中华人民共和国国家标准

空气质量　二硫化碳的测定　二乙胺分光光度法

GB/T 14680—93

Air quality—Determination of carben disulfide —Diethylamine spectrophometric method

1　适用范围

1.1　本标准规定了恶臭源厂界环境及空气环境中二硫化碳的二乙胺分光光度测定法。

1.2　本标准适用于恶臭源厂界环境及环境空气中二硫化碳的测定。

1.3　本方法检出限为 0.3 μg/10 mL，当采样体积为 10～30 L 时，最低检出浓度为 0.03 mg/m³。

1.4　硫化氢与二硫化碳共存时干扰测定，可在采样时用乙酸铅棉过滤管排除。

2　原理

用含铜盐、二乙胺的乙醇溶液采样。在铜离子存在下，二硫化碳与二乙胺作用，生成黄棕色的二乙基二硫代氨基甲酸铜，于 435 nm 波长处进行分光光度测定。

3　试剂

除非另有说明，分析时均使用符合国家标准的分析纯试剂和蒸馏水。

3.1　乙酸铜-乙醇溶液

称量 0.050 0 g 乙酸铜，溶解于少量无水乙醇中，移入 100 mL 容量瓶，并用无水乙醇稀释至标线，混匀。在冰箱内保存。

3.2　吸收液

吸取乙酸铜-乙醇溶液(3.1)10 mL 于 500 mL 容量瓶中，依次加入无水乙醇 300 mL，经新蒸馏提纯的二乙胺 2.5 mL 及三乙醇胺 2.5 mL，用无水乙醇稀至标线。临用前配制。

3.3　二硫化碳标准溶液

在 25 mL 容量瓶中加入无水乙醇约 15 mL，盖塞称重(精确至 0.000 1 g)，然后加入二硫化碳(优级纯)1～2 滴，立即盖塞再称重(精确至 0.000 1 g)。用无水乙醇稀至标线，计算每毫升中二硫化碳的含量。临用时再用无水乙醇稀释成每毫升内含 10 μg 二硫化碳的标准溶液。

3.4　乙酸铅脱脂棉

乙酸铅脱脂棉制备方法：称取 10 g 乙酸铅溶解于 90 mL 水中，加丙三醇 10 mL，搅拌均匀后将脱脂棉浸入，然后取出挤干，放在没有硫化氢污染的室内自然晾干，贮于广口瓶中备用。

4　仪器

4.1　除硫化氢过滤管：取内径为 6～8 mm，长为 15 cm 左右的玻璃管，内装 8～10 cm 用乙酸铅浸泡过的脱脂棉，排气端用少量棉花堵塞，两端密封保存。

4.2　多孔玻璃吸收管：10 mL。

国家环境保护局 1993-09-18 批准　　1994-03-15 实施

4.3 具塞比色管:10 mL。

4.4 大气采样器:流量范围 0～1 L/min。

4.5 负压采气器。

4.6 采气袋:10 L。

4.7 分光光度计。

5 采样

5.1 空气环境中二硫化碳的采集

串联两个内装 10.0 mL 吸收液的多孔玻璃板吸收管,置于－4～0℃的冰水浴中,在进气口接除硫化氢过滤管,以 0.2 L/min 流量,采气至第一支吸收管的吸收液明显呈黄色,第二支吸收管的吸收液无色或略有黄色为止,记下采样时间。当除硫化氢过滤管有三分之二变为黑灰色时,即应更换。

5.2 恶臭源厂界环境中二硫化碳的采集

按图 1 所示在负压采气器中先装上经排空后的采气袋 4,关截止阀 1,开截止阀 3 并抽负压至 1 kPa,关截止阀 3。采样时注意当恶臭出现时,开截止阀 1,恶臭气样迅速充满采气袋。开截止阀 3 使负压采气器内压力与大气压力平衡,开盖取出采气袋 4。以后按 5.1 条步骤操作,将采气袋内的二硫化碳吸收在多孔玻璃板吸收管中。

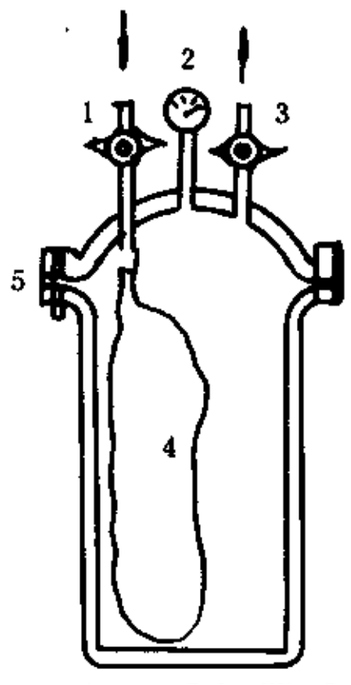

图 1 负压采气器采样图

1—进气口;2—负压表;3—抽气口;4—采气袋;5—紧固件

6 分析步骤

6.1 标准曲线的绘制

取 7 支 10 mL 具塞比色管,按表 1 配制标准色列。

表 1

管　　号	0	1	2	3	4	5	6
吸收液,mL	10.0	9.80	9.50	9.00	8.50	8.00	7.50
标准溶液,mL	0	0.20	0.50	1.00	1.50	2.00	2.50
二硫化碳含量,μg	0	2.0	5.0	10	15	20	25

各管混匀后,放置 20 min,在波长 435 nm 处,用 3 cm 比色皿,以无水乙醇为参比,测定吸光度。以吸光度对二硫化碳量(μg),绘制标准曲线。

6.2 样品测定

采样后,将样品放置室温,合并两管吸收液并定容,取适量样品于 10 mL 具塞比色管中,加吸收液至标线,摇匀。以下按绘制标准曲线的操作步骤进行,在标准曲线上查二硫化碳的量(μg)。

7 计算

$$C = \frac{m \cdot V_1}{V_2 \cdot V_n}$$

式中：C——测定气体中二硫化碳浓度，mg/m³；

m——样品测定时所取样品液中二硫化碳的量，μg；

V_1——样品液定容体积，mL；

V_2——样品测定时所取样品液的体积，mL；

V_n——标准状态下的采气体积，L。

8 精密度

经 5 个实验室分析测定含二硫化碳 2.91 mg/L 的统一标准液，其重复性标准偏差为 0.033 mg/L，重复性变异系数为 1.1%；再现性标准偏差为 0.127 mg/L，再现性变异系数为 4.2%。

9.1 配制二硫化碳标准溶液和标准色列时，应先加吸收液，后加二硫化碳或标准溶液，勿使二硫化碳或标准溶液附着在管壁上，以防止二硫化碳挥发损失。

9.2 橡胶与二硫化碳发生反应，故除硫化氢过滤管与第一吸收管，第一吸收管与第二吸收管之间，应采用内接外套法连接，即将塑料管插入管口，用聚四氟乙烯生料(胶)带缠好，接口处再套一小段乳胶管，不要直接用乳胶管连接。

9.3 按图 2 所示，串联两个内装 50 mL 吸收液的玻璃筛板吸收瓶，以后按 5.1 条所述采样方法进行，可对污染源排气筒中的二硫化碳进行测定，实验室里的操作与本方法完全相同。

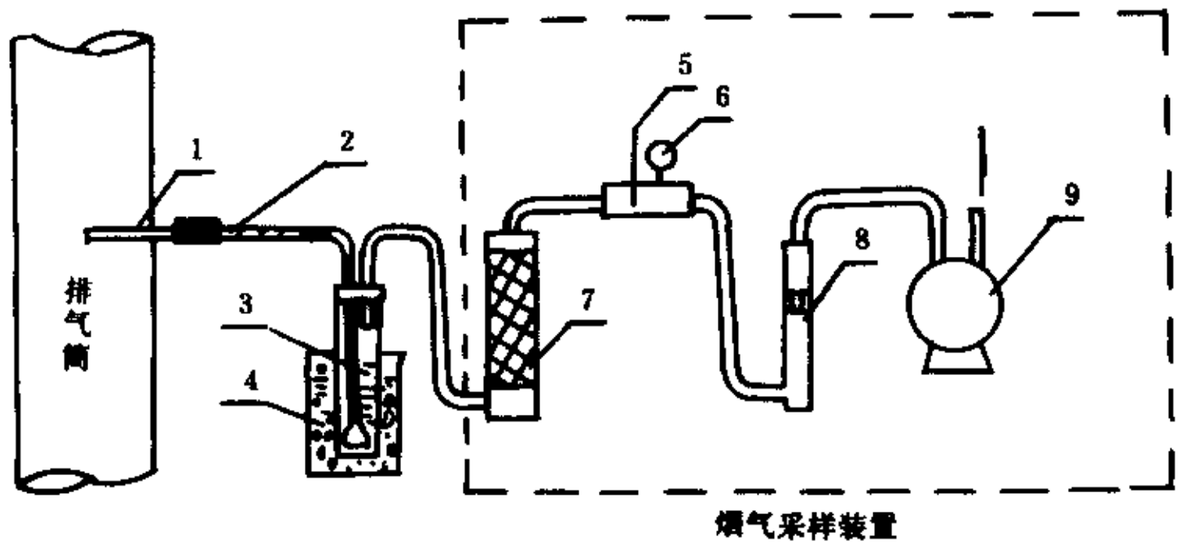

图 2 排气筒采样图

1—导管；2—H_2S 除去管；3—吸收液；4—冰水浴；5—温度计；6—压力计；7—干燥器；8—流量计；9—抽气泵

附加说明：

本标准由国家环境保护局科技标准司提出。

本标准由北京市机电研究院环境保护技术研究所负责起草。

本标准主要起草人王鸿志、王延吉、杨光壁、姜菊。

本标准委托中国环境监测总站负责解释。