



中华人民共和国国家标准

GB/T ××××-××××

代替 GB/T 15263-1994

空气质量 总烃的测定 气相色谱法

Air quality—Determination of total hydrocarbons—

Gas chromatographic method

(征求意见稿)

200×-××-××发布

200×-××-××实施

国家质量监督检验检疫总局

环 境 保 护 部

发布

目 次

前 言.....	II
1 适用范围.....	1
2 术语和定义.....	1
3 方法原理.....	1
4 试剂和材料.....	1
5 仪器和设备.....	2
6 干扰及消除.....	2
7 样品	2
8 分析步骤.....	2
9 结果计算.....	4
10 精密度和准确度.....	4

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，规范环境空气中总烃的监测分析方法，制定本标准。

本标准规定了环境空气中总烃的气相色谱测定法。

本标准首次发布于 1995 年，本次为第一次修订，修订的主要内容：

——修改了标准的名称；

——修改了标准的适用范围；

——修订了分析方法的操作步骤。

自本标准实施之日起，《环境空气 总烃的测定 气相色谱法》(GB/T 15263-1994) 废止。

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：常州市环境监测中心站。

本标准自 20□□年□□月□□日起实施。

本标准由环境保护部解释。

空气质量 总烃的测定 气相色谱法

1 适用范围

本标准规定了环境空气中总烃的气相色谱测定法。

本标准适用于环境空气中总烃的测定。当进样量为 100 μ l 时，本方法的最低检出浓度为 0.04mg/m³，测定下限为 0.20mg/m³，测定上限为 7.14 mg/m³。

2 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

总烃：氢火焰离子化检测器所测含碳氢结构化合物的含量，以甲烷计。

3 方法原理

用氢火焰离子化检测器气相色谱仪，注射器直接进样，测定样品中总烃含量。以高纯氮气为载气测定总烃时，总烃的峰中包含着氧峰，气样中氧产生正干扰。在固定色谱条件下，一定量氧的响应值是固定的。因此可以用除烃空气求出空白值，从总烃峰中扣除，以消除氧的干扰。

4 试剂和材料

本标准所用试剂除非另有说明，分析时均适用符合国家标准和分析纯化学试剂，实验用水为新制备的去离子水或蒸馏水。

4.1 盐酸： $\rho=1.19\text{g/ml}$ 。

4.2 磷酸： $\rho=1.71\text{g/ml}$ 。

4.3 盐酸溶液：1+1。

4.4 磷酸溶液： $C(\text{H}_3\text{PO}_4)=3.3\text{mol/l}$ 。

用量筒量取 $\rho=1.71\text{g/ml}$ 磷酸（5.2）38ml，移入 100 ml 容量瓶，再用水稀释到 100ml。

4.5 高纯氢气： $\geq 99.999\%$ 。

4.6 高纯空气： $\geq 99.999\%$ 。

4.7 高纯氮气： $\geq 99.999\%$ 。

4.8 甲烷标准气体：7.14mg/m³（10ppm），以氮气为底气的甲烷标准气体。

4.9 高纯氧气： $\geq 99.999\%$ 。

4.10 除烃空气： $\geq 99.999\%$ 。

以高纯氮气（ $\geq 99.999\%$ ）：高纯氧气（ $\geq 99.999\%$ ）比为 4：1 配制而成。

5 仪器和设备

5.1 仪器：配有氢火焰离子化检测器的气相色谱仪。

5.2 进样器：100 μ L 玻璃注射器或六通阀，100 μ l 定量管。

5.3 色谱柱

5.3.1 总烃柱：石英毛细空柱，2m \times 0.53（内径）mm。

5.3.2 色谱柱的老化：

将色谱柱一端接到仪器进样口上，另一端不接检测器，用低流速（约 3ml/min）的载气通入，柱温升至 200 $^{\circ}$ C 老化约 24h，然后将色谱柱接入色谱系统，待基线走平直为止。

5.4 检测器：氢火焰离子化检测器。

5.5 注射器：全玻璃制 1ml、5ml、20ml、50ml、100ml 若干个。

6 干扰及消除

以氮气为载气测定空气中总烃含量时，总烃峰中包括氧组分，因样品中氧对响应值有响应，在此，采用除烃空气求出空白值，从总烃峰中扣除氧组分值。

7 样品

7.1 采样容器的洗涤

注射器（5.5）使用前必须用 3.3mol/L 磷酸溶液（4.4）洗涤，然后用水漂洗干净，干燥后备用。

7.2 样品的采集

用 100ml 注射器抽取在人的呼吸带高度抽取待测空气样品。在采样前用样品气反复抽洗 3-4 次，采集气样 100ml，用衬有聚四氟乙烯薄膜的硅橡胶胶帽密封采样容器，避光带回实验室。

7.3 样品的保存

采集好的样品应避光保存尽快分析，一般放置时间不超过 12 小时。

8 分析步骤

8.1 色谱条件

柱温：80 $^{\circ}$ C。

检测器温度：160~200 $^{\circ}$ C。

进样口温度：120~160 $^{\circ}$ C。

进样量：100 μ l。

载气：高纯氮（5.7）流量 2ml/min。

燃气：氢气（5.5）流量 30ml/min。

助燃气：空气（5.6）流量 300ml/min。

尾吹气：高纯氮（5.7）流量 25ml/min。

载气、尾吹气、氢气及空气的流速根据仪器的具体情况可作适当调整。

8.2 氧峰测定

由总烃柱得到的总烃峰中包含氧峰，应予扣除。与样品测定相同条件，于总烃柱进除烃空气（5.9）样，测得氧峰。

8.3 校准曲线绘制

8.3.1 标准系列的制备：用标准气（4.8）稀释，配制 5 个浓度的标准气，形成标准系列。

8.3.1.1 用 100ml 注射器取以氮气为底气含 10ppm（7.14mg/m³）甲烷的标准气体 100ml，用衬有聚四氟乙烯薄膜的硅橡胶胶帽密封注射器口，得 10ppm（7.14mg/m³）的标准气体。

8.3.1.2 取浓度为 10ppm 的标准气体 50ml，加入 50ml 高纯氮气，混匀，得含甲烷 5ppm（3.57mg/m³）的标准气体。

8.3.1.3 用高纯氮气逐级稀释的标准气体，配置成含甲烷 0.625ppm(0.44mg/m³)、1.25ppm(0.89mg/m³)、2.5ppm(1.78mg/m³)、5ppm(3.57mg/m³)、10ppm(7.14mg/m³)的标准气体系列。

8.3.2 标准系列的测定

准确抽取 100μL 标准系列（8.2.1）的气体样品，分别在总烃柱中进样，每个浓度重复三次，取峰面积的平均值，即得系列标准气体的峰面积。

8.3.3 校准曲线绘制

以总烃含量为纵坐标，以相对应标准气体的峰面积为横坐标，绘制总烃的校准曲线。计算总烃的校准曲线线性回归方程。

8.4 样品测定

按标准系列测定条件和步骤直接进样分析，扣除氧峰的峰面积，即得样品的峰面积，色谱图见图 1。若样品浓度大于检测上限，应用除烃空气（4.10）进行适当稀释。

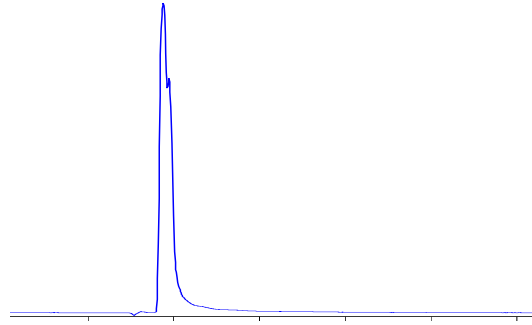


图2 总烃柱混合标准气相色谱图（总烃的保留时间为 0.68 min）

9 结果计算

样品中总烃浓度（C， mg/m^3 ）按下式计算：

$$C(\text{总烃}) = K \times (a \cdot A + b)$$

式中：C—样品中的总烃浓度（以甲烷计）， mg/m^3 ；

A—样品的总烃色谱峰面积；

a—回归方程中的斜率；

b—回归方程中的截距；

K—样品的稀释倍数；

10 精密度和准确度

10.1 精密度

5个实验室分析含 $1.43\text{mg}/\text{m}^3$ 及 $2.86\text{mg}/\text{m}^3$ 的统一甲烷标准样品。重复性相对标准偏差分别为 3.28% 及 2.23%。再现性相对标准偏差分别为 3.64% 及 2.26%。

10.2 准确度

5个实验室分析含 $1.43\text{mg}/\text{m}^3$ 及 $2.86\text{mg}/\text{m}^3$ 的统一甲烷标准样品，相对误差分别为 +3.48% 及 -3.8%。环境空气样品加标回收率为 $96.3 \pm 14.6\%$ 。