

中华人民共和国国家标准

车间空气中二氧化硫的盐酸副玫瑰苯胺 分光光度测定方法

GB/T 16025—1995

Workplace air—Determination of sulfur dioxide
—Pararosaniline hydrochloride spectrophotometric method

1 主题内容与适用范围

本标准规定了用盐酸副玫瑰苯胺分光光度法测定车间空气中二氧化硫。

本标准适用于硫酸和硫酸盐等的制造、熏蒸杀虫、漂白、冷藏、造纸等场所空气的测定。

2 原理

二氧化硫被四氯汞钾吸收后形成稳定的络合物,再与甲醛及盐酸副玫瑰苯胺作用生成玫瑰紫色化合物,比色定量。

3 仪器

3.1 多孔玻板吸收管。

3.2 注射器,100 mL。

3.3 量瓶,25 mL。

3.4 分光光度计,10 mm 比色杯。

4 试剂

本法中所用的一般试剂纯度应为分析纯,基准试剂要求为优级纯。

4.1 蒸馏水,所有实验用水均为全玻璃蒸馏或去离子水。在 25℃ 时电导率 $<1.0 \mu\text{S}/\text{cm}$, pH 值 6.0~7.2。

4.2 吸收液,0.04 mol/L 四氯汞钾溶液。称取 10.86 g 氯化汞(HgCl_2)、0.066 g 乙二胺四乙酸二钠盐(Na_2EDTA)、5.96 g 氯化钾,溶于水中并稀释至 1 000 mL(此液有剧毒性,操作时应戴橡皮手套,若溅到皮肤上,立即用水冲洗)。

4.3 氨基磺酸溶液,6 g/L。称取 0.6 g 氨基磺酸,溶于 100 mL 水中,临用时配制。

4.4 甲醛溶液,2 g/L,吸取 1 mL 36%~38%(m/m)甲醛溶液,用水稀释至 200 mL,储存在具塞玻璃瓶中,临用时配制。

4.5 盐酸副玫瑰苯胺储备液,2 g/L。精确称取 0.2 g 盐酸副玫瑰苯胺盐酸盐[其纯度不得低于 95%(m/m)],溶于 100 mL 1 mol/L 盐酸中。

4.6 盐酸副玫瑰苯胺工作液,0.16 g/L。取 20 mL 盐酸副玫瑰苯胺储备液(4.5)和 25 mL 磷酸(3 mol/L)于 250 mL 量瓶中,用水稀释至刻度,此溶液于暗处保存可放置 6 个月。

4.7 二氧化硫标准溶液:称取 0.15 g 偏亚硫酸钠($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$)或 0.2 g 亚硫酸钠(Na_2SO_3)于 250 mL 吸收液(4.2),进行标定(如有沉淀过滤后再标定),此液为二氧化硫储备液。按标定计算结果用吸收液稀释

成 1 mL=5 μg 二氧化硫标准溶液,于 5℃冰箱中可稳定 30 d。

5 采样

取装 10 mL 吸收液的多孔玻板吸收管,以 0.5 L/min 的速度抽取 1 L 空气。

6 分析步骤

- 6.1 对照试验:将装好吸收液的吸收管带至现场,但不抽取空气,照样品分析。
- 6.2 样品处理:用吸收管中的吸收液洗涤进气管内壁 3 次,取 2 mL 样品溶液于 25 mL 量瓶中,加 8 mL 吸收液,混匀。
- 6.3 按下表用 25 mL 量瓶配制标准管。

二氧化硫标准管的配制

管 号	0	1	2	3	4	5
标准溶液(4.7),mL	0	0.50	1.0	2.0	3.0	4.0
吸收液(4.2),mL	10	9.5	9.0	8.0	7.0	6.0
二氧化硫含量,μg	0	2.5	5.0	10	15	20

向标准管中各加 1.0 mL 氨基磺酸溶液(4.3)混匀,放置 10 min,再准确加入 2 mL 甲醛溶液(4.4)和 5 mL 盐酸副玫瑰苯胺溶液(4.6),并用新煮沸放冷的水加至刻度,摇匀,放在恒温水浴中(22±1℃)反应 30 min,用 10 mm 比色杯于波长 548 nm 下,以水为对照比色,绘制标准曲线。

- 6.4 测定:样品管的操作同标准管,比色后由标准曲线上查出二氧化硫的含量。

7 计算

- 7.1 按式(1)将样品体积换算成标准状况下的体积:

$$V_0 = V \times \frac{273}{273 + t} \times \frac{p}{101.3} \dots\dots\dots (1)$$

式中: V_0 ——标准状况下的样品体积,L;
 V ——样品体积,L;
 t ——温度,℃;
 p ——大气压力,kPa。

- 7.2 按式(2)计算二氧化硫的浓度:

$$X = \frac{5C}{V_0} \dots\dots\dots (2)$$

式中: X ——空气中二氧化硫的浓度,mg/m³;
 C ——所取样品溶液中二氧化硫的含量,μg;
 V_0 ——标准状况下的样品体积,L。

8 说明

- 8.1 本法检测限为 0.75 μg/10 mL。测定范围为 0.7~27 μg/mL。当二氧化硫含量为 2.5、5.0、10.0、

15.0、20.0 $\mu\text{g}/25\text{ mL}$ 时,其变异系数分别为 6.8%、5.9%、4.5%、3.6%和 3.6%。

8.2 本法的采样效率在 98%以上。

8.3 采样过程应避免阳光直接照射,采样后如不能立即分析,须在 5℃ 下存放,时间不得超过 7 d。

8.4 盐酸副玫瑰苯胺试剂要求:

8.4.1 在 0.1 mol/L 乙酸缓冲液中试验最大吸收波长为 540 nm。

8.4.2 按本法分析操作步骤所制备的空白溶液,用 10 mm 比色杯吸光度不大于 0.170。

8.4.3 标准曲线的斜率在 25 mL 中含 1 μg 二氧化硫应有 0.030 吸光度。如果达不到上述要求,应该提纯。

8.5 测定时加入氨基磺酸可排除二氧化氮的干扰,臭氧的干扰用延长放置时间来消除,吸取液中加入 EDTA 二钠盐和磷酸,可排除一些金属元素的干扰(10 mL 吸收液中,含 60 μg Fe^{3+} 、10 μg Mn^{2+} 、10 μg Cr^{3+} 、10 μg Cu^{2+} 和 22 μg V^{4+} 都不干扰),氨、硫化物和醛类也不干扰二氧化硫测定。

附加说明:

本标准由中华人民共和国卫生部提出。

本标准由中国预防医学科学院劳动卫生与职业病研究所负责起草。

本标准主要起草人杨秀珍。

本标准由卫生部委托技术归口单位中国预防医学科学院劳动卫生与职业病研究所负责解释。