



中华人民共和国国家标准

GB/T 15516—1995

空气质量 甲醛的测定 乙酰丙酮分光光度法

Air quality — Determination of formaldehyde
— Acetylacetone spectrophotometric method

1995-03-15 发布

1995-08-01 实施

国家环境保护局 发布
国家技术监督局

3.4 冰乙酸(CH₃COOH); ρ=1.055。

3.5 乙酰丙酮(C₅H₈O₂); ρ=0.975。

3.5.1 乙酰丙酮溶液:0.25%(V/V),称25g乙酸铵(3.3),加少量水溶解,加3ml冰乙酸(3.4)及0.25ml新蒸馏的乙酰丙酮(3.5),混匀再加水至100ml,调整pH=6.0,此溶液于2~5℃贮存,可稳定一个月。

3.6 盐酸(HCl)溶液; ρ=1.19 (1+5)。

3.7 氢氧化钠(NaOH)溶液:30g/100ml。

3.8 碘(I₂)。

3.8.1 碘(I₂)溶液:c(I₂)=0.1mol/L,称40g碘化钾(3.9)溶于10ml水,加入12.7g碘(3.8),溶解后移入1000ml容量瓶,用水稀释定容。

3.9 碘化钾(KI)。

3.9.1 碘化钾(KI)溶液:10g/100ml。

3.10 碘酸钾(KIO₃)溶液 c(1/6KIO₃)=0.1000mol/L,称3.567g经110℃干燥2h的碘酸钾(优级纯)溶于水,于1000ml容量瓶稀释定容。

3.11 淀粉溶液:1g/100ml,称1g淀粉,用少量水调成糊状,倒入100ml沸水中,呈透明溶液,临用时配制。

3.12 硫代硫酸钠溶液:c(Na₂S₂O₃)=0.1mol/L,称取25g硫代硫酸钠(Na₂S₂O₃·5H₂O)和2g碳酸钠(Na₂CO₃)溶解于1000ml新煮沸但已冷却的水中,贮于棕色试剂瓶中,放一周后过滤,并标定其浓度。

3.12.1 硫代硫酸钠溶液标定:吸取0.1000mol/L碘酸钾标准溶液(3.10)25.0ml置于250ml碘量瓶中,加40ml新煮沸但已冷却的水,加10g/100ml碘化钾溶液(3.9.1)10ml,再加(1+5)盐酸溶液(3.6)10ml,立即盖好瓶塞,混匀,在暗处静置5min后,用硫代硫酸钠溶液(3.12)滴定至淡黄色,加1ml淀粉溶液(3.11)继续滴定至蓝色刚刚褪去。

硫代硫酸钠溶液浓度 c_{Na₂S₂O₃} (mol/L)按式(1)计算。

$$c_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} = \frac{0.1 \times 25.0}{V_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}} \dots\dots\dots (1)$$

式中: V_{Na₂S₂O₃}——滴定消耗硫代硫酸钠溶液体积的平均值,ml。

3.13 甲醛(HCHO)溶液,含甲醛36%~38%。

3.13.1 甲醛标准储备液:取10ml甲醛溶液(3.13)置于500ml容量瓶中,用水稀释定容。

3.13.2 甲醛标准储备液的标定:吸取5.0ml甲醛标准储备液(3.13.1)置于250ml碘量瓶中,加0.1mol/L碘溶液(3.8.1)30.0ml,立即逐滴地加入30g/100ml氢氧化钠溶液(3.7)至颜色褪到淡黄色为止(大约0.7ml)。静置10min,加(1+5)盐酸溶液(3.6)5ml酸化,(空白滴定时需多加2ml),在暗处静置10min,加入100ml新煮沸但已冷却的水,用标定好的硫代硫酸钠溶液(3.12)滴定至淡黄色,加入新配制的1g/100ml淀粉指示剂(3.11)1ml,继续滴定至蓝色刚刚消失为终点。同时进行空白测定。按式(2)计算甲醛标准储备液浓度。

$$\text{甲醛(mg/ml)} = \frac{(V_1 - V_2) \times c_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} \times 15.0}{5.0} \dots\dots\dots (2)$$

式中: V₁——空白消耗硫代硫酸钠溶液体积的平均值,ml;

V₂——标定甲醛消耗硫代硫酸钠溶液体积的平均值,ml;

c_{Na₂S₂O₃}——硫代硫酸钠溶液浓度,mol/L;

15.0——甲醛(1/2HCHO)摩尔质量;

5.0——甲醛标准储备液取样体积,ml。

3.13.3 甲醛标准使用溶液

用水(3.1)将甲醛标准储备液(3.13.1)稀释成 5.00 μg/ml 甲醛标准使用液,2~5℃贮存,可稳定一周。

4 仪器

- 4.1 采样器:流量范围为 0.2~1.0 L/min 的空气采样器(备有流量测量装置)。
- 4.2 皂膜流量计。
- 4.3 多孔玻板吸收管:50 ml 或 125 ml、采样流量 0.5 L/min 时,阻力为 6.7±0.7kPa,单管吸收效率大于 99%。
- 4.4 具塞比色管:25 ml,具 10 ml、25 ml 刻度,经校正。
- 4.5 分光光度计:附 1 cm 吸收池。
- 4.6 标准皮托管:具校正系数。
- 4.7 倾斜式微压计。
- 4.8 采样引气管:聚四氟乙烯管,内径 6~7 mm,引气管前端带有玻璃纤维滤料。
- 4.9 空盒气压表。
- 4.10 水银温度计:0~100℃。
- 4.11 pH 酸度计。
- 4.12 水浴锅。

5 样品

5.1 样品的采集

采样系统由采样引气管(4.8),采样吸收管(4.3)和空气采样器(4.1)串联组成。吸收管体积为 50 ml 或 125 ml,吸收液(3.2)装液量分别为 20 ml 或 50 ml,以 0.5~1.0 L/min 的流量,采气 5~20 min。

5.2 样品的保存

采集好的样品于 2~5℃贮存,2 天内分析完毕,以防止甲醛被氧化。

5.3 采样体积的校准

5.3.1 流量校准

在采样时用皂膜流量计(4.2)对空气采样器(4.1)进行流量校准。

采样体积 V_m (L)按式(3)计算。

$$V_m = Q_r' \times n \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中: Q_r' ——经校准后的流量,L/min;

n ——采样时间,min。

5.3.2 压力测量

连接标准皮托管(4.6)和倾斜式微压计(4.7)进行压力测量,空气采样用空盒气压表(4.9)进行气压读数,废气或空气压力以 P_m (kPa)表示。

5.3.3 温度测量

用水银温度计(4.10)测量管道废气或空气温度,以 t_m (℃)表示。

5.3.4 体积校准

采气标准状态体积 V_{nd} (L)按下式计算。

$$V_{nd} = V_m \times 2.694 \times \frac{101.325 + P_m}{273 + t_m} \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中: V_m ——废气或空气采样体积,L;

P_m ——废气或空气压力,kPa;

t_m ——废气或空气温度,℃;

V_{nd} ——废气或空气采样体积, (0℃, 101.325kPa)L。

6 步骤

6.1 校准曲线的绘制

取 7 支 25 ml 具塞比色管(4.4)按下表配制标准色列:

管号	0	1	2	3	4	5	6
甲醛(5.00 μg/ml), ml	0	0.2	0.8	2.0	4.0	6.0	7.0
甲醛, μg	0	1.0	4.0	10.0	20.0	30.0	35.0

于上述标准系列中,用水稀释定容至 10.0 ml 刻线,加 0.25% 乙酰丙酮溶液(3.5.1)2.0 ml,混匀,置于沸水浴加热 3 min,取出冷却至室温,用 1 cm 吸收池,以水为参比,于波长 413 nm 处测定吸光度。将上述系列标准溶液测得的吸光度 A 值扣除试剂空白(零浓度)的吸光度 A_0 值,便得到校准吸光度 y 值,以校准吸光度 y 为纵坐标,以甲醛含量 $x(\mu\text{g})$ 为横坐标,绘制校准曲线,或用最小二乘法计算其回归方程式(5)。注意“零”浓度不参与计算。

$$y = bx + a \quad \dots\dots\dots(5)$$

式中: a ——校准曲线截距;

b ——校准曲线斜率。

由斜率倒数求得校准因子, $B_s = 1/b$

6.2 样品测定

将吸收后的样品溶液移入 50 ml 或 100 ml 容量瓶中,用水稀释定容,取少于 10 ml 试样(吸取量视试样浓度而定),于 25 ml 比色管(4.4)中,用水定容至 10.0 ml 刻线,以下步骤按(6.1)进行分光光度测定。

6.3 空白试验

用现场未采样空白吸收管的吸收液按(6.1)进行空白测定。

7 结果表示

7.1 计算公式

试样中甲醛的吸光度 y 用式(6)计算。

$$y = A_s - A_b \quad \dots\dots\dots(6)$$

式中: A_s ——样品测定(6.2)吸光度;

A_b ——空白试验(6.3)吸光度。

试样中甲醛含量 $x(\mu\text{g})$ 用式(7)计算。

$$x = \frac{y - a}{b} \times \frac{V_1}{V_2} \text{ 或 } x = (y - a)B_s \times \frac{V_1}{V_2} \quad \dots\dots\dots(7)$$

式中: V_1 ——定容体积, ml;

V_2 ——测定取样体积, ml。

废气或环境空气中甲醛浓度 $c(\text{mg}/\text{m}^3)$ 用式(8)计算。

$$c = \frac{x}{V_{nd}} \quad \dots\dots\dots(8)$$

式中: V_{nd} ——所采气样标准状态体积, (0℃, 101.325kPa)L。

7.2 精密度和准确度

经六个实验室分析含甲醛 2.96mg/L 和 3.55 mg/L 的两个统一样品,重复性标准偏差为 0.035 mg/L 和 0.028 mg/L,重复性相对标准偏差为 1.2% 和 0.79%,再现性标准偏差为 0.068 mg/L

和0.13 mg/L,再现性相对标准偏差为2.3%和3.6%,加标回收率为100.3%~100.8%。在四个实样分析中加标回收率为95.3%~104.2%。

8 注意事项

日光照射能使甲醛氧化,因此在采样时选用棕色吸收管,在样品运输和存放过程中,都应采取避光措施。

附加说明:

本标准由国家环境保护局规划标准处提出。

本标准由上海市环境监测中心负责起草。

本标准主要起草人丁荔、郭秋云。

本标准由中国环境监测总站负责解释。

中华人民共和国
国家标准
空气质量 甲醛的测定
乙酰丙酮分光光度法
GB/T 15516—1995

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045
电 话:8522112

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售
版权专有 不得翻印

*

开本 880×1230 1/16 印张 1/2 字数 9 千字
1995年11月第一版 1995年11月第一次印刷
印数 1—2 000

*

书号: 155066·1-12002

*

标目 275—45