



团体标准

T/CSTM 00043.13-2018/ T/CSCP 0016-2017

大气环境腐蚀试验 第 13 部分： 腐蚀试验空气污染物含量监测方法

Atmospheric corrosion test —
Part 13: Monitoring method of air contaminants for corrosion tests

2018-10-16 发布

2019-01-01 实施

中关村材料试验技术联盟 发布

目 次

1 范围.....	1
2 规范性引用文件.....	1
3 术语和定义.....	1
4 暴露场腐蚀物质监测的目标.....	2
5 暴露场腐蚀物质采样的质量保证.....	2
6 气体浓度分析方法.....	3
7 腐蚀物浓度的监测方法编写说明.....	4
8 监测记录和报表.....	4
9 大气暴露场环境空气 二氧化硫浓度检测方法.....	4
10 大气暴露场环境空气 氯化氢浓度检测方法.....	4
11 大气暴露场环境空气 二氧化氮浓度检测方法.....	4
12 大气暴露场环境空气 硫化氢浓度检测方法.....	4
13 大气暴露场环境空气 硫酸盐化速率检测方法.....	4
14 大气暴露场环境空气 氨浓度检测方法.....	4
15 大气暴露场环境空气 海盐粒子浓度检测方法.....	5
16 大气暴露场环境空气 降水检测方法.....	5
17 大气暴露场环境空气 灰尘自然沉降量检测方法.....	5
附录 A（规范性附录）.....	6
附录 B（规范性附录）.....	12
附录 C（规范性附录）.....	14
附录 D（规范性附录）.....	16
附录 F（资料性附录）.....	22
参考文献.....	23

前 言

T/CSTM 00043《大气环境腐蚀试验》分为如下 13 个部分：

- 第 1 部分： 通则
- 第 2 部分： 金属材料暴露腐蚀试验
- 第 3 部分： 保护层材料暴露腐蚀试验
- 第 4 部分： 高分子材料暴露老化试验
- 第 5 部分： 混凝土材料暴露腐蚀试验
- 第 6 部分： 建筑涂层材料暴露腐蚀试验
- 第 7 部分： 建筑防水材料暴露腐蚀试验
- 第 8 部分： 普通玻璃框下加速暴露试验
- 第 9 部分： 控温控湿玻璃框下加速暴露试验
- 第 10 部分： 受力件腐蚀暴露试验
- 第 11 部分： 异种金属偶接件暴露腐蚀试验
- 第 12 部分： 腐蚀试验地面气象因素观测
- 第 13 部分： 腐蚀试验空气污染物含量监测方法

本部分是第 13 部分，是对 T/CSCP 0016-2017《大气环境腐蚀试验空气污染物含量监测方法》标准进行共同修订后，联合发布的标准。

本部分按照 GB/T 1.1-2009 给出的规则起草。

请注意本文件的某些内容有可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本部分由中国材料与试验团体标准委员会（CSTM）和中国腐蚀与防护学会（CSCP）共同提出。

本部分由中国材料与试验团体标准委员会综合标准领域委员会（CSTM/FC 99）归口。

大气环境腐蚀试验 第13部分：腐蚀试验空气污染物含量监测方法

1 范围

本部分规定了大气腐蚀试验空气污染物含量监测方法的术语和定义、暴露场腐蚀物质检测的目标、暴露场腐蚀物质采样的质量保证、气体浓度分析方法、腐蚀物浓度的监测方法编写说明、监测记录和报表、大气暴露场环境空气 二氧化硫浓度检测方法、大气暴露场环境空气 氯化氢浓度检测方法、大气暴露场环境空气 二氧化氮浓度检测方法、大气暴露场环境空气 硫化氢浓度检测方法、大气暴露场环境空气 硫酸盐化速率检测方法、大气暴露场环境空气 氨浓度检测方法、大气暴露场环境空气 海盐离子浓度检测方法、大气暴露场环境空气 降水检测方法和大气暴露场环境空气 灰尘自然沉降量检测方法。

本部分适用于大气环境腐蚀试验空气污染物含量监测方法及结果评定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

- GB/T 10123 金属和合金的腐蚀 基本术语和定义
- GB/T 13580.1 大气降水采样和分析方法总则
- GB/T 13580.2 大气降水样品的采集与保存
- GB/T 13580.4 大气降水pH值的测定 电极法
- GB/T 13580.6 大气降水中硫酸盐测定
- GB/T 13580.9 大气降水中氯化物的测定 硫氰酸汞高铁光度法
- GB/T 14668 空气质量 氨的测定 纳氏试剂比色法
- GB/T 15262 环境空气 二氧化硫的测定 甲醛吸收-副玫瑰苯胺分光光度法
- GB/T 15265 环境空气 降尘的测定 重量法
- GB/T 15435 环境空气 二氧化氮的测定 Saltzman法

3 术语和定义

GB/T 10123 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

腐蚀 corrosion

物质与其所处环境发生交互作用而引起的退化现象。

3.2

污染物 contaminant

通过接触或者混合的方式而导致环境成分不纯净或者产生破坏作用的物质。

3.3

大气腐蚀性 atmospheric corrosivity

在给定的腐蚀体系中大气引起腐蚀的能力。

4 暴露场腐蚀物质采样

4.1 采气速度和采气体积

4.1.1 采气速度

a) 根据暴露场内预测气体浓度情况,选择合适的采气速度。若被测气体浓度较低,该气体与吸收液间的反应速度快,则采气速度快些。

b) 若被测气体浓度较高,该气体与吸收液间的反应速度慢,则采气速度慢些。采气速度可用流量计调节旋钮来调节、控制。在一般情况下,采气速度在0.3~0.5L/min的范围。

4.1.2 采气体积

根据被测地点的预测气体浓度,采集适量的气体样品,暴露场内一般情况下,预测气体的浓度是较低的,另外分析方法的灵敏度是有限的,为使所采气样的浓度能达到分析准确性的要求,通常采集大量的空气,经过浓缩。按目前所使用分析方法,需采集空气30L左右。

4.1.3 计算

根据采气的速度和采气所用时间,计算采气体积。

气体体积=速度×时间

如:速度0.5L/min,采气所用时间50min,则采气体积为25L。并将该气体体积,换算成为标准状态下的体积(V_0),计算方法见式(1)。

$$V_0 = V_t \times \frac{T_0}{T} \times \frac{P}{P_0} = V_t \times \frac{273}{273+t} \times \frac{P}{101.3} \quad (1)$$

式中: V_0 —标准状态下的空气体积,L或 m^3 ;

T_0 —标准状态下的绝对温度,273K;

P_0 —标准状态下的大气压,101.3KPa;

V_t —采样体积换算成标准状况下采样体积,L或 m^3 ;

P —采样时的大气压力,KPa;

t —采样时的温度, $^{\circ}C$ 。

4.2 采气地点和时间

为更好地确定暴露场的环境条件对采气时间及地点的影响,必须严格要求。选择合适的时间、地点。

4.2.1 采气地点

采气时必须在暴露样品相同地点进行,才具代表性。采集气体样品时,必须在暴露场内进行,将采样器置于与样品相同位置和相同高度并在污染源的下风。吸收管口应迎风放置。

4.2.2 采气时间

4.2.2.1 根据暴露场内样品，需经长期地昼夜连续试验的特点，必须确定合理的采气时间，规定用瞬时法分析的每月采气二次，取平均值作为当月气体平均浓度，用连续法分析的规定每月1日上午9时放样，每月1次或2次。

4.2.2.2 采气的阶段性：某气体日浓度，需在当日早上日出前进行第一次采样，随后每隔四小时采气一次。共采集5~6次。以其浓度的平均值定为当日该气体的浓度值。

4.2.2.3 采气的连续性：欲求得某气体的月、季浓度，须在当月、季内，按着测定日浓度的方法进行4~5天，以几天采气，分析所得浓度平均数，定为该气体当月、季的浓度值。

4.2.2.4 采气的长期性：为更好地确定暴露场的环境条件，须进行长期性的采气，分析。

4.2.2.5 采气的特殊性：当暴露场周围建筑物有明显改动、污染源有明显增减或污染物有变化以及天气出现异常现象等类似特殊情况，须及时采气并分析。以掌握特殊情况下气体浓度值。

4.3 吸收剂采样

4.3.1 吸收液采样

使用各种吸收液采样时，首先了解吸收液的性质。采用挥发性吸收液时应将吸收管放在冷水浴中采样，以减少在采样过程吸收液中挥发；在夏天进行长时间采样时，采样过程中水分（或其它溶剂）挥发，应补加水（或其它溶剂）至原有体积，某些被测物吸收在吸收液中后应避光采样。

4.3.2 滤膜采样

4.3.2.1 用滤膜采样具有操作简便，易于保存的优点。但若检查不认真，则会导致错误的结果，故采样前须在光源下认真检查每张滤膜有无针孔、折裂、不均匀、颗粒物或其它缺陷，并用小刷子刷去滤膜表面的颗粒物、碎片等异物。滤膜编号后在规定的温度、湿度下平衡24h后称重。采样时滤膜应用镊子夹入采样夹内，严禁用手直接接触滤膜。采样后取滤膜时应特别注意有无滤膜屑留在采样夹内，一定要将留在采样夹内的滤屑取出，与采样后的滤膜一并称量。

4.3.2.2 对于浸渍试剂的滤膜，除注意上述问题外，还需观察该种滤膜是否由于光、热、湿使其颜色改变或变脆、变形，如果出现这种现象应舍弃。

4.4 采样方式

4.4.1 二氧化氮、硫化氢、氨、硫酸盐化速率、海盐粒子、灰尘自然沉降的测量采用连续采样法。

4.4.2 二氧化硫、氯化氢、雨水 pH 值、雨水硫酸根、雨水氯离子的测量采用瞬时采样法。

4.5 采样的记录

瞬时法采样记录的填写见附表 A.1。

5 气体浓度分析方法

5.1 对于空气中存在的腐蚀性气体浓度的分析，有许多类型和方法，目前暴露场分析方法主要是比色法。比色法是利用被测定物质与某种化学试剂反应生成颜色，再利用颜色的深浅与被测物质浓度有一定比例的关系，作为定量的基础。比色法的灵敏度较高，而又能得到理想效果。目前暴露场主要采用分光光度比色法—采用分光光度计来测量。

5.2 分光光度计是以棱镜的色散作用获得的单色光，透过被测溶液的光线强度，测定消光值，通过计算求得溶液浓度方法。

6 腐蚀物浓度的监测方法

暴露场腐蚀物浓度的监测主要采用瞬时采样法和连续采样法。试验记录表见相应的腐蚀物浓度分析的原始记录表。

6.1 本试验方法所用的化学试剂，除有说明者外，一般均指分析纯，标准溶液的配制必须使用基准试剂或优级纯试剂。

6.2 除有特别注明外，配制试剂和分析操作中所用的水，均为去离子水或蒸馏水。

6.3 “准确称量”指称量准确度达到 0.0001g，“准确量取”指量取准确度达到 0.01mL。

6.4 溶液未表明用何种溶剂配制时均指用水溶液。用液体溶质配制的试剂，其浓度用溶质+溶剂体积表示。如(1+3)盐酸，系指1体积盐酸与3体积水混合而成。

6.5 方法中“空白”一语，系指与试样分析同时进行的不含待测离子的空白试验，且与试样分析中采用的方法及试剂用量完全一致。

6.6 测定结果以空气中腐蚀物气体浓度 (mg/m^3 或 $\text{mg}/100\text{cm}^2$) 的日、月、年平均值表示。

7 监测记录和报表

7.1 校准曲线绘制原始记录表见附表 A.2。

7.2 溶液标定原始记录表见附表A.3。

7.3 腐蚀物浓度监测月报表见附表A.4。

7.4 腐蚀物浓度监测季度报表见附表A.5。

7.5 腐蚀物浓度监测年报表见附表A.6。

8 大气暴露场环境空气 二氧化硫浓度检测方法

二氧化硫浓度检测方法参见 GB/T 15262。

9 大气暴露场环境空气 氯化氢浓度检测方法

硫氰酸汞检测方法参见附录 B。

10 大气暴露场环境空气 二氧化氮浓度检测方法

二氧化氮浓度检测方法参见GB/T 15435。

11 大气暴露场环境空气 硫化氢浓度检测方法

硫化氢浓度检测方法参见附录 C。

12 大气暴露场环境空气 硫酸盐化速率检测方法

硫酸盐化速率检测方法参见附录 D。

13 大气暴露场环境空气 氨浓度检测方法

氨浓度检测方法参见 GB/T 14668。

14 大气暴露场环境空气 海盐粒子浓度检测方法

海盐粒子检测方法参见附录E。

15 大气暴露场环境空气 降水检测方法

降水检测方法参照见GB/T 13580.1、GB/T 13580.2、GB/T 13580.4、GB/T 13580.6、GB/T 13580.9。

16 大气暴露场环境空气 灰尘自然沉降量检测方法

灰尘自然沉降量检测方法参见 GB/T 15265。

CSTM标准公布使用
全国团体标准信息平台

附录 A
(规范性附录)
大气环境腐蚀试验空气污染物含量监测实验记录

表 A.1 大气暴露场环境空气腐蚀物浓度瞬时法采样记录表

腐蚀物名称: 方法依据: 计算公式: $V_0 = V_t \times \frac{273}{273+t} \times \frac{P}{101.3}$ 采样日期: 年 月 日

仪器名称: 大气采仪器 仪器编号: 校准有效日期:

采样号	采样时间(min)		温度 t (°C)	气压 P (Kpa)	流量(L/min)			采集空气		采样中情况记录
	开始	结束			开始 后	结束 前	平均	时间 (min)	体积 V _t (L)	

采样: 校核:

表 A.2 校准曲线绘制原始记录表

曲线名称： 曲线编号： 仪器名称：分光光度计 绘制日期：
 测量项目： 分析方法： 仪器编号： 校准有效日期：

编号	所加入标准溶液体积 (mL)	所加入其它试剂的体积 (mL)				显色时间 (min)	吸光度 (A)	空白值 (A ₀)	A-A ₀	配制校准溶液的含 量 (μg)
0										
1										
2										
3										
4										
5										
6										
7										
8										
9										
10										
备注										

分析：

校核：

表 A.3 溶液标定原始记录表

标定时温度： 标定相对湿度： 标定日期： 年 月 日
 仪器名称： 仪器编号： 仪器校准有效日期：

被标定溶液名称	基准物溶液的体积 V_1 (mL)	基准物溶液名称	基准物溶液浓度 c_1 (mol/L)	指示剂名称	指示剂用量 (mL)	所消耗被标定溶液体积 V_2			被标定溶液的浓度 c_2 (mol/L)	被标定溶液的平均浓度 c (mol/L)
						初始读数 V_{20} (mL)	最终读数 V_{21} (mL)	V_2 (mL)		
备注 计算公式： $C_2 = \frac{C_1 \times V_1}{V_2}$										

标定： 校核：

表 A.5 腐蚀物浓度监测季度报表

年 季度		瞬时法 (mg/m ³)		连续法 (mg/100cm ² ·日)					雨水分析 (mg/m ³)			自然降尘量 (g/m ² ·月)	
月份		二氧化 化硫	氯化 氢	二氧化 化氮	硫化 氢	硫酸 盐化 速率	氨	海盐 粒子	pH 值	硫酸 根离 子	氯离 子	水溶 性	非水 溶性
合计													
平均													

制表:

校核:

CSTM标准公布使用

全国团体标准信息平台

表 A.6 腐蚀物浓度监测年报表

年

月份	瞬时法 (mg/m ³)		连续法 (mg/100cm ² ·日)					雨水分析 (mg/m ³)			自然降尘量 (g/m ² ·月)	
	二氧化 硫	氯化氢	二氧化 氮	硫化氢	硫酸盐 化速率	氨	海盐粒 子	pH 值	硫酸根 离子	氯离子	水溶性	非水 溶性
1												
2												
3												
4												
5												
6												
7												
8												
9												
10												
11												
12												
平均												

制表:

校核:

附录 B
(规范性附录)
硫氰酸汞分光光度法

B.1 原理

氯离子和硫氰酸汞反应，生成难电离的二氯化汞分子，置换出的硫氰酸根与三价铁离子反应，生成橙红色硫氰酸铁络离子，根据颜色深浅，用分光光度法测定。

B.2 试剂

除非另有说明，分析时均使用符合国家标准和分析纯试剂和蒸馏水或同等纯度的水。

B.2.1 吸收液

氢氧化钠溶液 $C(\text{NaOH}) = 0.05\text{mol/L}$

B.2.2 硫氰酸汞-乙醇溶液

称取0.40g硫氰酸汞 ($\text{Hg}(\text{SCN})_2$)，用无水乙醇配成100mL溶液，放置一周后将上清液吸至另一棕色细口瓶中备用。

B.2.3 高氯酸 70~72%。

B.2.4 3.0% (mg/v) 硫酸铁铵溶液

称取3.0g硫酸铁铵，用(1+1.5)高氯酸溶液溶解并稀释至100mL，如浑浊应过滤。

B.2.5 氯化钾标准贮备溶液

称取2.1028g氯化钾(105℃烘干2h)，溶解于水，移入1000mL容量瓶中，用水稀释至标线，此溶液每毫升相当于含1000 μg氯化氢。

B.2.6 氯化钾标准使用液

吸取氯化钾标准贮备溶液5.00mL于500mL容量瓶中，用水稀释至标线，此溶液每毫升含10.0μg氯化氢。

B.3 仪器

B.3.1 大气采样器 流量范围 0~1L/min。采样前进行气密性检查和流量校准。

B.3.2 玻砂吸收管 10mL 或气泡吸收管 10mL。

B.3.3 721 分光光度计 (可见光波长 380~780nm)。

B.3.4 具塞比色管 10mL。

B.3.5 电子分析天平。

B.4 采样及样品保存

用内装5mL吸收液的气泡吸收管 (或玻砂吸收管)，以0.5L/min流量，采样60min。

B.5 分析步骤

B.5.1 校准曲线的绘制

取8支10mL具塞比色管，按下表B.1配制校准溶液系列：

表B.1 氯化氢校准溶液系列

管号	0	1	2	3	4	5	6	7
氯化钾标准使用溶液, mL	0	0.20	0.40	0.60	0.80	1.00	1.50	2.00

蒸馏水, mL	5.00	4.80	4.60	4.40	4.20	4.00	3.50	3.00
氯化氢含量, μg	0	2.0	4.0	6.0	8.0	10.0	15.0	20.0

在各管中加3.0%硫酸铁铵溶液2.00mL,混匀,加硫氰酸汞-乙醇溶液1.00mL,混匀。在室温下放置20min。用2cm比色皿,于波长460nm处,以水为参比,测定吸光度。以吸光度对氯化氢含量(μg),绘制标准曲线。

B.5.2 样品测定

将采样后吸收管中的样品溶液移入5mL比色管中,用少量吸收液洗涤吸收管,洗涤液并入比色管,稀释至5mL标线,摇匀。以下步骤同标准曲线的绘制,通过标准曲线查得样品管中氯化氢含量。

B.6 结果表示

计算公式:

$$\text{氯化氢浓度 } C \text{ (mg/m}^3\text{)} = \frac{W}{V_0} \quad (3)$$

式中:W—样品管中氯化氢含量(mg);

V_0 —换算成标准状态下采气体积(L)。

B.7 说明

B.7.1 试剂空白液吸光度较高而且不稳定,应多次测定其吸光度,在获得稳定数值后,再绘制标准曲线及测定样品。

B.7.2 用过的吸收管、比色管等,将溶液倒出后,直接用重蒸蒸馏水或去离子水洗涤,不要用自来水洗涤,以防氯化物沾污,在操作过程中应注意防尘。

附录 C
(规范性附录)
硫化物的测定 碘量法

C.1 原理

硫化物在酸性条件下,与过量的碘作用,剩余的碘用硫代硫酸钠溶液滴定,根据硫代硫酸钠溶液所消耗的量,间接求出硫化物含量。

C.2 试剂

C.2.1 1mol/L 乙酸锌溶液:溶解 220g 乙酸锌[Zn(CH₃COO)₂·2H₂O]与蒸馏水中,并用蒸馏水稀释至 1000mL。

C.2.2 淀粉指示液: 10g/L。

C.2.3 硫酸溶液: 1+5。

C.2.4 0.05mol/L 硫代硫酸钠标准溶液:称取12.4g硫代硫酸钠(Na₂S₂O₃·5H₂O)溶于蒸馏水中,并稀释至 1000mL,加入0.2g无水碳酸钠,保存于棕色瓶中。

标定:向 250mL 碘量瓶内,加入 1g 碘化钾及 50mL,加入重铬酸钾标准溶液 [$\frac{1}{6}$ K₂Cr₂O₇]=0.05mol/L]10.00mL,加入 1+5 硫酸 5mL,密塞混匀,置暗处静置 5min,用待标定的硫代硫酸钠标准溶液滴定至溶液呈淡黄色,加入 1mL 淀粉指示液,继续滴定至蓝色刚好消失,记录标准液用量(同时作空白滴定)硫代硫酸钠标准溶液的浓度按公式(4)计算。

$$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 15.00 \times 0.05 / (V_1 - V_2) \quad (4)$$

式中: V₁—滴定重铬酸钾标准溶液消耗硫代硫酸钠标准溶液体积(mL);

V₂—滴定空白溶液消耗硫代硫酸钠标准溶液体积(mL);

0.05—重铬酸钾标准溶液的浓度(mol/L)。

C.3 仪器

C.3.1 250mL 碘量瓶;

C.3.2 中速定量滤纸或玻璃纤维滤膜;

C.3.3 25mL或50mL 滴定管(棕色)。

C.4 仪器

在采集时应防止曝气,并加入一定量的乙酸锌溶液和适量氢氧化钠溶液,使呈碱性并生成硫化锌沉淀。通常 1L 水样中加入 2mol/L [1/27 Zn(Ac)₂]的乙酸锌溶液 2mL,硫化物含量高时,可酌情多加直至沉淀完全为止,水样充满瓶后立即密塞保存。

C.5 操作步骤

C.5.1 将硫化锌沉淀连同滤纸转入 250mL 碘量瓶中,用玻璃棒搅碎,加 100mL 水及 10.0mL 碘标准溶液(0.01mol/L),5mL 硫酸溶液(B.2.3),密塞混匀,暗处放置 5min,用硫代硫酸钠标准溶液确定至溶液呈淡蓝色时,加入 1mL 淀粉指示液,继续滴定至蓝色刚好消失,记录用量,同时做空白试验。

B.5.2 水样若经酸化吹气预处理,则可在盛有吸收液的原碘量瓶中,同上加入试剂进行测定。

C.6 结果计算

结果公式（5）计算。

$$C_{\text{硫化物}}(\text{S}^{2-}, \text{mg/L}) = (V_0 - V_1)c_1 \times 16.03 \times \frac{1000}{V} \quad (5)$$

式中：V₀—空白试验中，硫代硫酸钠标准溶液用量（mL）；

V₁—水样滴定时，硫代硫酸钠标准溶液用量（mL）；

V—水样体积（mL）；

16.03—硫离子（1/2S²⁻）摩尔质量（g/mol）；

c₁—硫代硫酸钠标准溶液浓度（mol/L）。

注意事项：当加入碘液和硫酸后溶液为无色，说明硫化物含量较高，应补加适量碘标准溶液，使呈淡黄棕色。空白试验亦应加入相同量的碘标准溶液。

CSTM标准公布使用

全国团体标准信息平台

附录 D (规范性附录)

硫酸盐化速率检测方法 碱片—重量法

D.1 原理

用碳酸钾溶液浸演过的玻璃纤维滤纸，暴露于空气中，与气态含硫化合物（如二氧化硫）发生反应，生成的硫酸盐，用重量法测定。

D.2 试剂

D.2.1 300g/L碳酸钾溶液：称量75g无水碳酸钾，溶于水中，加入7mL甘油，再用水稀释至250mL。贮于具有橡皮塞的试剂瓶中。

D.2.2 0.4 mol/L盐酸溶液：量取33mL浓盐酸，用水稀释至1L。

D.2.3 100g/L氯化钡溶液。

D.2.4 10g/L硝酸银溶液。

D.2.5 乙二胺四乙酸二钠-氨溶液：称量7g乙二胺四乙酸而铵盐，溶于水中，加入5mL氨水，再加水稀释至1L。

D.2.6 (1+4) 盐酸溶液。

D.2.7 碱片的制备：将玻璃纤维滤纸剪成直径为70mm的圆片，毛面向上，平放于150mL烧杯中，用吸管均匀滴加1mL 300g/L碳酸钾溶液于圆片滤纸上，使溶液在滤纸上扩散。然后，置于60℃烘干，贮于干燥器内备用。制备碱片时，滴加300g/L碳酸钾溶液在圆片滤纸上，必须扩散浸渍均匀，不得出现空白。使用时，将碱片毛面向外，放入塑料皿采样夹中，用塑料垫圈压好边缘，装入塑料袋中携至采样现场。

D.3 仪器

D.3.1 悬挂式塑料皿采样夹：塑料皿是用三个活动螺钉的采样夹固定，如图D.1所示。圆环内径80mm，高28mm，方板长宽均为120mm。塑料皿为聚乙烯塑料瓶盖，内径72mm。所用的压托碱片为不锈钢丝环（直径1mm）。

D.3.2 玻璃纤维滤纸：49型。

D.3.3 玻璃砂芯坩埚：G4型。

D.3.4 分析天平：精度0.1mg。

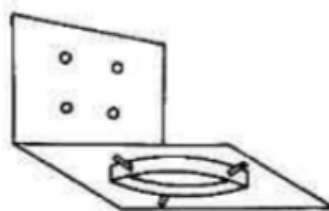


图1 悬挂式塑料皿采样夹

D.4 采样

将装有碱片的悬挂式塑料皿采样夹（注意应碱片毛面向外），平放挂在离地面高度5m~10m的欲测地点暴露采样。记录放样和收样时间、地点及碱片号。采样后，收回采样夹装入原袋中，送回实验室分析。

D.5 操作步骤

D.5.1 从袋中取出塑料皿采样夹，取整张碱片滤纸，放入100mL烧杯中，逐滴加入20mL 0.4mol/L盐酸溶液。待二氧化碳完全逸出后，将碱片捣碎，置烧杯于80℃~90℃水浴内2~3min。用中速定量滤纸将上清液过滤入150mL烧杯内，过滤时注意不让碎片进入漏斗。用热水洗涤碎片数次，收集滤液60mL~100mL。再将烧杯置于沸水浴上浓缩至40mL左右（当气态含硫化合物浓度高时，体积可为60mL~80mL）。浓缩后的滤液，在加热下不断搅拌，逐滴加入预先已加热的100g/L氯化钡溶液，直至生成硫酸钡沉淀为止，并多加1~2滴。将烧杯再放置80℃~90℃的水浴内，盖以表面皿，加热30min。取下烧杯、放置2h。将硫酸钡沉淀全部移入已恒重的玻璃砂芯坩埚中抽滤，用热水和淀帚洗涤杯壁上的沉淀并入坩埚内，洗涤数次，直至滤液滴加10g/L硝酸银溶液不发生浑浊为止。

D.5.2 将有沉淀物的坩埚置于(105±5)℃烘箱内干燥1.5h后，取出后放入干燥器内冷却40min。在分析天平上称量。再次烘烤，称量直至质量恒定，两次称重相差不应超过0.4mg。带沉淀物的坩埚*称量结果减去空坩埚称量结果即为硫酸钡质量。

D.5.3 在每批样品测定的同时，取未采样的滤纸碱片2~3片，按相同操作步骤，作试剂空白测定。

(*用过的玻璃砂芯坩埚应及时用水冲洗出其中的沉淀物，并先用温热的乙二胺四乙二钠氨溶液浸洗，再用(1+4)盐酸溶液浸洗，然后用水抽滤，仔细洗净，烘干备用。)

D.6 结果计算

$$C=(W_2 - W_1) \times \frac{34.3}{S \cdot n} \quad (6)$$

式中：C—空气中硫酸盐化速率，mg(SO₃)/(100cm²碱片)·d；

W₂—样品碱片中测得的硫酸钡质量，mg；

W₁—空白碱片中测得的硫酸钡质量，mg；

S—碱片面积 3.14×(2.5)²，cm²；

n—碱片在空气中放置日数，准确至 2.4h；

34.3—三氧化硫与硫酸钡分子量比值。

D.6 说明

D.6.1 本法在二氧化铅法的基础上，用碱片取代二氧化铅管，减少用有毒的二氧化铅。碱片-重量法操作简便、试剂毒性低。两法对比实验证明，两种方法测定的结果相关性甚好。

D.6.2 为减少大气湿度对测定的影响。在300g/L碳酸钾浸渍液中加入少量甘油。

附录 E (规范性附录)

海盐离子检测方法 硫氰酸汞分光光度法

E.1 原理

样品溶液中的氯离子和硫氰酸汞反应，生成难电离的二氯化汞分子，置换出的硫酸根与三价铁离子反应，生成橙红色硫氰酸铁络离子，根据颜色深浅用分光光度法测定。

E.2 仪器

E.2.1 分光光度计：2cm 比色皿。

E.2.2 具塞比色管：10mL

E.2.3 采样装置

E.2.3.1 采样管：用硬质玻璃、聚乙烯或氟树脂材料，具有适当尺寸的管料，并附有可加热至 100℃ 以上的保温材料。

E.2.3.2 滤膜夹：其尺寸与滤膜相配。

E.2.3.3 气泡吸收管：10mL。

E.2.3.4 多孔玻板吸收瓶：50mL。

E.2.3.5 采样仪器

E.2.3.5.1 引气管：聚乙烯、聚四氟乙烯软管、头部接一玻璃漏斗。

E.2.3.5.2 样品吸收装置：10~25mL 多孔玻板吸收管。

E.2.3.5.3 用于控制和计量采样流量，主要部件应包括：

a) 干燥器：为了保护流量计和抽气泵，并使气体干燥。干燥器容积应不少于 200mL，干燥剂可用变色硅胶或其他相应的干燥剂。

b) 温度计：测量通过转子流量计或累计流量计的其他温度，可用水银温度计或其他型式的温度计。其精确度不应低于 2.5%，温度范围 10~60℃，最小分度值不大于 2℃。

c) 真空压力表：测量通过转子流量计或累计流量计的气体压力，其精度不应低于 4%。

d) 转子流量计：控制和计量采气流量，当用多孔筛板吸收瓶时，流量范围为 0~1.5L/min，当用其他型式的吸收瓶时，流量计流量范围与吸收瓶最佳采样流量相匹配，精度不应低于 2.5%。

e) 累计流量计：用于计量总的采样体积，精度不应低于 2.5%。

f) 流量调节装置：用针形阀门调节采样流量。流量波动应保持在 ±10% 以内。

E.2.3.5.4 抽气泵：采样动力，可用隔膜泵或旋片式抽气泵，抽气能力应能克服采样系统阻力。当流量计装置放在抽气泵出口端时，抽气泵不应漏气。

E.2.3.5.5 连接管：硅橡胶管或内衬聚四氟乙烯薄膜的乳胶管。

E.2.4 注射器 100mL

E.2.5 皂膜流量计

E.3 试剂

除另有说明外，分析时均使用符合国家标准的分析纯试剂和去离子水。

E.3.1 0.04% (m/V) 硫氰酸汞—乙醇溶液：称取 0.04g 硫氰酸汞，用无水乙醇配成 100mL 溶液，放置一周后将上清液吸至另一棕色细口瓶中备用。

E.3.2 40% (V/V) 高氯酸溶液：用量筒量取高氯酸 ($\rho=1.68$) 50mL，缓慢倒入 75mL 水中，搅拌均匀后装入干净的试剂瓶中。

E.3.3 3.0% (m/V) 硫酸铁铵溶液：称取 3.0g 硫酸铁铵 ($(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$)，用高氯酸溶液稀释至

100mL，如浑浊应过滤。

E.3.4 0.2% (m/V) 氢氧化钠吸收液，称取氢氧化钠 2.0g，溶解于 1000mL 水中。

E.3.5 氯化钾标准贮备液：称取 2.045g 氯化钾（优级纯，于 110℃ 烘干 2h），溶解于水，移入 1000mL 容量瓶中，用 0.2% 氢氧化钠吸收液稀释至标线，摇匀。此溶液每毫升相当于含 1000 μ g 氯化钾。

E.3.6 氯化钾标准使用液：移取 10.00mL 氯化钾标准贮备液于 1000mL 容量瓶中，用 0.2% 氢氧化钠吸收液稀释至标线，摇匀。此溶液每毫升相当于含 10.0 μ g 氯化钾。

E.3.7 乙酸纤维微孔滤膜：0.3 μ m。

E.4 采样

E.4.1 采样装置和采样点

按以下规定确定无组织排放点的检测位置，或按其它方面的要求确定采样点。

E.4.1.1 单位周界监测点的设置方法：

E.4.1.1.1 监控点应设置在周界外 10m 范围内，但若现场条件不允许，可将监测点移至移至周界内侧。

E.4.1.1.2 监控点应设置在周界浓度最高点。若经估测预算无组织排放最大落地浓度超出 10m 范围，可将监控点移至该区域内设置。

E.4.1.1.3 为了确定浓度最高点，实际监控点最多可设置四个，其高度范围为 1.5~15m。

E.4.1.1.4 当有明显的风向和风速时，可参考图 D.1 设点。

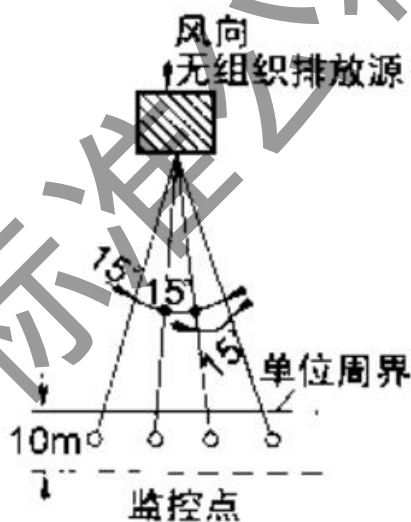


图 D.1 单位周界设置监测点示意图

E.4.1.1.5 如无明显风向和风速时，可根据情况于可能的浓度最高处设点。

E.4.1.2 排放源上、下风向设置参照点与监控点的方法：

E.4.1.2.1 于无组织排放源的上风向设置参照点、下风向设置监控点。

E.4.1.2.2 监控点应设置下风向的浓度最高点，不受单位界限的限制。

E.4.1.2.3 为了确定浓度最高点，实际监控点最多可设置四个，其高度范围为 1.5m~15m。

E.4.1.2.4 参照点应以不受被测无组织排放源影响为原则，只设一个参照点。

E.4.1.2.5 参照点与监控点距无组织排放源的距离不得少于 2m。

E.4.1.2.6 当有明显的风向和风速时，可参考图 D.2 设点。

E.4.1.2.7 按上述方案的检测结果，以四个监控点的最高浓度最高点测值与参照点浓度之差计算。

E.4.2 环境样品采集

将 0.3 μ m 的滤膜装置在滤膜夹内，后面串联两支各装 5mL 吸收液的吸收管，以 1L/min 流量采气

30min~60min。长时间采样，需适当补充蒸发的吸收液。

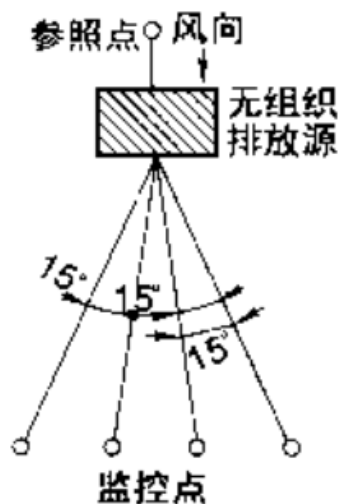


图 D.2 排放源上、下风向设置参照点与监控点示意图

E.4.3 样品保存

如果样品采集后不能当天测定，应将样品密封后置于冰箱 2℃~5℃ 保存，保存期不得超过 48h。

E.5 步骤

E.5.1 标准曲线的绘制

E.5.1.1 取八支 10mL 干燥的具塞比色管，按表 D.1 配置标准系列。

表 D.1 氯化钾标准系列

管号	0	1	2	3	4	5	6	7
氯化钾标准使用液 (mL)	0	0.20	0.40	0.60	0.80	1.00	1.50	2.00
氯化钠含量 (μg)	0	3.2	6.4	9.6	12.8	16.0	24.0	30.0

E.5.1.2 显色，在上述各管中加入 3.0% 硫酸铁铵溶液 2.00mL，混匀，加硫氰酸汞铵—乙醇溶液 1.00mL，混匀。在室温下放置 20min~30min。用 2cm 比色皿，于波长 460nm 处，以水为参比，测定吸光度。将标准溶液测得的吸光度扣除试剂空白（零浓度）的吸光度，便得到校正吸光度 y，以校正吸光度 y 对氯化氢含量 (μg)，建立回归方程 (y=bx+a) 或绘制标准曲线。

E.5.2 样品测定

采样后将第一、第二支吸收管中的样品溶液分别移入两支 10mL 干燥的具塞比色管中，用少量吸收液洗涤吸收管，洗涤液并入比色管，稀释至 10mL，摇匀。从各管吸取适量溶液于另两支比色管中，下一步骤同标准曲线的绘制。

E.6 计算

$$\text{氯化钠 (NaCl, mg/m}^3\text{)} = \left(\frac{W_1}{W_2} + \frac{V_1}{V_2} \right) \times \frac{V_t}{V_{nd}}$$

式中：W₁, W₂—分别为第一、第二支吸收管所取样品溶液中氯化钠含量，μg；

V₁, V₂—测定时从第一、第二支吸收管所取得溶液的体积，mL；

V₁—定容体积，mL；

V_{nd}—标准状态下 (0℃, 101.325kPa) 的采样体积，L。

E.7 说明

E.7.1 方法的精密度：五个实验室分别测定浓度为 $28\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准样品，方法的重复性标准偏差为 $0.45\mu\text{g}/8\text{mL}$ ，重复性相对标准偏差为 1.6%，充分性为 $1.3\mu\text{g}/8\text{mL}$ ；方法的再现性标准偏差为 $0.60\mu\text{g}/8\text{mL}$ ，再现性相对标准偏差为 2.1%，再现性为 $1.7\mu\text{g}/8\text{mL}$ 。

E.7.2 方法的精密度：五个实验室分别测定浓度为 $28\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准样品，测定结果的中平均值为 $27.5\mu\text{g}/8\text{mL}$ ，总平均值的相对误差及置信区间范围为 $1.30\% \pm 1.42\%$ ，加标回收率总平均值及置信区间为 $96.7\% \pm 5.4\%$ 。

E.7.3 空白液吸光度较高主要是由于分析时所用的试剂及去离子水均含有微量 Cl^- 所致。

E.7.4 在采集环境空气样品时，滤膜夹与第一吸收管，第一吸收管与第二吸收管之间不可用乳胶管连接，应采用聚四氟乙烯或聚乙烯塑料管以内接外套法连接，即将塑料管插入滤膜夹出口及吸收管关口，用聚四氟乙烯胶带缠好，接口处再套一小段硅橡胶管。

E.7.5 用过的吸收瓶和具塞比色管、连接管等将溶液导出后，直接用去离子水洗涤，不要用自来水洗涤。在操作过程中应注意防尘，手指不要触摸吸收管口。

E.7.6 采样分析时，样品溶液、标准溶液和空白溶液

E.7.7 试剂空白液吸光度较高而且而且不够稳定时，应多次测定其吸光度，在获得稳定数值后，再回执标准曲线及测定样品。

附录 F
(资料性附录)

本标准主要起草单位：北京科技大学。

本标准参加起草单位：中国科学院金属研究所、武汉材料保护研究所、中国电器科学研究院有限公司、钢铁研究总院、中国兵器工业第五九研究所、北京航空材料研究院、国营第二九八厂。

本标准主要起草人：李晓刚、张三平、王振尧、韩冰、肖勇、蒋荃、张晓芸、刘建、杜翠薇、高瑾、董超芳、杨朝晖、王俊、肖葵、刘智勇、程学群、汪崧、卢琳、孙志华、刘玉军、张波、丁国清、安江峰、郑鹏华、吴军、马宏驰、刘超、马菱薇。

CSTM标准公布使用
全国团体标准信息平台

参 考 文 献

- [1] GB/T 19292.3 金属和合金的腐蚀 大气腐蚀性 污染物的测量
- [2] ANSI/ISA-S 71.04 加工、测量和控制系统的状况：空气中的污染物
- [3] 国家环境保护总局，空气和废气检测分析方法编委会. 空气和废气检测分析方法（第四版）. 中国环境出版社，2003.

全国团体标准信息平台

CSTM标准公布使用

全国团体标准信息平台