



中华人民共和国国家标准

GB/T 14678—93

空气质量 硫化氢、甲硫醇、甲硫醚和 二甲二硫的测定 气相色谱法

Air quality—Determination of sulfuretted hydrogen, methyl sulfhydryl,
dimethyl sulfide and dimethyl disulfide
—Gas chromatography

1993-10-27 发布

1994-03-15 实施

国家环境保护局
国家技术监督局

发布

中华人民共和国国家标准

空气质量 硫化氢、甲硫醇、甲硫醚和 二甲二硫的测定 气相色谱法

GB/T 14678—93

Air quality—Determination of sulfuretted hydrogen, methyl sulfhydryl,
dimethyl sulfide and dimethyl disulfide
—Gas chromatography

1 适用范围

1.1 本方法适用于恶臭污染源排气和环境空气中硫化氢、甲硫醇、甲硫醚和二甲二硫的同时测定。气相色谱仪的火焰光度检测器(GC-FPD)对四种成分的检出限为 $0.2 \times 10^{-9} \sim 1.0 \times 10^{-9}$ g,当气体样品中四种成分浓度高于 1.0 mg/m^3 时,可取 1~2 mL 气体样品直接注入气相色谱仪分析。对 1 L 气体样品进行浓缩,四种成分的方法检出限分别为 $0.2 \times 10^{-3} \sim 1.0 \times 10^{-3} \text{ mg/m}^3$ 。

2 原理

本方法以经真空处理的 1 L 采气瓶采集无组织排放源恶臭气体或环境空气样品,以聚酯塑料袋采集排气筒内恶臭气体样品。硫化物含量较高的气体样品可直接用注射器取样 1~2 mL,注入安装火焰光度检测器(FPD)的气相色谱仪分析。当直接进样体积中硫化物绝对量低于仪器检出限时,则需以浓缩管在以液氧为致冷剂的低温条件下对 1 L 气体样品中的硫化物进行浓缩,浓缩后将浓缩管连入色谱仪分析系统并加热至 100°C ,使全部浓缩成分流经色谱柱分离,由 FPD 对各种硫化物进行定量分析。在一定浓度范围内,各种硫化物含量的对数与色谱峰高的对数成正比。

3 试剂和材料

3.1 试剂

3.1.1 苯(C_6H_6):分析纯(有毒),经色谱检验无干扰峰。如有干扰峰则需用全玻璃蒸馏器重新蒸馏。

3.1.2 硫化氢(H_2S):纯度大于 99.9%,实验室制备的硫化氢需进行标定。

3.1.3 甲硫醇(CH_3SH):分析纯。

3.1.4 甲硫醚[(CH_3) $_2\text{S}$]:分析纯。

3.1.5 二甲二硫[(CH_3) $_2\text{S}_2$]:分析纯。

3.1.6 磷酸(H_3PO_4):分析纯。

3.1.7 丙酮(CH_3COCH_3):分析纯。

3.1.8 液态氧。

3.2 色谱仪载气和辅助气体

3.2.1 载气:氮气,纯度 99.99%,用装 5A 分子筛净化管净化。

3.2.2 燃烧气:氢气,纯度 99.9%。

3.2.3 助燃气:空气,经活性炭和硅胶过滤。

国家环境保护局 1993-09-18 批准

1994-03-15 实施