

## 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 $\mu$ g吡啶可产生 $0.08 \pm 0.01$ 吸光度。

### 1.2 检出下限

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

### 1.3 测定范围

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

### 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:0.01mol/L盐酸溶液。

4.2 0.1 mol/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<sup>1)</sup>。

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 0.01mol/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0.01mol/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0.01mol/L盐酸配制成1.00mL含1 $\mu$ g的吡啶标准溶液。