

中华人民共和国国家环境保护标准

HJ 919-2017

环境空气 挥发性有机物的测定 便携式傅里叶红外仪法

Ambient air—Determination of volatile organic compounds—Portable fourier infrared spectrometer method

(发布稿)

本电子版为发布稿。请以中国环境出版社出版的正式标准文本为准。

2017-12-28 发布

2018-04-01 实施

目 次

前	言			ii
1	适用剂	古围		1
2	规范性	生引用文件		1
3	方法原	泵理		1
4	干扰和	和消除		1
5	试剂和	印材料		1
6	仪器和	印设备		2
7	样品			2
8	分析力	步骤		3
9	结果计	十算与表示		3
10	精密	度和准确度		4
11	质量	保证和质量控制		4
12	注意	事项		4
附	录 A	(规范性附录)	方法检出限和测定下限	5
附	录 B	(资料性附录)	8 种挥发性有机物的特征红外振动频率	6
附	录 C	(资料性附录)	8种挥发性有机物标准物质的傅里叶红外吸收光谱图	7
附	录 D	(资料性附录)	精密度和准确度	11

前言

为贯彻《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,规范环境空气中挥发性有机物测定的便携式傅里叶红外仪法,制定本标准。

本标准规定了测定环境空气中丙烷、乙烯、丙烯、乙炔、苯、甲苯、乙苯、苯乙烯等8 种挥发性有机物的便携式傅里叶红外仪法。

本标准附录A为规范性附录,附录B~附录D为资料性附录。

本标准为首次发布。

本标准由环境保护部环境监测司和科技标准司组织制订。

本标准起草单位: 江苏省环境监测中心。

本标准验证单位: 江苏省环境监测中心、扬州市环境监测中心站、苏州市环境监测中心站、泰州市环境监测中心站、连云港市环境监测中心站和江阴市环境监测站。

本标准环境保护部2017年12月28日批准。

本标准自2018年4月1日起实施。

本标准由环境保护部解释。

环境空气 挥发性有机物的测定 便携式傅里叶红外仪法

1 适用范围

本标准规定了测定环境空气中挥发性有机物的便携式傅里叶红外仪法。

本标准为定性半定量方法,适用于环境空气中丙烷、乙烯、丙烯、乙炔、苯、甲苯、乙苯、苯乙烯等 8 种挥发性有机物在互不干扰情况下的突发环境事件应急监测。其他挥发性有机物若通过验证也可用本方法测定。

本方法检出限和测定下限见附录 A。

2 规范性引用文件

本标准引用了下列文件或其中的条款。凡是不注日期的引用文件,其有效版本适用于本标准。

HJ 589 突发环境事件应急监测技术规范

3 方法原理

当波长连续变化的红外光照射被测目标化合物分子时,与分子固有振动频率相同的特定 波长的红外光被吸收,将照射分子的红外光用单色器色散,按其波数依序排列,并测定不同 波数被吸收的强度,得到红外吸收光谱。根据样品的红外吸收光谱与标准物质的拟合程度定 性,根据特征吸收峰的强度半定量。

4 干扰和消除

- **4.1** 混合样品中某一组分浓度相对其他组分过高,该组分过宽的吸收峰基部会对其他组分的分析产生干扰。
- **4.2** 当混合样品中两种或多种组分的红外光谱吸收峰出现相互重合时,会对分析结果产生于扰。
- 4.3 当空气相对湿度大于 85%时,样品中的过量水分会对分析结果造成干扰,可使用除湿 装置或其他等效方式,降低空气中的湿度。
- **4.4** 当样品中含尘量较大时,会污染仪器管路和分析单元,对分析结果产生干扰,须在采样管前安装防尘滤芯(5.2)。

5 试剂和材料

- 5.1 高纯氮气:纯度≥99.999%。
- 5.2 防尘滤芯:玻璃纤维或其他不吸附挥发性有机物的材质,孔径≤2 μm。

5.3 聚四氟乙烯气路管。

6 仪器和设备

6.1 便携式傅里叶红外仪

光谱范围: 包含 900~4000 cm⁻¹; 光谱分辨率: 不大于 16 cm⁻¹; 光程长度: 不小于 1 m。 仪器结构示意图见图 1。

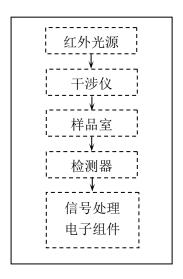


图 1 仪器结构示意图

6.2 辅助设备

- 6.2.1 蓄电池。
- 6.2.2 温度计。
- 6.2.3 大气压计。
- 6.2.4 湿度计。
- 6.2.5 采样除湿装置:不吸附挥发性有机物,能将气体样品相对湿度降低到85%以下的装置(如半导体制冷器、压缩机制冷器、液氮制冷器等)。

7 样品

7.1 采样前准备

- 7.1.1 在仪器进气口前安装聚四氟乙烯气路管 (5.3)、防尘滤芯 (5.2) 和采样除湿装置 (6.2.5), 并保证气路气密性完好。
- 7.1.2 准备蓄电池,确保电量充足。
- 7.1.3 使用高纯氮气(5.1)对气路管和仪器气室进行清洗。
- 7.1.4 检查仪器的工作状态,确保光源强度、干涉图高度、样品室温度等参数达到测试要求(参考仪器说明书)。
- 7.1.5 用高纯氮气(5.1)对仪器进行零点校准,保存背景谱图。

7.1.6 基于采样泵流量和样品室容积合理计算并设置采样时间,保证气样能够充满样品室。

7.2 样品采集

- 7.2.1 采样布点与现场监测要求参照 HJ 589 的相关规定执行。
- 7.2.2 启动采样泵,采集待测气体样品,待气样充满样品室后结束采样。
- 7.2.3 为增加样品采集和分析结果的代表性,每次分析至少连续采集 5 个样品,选择其中测定值最高的作为最终结果报出。
- 7.2.4 样品分析完成后,用高纯氮气(5.1)对气室进行清洗。

8 分析步骤

8.1 背景扣除

打开样品傅里叶红外吸收光谱文件,通过工作软件扣除水和二氧化碳的干扰,再进行样 品谱图分析。

8.2 定性分析

通过工作软件对样品中目标化合物和标准谱图库中的定量标准物质吸收光谱图进行自 动匹配,根据匹配结果拟合度的高低,进一步进行人工谱图分析比对,最终得出定性分析结果。

化合物的特征红外振动频率参见附录 B; 8 种挥发性有机物标准物质的傅里叶红外吸收 光谱图参见附录 C。

8.3 定量分析

根据样品谱图定性分析结果,可通过工作软件自动计算样品中挥发性有机物的半定量结果。

9 结果计算与表示

9.1 结果计算

仪器定量结果以标准状态下样品的质量浓度表示。

当仪器显示单位为 μ mol/mol 时,按式(1)换算成标准状态(273.15K,101.325kPa)下的质量浓度。

$$\rho = \varphi \times \frac{M}{22.4} \tag{1}$$

式中: ρ ——目标化合物质量浓度, mg/m³;

φ——目标化合物体积比浓度, μ mol/mol (10-6);

M——目标化合物的摩尔质量,g/mol;

22.4——标准状态(273.15K, 101.325kPa)下,气态分子的摩尔体积,L/mol。

9.2 结果表示

结果的小数点后位数与方法检出限一致,最多保留3位有效数字。

10 精密度和准确度

六家实验室分别对 2 种不同浓度的丙烷、乙烯、丙烯、乙炔、苯、甲苯、乙苯、苯乙烯 等 8 种气样进行了 6 次重复测定,实验室内和实验室间的精密度和准确度结果详见附录 D。

11 质量保证和质量控制

11.1 零点校准

采样分析前必须进行使用高纯氮气(5.1)进行零点校准,得出并保存背景光谱图,空 白样的谱图中待测物不得检出。

11.2 仪器设备的量值溯源和维护

为了保证测定结果的准确性,使用标准物质进行量值溯源; 1~2 年对仪器性能进行 1 次校准,每年对仪器进行 1 次水分的校准。当仪器重要零部件经过维修或更换后,需返厂进行重新标定。

12 注意事项

- **12.1** 采样分析时,保证仪器的光源强度、干涉图高度、样品室温度等各项参数稳定,同时确认环境的温度、湿度以及含尘量等条件是否符合要求。
- **12.2** 若开机后发现仪器的干涉图高度一直比较低,应用高纯氮气对检测器和背景气室进行冲洗;对检测器的冲洗,需注意控制氮气流速。
- **12.3** 样品采集前后采样器管路和样品室要用氮气进行清洗,尤其是监测浓度较高或具有腐蚀性的气体后要进行充分的清洗。
- 12.4 每次采样前应更换防尘滤芯,防止交叉污染。
- 12.5 样品采集过程中要保证电源连续稳定供电。用蓄电池供电时,工作时间大于 20 min 以上时,要随时观察仪器的光源强度、干涉图高度等参数是否正常,以防得到错误的结果。

附录 A (规范性附录)

方法检出限和测定下限

表 A.1 中给出了本方法的检出限和测定下限。

表 A.1 方法检出限和测定下限

化合物名称	分子式	检出限 (mg/m³)	测定下限(mg/m³)	
丙烷	C ₃ H ₈	0.3	1.2	
乙烯	C ₂ H ₄	1	4	
丙烯	C ₃ H ₆	0.8	3.2	
乙炔	C_2H_2	0.3	1.2	
苯	C ₆ H ₆	2	8	
甲苯	C7H8	2	8	
乙苯	C ₈ H ₁₀	2	8	
苯乙烯	C ₈ H ₈	2	8	

注: 表中各化合物的检出限为高纯氮气及单组份标准物质测定条件下的测试结果。

附录 B

(资料性附录)

8 种挥发性有机物的特征红外振动频率

表 B.1 中给出了 8 种挥发性有机物的特征红外振动频率。

表 B.1 8 种挥发性有机物的特征红外振动频率

化合物名称	红外特征振动频率(cm ⁻¹)
丙烷	1310-1560, 2800-3100
乙烯	800-1130, 2929-3250
丙烯	810-1057, 1600-1690, 2277-2393, 2800-3170
乙炔	1250-1412, 3180-3380
苯	995-1073, 1443-1551, 3000-3130
甲苯	1366—1652, 2833—3150
乙苯	980-1980, 2800-3150
苯乙烯	870—1130, 2950—3180

附录 C (资料性附录)

8 种挥发性有机物标准物质的傅里叶红外吸收光谱图

图 C.1~C.8 给出了 8 种挥发性有机物不同浓度标准物质的傅里叶红外吸收光谱图。

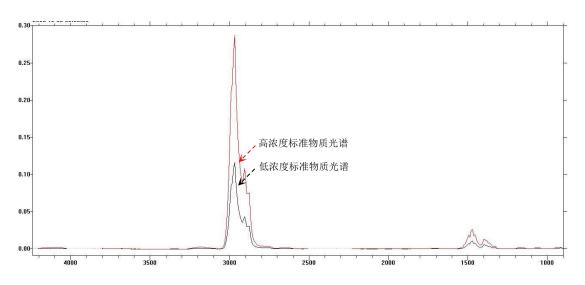


图 C.1 不同浓度丙烷标准物质的傅里叶红外吸收光谱图

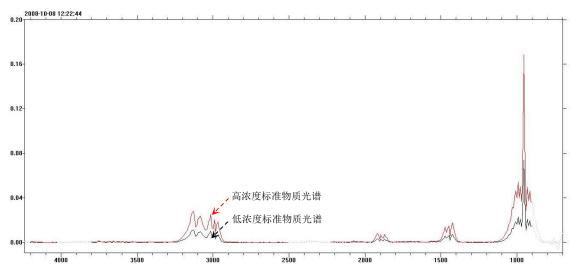


图 C.2 不同浓度乙烯标准物质的傅里叶红外吸收光谱图

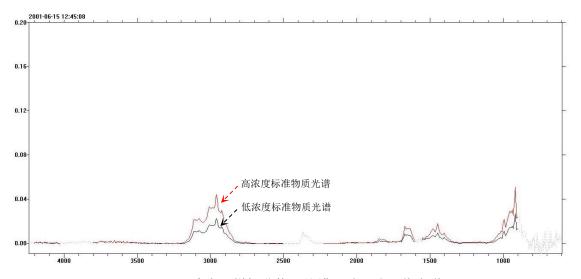


图 C.3 不同浓度丙烯标准物质的傅里叶红外吸收光谱图

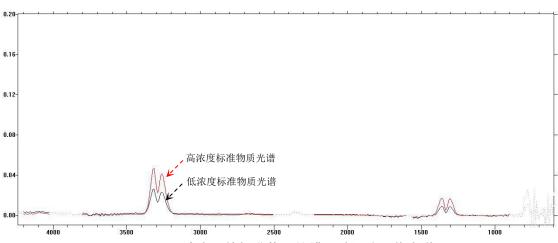


图 C.4 不同浓度乙炔标准物质的傅里叶红外吸收光谱图

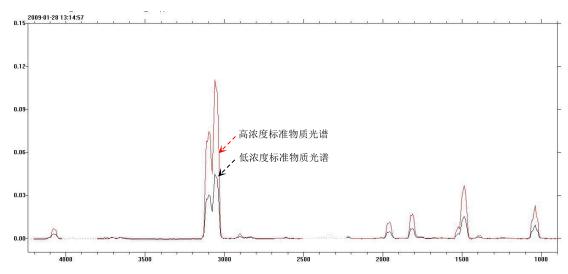


图 C.5 不同浓度苯标准物质的傅里叶红外吸收光谱图

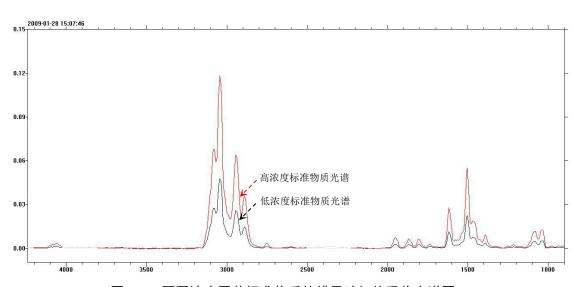


图 C.6 不同浓度甲苯标准物质的傅里叶红外吸收光谱图

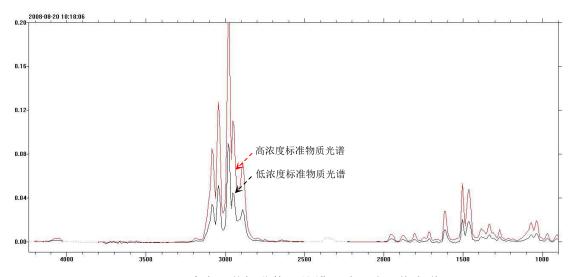


图 C.7 不同浓度乙苯标准物质的傅里叶红外吸收光谱图

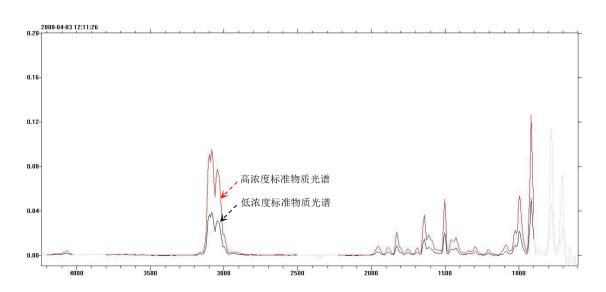


图 C.8 不同浓度苯乙烯标准物质的傅里叶红外吸收光谱图

附录 D (资料性附录) 精密度和准确度

表 D.1 中给出了本方法的重复性限和再现性限等精密度和准确度指标。

表 D.1 方法精密度和准确度

序	化合物	样品浓度	实验室内相对	实验室间相对	重复性限	再现性限 R	相对误差	相对误差
号	名称	(mg/m³)	标准偏差(%)	标准偏差(%)	r (mg/m³)	(mg/m^3)	(%)	最终值(%)
1	丙烷	10.0	0.3~1.0	3.3	0.2	1.0	-0.7~8.4	4.4±6.9
		29.5	0.1~0.6	2.5	0.3	2.2	-0.7~5.5	2.4±5.3
2	乙烯	6.2	0.5~5.6	6.5	1	2	-1.3~16	3.8±13
		18.9	0.3~5.0	4.9	1	3	-5.1~9.3	2.1±9.7
3	丙烯	9.19	0.9~2.6	1.3	0.4	0.5	0.3~3.6	1.5±2.7
3		28.5	0.3~3.6	3.7	1.2	3.2	-4.1~6.9	0.8±7.4
4	乙炔	5.79	0.4~1.6	1.7	0.2	0.3	-1.3~3.2	0.5±3.6
4		17.6	0.2~1.4	3.3	0.3	1.6	-2.3~6.7	0.3 ± 6.4
5	苯	17.0	0.7~2.4	4.9	1	2	-12~2.5	-2.5±9.6
		53.6	0.5~2.0	3.5	2	5	-5.5~2.9	-1.0±7.0
6	甲苯	19.1	0.9~2.6	3.9	1	2	-3.0~7.3	-0.4±7.7
		60.4	0.4~3.6	6.4	3	11	-12~7.1	-2.2±13
7	乙苯	21.0	0.9~2.2	3.7	1	3	0~10	4.3±7.6
		66.7	0.2~2.5	4.1	3	9	1.2~12	5.7±8.7
8	苯乙烯	19.9	1.0~2.1	5.0	1	3	-6.4~8.0	-1.4±9.9
0		64.1	0.3~4.6	7.5	6	15	-2.2~19	4.4±16

11