

中华人民共和国国家标准

居住区大气中甲醛卫生检验标准方法 分光光度法

GB/T 16129—1995

Standard method for hygienic examination of formaldehyde
in air of residential areas — Spectrophotometric method

1 主题内容与适用范围

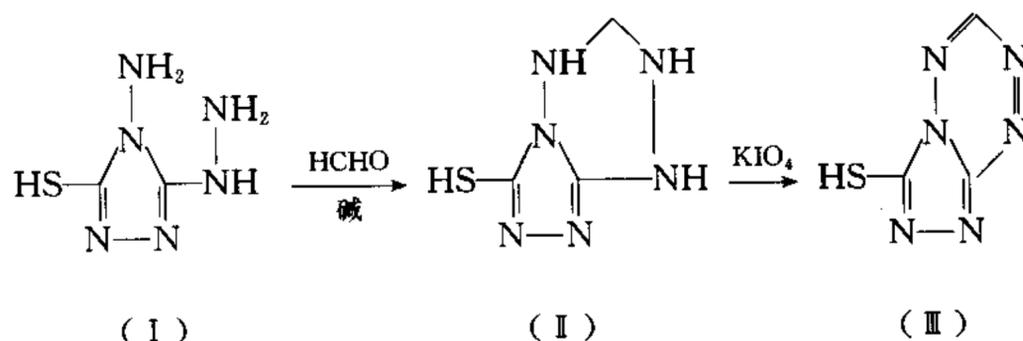
本标准规定了用分光光度法测定居住区大气中甲醛浓度的方法。也适用于公共场所空气中甲醛浓度的测定。

本标准测定范围为 2 mL 样品溶液中含 0.2~3.2 μg 甲醛污染物。若采样流量为 1 L/min, 采样体积为 20 L, 则测定浓度范围为 0.01~0.16 mg/m^3 。

乙醛、丙醛、正丁醛、丙烯醛、丁烯醛、乙二醛、苯(甲)醛、甲醇、乙醇、正丙醇、正丁醇、仲丁醇、异丁醇、异戊醇、乙酸乙酯对本法无影响;大气中共存的二氧化氮和二氧化硫对测定无干扰。

2 原理

空气中甲醛与 4-氨基-3-联氨-5-巯基-1,2,4-三氮杂茂(I)在碱性条件下缩合(I),然后经高碘酸钾氧化成 6-巯基-5-三氮杂茂[4,3-b]-S-四氮杂苯(II)紫红色化合物,其色泽深浅与甲醛含量成正比。反应式如下:



3 试剂和材料

本法所用试剂除注明外,均为分析纯;所用水均为蒸馏水。

3.1 吸收液:称取 1 g 三乙醇胺,0.25 g 偏重亚硫酸钠和 0.25 g 乙二胺四乙酸二钠溶于水中并稀释至 1 000 mL。

3.2 0.5% 4-氨基-3-联氨-5-巯基-1,2,4-三氮杂茂(简称 AHMT)溶液:称取 0.25 g AHMT 溶于 0.5 mol/L 盐酸中,并稀释至 50 mL,此试剂置于棕色瓶中,可保存半年。

3.3 5 mol/L 氢氧化钾溶液:称取 28.0 g 氢氧化钾溶于 100 mL 水中。

3.4 1.5% 高碘酸钾溶液:称取 1.5 g 高碘酸钾溶于 0.2 mol/L 氢氧化钾溶液中,并稀释至 100 mL,于水浴上加热溶解,备用。

3.5 硫酸($\rho=1.84 \text{ g}/\text{mL}$)。

3.6 30% 氢氧化钠溶液。

国家技术监督局 1995-12-15 批准

1996-07-01 实施

- 3.7 1 mol/L 硫酸溶液。
 3.8 0.5% 淀粉溶液。
 3.9 0.100 0 mol/L 硫代硫酸钠标准溶液。
 3.10 0.050 0 mol/L 碘溶液。
 3.11 甲醛标准贮备溶液:取 2.8 mL 甲醛溶液(含甲醛 36%~38%)于 1 L 容量瓶中,加 0.5 mL 硫酸并用水稀释至刻度,摇匀。其准确浓度用下述碘量法标定。

甲醛标准贮备溶液的标定:精确量取 20.00 mL 甲醛标准贮备溶液,置于 250 mL 碘量瓶中。加入 20.00 mL 0.050 0 mol/L 碘溶液和 15 mL 1 mol/L 氢氧化钠溶液,放置 15 min。加入 20 mL 0.5 mol/L 硫酸溶液,再放置 15 min,用 0.05 mol/L 硫代硫酸钠溶液滴定,至溶液呈现淡黄色时,加入 1 mL 0.5% 淀粉溶液,继续滴定至刚使蓝色消失为终点,记录所用硫代硫酸钠溶液体积。同时用水作试剂空白滴定。甲醛溶液的浓度用公式(1)计算。

$$c = \frac{(V_1 - V_2) \times M \times 15}{20} \dots\dots\dots(1)$$

式中: c ——甲醛标准贮备溶液中甲醛浓度, mg/mL;

V_1 ——滴定空白时所用硫代硫酸钠标准溶液体积, mL;

V_2 ——滴定甲醛溶液时所用硫代硫酸钠标准溶液体积, mL;

M ——硫代硫酸钠标准溶液的摩尔浓度;

15——甲醛的换算值。

取上述标准溶液稀释 10 倍作为贮备液,此溶液置于室温下可使用 1 个月。

- 3.12 甲醛标准溶液:用时取上述甲醛贮备液,用吸收液稀释成 1.00 mL 含 2.00 μg 甲醛。

4 仪器和设备

- 4.1 气泡吸收管:有 5 mL 和 10 mL 刻度线。
 4.2 空气采样器:流量范围 0~2 L/min。
 4.3 10 mL 具塞比色管。
 4.4 分光光度计:具有 550 nm 波长,并配有 10 mm 光程的比色皿。

5 采样

用一个内装 5 mL 吸收液的气泡吸收管,以 1.0 L/min 流量,采气 20 L。并记录采样时的温度和大气压力。

6 分析步骤

6.1 标准曲线的绘制

用标准溶液绘制标准曲线:取 7 支 10 mL 具塞比色管,按下表制备标准色列管。

甲醛标准色列管

| 管号 | 0 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
|---------------------|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|
| 标准溶液, mL | 0.0 | 0.1 | 0.2 | 0.4 | 0.8 | 1.2 | 1.6 |
| 吸收溶液, mL | 2.0 | 1.9 | 1.8 | 1.6 | 1.2 | 0.8 | 0.4 |
| 甲醛含量, μg | 0.0 | 0.2 | 0.4 | 0.8 | 1.6 | 2.4 | 3.2 |

各管加入 1.0 mL 5 mol/L 氢氧化钾溶液,1.0 mL 0.5% AHMT 溶液,盖上管塞,轻轻颠倒混匀三次,放置 20 min。加入 0.3 mL 1.5% 高碘酸钾溶液,充分振摇,放置 5 min。用 10 mm 比色皿,在波长 550 nm 下,以水作参比,测定各管吸光度。以甲醛含量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制标准曲线,并计

算回归线的斜率,以斜率的倒数作为样品测定计算因子 B_s (微克/吸光度)。

6.2 样品测定

采样后,补充吸收液到采样前的体积。准确吸取 2 mL 样品溶液于 10 mL 比色管中,按制作标准曲线的操作步骤测定吸光度。

在每批样品测定的同时,用 2 mL 未采样的吸收液,按相同步骤作试剂空白值测定。

7 结果计算

7.1 将采样体积按公式(2)换算成标准状况下的采样体积。

$$V_0 = V_t \times \frac{T_0}{273 + t} \times \frac{p}{p_0} \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中: V_0 ——标准状况下的采样体积, L;

V_t ——采样体积, L;

t ——采样时的空气温度, °C;

T_0 ——标准状况下的绝对温度, 273K;

p ——采样时的大气压, kPa;

p_0 ——标准状况下的大气压力, 101.3 kPa。

7.2 空气中甲醛浓度按公式(3)计算。

$$c = \frac{(A - A_0) \times B_s}{V_0} \times \frac{V_1}{V_2} \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中: c ——空气中甲醛浓度, mg/m³;

A ——样品溶液的吸光度;

A_0 ——试剂空白溶液的吸光度;

B_s ——计算因子, 由 6.1 求得, μg/吸光度值;

V_0 ——标准状况下的采样体积, L;

V_1 ——采样时吸收液体积, mL;

V_2 ——分析时取样品体积, mL。

8 方法特性

8.1 灵敏度: 本法标准曲线的直线回归后的斜率(b)为 0.175 吸光度。

8.2 检出限: 3 个实验室测定本法检出限平均值为 0.13 μg。

8.3 重现性: 当甲醛含量为 1.0、2.0、3.0 μg/2 mL 时, 3 个实验室重复测定的变异系数的平均值分别为 3.3%、3.0%、2.6%。

8.4 回收率: 4 个实验室加标量在 0.5~3.0 μg 范围时, 其回收率范围为 93%~99%, 平均回收率为 97%。

附加说明:

本标准由中华人民共和国卫生部提出。

本标准由武汉市卫生防疫站、湖南省劳动卫生研究所、黑龙江省卫生防疫站、吉林省卫生防病中心、广州市卫生防疫站负责起草。

本标准主要起草人夏国光、陈桂贻、张启生、李粉玉、冯桂珍。

本标准由卫生部委托技术归口单位中国预防医学科学院环境卫生监测所负责解释。