

5 仪器和设备

5.1 多孔玻板吸收管：参见GB 11736中4.1。

5.2 空气采样器：流量范围0.2~1 L/min,流量稳定。使用时用皂膜流量计校准采样系列在采样前和采样后的流量。流量误差应小于5%。

5.3 具塞比色管：25mL，体积误差小于1%。

5.4 分光光度计：用20mm比色皿，在波长580 nm处，测定吸光度。

6 采样

用一个内装10mL吸收液的多孔玻板吸收管，以0.5 L/min流量，采气10~20L。记录采样点的温度和大气压力。

7 分析步骤

7.1 标准曲线的绘制

取7支25mL具塞比色管，各依次加入2 mL 0.1 mol/L盐酸、1 mL 2%氰化钾和5 mL 1%氯胺T，摇匀后，立即按表1制备标准色列管。

表1 标准色列管

管 号	0	1	2	3	4	5	6
吸收液, mL	10	9.5	9.0	8.0	6.0	4.0	2.0
标准液, mL	0	0.5	1.0	2.0	4.0	6.0	8.0
吡啶含量, μg	0	0.5	1	2	4	6	8

各管摇匀后加入2 mL巴比妥酸溶液，加水至刻度，摇匀。放入40℃水浴，45 min后取出放冷，用20mm比色皿，以水为对照，在波长580 nm处测吸光度。以吡啶含量(μg)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，以斜率倒数作为样品测定的计算因子 B_s (微克/吸光度)。

7.2 样品测定

采样后，在25mL比色管中依次加入2 mL 0.1 mol/L盐酸，1 mL 2%氰化钾和5 mL 1%氯胺T，摇匀后，将吸收液全部移入比色管中，用少量水洗涤吸收管，将洗涤液合并于比色管中，再继续按绘制标准曲线的步骤，测吸光度，同时，用10mL未采样的吸收管作试剂的空白测定。如果样品溶液浓度超过标准色列管的上限浓度，可将样品稀释后再测定。计算浓度时，要考虑到样品溶液的稀释倍数。

8 结果计算

8.1 将采样体积按式(1)换算成标准状况下的采样体积：

$$V_0 = V_t \cdot \frac{T_0}{273 + t} \cdot \frac{p}{p_0} \dots\dots\dots (1)$$

式中： V_0 ——换算成标准状况下的采样体积，L；

V_t ——采样体积，L；

T_0 ——标准状况下的绝对温度，273 K；

t ——采样时采样点的温度，℃；

p_0 ——标准状况下的大气压力，101.3 kPa；

p ——采样时采样点的大气压力，kPa。

居住区大气中吡啶卫生检验标准方法

氯化氰-巴比妥酸分光光度法

GB 11732—89

Standard method for hygienic examination of
pyridine in air of residential areas—Cyanogen
chloride-barbituric acid spectrophotometric method

1 主题内容与适用范围

本标准规定了用氯化氰-巴比妥酸分光光度法测定居住区大气中吡啶的浓度。
本标准适用于居住区大气中吡啶浓度的测定。

1.1 灵敏度

10mL吸收液含1 μg吡啶可产生 0.08 ± 0.01 吸光度。

1.2 检出下限

检出下限为 $0.4 \mu\text{g} / 10\text{mL}$ 吡啶,当采样体积为20L时,最低可测浓度为 $0.02 \text{mg} / \text{m}^3$ 。

1.3 测定范围

测定范围在10mL吸收液中为 $0.4 \sim 15 \mu\text{g}$,当采样体积为20L时,可测浓度范围为 $0.02 \sim 0.75 \text{mg} / \text{m}^3$ 。

1.4 干扰及排除

本法测定的是总吡啶及其衍生物。一般情况下,氨、胺类、醇类和酮类对本法无干扰。

2 引用标准

GB 11736 居住区大气中氯卫生检验标准方法 甲基橙分光光度法

3 原理

空气中吡啶被稀盐酸吸收后,在氯化氰的存在下,与巴比妥酸反应,生成二巴比妥酸戊烯二醛的红紫色化合物,根据颜色深浅,比色定量。

4 试剂和材料

实验用水均为去离子水,所用试剂纯度除特别指出外均为分析纯。

4.1 吸收液: $0.01 \text{mol} / \text{L}$ 盐酸溶液。

4.2 $0.1 \text{mol} / \text{L}$ 盐酸溶液: 量取8.3 mL浓盐酸加水稀释至1 L。

4.3 2%氰化钾溶液¹⁾。

注: 1) 氰化钾为极毒品。

4.4 1%氯胺T溶液: 临用现配。

4.5 巴比妥酸溶液: 称取1.25g巴比妥酸溶于100 mL 1 + 1丙酮水溶液中。

4.6 标准溶液: 于25mL容量瓶中加入约10mL $0.01 \text{mol} / \text{L}$ 盐酸溶液,准确称量,再加入2~3滴新蒸馏的吡啶,再次准确称量,两次重量差即为吡啶重量。加入 $0.01 \text{mol} / \text{L}$ 盐酸溶液稀释至刻度,计算每毫升溶液中含吡啶的毫克数。临用时,用 $0.01 \text{mol} / \text{L}$ 盐酸配制成1.00mL含1 μg的吡啶标准溶液。