

# 中华人民共和国国家标准

## 车间空气中一硝基氯苯的 盐酸萘乙二胺分光光度测定方法

GB/T 16114—1995

Workplace air—Determination of chloronitrobenzene  
—N-(1-naphthyl)-ethylenediamine dihydrochloride  
spectrophotometric method

### 1 范围

本标准规定了盐酸萘乙二胺分光光度法测定车间空气中一硝基氯苯浓度的方法。  
本标准适用于生产和使用一硝基氯苯的车间空气中一硝基氯苯浓度的测定。

### 2 原理

在酸性溶液中,一硝基氯苯被三氯化钛还原成一氨基氯苯,经重氮化后与盐酸萘乙二胺偶合生成紫色,比色定量。

### 3 仪器

- 3.1 多孔玻板吸收管。
- 3.2 抽气机。
- 3.3 流量计,0~1 L/min。
- 3.4 恒温水浴。
- 3.5 具塞比色管,10 mL。
- 3.6 分光光度计,20 mm 比色杯。

### 4 试剂

- 4.1 吸收液:无水乙醇。
- 4.2 盐酸,2 mol/L。
- 4.3 三氯化钛溶液,150 g/L。于冰箱中保存。
- 4.4 溴化钾溶液,100 g/L。
- 4.5 亚硝酸钠溶液,32 g/L。临用时配制。
- 4.6 氨基磺酸铵溶液,20 g/L。于冰箱中可保存一周。
- 4.7 盐酸萘乙二胺溶液,10 g/L。于冰箱中可保存一周。
- 4.8 对硝基氯苯标准溶液:准确称取 0.100 0 g 对硝基氯苯,用无水乙醇溶解后转入 100 mL 容量瓶中并稀释至刻度,此溶液 1 mL=1 mg 对硝基氯苯,使用时用 1+1 乙醇稀释成 1 mL=10 μg 对硝基氯苯的标准溶液。

## 5 采样

串联两支各装有 5 mL 吸收液的多孔玻板吸收管,以 0.3 L/min 的速度抽取 6 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到采样点,除不采集空气外,其余操作同样品,作为样品的空白对照。

6.2 样品处理 用吸收管中的吸收液洗涤进气管的内壁 3 次,将两个吸收管中的样品溶液分别倒入 10 mL 比色管中,以少量水洗涤吸收管 2 次,洗液与样品液合并用水稀至 10 mL。量取 2.5 mL 于另一比色管中,供测定。

6.3 标准曲线的绘制 按表 1 配制一硝基氯苯的标准管。

表 1 一硝基氯苯标准管的配制

管 号	0	1	2	3	4	5	6
对硝基氯苯标准溶液, mL	0	0.10	0.20	0.40	0.60	0.80	1.00
1+1 乙醇溶液, mL	2.5	2.4	2.3	2.1	1.9	1.7	1.5
一硝基氯苯含量, $\mu\text{g}$	0	1	2	4	6	8	10

向标准管中各加入 0.4 mL 盐酸(4.2)及 0.05 mL 三氯化钛溶液,置于 50℃ 水浴中保温 15 min,取出放冷,加 1 mL 水,1 mL 溴化钾溶液及 0.1 mL 亚硝酸钠溶液,混匀,放置 10 min,加入 0.5 mL 氨基磺酸铵溶液,充分振摇至无气泡发生为止,放置 5 min,加入 1 mL 盐酸萘乙二胺溶液,加水稀释至 10 mL,混匀,放置 15 min,用 20 mm 比色杯,于波长 560 nm 下测吸光度,以一硝基氯苯含量对吸光度作图,绘制标准曲线。

6.4 样品测定 样品管操作同标准管,测吸光度后由标准曲线上查出一硝基氯苯的含量。

## 7 计算

7.1 按式(1)将样品体积换算成标准状况下的体积。

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

式中:  $V_0$  —— 标准状况下的样品体积, L;

$V$  —— 样品体积, L;

$t$  —— 温度,  $^{\circ}\text{C}$ ;

$p$  —— 大气压力, kPa。

7.2 按式(2)计算空气中一硝基氯苯的浓度。

$$c = \frac{4(m_1 + m_2)}{V_0} \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:  $c$  —— 空气中一硝基氯苯的浓度,  $\text{mg}/\text{m}^3$ ;

$m_1$ 、 $m_2$  —— 分别为第一、第二吸收管所取样品溶液中一硝基氯苯的含量,  $\mu\text{g}$ ;

$V_0$  —— 标准状况下的样品体积, L。

## 8 说明

8.1 本法的检出限为  $0.5 \mu\text{g}/2.5 \text{ mL}$ ;灵敏度当比色体积为 2.5 mL 时,  $1 \mu\text{g}$  的一硝基氯苯应有 0.042 的吸光度;本法的测定范围为  $0.5 \sim 10 \mu\text{g}/2.5 \text{ mL}$ , 当一硝基氯苯的浓度为 2.0, 5.0, 8.0  $\mu\text{g}/2.5 \text{ mL}$  时, 变异系数分别为 7.3%, 2.5% 和 2.2%。

8.2 串联两支盛 5 mL 吸收液的多孔玻板吸收管,以 0.3 L/min 速度采样 20 min,当空气中一硝基氯苯的浓度在 0.83~5.40 mg/m<sup>3</sup> 时,前管的采样效率为 87.1%~96.2%。

8.3 样品采集后当天分析完毕,显色后 15 min 发色完全,至少在 2 h 内稳定。

8.4 在 10 mL 的显色体积中,若 1+1 的乙醇超过 4 mL,显色液有时会产生浑浊的现象,因此,样品的用量只能取 2.5 mL。在加入溴化钾及亚硝酸钠溶液前,于样液中加入 1 mL 水,以避免出现浑浊现象。过量的亚硝酸钠能与盐酸萘乙二胺作用产生黄色而影响比色,所以当加氨基磺酸铵后必须充分振摇,以彻底除掉亚硝酸钠。

8.5 硝基苯、二硝基苯、苯胺等对一硝基氯苯的测定有干扰。

---