻度,此溶液 1.00 mL 含 100 μg 硝酸盐氮。
- 3.8.2 标准溶液:临用时,精确吸取 5.00 mL 硝酸钾标准储备溶液于 500 mL 容量瓶中,加水至刻度。此溶液 1.00 mL 含 1 μg 硝酸盐氮。再取 20.00 mL 上述标准溶液及 3.5 mL EDTA 甲液于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。此溶液 1.00 mL 含 0.2 μg 硝酸盐氮。
- 3.9 1%对氨基苯磺酰胺溶液:称取 1.0 g 对氨基苯磺酰胺,溶于 100 mL 1+1 盐酸溶液中,贮于棕色瓶内保存。
- 3.10 0.12%盐酸萘乙二胺溶液:称取 0.12 g 盐酸萘乙二胺($C_{10}H_7 \cdot NHCH_2CH_2 \cdot NH_2 \cdot 2HCl$)溶于 100 mL 水中,贮于棕色瓶中,放入冰箱保存。
- 3.11 铜-镉还原柱:按下列方法制备和测定其还原效率及再生。
- 3.11.1 将 20~40 目镉粒用 1+1 盐酸溶液洗净再用水淋洗。
- 3.11.2 称取 25 g 酸洗过的镉粒置于 100 mL 2%硫酸铜溶液中,充分搅拌至银白色发亮的金属镉变成灰黑色后,倾去硫酸铜溶液,用水在玻璃棒搅拌下,反复洗涤 5 次,以除去表面的附着物。再用 1+1 盐酸溶液洗涤,最后用水洗净,即得铜-镉还原剂。
- 3.11.3 装柱:按下图将铜-镉还原剂装入柱中,柱内总是装满 EDTA 乙液,勿使其暴露于空气中。