

GB160.73—2004-ZT

工作场所空气中 硝基烷烃类化合物的测定方法

1 范围

本标准规定了监测工作场所空气中硝基烷烃类化合物浓度的方法。

本标准适用于工作场所空气中硝基烷烃类化合物浓度的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款，通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包括勘误的内容）或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GBZ 159 工作场所空气中有害物质监测的采样规范

3 氯化苦的盐酸萘乙二胺分光光度法

3.1 原理

空气中氯化苦用乙醇钠溶液采集，并分解成亚硝酸钠；在酸性溶液中，亚硝酸钠与对氨基苯磺酸及盐酸萘乙二胺偶合生成红色化合物，比色定量。

3.2 仪器

3.2.1 多孔玻板吸收管。

3.2.2 空气采样器，流量 0~500ml/min。

3.2.3 具塞比色管，10ml。

3.2.4 分光光度计。

3.3 试剂

实验用水为蒸馏水。

3.3.1 盐酸， $\rho_{20}=1.18\text{g/ml}$ 。

3.3.2 吸收液：于 1000ml 烧杯中，加入 500ml 无水乙醇和 2.5g 金属钠碎块（用滤纸吸干表面的煤油，切去表面的氧化层，再用无水乙醇冲洗 2~3 次后，切成碎块）；待反应完毕，无气泡产生时，装入棕色瓶内密封保存。

3.3.3 盐酸溶液，3mol/L：25ml 盐酸加入水中，稀释至 100ml。

3.3.4 显色剂：称取 5g 对氨基苯磺酸，溶于含有 50ml 冰乙酸的约 850ml 水中，再加入 0.05g 盐酸萘乙二胺，溶解后，用水稀释至 1000ml，置棕色瓶中。

3.3.5 标准溶液：于 25ml 量瓶中，加 10ml 无水乙醇，准确称量后；加入 2 滴纯氯化苦，再准确称量；加无水乙醇至刻度。由两次称量之差计算溶液浓度，为标准储备液。临用前，用吸收液稀释成 $10.0\mu\text{g/ml}$ 氯化苦标准溶液。或用国家认可的标准溶液配制。

3.4 样品的采集、运输和保存

现场采样按照 GBZ 159 执行。

在采样点，将装有 5.0ml 吸收液的多孔玻板吸收管，以 250ml/min 流量采集 15min 空气样品。

采样后，立即封闭吸收管的进出气口，置清洁容器内运输和保存。应当天测定完毕。

3.5 分析步骤

3.5.1 对照试验：将装有吸收液的多孔玻板吸收管带至采样点，除不连接采样器采集空气样品外，其余操作同样品，作为样品的空白对照。

3.5.2 样品处理：用吸收管中的吸收液洗涤进气管内壁 3 次；取出 2.0ml 样品溶液置具塞比色管中，供测定。若样品液中待测物的浓度超过测定范围，可用吸收液稀释后测定，计算时乘以稀释倍数。

3.5.3 标准曲线的绘制：在 6 只具塞比色管中，分别加入 0.0、0.10、0.20、0.40、0.70 和 1.00ml 氯化苦标准溶液，加吸收液至 2.0ml，配成 0.0、1.0、2.0、4.0、7.0 和 10.0 μg 氯化苦标准系列。放置 3h 后，向各标准管加入 0.2ml 盐酸溶液，摇匀；加入 8ml 显色剂，摇匀；放置 30min。在 540nm 波长下测量吸光度，每个浓度重复测定 3 次，以吸光度均值对氯化苦含量 (μg) 绘制标准曲线。

3.5.4 样品测定：用测定标准管的操作条件，测定样品溶液和空白对照溶液，样品的吸光度值减去空白对照的吸光度值后，由标准曲线得氯化苦的含量 (μg)。

3.6 计算

3.6.1 按式 (1) 将采样体积换算成标准采样体积：

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

式中： V_0 — 标准采样体积，L；

V — 采样体积，L；

t — 采样点的气温， $^{\circ}\text{C}$ ；

P — 采样点的大气压，kPa。

3.6.2 按式 (2) 计算空气中氯化苦的浓度：

$$C = \frac{2.5 m}{V_0} \dots\dots (2)$$

式中： C — 空气中氯化苦的浓度， mg/m^3 ；

m — 测得样品溶液中氯化苦的含量， μg ；

V_0 — 标准采样体积，L。

3.7 说明

3.7.1 本法的检出限为 0.12 $\mu\text{g}/\text{ml}$ ；最低检出浓度为 0.16 mg/m^3 （以采集 3.75L 空气样品计）。测定范围为 0.12~10 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 。相对标准偏差为 0.52%~7.9%。

3.7.2 本法的采样效率为 93.7%~99.8%。采样点的气温较高时，应将吸收管放在冰浴中采样。

3.7.3 氯化苦被乙醇钠分解反应较慢，要进行 2h 以上，才能分解 85%~95%，故须放置 3h 后才能进行显色反应。不能用亚硝酸钠来配制标准溶液。

3.7.4 加盐酸溶液是为了中和乙醇钠的酸碱度，加入 0.2ml 盐酸溶液 (3mol/L) 效果最佳