

最新环境污染 监督控制管理与检测技术标准规范 实务全书

主编 王志军



ZUIXIN HUANJING WURAN JIANDU KONGZHI GUANLI YU JIANCE JISHU BIAOZHUN GUFAN SHIWU QUANSHU

中国致公出版社

最新环境污染监督控制管理 与检测技术标准(规范)全书

(下)

国家环境保护总局标准

固定污染源排气中氯气的测定

甲基橙分光光度法

HJ/T 30—1999

Stationary source emission—Determination of chlorine—
Methyl orange 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和无组织排放的氯气测定。

1.2 当采集无组织排放样品体积为 30L 时, 方法的检出限为 $0.03\text{mg}/\text{m}^3$, 定量测定的浓度范围为 $0.086\sim 3.3\text{mg}/\text{m}^3$ 。当采集有组织排气样品体积为 5.0L 时, 方法的检出限为 $0.2\text{mg}/\text{m}^3$, 定量测定的浓度范围为 $0.52\sim 20\text{mg}/\text{m}^3$ 。

1.3 游离溴有和氯相同的反应而产生正干扰, 微量二氧化硫对测定有明显负干扰。

2 定义

氯气: 指固定污染源有组织排放和无组织排放的游离氯。

3 方法原理

含溴化钾、甲基橙的酸性溶液和氯气反应, 氯气将溴离子氧化成溴, 溴能在酸性溶液中将用基橙溶液的红色减退, 用分光光度法测定其退色的程度来确定氯气的含量。

4 引用标准

下列标准所包含的条文, 通过在本标准中引用而构成本标准的条文

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。

5 试剂和材料

除非另有说明, 分析过程中均使用符合国家标准和分析纯试剂和蒸馏水。

5.1 浓硫酸: $\rho = 1.84\text{g}/\text{ml}$ 。

5.2 甲基橙。

5.3 溴化钾。

5.4 溴酸钾：基准试剂。

5.5 硫酸溶液：1+6。

量取 100ml 浓硫酸 (5.1)，缓慢地、边倒边搅拌加入到 600ml 水中。

5.6 甲基橙吸收贮备液

称取 0.1000g 甲基橙 (5.2)，溶解于 100ml 40~50℃ 的水中，冷却至室温，加无水乙醇 20ml，移入 1000ml 容量瓶中，加水稀释至刻度，混匀。此溶液放置暗处可保存半年。

5.7 甲基橙吸收使用液

用吸管移取甲基橙吸收储备液 (5.6) 250ml，置于 1000ml 容量瓶中，加入 500ml 1+6 硫酸溶液 (5.5)，再加入 5.0g 溴化钾 (5.3)，溶解后用水稀释至刻度，混匀。

5.8 溴酸钾标准贮备液： $c(1/6KBrO_3) = 1.41 \times 10^{-1} \text{mol/L}$

称取 1.9627g 溴酸钾 (5.4)，用少量水溶解，移入 500ml 容量瓶中，加水稀释至刻度，混匀。此溴酸钾标准贮备液每毫升相当于 5.00mg 氯。放置暗处，可保存半年。

5.9 溴酸钾标准使用液： $c(1/6KBrO_3) = 1.41 \times 10^{-3} \text{mol/L}$

用吸管移取溴酸钾标准贮备液 (5.8) 10ml，移入 1000ml 容量瓶中，加水稀释至刻度，混匀。此溴酸钾标准使用液每毫升相当于 50.0μg 氯。

6 仪器

6.1 分光光度计：具 1cm 比色皿。

6.2 采样仪器

6.2.1 有组织排放监测采样仪器

参照 GB 16157—1996 中 9.3 有关部分配置采样仪器。

6.2.1.1 采样管

以硬质玻璃、氟树脂或氯乙烯树脂为材质，具有适当尺寸的管料为采样管。

6.2.1.2 取样装置

25ml 多孔玻板吸收管。

6.2.1.3 流量计量装置

按 GB 16157—1996 中 9.3.6 配置流量计量装置。

6.2.1.4 抽气泵

按 GB 16157—1996 中 9.3.7 配置抽气泵。

6.2.1.5 连接管

聚四氟乙烯软管或内衬聚四氟乙烯薄膜的硅橡胶管。

6.2.2 无组织排放监测采样仪器。

6.2.2.1 引气管

以聚四氟乙烯或聚乙烯软管作引气管，在其头部接一玻璃漏斗。

6.2.2.2 取样装置

25ml 多孔玻板吸收管。

6.2.2.3 流量计量装置

按 GB 16157—1996 中 9.3.6 配置流量计量装置。

6.2.2.4 抽气泵

按 GB 16157—1996 中 9.3.7 配置抽气泵。

6.2.2.5 连接管

聚四氟乙烯软管或内衬聚四氟乙烯薄膜的硅橡胶管。

7 样品采集和保存

7.1 有组织排放样品采集

7.1.1 采样位置和采样点

按 GB 16157—1996 中 9.1.1 和 9.1.2 确定采样位置和采样点。

7.1.2 采样装置的连接

参考 GB 16157—1996 中 9.3 图 28, 按采样管、样品吸收装置、流量计量装置和抽气泵的顺序连接好采样系统, 连接管要尽可能短。按 GB 16157—1996 中 9.4 的要求检查采样系统的气密性和可靠性。

7.1.3 样品采集

将采样管头部塞适量玻璃棉后, 插入排气筒采样点, 用两支串联, 内装 10.0ml 甲基橙吸收液 (5.7) 的多孔玻板吸收管 (6.2.1.2), 以 0.2L/min 的流量采样。当吸收液颜色有明显减退时, 即可停止采样。如不退色, 采样时间选择 60min。

7.2 无组织排放样品采集

7.2.1 采样位置和采样点

按 GB 16297—1996 附录 C 的规定确定无组织排放监控点的位置, 或按其他特定要求确定环境空气采样点。

7.2.2 采样装置的连接

按引气管、样品吸收装置、流量计量装置和抽气泵的顺序连接采样装置。按 GB 16157—1996 中 9.4 的要求检查采样系统的气密性和可靠性。

7.2.3 样品采集

串联两支内装 10.0ml 甲基橙吸收液 (5.7) 的多孔玻板吸收管 (6.2.2.2), 以 0.6L/min 的流量采样。当甲基橙吸收液颜色明显减退时, 即可停止采样。如不退色, 采样时间选择 60min。

7.3 样品的保存

采样后, 将两管样品溶液全部转移到 100ml 容量瓶中, 用水洗涤吸收管, 合并转移到此容量瓶中。用水稀释至标线, 混匀, 待测定。该样品显色完成后溶液颜色稳定, 常温下至少可保存 15 天。

8 分析步骤

8.1 校准曲线的绘制

取 7 只 100ml 容量瓶, 各加入 20.0ml 甲基橙吸收液 (5.7), 并按次序分别移入溴酸钾标准使用溶液 (5.9) 0.00、0.20、0.40、0.80、1.20、1.60、2.00ml (即相当于含氯量为 0、10、20、40、60、80、100 μ g), 用水稀释至刻度, 混匀。放置 40min 后, 用 1cm 比色皿, 在波长 507nm 处, 以水为参比, 测定吸光度。以吸光度对氯含量 (μ g) 绘制校

准曲线, 并计算得到校准曲线的线性回归方程。

8.2 样品测定

采样后转移到 100ml 容量瓶中的溶液 (7.3), 放置 40min 后, 用 1cm 比色皿, 在波长 507nm 处, 以水为参比, 测定吸光度。

9 计算和结果表示

9.1 样品中氯气浓度的计算:

测得样品吸光度后, 在校准曲线上读得其对应的氯含量 x ; 或根据回归直线方程: $Y = a + bx$ 来计算求得氯含量 x 。即:

$$x = (Y - a) / b$$

式中: Y ——吸光度;

a ——截距;

b ——斜率, $1/\mu\text{g}$;

x ——氯含量, μg 。

结果计算的公式为: $c = x / V_{\text{nd}}$

式中: c ——样品气体的含氯浓度, mg/m^3 ;

x ——样品溶液中测得的含氯量, μg ;

V_{nd} ——换算成标准状态下的干采气体积, L。

按 GB 16157—1996 中 10.1 或 10.2 计算 V_{nd} 。

9.2 氯气有组织排放的“排放浓度”计算

按 GB 16157—1996 中 11.1.2 或 11.1.4 计算氯气的“排放浓度”。

9.3 氯气有组织排放的“排放速度 (kg/h)”计算

按 GB 16157—1996 中 11.4 计算氯气的“排放速率”。

9.4 氯气的“无组织排放监控浓度值”计算

9.4.1 按下式计算一个无组织排放监控点的氯气平均浓度

$$c = \frac{\sum_{i=1}^n c_i}{n}$$

式中: c ——一个无组织排放监控点的氯气平均浓度;

c_i ——一个样品中的氯气浓度;

n ——一个无组织排放监控点采集的样品数目。

9.4.2 “无组织排放监控浓度值”的计算

按 GB 16297—1996 附录 C 中 C2.3 计算氯气的“无组织排放监控浓度值”。

10 精密度和准确度

10.1 方法的精密度

五个实验室对浓度为 $3.70\text{mg}/\text{m}^3$ 的统一样品分别进行测定的精密度数据见下表:

单位: mg/m ³	
统一样品浓度测定平均值	3.68
重复性标准偏差	0.064
重复性相对标准偏差	1.7%
重复性	0.18
再现性标准偏差	0.19
再现性相对标准偏差	5.3%
再现性	0.54

五个实验室同时对某企业的有组织排气和环境空气进行采样和分析的结果表明:五个实验室对有组织排气的采样分析结果相对标准偏差为 11% 对环境空气采样分析结果相对标准偏差 23%。

10.2 方法的准确度

五个实验室对浓度为 3.70mg/m³ 的统一样品分别进行加标回收率测定, 得到回收率区间为 98.8%~103.5%。

五个实验室同时对某企业的排气和环境空气进行采样和加标回收率测定表明: 回收率的区间为 91.0%~97.5%。

11 说明

11.1 温度低于 20℃ 时, 校准曲线绘制和样品测定都必须延长反应显色时间; 或将反应后的吸收液置于 20~30℃ 恒温水浴中 40min。

11.2 在现场采样时, 如氯气浓度较高, 则操作人员应在上风向并戴好防毒口罩操作, 严防氯气中毒。

附加说明:

本标准由国家环境保护总局科技标准司提出。

本标准由上海大学化工系负责起草。

本标准主要起草人: 张国莹、应太林、吴岳英、邓慧红。

本标准委托中国环境监测总站负责解释。

国家环境保护总局标准

固定污染源排气中光气的测定 苯胺紫外分光光度法

HJ/T 31-1999

Stationary source emission—Determination of phosgene—
Aniline ultraviolet 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和无组织排放的光气测定。

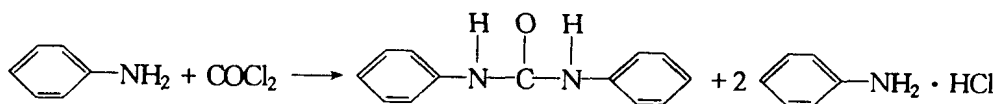
1.2 在无组织排放样品分析中,当采样体积为 60L 时,光气的检出限为 $0.02\text{mg}/\text{m}^2$,定量测定的浓度范围为 $0.06\sim 1.0\text{mg}/\text{m}^3$ 。

在有组织排放样品分析中,当采样体积为 15L 时,光气的检出限为 $0.4\text{mg}/\text{m}^3$,定量测定的浓度范围为 $1.2\sim 20\text{mg}/\text{m}^3$ 。

1.3 在本标准规定的条件下,氯气浓度大于 $1600\text{mg}/\text{m}^3$ 时对光气测定有干扰。

2 方法原理

含光气 (COCl_2) 的气体先经装有硫代硫酸钠和无水碳酸钠的双联玻璃球,以除去氯、二氧化氮、氨等干扰气,而后被苯胺溶液吸收,生成 1,3-二苯基脲,用溶剂在酸性条件下萃取,在波长 257nm 处测定吸光度,其值与光气含量成正比。反应式如下:



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 试剂与材料

除非另有说明,分析中均使用符合国家标准和分析纯试剂和去离子水。

4.1 硫酸: $\rho = 1.84\text{g/ml}$ 。

4.2 甲醇。

4.3 硫代硫酸钠。

4.4 无水碳酸钠。

4.5 苯胺

常压蒸馏, 收集 $183 \sim 184^\circ\text{C}$ 的馏分。

4.6 正己烷

在 1000 ml 分液漏斗中, 按正己烷与浓硫酸 (4.1) $50 + 3 (V/V)$ 的比例, 将浓硫酸 (4.1) 缓慢加入试剂中, 上塞, 倒置分液漏斗, 用力震荡数分钟 (注意经常放气), 静置分层后弃去浓硫酸。再重复上述步骤, 直至弃去的浓硫酸为浅色止。酸洗结束后再用去离子水水洗, 步骤同上, 直至弃去的去离子水 pH 为 7 左右, 然后进行蒸馏, 收集 $68 \sim 69^\circ\text{C}$ 的馏分。

4.7 二氯甲烷

以同 (4.6) 的步骤进行酸洗和水洗, 然后进行常压蒸馏, 收集 $39 \sim 40^\circ\text{C}$ 的馏分。

4.8 异戊醇

常压蒸馏, 收集 $129 \sim 130^\circ\text{C}$ 的馏分。

4.9 混合萃取剂

取正己烷 (4.6)、二氯甲烷 (4.7)、异戊醇 (4.8) 按 $1 + 1 + 0.2 (V/V/V)$ 比例混合配制。

4.10 硫酸溶液: $1 + 1$ 。

用量筒量取 250ml 浓硫酸 (4.1), 缓慢地倒入 (边搅拌) 250ml 水中。

4.11 吸收液

称取新蒸馏的苯胺 (4.5) 0.25g, 溶解于 1000ml 水中, 此溶液置于冰箱中可保存一个月。

4.12 1, 3-二苯基脲标准储备液: 相当于 $100.0\mu\text{g}$ (光气) /ml。

称取 127.5mg, 1, 3-二苯基脲, 溶于甲醇 (4.2), 移入 500ml 容量瓶, 用甲醇稀释至刻度。

4.13 1, 3-二苯基脲标准使用液: 相当于 $1.00\mu\text{g}$ (光气) /ml。

临用时, 吸取标准储备液 (4.12) 1.00ml, 于 100ml 容量瓶中, 用吸收液稀释至刻度。

5 仪器

5.1 紫外分光光度计: 具 1cm 石英比色皿。

5.2 多孔玻板吸收瓶: 125ml。

5.3 U 型多孔玻板吸收管: 10ml。

5.4 具塞比色管: 25ml。

5.5 双联玻璃球管 (见图 1):

5.6 采样仪器

参照 GB 16157—1996 中 9.3 配置采样仪器。

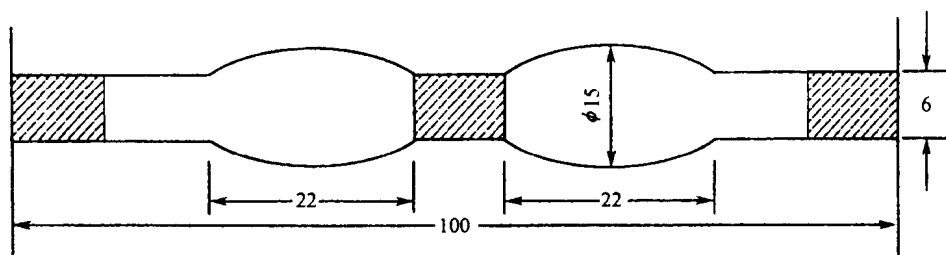


图1 双联玻璃球管

5.6.1 有组织排放监测采样仪器

5.6.1.1 采样管

用适当尺寸的硬质玻璃或氟树脂材质的管料，并具有可加热至 120℃ 以上的保温夹套。

5.6.1.2 样品吸收装置

吸收瓶 (5.2) 见 GB 16157—1996 中 9.3 图 34 (a)。

5.6.1.3 流量计量装置

见 GB 16157—1996 中 9.3.6。

5.6.1.4 抽气泵

见 GB 16157—1996 中 9.3.7。

5.6.1.5 连接管

用聚四氟乙烯软管或硅橡胶管连接。

5.6.2 无组织排放监测采样仪器

5.6.2.1 引气管

用适当尺寸的聚氟乙烯或聚四氟乙烯软管，其头部可接装一玻璃漏斗。

5.6.2.2 参考 5.6.1 有关部分，选配吸气管 (5.3)、流量计量装置、抽气泵、连接管等。

5.7 无碱玻璃棉或脱脂棉

6 样品采集及保存

6.1 有组织排放样品采集

6.1.1 采样位置和采样点

按 GB 16157—1996 中 9.1.1 和 9.1.2 执行。

6.1.2 连接采样系统

参考 GB 16157—1996 中 9.3 图 28 连接采样系统，并按 9.4 的要求检查其气密性和可靠性。

6.1.3 样品采集

串联两支内装 50ml 吸收液 (4.11) 的多孔玻板吸收瓶 (5.2)，以 0.3~0.5L/min 的流量，采气 3.0~5.0L。

6.2 无组织排放样品采集

6.2.1 采样位置和采样点

按 GB 16297—1996 中附录 C 设置无组织排放监控点, 或按其他特定要求设置环境空气采样点。

6.2.2 连接采样系统

按引气管 (如不需要, 也可不装引气管)、吸收管、流量计量装置、抽气泵的顺序连接好采样系统, 检查其密封性和可靠性。

6.2.3 样品采集

串联两支 U 型多孔玻板吸收管 (5.3), 内各装 10ml 吸收液 (4.11), 以 0.5~1.0L/min 的流量, 采气 30~60L。

6.3 样品保存

无组织排放和有组织排放样品, 均应于 3~5℃ 冷藏, 并于 12h 内测定完毕。

7 分析步骤

7.1 绘制校准曲线

7.1.1 标准系列的配制

按下表在 25ml 比色管 (5.4) 中制备标准系列管。

管 号	0	1	2	3	4	5	6
标准溶液, ml	0.00	0.20	0.50	1.00	2.00	5.00	10.0
吸收液, ml	10.0	9.80	9.50	9.00	8.00	5.00	0.00
相当光气含量, μg	0.00	0.20	0.50	1.00	2.00	5.00	10.0

7.1.2 萃取和测定

以上各管分别加入硫酸溶液 (4.10) 1.00ml, 混匀后加入混合萃取剂 (4.9) 10.0ml, 振摇 1.5min, 静置分层后将上层有机相澄清液移入 1cm 石英比色皿中, 在波长 257nm 处, 以混合萃取剂为参比, 测定吸光度。以扣除空白值后的吸光度对光气含量 (μg) 绘制校准曲线, 并计算校准曲线的线性回归方程。

7.2 样品测定

7.2.1 无组织排放样品测定

采样后分别将两个 U 型多孔玻板吸收管 (5.3) 中的溶液移入 25ml 具塞比色管 (5.4) 中, 用少量吸收液洗涤吸收管, 洗涤液并入比色管中, 定容至 25.0ml, 摇匀。分取 10.0ml 样品溶液进行测定, 以下步骤同校准曲线绘制 (7.1.2)。

7.2.2 有组织排放样品测定

采样后第二级吸收瓶中吸收液倒入第一级吸收瓶 (5.2) 中, 用吸收液洗涤第二级吸收瓶, 洗涤液并入第一级吸收瓶中, 定容至 125ml, 摇匀。分取一定量样品 (视浓度高低而定) 测定。以下步骤同校准曲线绘制 (7.1.2)。

8 计算和结果表示

8.1 样品中光气含量 c , 以 mg/m^3 表示, 由式 (1) 计算:

$$c = \frac{W \cdot V_s}{V_{nd} \cdot V_o} \quad (1)$$

式中: W ——测定时所分取的样品溶液中光气含量 (μg), 此值可由校准曲线上查得, 也可由回归方程求得;

V_s ——样品溶液总体积, ml;

V_o ——分析时所分取的样品溶液体积, ml;

V_{nd} ——所采气体换算成标准状态下的干采气体积, L。

按 GB 16157—1996 中 10.1 或 10.2 计算 V_{nd} 值。

8.2 光气有组织排放的“排放浓度”计算

按 GB 16157—1996 中 11.12 或 11.1.4 计算光气的“排放浓度”。

8.3 光气有组织排放的“排放速率 (kg/h)”计算

按 GB 16157—1996 中 11.4 计算光气的“排放速率”。

8.4 光气的“无组织排放监控浓度值”计算

8.4.1 按 (2) 式计算某一个无组织排放监控点的光气平均浓度

$$c = \frac{\sum_{i=1}^n c_i}{n} \quad (2)$$

式中: c ——一个无组织排放监控点的光气平均浓度;

c_i ——一个样品中的光气浓度;

n ——一个无组织排放监控点采集的样品数目。

8.4.2 “无组织排放监控浓度值”的计算

按 GB 16297—1996 附录 C 中 C2.3 计光气的“无组织排放监控浓度值”。

9 精密度和准确度

9.1 精密度

五个实验室分别测定浓度为 4.00mg/L 的统一样品, 测定的重复性标准偏差为 0.096mg/L , 重复性相对标准偏差为 2.4% , 重复性为 0.27mg/L ; 再现性标准偏差为 0.11mg/L , 再现性相对标准偏差为 2.8% , 再现性为 0.31mg/L 。

9.2 准确度

五个实验室分别测定浓度为 4.00mg/L 的统一样品, 各实验室测定均值的相对误差于 $0.5\% \sim 2.2\%$ 之间, 平均相对误差为 1.5% 。

五个实验室分别对若干个无组织排放样品于实验室进行加标回收率测定, 得加标回收率分布于 $94.0\% \sim 104\%$ 之间; 有组织排放样品的加标回收率分布于 $100\% \sim 102\%$ 之间。

10 说明

10.1 在现场采样时, 如排气管道处于正压且浓度较高时, 应于采样孔装防喷阀门, 操作人员应在上风向并佩戴防毒口罩操作, 严防光气中毒。

10.2 当氯气浓度大于 1600mg/m^3 时, 对光气测定产生正干扰, 为消除干扰, 应于吸收管 (瓶) 前装一双联玻璃球管 (5.6), 两球内分别加入 10g 硫代硫酸钠 (4.3) 和 5g

无水碳酸钠 (4.4)。玻璃球管两端分别用无碱玻璃棉 (5.7) 塞住, 中间用无碱玻璃棉 (5.7) 隔开。

10.3 分析步骤中萃取时, 为使有机相与水相分离更完全, 可在振摇后将上层有机相移入 10ml 离心管中, 以 2 000r/min 离心分离 2min 后取澄清液比色。

附加说明:

本标准由国家环境保护总局科技标准司提出。

本标准由上海市环境监测中心负责起草。

本标准主要起草人: 万方、喇国静、支克正。

本标准委托中国环境监测总站负责解释。

国家环境保护总局标准

固定污染源排气中酚类化合物的测定

HJ/T 32-1999

4-氨基安替比林分光光度法

Stationary source emission—Determination of phenols—

4-Amino-antipyrine 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和无组织排放的酚类化合物测定。

1.2 在无组织排放样品分析中,当采样体积为 60L、吸收液体积为 20ml 时,直接比色法测定酚类化合物的检出限为 $0.03\text{mg}/\text{m}^3$,定量测定的浓度范围为 $0.083\sim 6.0\text{mg}/\text{m}^3$;萃取比色法测定酚类化合物的检出限为 $0.003\text{mg}/\text{m}^3$,定量测定的浓度范围为 $0.0083\sim 0.17\text{mg}/\text{m}^3$ 。

在有组织排放样品分析中,当采样体积为 10L、吸收液体积为 50ml,用蒸馏-直接比色法测定酚类化合物的检出限为 $0.3\text{mg}/\text{m}^3$,定量测定的浓度范围为 $1.0\sim 80\text{mg}/\text{m}^3$ 。

1.3 用本方法测定酚类化合物的主要干扰为高浓度的二氯化硫、硫化物等还原性物质和氯、溴等酸性气体,详见本标准 11.1、11.2。

2 定义

酚类化合物指在苯环结构中具有羟基(—OH)取代基的化合物总称。在本标准规定条件下所测得的是能与 4-氨基安替比林反应生成有色物的酚类化合物,或是能随水蒸气馏出并与 4-氨基安替比林反应生成有色物的酚类化合物,均以苯酚计。

3 方法原理

用氢氧化钠吸收液采集样品,在 $\text{pH}=10.0\pm 0.2$ 、有铁氰化钾存在的情况下,酚类化合物与 4-氨基安替比林反应,生成红色的安替比林染料,根据颜色的深浅进行比色测定。

4 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中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体污染物采样方法

5 试剂和材料

除非另有说明,分析时均使用符合国家标准的分析纯试剂和无酚蒸馏水(5.41)。

5.1 盐酸: $\rho = 1.19\text{g/ml}$ 。

5.2 磷酸: $\rho = 1.71\text{g/ml}$ 。

5.3 氨水: $\rho = 0.90\text{g/ml}$ 。

5.4 碘化钾。

5.5 溴化钾。

5.6 硫酸铜 ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)。

5.7 氯化铵。

5.8 4-氨基安替安林。

5.9 铁氰化钾。

5.10 碘酸钾: 优级纯, 使用前, 在 110°C 下干燥 2h。

5.11 硫代硫酸钠 ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)。

5.12 溴酸钾: 使用前, 在 105°C 下干燥 1h。

5.13 苯酚: 使用前经蒸馏纯化(或色谱纯)。

5.14 无水碳酸钠。

5.15 三氯甲烷。

5.16 氢氧化钠。

5.17 甲基橙。

5.18 淀粉。

5.19 高锰酸钾。

5.20 氢氧化钠吸收液: $c(\text{NaOH}) = 0.1\text{mol/L}$

称取 4.0g 氢氧化钠(5.16), 溶解于新煮沸并已冷却的水中, 稀释至 1L。

5.21 盐酸溶液: (1+1)

量取 100ml 盐酸(5.1), 于 100ml 水中混匀。

5.22 盐酸溶液: (1+9)

量取 10ml 盐酸(5.1), 于 90ml 水中混匀。

5.23 磷酸溶液: (1+9)

量取 10ml 磷酸(5.2), 于 90ml 水中混匀。

5.24 硫酸铜溶液: $c = 100\text{g/L}$

称取 10.0g 硫酸铜(5.6) 溶解于水中, 稀释至 100ml。

5.25 氨-氯化铵缓冲液 A: $\text{pH} = 10.0 \pm 0.2$

称取 20.0g 氯化铵(5.7) 溶解于 100.0ml 浓氨水(5.3) 中, 密塞, $3 \sim 5^\circ\text{C}$ 下保存, 使用一周。

5.26 氨-氯化铵缓冲液 B: $\text{pH} = 10.0 \pm 0.2$

吸取 10.0ml 氨-氯化铵缓冲液 A(5.25), 用水稀释至 100.0ml, 临用现配。

5.27 4-氨基安替比林溶液 A: $c = 20.0\text{g/L}$

称取 2.00g 4-氨基安替比林 (5.8), 溶解于水中, 稀释至 100.0ml。3~5℃ 下保存, 使用一周。

5.28 4-氨基安替比林溶液 B: $c = 2.00\text{g/L}$

吸取 10.0ml 4-氨基安替比林溶液 A (5.27), 用水稀释至 100.0ml, 临用现配。

5.29 铁氰化钾溶液 A: $c = 80.0\text{g/L}$

称取 8.00g 铁氰化钾 (5.9) 溶解于水中, 稀释至 100.0ml。3~5℃ 下保存, 使用一周。

5.30 铁氰化钾溶液 B: $c = 8.00\text{g/L}$

吸取 10.0ml 铁氰化钾溶液 A (5.29), 用水稀释至 100.0ml, 临用现配。

5.31 磷酸钾标准溶液

准确称取 1.5000g 磷酸钾 (5.10), 溶解于水, 移入 500ml 容量瓶中, 用水稀释至刻度。

5.32 硫代硫酸钠溶液: $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0.1\text{mol/L}$

称取 25g 硫代硫酸钠 (5.11), 溶于 1L 新煮沸并已冷却的水中, 加 0.2g 无水碳酸钠, 贮于棕色试剂瓶中, 放置一周后, 用碘量法标定其浓度。若溶液出现混浊, 需过滤。使用前需标定, 标定方法如下:

吸取 25.00ml 磷酸钾标准溶液 (5.31), 置于 250ml 碘量瓶中, 加 70ml 新煮沸并已冷却的水, 加 1.0g 碘化钾 (5.4), 振荡至完全溶解后, 再加 10ml 盐酸溶液 (5.21), 立即盖好瓶塞, 混匀。在暗处放置 5min 后, 用硫代硫酸钠溶液滴定至淡黄色, 加 5ml 淀粉指示剂 (5.38), 继续滴定至蓝色刚好褪去, 按下式计算硫代硫酸钠溶液的浓度。

$$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = \frac{W \times 1000}{35.67 \times V} \times \frac{25.00}{500.0} = \frac{50 \times W}{35.67 \times V} \quad (1)$$

式中: $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$ ——硫代硫酸钠溶液的浓度, mol/L;

W ——称取的磷酸钾的重量, g;

V ——滴定所用硫代硫酸钠溶液的体积, ml;

35.67 ——相当于 1Lmol/L 硫代硫酸钠溶液 ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) 的磷酸钾 ($1/6\text{KIO}_3$) 的质量, g。

5.33 溴酸钾标准溶液: $c(1/6\text{KBrO}_3) = 0.1000\text{mol/L}$

准确称取 2.7840g 溴酸钾 (5.12) 和 10g 溴化钾 (5.5), 溶解于水, 移入 1000ml 容量瓶中, 用水稀释至刻度。

5.34 酚标准储备溶液

称取 1.0g 苯酚 (5.13) 溶解于水, 稀释到 1000ml, 用碘量法标定其浓度。

酚标准储备溶液的标定: 吸取 10.00ml 酚标准储备液于 250ml 碘量瓶中, 加水 90ml 及 10.00ml 溴酸钾溶液 (5.33), 将碘量瓶塞子轻轻提起, 从缝隙中加 5.0ml 浓盐酸 (5.1), 立即塞紧塞子, 以防溴蒸气逸出。轻轻摇动至有絮状物 (三溴苯酚) 出现, 溶液应呈现溴的浅棕黄色 (若溶液无溴的颜色, 说明酚浓度过大, 应稀释后重做)。用水封口, 放置 15~25min, 气温高时, 应将碘量瓶浸在冷水浴中。用少量水淋洗瓶壁后, 迅速加入 1.0g 碘化钾晶体 (5.4), 再用水淋洗瓶壁, 密塞, 瓶用水封口, 置于暗处 5min, 用硫代

硫酸钠标准溶液 (5.32) 滴定析出的碘, 至溶液呈淡黄色, 加 1.0ml 淀粉指示剂 (5.38), 继续滴定至蓝色刚刚消失。另取 10.0ml 无酚水, 同时进行空白试验。

$$c(\text{C}_6\text{H}_5\text{OH}) = \frac{(V_0 - V) \times c \times 15.67}{10.00} \quad (2)$$

式中: $c(\text{C}_6\text{H}_5\text{OH})$ —— 酚储备液浓度, mg/ml;

V_0 —— 空白试验所用硫代硫酸钠标准溶液体积, ml;

V —— 滴定酚溶液所用硫代硫酸钠标准溶液体积, ml;

c —— 硫代硫酸钠标准溶液的浓度, mol/L;

15.67 —— 相当于 1L 1mol/L 硫代硫酸钠标准溶液的酚 ($1/6\text{C}_6\text{H}_5\text{OH}$) 的质量, g。

5.35 酚标准使用液 A: $c = 10.0\mu\text{g/ml}$

取适量酚标准储备溶液 (5.34) 用水稀释, 临用现配。

5.36 酚标准使用液 B: $c = 1.0\mu\text{g/ml}$

吸取 10.00ml 酚标准使用溶液 A (5.35) 于 100ml 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 临用现配。

5.37 甲基橙指示剂: $c = 0.5\text{g/L}$

称取 50mg 甲基橙, 溶解于水中, 稀释至 100ml。

5.38 淀粉指示剂: $c = 2\text{g/L}$

称取 0.2g 可溶性淀粉溶于水中, 稀释至 100ml, 临用现配。

5.39 脱脂棉

5.40 无碱玻璃棉

5.41 无酚蒸馏水

置蒸馏水于全玻璃蒸馏器中, 加氢氧化钠至强碱性, 滴加高锰酸钾溶液至深紫红色, 蒸馏。

6 仪器

6.1 采样仪器

参考 GB 16157—1996 中 9.3 配置采样系统。

6.1.1 有组织排放监测采样仪器

6.1.1.1 采样管

用适当尺寸的不锈钢、硬质玻璃、氟树脂材质管料, 采样管应附有加热夹套, 保证采样管的温度可大于 120°C 。

6.1.1.2 冲击式吸收瓶: 50ml。

6.1.1.3 流量计量装置

见 GB 16157—1996 中 9.3.6。

6.1.1.4 抽气泵

见 GB 16157—1996 中 9.3.7。

6.1.1.5 连接管

聚四氟乙烯软管或内衬聚四氟乙烯薄膜的硅橡胶管。