

固定污染源废气中氯化氢的测定方法改进

朱馨妍 张冬未 柴海琴 陈佳凤 姚佳微

海宁万润环境检测有限公司

DOI:10.12238/eep.v6i3.1776

[摘要] 根据HJ/T 27-1999固定污染源排气中氯化氢的测定 硫氰酸汞分光光度法开展实验,实验中产生诸多问题,比如空白过高,曲线不易成线性等。因此对HJ/T 27-1999的方法进行改进试验以及对硫氰酸汞保存时间进行验证。

[关键词] 氯化氢; 分光光度法; 方法试验; 方法改进

中图分类号: TQ124.4+2 **文献标识码:** A

Improvement of the Determination Method for Hydrogen Chloride in Waste Gas from Fixed Pollution Sources

Xinyan Zhu Dongwei Zhang Haiqin Chai Jiafeng Chen Jiawei Yao

Haining Wanrun Environmental Testing Co., Ltd

[Abstract] According to HJ/T 27-1999, the mercury thiocyanate spectrophotometric method for the determination of hydrogen chloride in exhaust gas from fixed pollution sources was used in the experiment, which resulted in many problems, such as high blank space and difficulty in linearizing the curve. Therefore, improvement experiments were conducted on the HJ/T 27-1999 method and validation of the storage time of mercury thiocyanate was conducted.

[Key words] hydrogen chloride; spectrophotometry; method testing; method improvement

随着工业化程度的不断推进,工业废气的排放对于环境空气的影响日益明显,使得空气污染问题已经成为了困扰我国环境良好发展的重要难题。因此为了加强空气污染控制,本文将重点对空气中氯化氢含量测定方式进行探析,对氯化氢相关技术进行阐述,并根据工作经验对相关实验过程进行改进,以提高对空气中氯化氢含量检测的准确性。

1 实验材料

(1)去离子水。(2)吸收液:氢氧化钠溶液(2g/L)。(3)硫氰酸汞溶液:称取0.04g、0.08g、0.10g、0.20g、0.30g、0.40g硫氰酸汞分别溶于100ml无水乙醇中。(4)硫酸铁铵溶液:溶解3g硫酸铁铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot \text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 24\text{H}_2\text{O}]$ 于水中,用1+1.5高氯酸稀释至100ml;如有沉淀,应用乙酸纤维微孔滤膜过滤后使用。

1.5标准使用液:用吸收液稀释市售氯化氢标准溶液,制备成浓度为 $10.0 \mu\text{g/ml}$ 以氯化氢计的标准使用液。

2 实验方法

2.1 HJ/T 27-1999实验方法:分别取8支10ml具塞比色管配制标准比色液,分别加入0、0.20、0.40、0.60、0.80、1.00、1.50、2.00ml标准使用液(1.5),用吸收液定容至5ml。在上述各管中分别混匀加3%硫酸铁铵溶液2ml,分别加0.04mg/100ml硫氰酸汞1ml,摇匀。放置20min,于460nm波长下测量吸光度。

2.2 GBZ/T 160.37-2004实验方法:分别取6支10ml具塞比色管配制标准比色液,分别加入0、0.50、1.0、2.0、3.0、4.0ml标准使用液(1.5),用吸收液定容至5ml。在各管中分别加12%硫酸铁铵1ml,混匀,分别加硫氰酸汞0.4mg/100ml 1.5ml,摇匀,加水定容至10ml。放置20min,于460nm波长下测量吸光度。

2.3试验中采取的实验方法:分别取8支10ml具塞比色管配制标准比色液,8支一组分别加入0、0.20、0.40、0.60、0.80、1.00、1.50、2.00ml氯化氢标准使用液(1.5),用吸收液定容至5ml。一共准备6组。在上述各管中分别加入3%硫酸铁铵2ml混匀,在第一组各管中分别加入0.04g/100ml硫氰酸汞1ml,摇匀;在第二组各管中分别加入0.08g/100ml硫氰酸汞1ml,摇匀;在第三组各管中分别加入0.10g/100ml硫氰酸汞1ml,在第四组各管中分别加入0.20g/100ml硫氰酸汞1ml,在第五组各管中分别加入0.30g/100ml硫氰酸汞1ml,在第六组各管中分别加入0.40g/100ml硫氰酸汞1ml,摇匀。放置20min,于460nm波长下测量吸光度。上述2.3步骤重复5次操作。

3 固定污染源废气中氯化氢的方法试验结果

3.1氯化氢曲线。

3.2质控情况分析。第六组每组加一个质控样,质控标准浓度为 $4.76 \pm 0.25\text{mg/l}$,5次实测质控浓度分别为 4.91mg/l 、 4.81mg/l 、 4.88mg/l 、 4.95mg/l 、 4.85mg/l 在标准浓度范围内。

第一组第一次实验								
吸光度(A)	0.038	0.063	0.081	0.102	0.117	0.131	0.175	0.209
吸光度(A-A0)与含量(ug)校准曲线方程：y=0.0084x+0.0080						相关系数		R=0.996
第一组第二次实验								
吸光度(A)	0.040	0.065	0.083	0.092	0.113	0.134	0.179	0.205
吸光度(A-A0)与含量(ug)校准曲线方程：y=0.0083x+0.0061						相关系数		R=0.995
第一组第三次实验								
吸光度(A)	0.041	0.063	0.082	0.104	0.112	0.133	0.163	0.196
吸光度(A-A0)与含量(ug)校准曲线方程：y=0.0076x+0.0091						相关系数		R=0.993
第一组第四次实验								
吸光度(A)	0.037	0.061	0.086	0.106	0.119	0.134	0.168	0.204
吸光度(A-A0)与含量(ug)校准曲线方程：y=0.0081x+0.0117						相关系数		R=0.991
第一组第五次实验								
吸光度(A)	0.044	0.066	0.084	0.112	0.123	0.137	0.169	0.206
吸光度(A-A0)与含量(ug)校准曲线方程：y=0.0079x+0.0094						相关系数		R=0.991
第二组第一次实验								
吸光度(A)	0.052	0.078	0.101	0.129	0.151	0.174	0.222	0.265
吸光度(A-A0)与含量(ug)校准曲线方程：y=0.0107x+0.0076						相关系数		R=0.996
第二组第二次实验								
吸光度(A)	0.051	0.079	0.109	0.128	0.152	0.172	0.221	0.264
吸光度(A-A0)与含量(ug)校准曲线方程：y=0.0105x+0.0104						相关系数		R=0.995
第二组第三次实验								
吸光度(A)	0.048	0.075	0.105	0.123	0.146	0.177	0.214	0.265
吸光度(A-A0)与含量(ug)校准曲线方程：y=0.0107x+0.0093						相关系数		R=0.995
第二组第四次实验								
吸光度(A)	0.049	0.074	0.106	0.126	0.153	0.179	0.218	0.269
吸光度(A-A0)与含量(ug)校准曲线方程：y=0.0109x+0.0092						相关系数		R=0.994
第二组第五次实验								
吸光度(A)	0.051	0.078	0.103	0.124	0.155	0.177	0.216	0.267
吸光度(A-A0)与含量(ug)校准曲线方程：y=0.0107x+0.0085						相关系数		R=0.995

第三组第一次实验								
吸光度(A)	0.053	0.079	0.109	0.134	0.163	0.182	0.232	0.275
吸光度(A-A0)与含量(ug)校准曲线方程: y=0.0111x+0.0098						相关系数		R=0.993
第三组第二次实验								
吸光度(A)	0.056	0.085	0.109	0.137	0.170	0.183	0.230	0.280
吸光度(A-A0)与含量(ug)校准曲线方程: y=0.0111x+0.0102						相关系数		R=0.993
第三组第三次实验								
吸光度(A)	0.052	0.081	0.107	0.133	0.161	0.179	0.229	0.274
吸光度(A-A0)与含量(ug)校准曲线方程: y=0.0110x+0.0102						相关系数		R=0.995
第三组第四次实验								
吸光度(A)	0.049	0.084	0.106	0.139	0.164	0.186	0.235	0.281
吸光度(A-A0)与含量(ug)校准曲线方程: y=0.0115x+0.0133						相关系数		R=0.993
第三组第五次实验								
吸光度(A)	0.053	0.074	0.106	0.137	0.163	0.185	0.234	0.283
吸光度(A-A0)与含量(ug)校准曲线方程: y=0.0116x+0.0069						相关系数		R=0.994
第四组第一次实验								
吸光度(A)	0.054	0.081	0.113	0.134	0.164	0.193	0.249	0.304
吸光度(A-A0)与含量(ug)校准曲线方程: y=0.0126x+0.0055						相关系数		R=0.998
第四组第二次实验								
吸光度(A)	0.056	0.083	0.112	0.140	0.168	0.192	0.252	0.293
吸光度(A-A0)与含量(ug)校准曲线方程: y=0.0121x+0.0078						相关系数		R=0.995
第四组第三次实验								
吸光度(A)	0.054	0.079	0.109	0.131	0.159	0.190	0.246	0.297
吸光度(A-A0)与含量(ug)校准曲线方程: y=0.0123x+0.0040						相关系数		R=0.998
第四组第四次实验								
吸光度(A)	0.053	0.082	0.117	0.135	0.163	0.191	0.248	0.302
吸光度(A-A0)与含量(ug)校准曲线方程: y=0.0124x+0.0077						相关系数		R=0.997
第四组第五次实验								
吸光度(A)	0.055	0.084	0.114	0.133	0.162	0.194	0.248	0.301
吸光度(A-A0)与含量(ug)校准曲线方程: y=0.0123x+0.0062						相关系数		R=0.997

第五组第一次实验								
吸光度(A)	0.061	0.091	0.128	0.148	0.176	0.200	0.264	0.321
吸光度(A-A0)与含量(ug)校准曲线方程：y=0.0129x+0.0079						相关系数		R=0.998
第五组第二次实验								
吸光度(A)	0.063	0.089	0.119	0.151	0.182	0.199	0.257	0.327
吸光度(A-A0)与含量(ug)校准曲线方程：y=0.0130x+0.0044						相关系数		R=0.997
第五组第三次实验								
吸光度(A)	0.062	0.093	0.128	0.148	0.178	0.197	0.261	0.320
吸光度(A-A0)与含量(ug)校准曲线方程：y=0.0127x+0.0082						相关系数		R=0.998
第五组第四次实验								
吸光度(A)	0.064	0.090	0.126	0.146	0.180	0.203	0.264	0.328
吸光度(A-A0)与含量(ug)校准曲线方程：y=0.0132x+0.0043						相关系数		R=0.998
第五组第五次实验								
吸光度(A)	0.063	0.092	0.125	0.148	0.181	0.201	0.265	0.326
吸光度(A-A0)与含量(ug)校准曲线方程：y=0.0131x+0.0059						相关系数		R=0.998
第六组第一次实验								
吸光度(A)	0.067	0.094	0.122	0.149	0.177	0.210	0.269	0.331
吸光度(A-A0)与含量(ug)校准曲线方程：y=0.0133x+0.0024						相关系数		R=0.9991
第六组第二次实验								
吸光度(A)	0.072	0.103	0.124	0.147	0.178	0.202	0.268	0.328
吸光度(A-A0)与含量(ug)校准曲线方程：y=0.0128x+0.0018						相关系数		R=0.9995
第六组第三次实验								
吸光度(A)	0.069	0.095	0.126	0.153	0.178	0.206	0.271	0.334
吸光度(A-A0)与含量(ug)校准曲线方程：y=0.0133x+0.0022						相关系数		R=0.9996
第六组第四次实验								
吸光度(A)	0.073	0.102	0.124	0.150	0.181	0.204	0.266	0.331
吸光度(A-A0)与含量(ug)校准曲线方程：y=0.0128x+0.0015						相关系数		R=0.9996
第六组第五次实验								
吸光度(A)	0.068	0.099	0.121	0.147	0.179	0.207	0.268	0.335
吸光度(A-A0)与含量(ug)校准曲线方程：y=0.0133x+0.0019						相关系数		R=0.9995

取上清液备用液放置一周后对应曲线								
吸光度(A)	0.072	0.101	0.123	0.146	0.177	0.205	0.266	0.332
吸光度(A-A0)与含量(ug)校准曲线方程：y=0.0133x+0.0024						相关系数		R=0.9996
取上清液备用液放置二周后对应曲线								
吸光度(A)	0.075	0.102	0.124	0.148	0.181	0.208	0.269	0.337
吸光度(A-A0)与含量(ug)校准曲线方程：y=0.0131x-0.0011						相关系数		R=0.9995
取上清液备用液放置一月后对应曲线								
吸光度(A)	0.081	0.111	0.131	0.157	0.184	0.213	0.273	0.341
吸光度(A-A0)与含量(ug)校准曲线方程：y=0.0130x-0.0027						相关系数		R=0.9996
取上清液备用液放置二月后对应曲线								
吸光度(A)	0.093	0.114	0.135	0.159	0.187	0.216	0.277	0.347
吸光度(A-A0)与含量(ug)校准曲线方程：y=0.0128x-0.0061						相关系数		R=0.9990

3. 3放置不同时间的硫氰酸汞对应的标准曲线。

4 结果讨论

由数据可知随着硫氰酸汞的浓度增加空白吸光度上升,在上述实验数据中当硫氰酸汞浓度为0. 4g/100ml时校准曲线的相关系数最好,能达到0. 999以上,由数据可知,硫氰酸汞随着保存时间的增加空白增高,到配置时间为2个月时,曲线相关系数有所下降,故保存时间硫氰酸汞保存时间最后控制在1个月内。

5 结束语

随着人们生活水平的提升,自身环保意识也有了很大的提升,充分意识到了环境对于人们生存的重要意义,而环境监测工作对生态环境保护有着重要的意义。此改进的方法能提高氯化氢数据的真实性和准确性,希望以此来为大气污染监测中氯化氢的监测提供更为有效的参考依据。

[参考文献]

[1]固定污染源排气中氯化氢的测定 硫氰酸汞分光光度法:HJ/T 27-1999[S].
[2]工作场所空气中氯化物的测定方法:GBZ/T 160.37-2004 [S].2004.
[3]安国安.对GB 16297-1996《大气污染物综合排放标准》中部分污染物无组织排放监测的探讨[J].贵州环保科技,2003,9(3):22-24.
[4]刘焱.固定污染源中颗粒物的测定方法比对研究[J].中国资源综合利用,2020,38(10):77-79.
[5]李承.环境空气和废气中VOCs总量表征方式及监测分析方法研究[J].环境保护与循环经济,2023,43(02):83-86+90.