

中华人民共和国国家标准

车间空气中碘甲烷的 1,2-萘醌-4-磺酸钠 分光光度测定方法

GB/T 16123—1995

Workplace air—Determination of methyl iodide—1,2-naphthaquinone-
4-sodium sulfonate spectrophotometric method

1 范围

本标准规定了 1,2-萘醌-4-磺酸钠分光光度法测定车间空气中碘甲烷浓度的方法。
本标准适用于生产和使用碘甲烷的车间空气中碘甲烷浓度的测定。

2 原理

碘甲烷与亚硝酸钠作用,生成硝基甲烷,在氢氧化钠存在下与 1,2-萘醌-4-磺酸钠生成紫蓝色化合物,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 L/min~1 L/min。
- 3.4 具塞比色管,10 mL。
- 3.5 分光光度计,10 mm 比色杯。

4 试剂

- 4.1 吸收液:无水乙醇。
- 4.2 1,2-萘醌-4-磺酸钠溶液:临用前配制,3 g/L。
- 4.3 亚硝酸钠溶液:350 g/L。
- 4.4 氢氧化钠溶液:0.035 mol/L。
- 4.5 标准溶液:于 25 mL 量瓶中加入 10 mL 吸收液,准确称量,加入 3 滴碘甲烷,再准确称量,两次称量之差即为碘甲烷的质量。加吸收液至刻度,计算 1 mL 溶液中碘甲烷的含量,使用时用吸收液稀释成 1 mL=100 μg 碘甲烷的标准溶液。

5 采样

串联两个各装 10 mL 吸收液的多孔玻板吸收管,以 0.5 L/min 的速度,抽取 20 L 空气。

6 分析步骤

6.1 对照试验

同采样。将吸收管装好吸收液带至现场,但不抽取空气,照样品分析。

6.2 样品处理

采样后,用吸收管中吸收液洗涤进气管内壁3次,自每个吸收管中各量取5.0 mL样品溶液分别放入比色管中,供测定用。

6.3 按表1用10 mL比色管配制标准管。

表1 碘甲烷标准管的配制

管号	0	1	2	3	4	5	6
标准溶液, mL	0	0.10	0.20	0.40	0.60	0.80	1.00
吸收液, mL	5.00	4.90	4.80	4.60	4.40	4.20	4.00
碘甲烷的含量, μg	0	10	20	40	60	80	100

向标准管中各加入0.1 mL 1,2-萘醌-4-磺酸钠溶液,摇匀,加0.2 mL 亚硝酸钠,摇匀,在80℃水浴中加热20 min,取出冷却后加0.1 mL 氢氧化钠溶液,振摇1 min,于波长579 nm下比色,以碘甲烷含量(μg)对吸光度作图,绘制标准曲线。

6.4 测定

按6.3相同操作条件,将处理后的样品进行测定,由标准曲线上查出碘甲烷的含量(μg)。

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)计算碘甲烷的浓度。

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

式中: c ——空气中碘甲烷的浓度, mg/m^3 ;

m_1 ——第一吸收管所取样品中碘甲烷的含量, μg ;

m_2 ——第二吸收管所取样品中碘甲烷的含量, μg ;

V_0 ——换算成标准状况下的采样体积, L。

8 说明

8.1 本法的检出限为3 $\mu\text{g}/5 \text{ mL}$,当碘甲烷含量分别为10,20,40,60,80 $\mu\text{g}/5 \text{ mL}$ 时,其变异系数分别为11.6%,10.4%,7.1%,6.5%,5.1%。

8.2 样品尽可能在当天分析,如不行,可置于冰箱中不超过一周。

8.3 因加入饱和氢氧化钙溶液时发生混浊,本法用0.035 mol/L 氢氧化钠溶液代替。