

中华人民共和国国家标准

居住区大气中硫酸盐卫生检验
标准方法 离子色谱法

GB 11733-89

Standard method for hygienic examination
of inorganic sulfate in air of residential
areas—Ion-chromatography

1 主题内容与适用范围

本标准规定了用离子色谱法测定居住区大气中硫酸盐的浓度。

本标准适用于居住区大气中硫酸盐浓度的测定。

1.1 检出下限

检出下限为 $0.5\mu\text{g}/\text{mL}$ 。当采样体积为600 L时,最低检出浓度为 $0.008\text{mg}/\text{m}^3$ 。

1.2 测定范围

测定范围为 $0.5\sim 50\mu\text{g}/\text{mL}$ 。当采样体积为600 L时,测定范围为 $0.008\sim 0.8\text{mg}/\text{m}^3$ 。

1.3 干扰与排除

1.3.1 由于采用色谱分离技术,二氧化硫、氮氧化物均无干扰,但对硫酸雾的干扰,可用异丙醇-无水乙醇排除。

1.3.2 采样后放干燥器中,平衡6 h以上,可排除湿度对本法的影响。

2 原理

空气中硫酸盐颗粒物被滤膜所采集,用异丙醇-无水乙醇除去硫酸雾,再用淋洗液溶解样品中的硫酸盐,用离子色谱仪测定。以保留时间定性,峰高定量。

3 试剂和材料

3.1 去离子水:电导率低于 $1.0\mu\text{S}/\text{cm}$ 的去离子水。

3.2 合成纤维滤膜: $\phi 40\text{mm}$ 。

3.3 无水乙醇:分析纯。

3.4 异丙醇:分析纯。

3.5 无水碳酸钠:优级纯。

3.6 无水碳酸氢钠:优级纯。

3.7 铬酸钾:分析纯。

3.8 淋洗液(I): $0.24\text{mol}/\text{L Na}_2\text{CO}_3-0.3\text{mol}/\text{L NaHCO}_3$ 为淋洗液储备液。临用时各取 10.0mL 于1 L容量瓶中,加水至刻度。此液供电导检测器的离子色谱仪使用。

3.9 淋洗液(II): $2\times 10^{-2}\text{mol}/\text{L}$ 铬酸钾溶液为淋洗液的储备液。临用时取 10.0mL 于1 L容量瓶中,加水至刻度。此液供可见光分光光度检测器的离子色谱仪使用。

3.10 标准溶液:准确称量 1.4786g 经 $105\text{ }^\circ\text{C}$ 干燥2 h的无水硫酸钠或 1.8141g 无水硫酸钾溶解于少量水中,移入1 L容量瓶中,用水稀释至刻度,此液为 1.00mL 含 1mg 硫酸盐标准溶液。

4 仪器和设备

- 4.1 G 4 型玻璃砂芯漏斗：内径40 mm。
- 4.2 具塞比色管：25 mL。
- 4.3 注射器：1.0 mL。
- 4.4 烧杯：50 mL。
- 4.5 电动吸引器：带抽滤瓶及抽滤胶垫。
- 4.6 恒温水浴锅：控温精度 $\pm 0.5^\circ\text{C}$ 。
- 4.7 离子色谱仪：附电导检测器或可见光分光光度检测器。
- 4.8 采样器：流量范围为 5 ~ 30 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 采样

将干燥过的直径40 mm的合成纤维滤膜平置采样夹上夹紧。以 20 ~ 28 L/min 的流量采样 600 L，采样后，小心取下采样滤膜，应面向内对折，仍放在原装采样滤膜的盒中，置干燥器中保存，并记录采样时的气温和大气压力。

6 分析步骤

6.1 色谱分析条件

由于色谱分析条件不同而有差异，所以应根据所用离子色谱仪的型号和检测器的性能制定能分析硫酸盐的最佳离子色谱分析条件。附录 A（参考件）所列举的离子色谱分析条件是一个实例。

6.2 绘制标准曲线和测定校正因子

在作样品分析的相同条件下，绘制标准曲线或测定校正因子。

6.2.1 绘制标准曲线

用淋洗液将硫酸盐标准溶液分别稀释成 0、2.5、5.0、10、20、30、40、50 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准溶液，用 1.0 mL 注射器分别取各个浓度的标准溶液注入离子色谱仪中，得到各个浓度的色谱峰和保留时间。每个浓度测定三次，测量峰高的平均值 (mm)。以硫酸盐的浓度 ($\mu\text{g}/\text{mL}$) 为横坐标，峰高 (mm) 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 B_s [$\mu\text{g}/(\text{mL}\cdot\text{mm})$] 作样品测定的计算因子。

6.2.2 测定校正因子

当仪器稳定性较差时，可用单点校正法求校正因子。在样品测定的同时，用 1.0 mL 注射器分别取零浓度和与样品溶液中含硫酸盐浓度相接近的标准溶液，按 6.2.1 操作，测量零浓度和标准溶液的色谱平均峰高 (mm) 和保留时间。用式 (1) 计算校正因子。

$$f = \frac{c_0}{h_s - h_0} \dots\dots\dots (1)$$

式中：f——校正因子， $\mu\text{g}/(\text{mL}\cdot\text{mm})$ ；

c_0 ——标准溶液浓度， $\mu\text{g}/\text{mL}$ ；

h_0 和 h_s ——零浓度和标准溶液的平均峰高，mm。

6.3 样品测定

6.3.1 样品处理

用镊子取样品及空白滤膜，尘面向上，平置于 50 mL 烧杯中，加 10 mL 异丙醇浸泡 2 ~ 3 h，取出平置砂芯漏斗中，将异丙醇全部倒入漏斗中，抽滤，滤液弃之，用 10 mL 无水乙醇分三次抽洗，以除去样品上的硫酸雾。然后将滤膜呈放射状剪开。置 25 mL 比色管中，加 10 mL 淋洗液，加盖振摇，置 65 $^\circ\text{C}$ 恒温水浴中洗脱 30 min，取上清液测定。

另取未采样的滤膜二张，按样品滤膜相同的步骤处理制备 2 个空白溶液。

6.3.2 样品分析

在绘制标准曲线或测定校正因子的同时，用 1.0 mL 注射器分别吸取空白和样品溶液，在相同工作条件下，依次注入离子色谱仪中，得色谱峰。根据保留时间定性。各做三次，测量空白和样品峰高的平均值 (mm)。

7 结果计算

7.1 将采样体积用式 (2) 换算成标准状况下的采样体积。

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

式中： V_0 ——换算成标准状态下的采样体积，L；

V_t ——由采样流量乘以采样时间而得，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，101.3 kPa；

p ——采样时采样点的大气压，kPa。

7.2 标准曲线法用式 (3) 计算空气中硫酸盐的质量浓度。

$$c = \frac{h - h_0}{V_0 \cdot E} \times B_s \times 10 \dots\dots\dots (3)$$

式中： c ——空气中硫酸盐质量浓度，mg/m³；

h ——样品溶液的平均峰高，mm；

h_0 ——空白溶液的平均峰高，mm；

B_s ——由 6.2.1 得到的计算因子，μg/(mL·mm)；

E ——由实验确定的洗脱效率；

10——样品溶液总体积，mL；

V_0 ——标准状况下的采样体积，L。

7.3 用校正因子按式 (4) 计算空气中硫酸盐质量浓度：

$$c = \frac{(h - h_0) f}{V_0 \cdot E} \times 10 \dots\dots\dots (4)$$

式中： f ——由 6.2.2 得到的校正因子，μg/(mL·mm)；

其他符号见 7.2。

8 精密度与准确度

8.1 重现性

将 50 μg 的硫酸盐溶液加到滤膜上，经 17 次重复测定，变异系数为 4.6%。

8.2 回收率

将 50 μg 的硫酸盐溶液加到滤膜上，平均回收率为 98%。

附录 A

离子色谱法分析空气中硫酸盐的分析条件实例
(参考件)

采用离子色谱电导鉴定器, 选用 YS A-2 型阴离子分离柱、前置柱。柱压降 $< 40 \text{ kg/cm}^2$; YS 2 型阳离子抑制柱, 柱压降 $< 4 \text{ kg/cm}^2$ 。仪器设定温度 $30 \pm 0.5 \text{ }^\circ\text{C}$, 灵敏度 5, 衰减 16, 淋洗液流量 3.0 mL/min , 记录仪满量程 1.0 mV , 纸速 0.05 mm/s , 分离柱内径 $4 \times 330 \text{ mm}$ 。

附加说明:

本标准由卫生部卫生监督司提出。

本标准由河北省卫生防疫站、中国预防医学科学院环境卫生监测所、扬州市卫生防疫站负责起草。

本标准主要起草人庞莲缺、贺建伟。

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。