

HJ

中华人民共和国国家环境保护标准

HJ 546—2009

环境空气 五氧化二磷的测定 抗坏血酸还原-钼蓝分光光度法（暂行）

Ambient air—Determination of phosphorus pentoxide—Molybdenum blue
ascorbic acid to deoxidize spectrophotometric method

本电子版为发布稿。请以中国环境科学出版社出版的正式标准文本为准。

2009-12-30发布

2010-04-01实施

环 境 保 护 部 发 布

目 次

前 言.....	II
1 适用范围.....	1
2 规范性引用文件.....	1
3 方法原理.....	1
4 干扰和消除.....	1
5 试剂和材料.....	1
6 仪器设备.....	2
7 样品.....	2
8 分析步骤.....	3
9 结果计算.....	3
10 质量保证和质量控制.....	4

前 言

为了贯彻《中华人民共和国环境保护法》和《中华人民共和国大气污染防治法》，保护环境，保障人体健康，规范空气中五氧化二磷的测定方法，制定本标准。

本标准规定了测定空气中五氧化二磷的抗坏血酸还原-钼蓝分光光度法。

本标准由环境保护部科技标准司组织制订。

本标准主要起草单位：北京市环境保护监测中心。

本标准环境保护部 2009 年 12 月 30 日批准。

本标准自 2010 年 4 月 1 日起实施。

本标准由环境保护部解释。

环境空气 五氧化二磷的测定

抗坏血酸还原-钼蓝分光光度法（暂行）

1 适用范围

本标准规定了测定空气中五氧化二磷的抗坏血酸还原-钼蓝分光光度法。

本标准适用于空气中五氧化二磷的测定。

本标准的检出限为 $0.8 \mu\text{g}/50 \text{ mL}$ ，当采样体积为 5 m^3 时，检出限为 $0.2 \mu\text{g}/\text{m}^3$ ，测定下限为 $0.8 \mu\text{g}/\text{m}^3$ ；当采样体积为 300 L 时，检出限为 $0.003 \text{ mg}/\text{m}^3$ ，测定下限为 $0.012 \text{ mg}/\text{m}^3$ 。

2 规范性引用文件

本标准内容引用了下列文件中的条款。凡是不注日期的引用文件，其有效版本适用于本标准。

HJ/T 194 环境空气质量手工监测技术规范

3 方法原理

用过氯乙烯等滤膜采集空气中五氧化二磷，采样后，加水与五氧化二磷生成正磷酸。在酸性介质中有酒石酸锑钾存在下，正磷酸与钼酸铵反应生成磷钼杂多酸，用抗坏血酸还原为蓝色的络合物，于 700 nm 波长处测定吸光度，即可计算出空气中五氧化二磷的含量。

4 干扰和消除

当五价砷大于 $5 \mu\text{g}/\text{ml}$ 、四价硅大于 $8 \mu\text{g}/\text{ml}$ 、六价铬大于 $16 \mu\text{g}/\text{ml}$ 对本法测定有干扰，加入亚硫酸钠和硫代硫酸钠溶液可消除干扰。

5 试剂和材料

除非另有说明，分析时均使用符合国家标准的分析纯试剂。水，GB/T 6682，三级。

5.1 硫酸： $\rho(\text{H}_2\text{SO}_4) = 1.84 \text{ g}/\text{ml}$ ，优级纯。

5.2 磷酸二氢钾： $\rho(\text{KH}_2\text{PO}_4) = 2.34 \text{ g}/\text{ml}$ ，基准试剂。

5.3 硫酸溶液： $c(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4) = 5 \text{ mol}/\text{L}$ 。

量取 140 ml 硫酸（5.1），边搅拌边缓缓注入盛有 500 ml 水的烧杯中，冷却后，用水稀释至 1000 ml ，混匀。

5.4 钼酸铵溶液： $\rho[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}] = 40 \text{ g}/\text{L}$ 。

称取 43.34 g 钼酸铵 $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ ，溶解于水，并稀释至 1000 ml ，混匀，贮存于聚乙烯塑料瓶中，在冰箱内保存。

5.5 抗坏血酸溶液： $\rho(\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6) = 17 \text{ g}/\text{L}$ 。

称取 2.60 g 抗坏血酸，溶解于水，并稀释至 150 ml ，贮于棕色瓶中。于冰箱内保存，如不变色可

长期使用。

5.6 酒石酸锑钾溶液： $\rho[\text{K}(\text{SbO})\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6]=2.70 \text{ g/L}$ 。

称取 2.74 g 酒石酸锑钾 $[\text{K}(\text{SbO})\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot \frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}]$ ，溶解于适量水中，用水稀释至 1000 ml。

5.7 亚硫酸钠溶液： $\rho(\text{Na}_2\text{SO}_3)=100 \text{ g/L}$ 。

称取 100 g 亚硫酸钠，溶解于水，移入 1000 ml 容量瓶中，用水稀释至刻线，混匀。

5.8 硫代硫酸钠溶液： $\rho(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=10 \text{ g/L}$ 。

称取 15.70 g 硫代硫酸钠 ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)，溶解于水，移入 1000 ml 容量瓶中，用水稀释至刻线，混匀。

5.9 磷酸二氢钾标准贮备液

准确称取 0.1917 g 于 105 °C ~ 110 °C 电烘箱中干燥至恒重的磷酸二氢钾(5.2)，溶解于水，移入 1000 ml 容量瓶中，用水稀释至刻线，混匀，此溶液每毫升相当于含 100.0 μg 五氧化二磷。

5.10 磷酸二氢钾标准使用液

临用时，吸取 10.00 ml 磷酸二氢钾标准贮备液(5.9)于 100 ml 容量瓶中，用水稀释至刻线，此溶液每毫升相当于含 10.0 μg 五氧化二磷。也可使用有证的标准溶液。

5.11 混合还原剂

临用时，分别取 40 ml 亚硫酸钠溶液(5.7)及硫代硫酸钠溶液(5.8)，与 20 ml 水混合均匀。

5.12 混合显色剂

临用时，将 25 ml 硫酸溶液(5.3)、7.5 ml 钼酸铵溶液(5.4)和 15 ml 抗坏血酸溶液(5.5)混合在一起，加入 2.5 ml 酒石酸锑钾溶液(5.6)，混匀。该显色剂在室温下只能稳定 4 h。

注 1：钼酸铵与抗坏血酸溶液混合后加入，可避免硅钼蓝生成。

注 2：加入酒石酸锑钾可加快室温下的反应速度。

6 仪器设备

除非另有说明，分析时均使用符合国家标准 A 级玻璃量器。

6.1 颗粒物采样器：中流量采样器，(80~130) L/min；小流量采样器，(10~15) L/min 或 (0~30) L/min。

6.2 可见分光光度计：具有 3 cm 比色皿。

6.3 过氯乙烯等滤膜，0.45 μm 。

6.4 烘箱。

7 样品

7.1 样品的采集

7.1.1 使用中流量采样器采样

采样时，将滤膜装在颗粒物采样器的滤膜夹内，以 100 L/min 流量，采样 (45~60) min，并记录采样条件。采样后，将滤膜用干净的镊子取出，对叠放在样品盒中带回实验室。

7.1.2 使用小流量采样器采样

采样时，将滤膜装在颗粒物采样器的滤膜夹内，以 15 L/min 流量，采样（10~20）min，并记录采样条件。采样后，将滤膜用干净的镊子取出，对叠放在样品盒中带回实验室。

7.2 样品的保存

样品应于（0~4）℃干燥保存，一周内测定。

7.3 试样的制备

用镊子将采样滤膜从样品盒内取出，置于 50 ml 烧杯中，加入 10 ml 水，摇动烧杯使水浸润滤膜，再加入 1.0 ml 硫酸溶液(5.3)，搅动并浸泡 15 min 以上，用中速定量滤纸过滤样品于 50 ml 容量瓶中，用 20 ml 水分数次洗涤烧杯及滤渣，洗涤液合并于容量瓶中。

7.4 空白试样的制备

取同批号空白滤膜，按步骤 7.3 同时操作，制备成空白试样。

8 分析步骤

8.1 标准曲线的绘制

取 8 个 50 ml 容量瓶，按表 8.1 配制标准系列。

表 8.1 五氧化二磷标准系列

瓶号	0	1	2	3	4	5	6	7
磷酸二氢钾标准使用液 (5.10), ml	0.00	0.10	0.50	0.90	1.30	1.70	2.10	2.50
五氧化二磷含量, μg	0.00	1.00	5.00	9.00	13.0	17.0	21.0	25.0

向容量瓶内分别加入 5 ml 水，1.0 ml 硫酸溶液(5.3)，2.5 ml 混合还原剂(5.11)，混匀，放置 10 min，加水至约 40 ml，加入 8.0 ml 混合显色剂(5.12)，加水稀释至刻线，混匀。

室温在 20℃以上，显色 25 min；室温低于 20℃时，显色 35 min。在波长 700 nm 处，用 3 cm 比色皿，以水为参比，测定吸光度，以五氧化二磷含量(μg)对吸光度绘制标准曲线，并计算标准曲线的回归方程。

8.2 测定

于试样(7.3)和空白试样(7.4)的容量瓶中各加入 2.5 ml 混合还原剂(5.11)，混匀，放置 10 min，以下步骤同标准曲线的绘制。

9 结果计算

按式（1）计算出空气中五氧化二磷含量的质量浓度：

$$\rho(P_2O_5) = \frac{m - m_0}{V_n} \quad (1)$$

式中： $\rho(P_2O_5)$ ——空气中五氧化二磷含量的质量浓度， $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ；

m ——由标准曲线计算得出样品滤膜上五氧化二磷的含量， μg ；

m_0 ——由标准曲线计算得出空白滤膜上五氧化二磷的含量， μg ；

V_n ——标准状态下所抽取空气的体积， m^3 。

10 质量保证和质量控制

质量保证和质量控制应符合《环境空气质量手工监测技术规范》（HJ/T 194）的要求。采样器应在使用前进行气密性检查和流量校准，采样和分析过程中不要用手指触摸滤膜，防止带入污染。
