



中华人民共和国国家环境保护标准

HJ 920-2017

环境空气 无机有害气体的应急监测 便携式傅里叶红外仪法

**Ambient air—Emergency monitoring method for inorganic hazardous
gas—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

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 仪器和设备.....	2
7 样品.....	2
8 分析步骤.....	3
9 结果计算与表示.....	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、测定下限和测定范围.....	5
附录 B（规范性附录） 气体的红外特征振动频率.....	6
附录 C（资料性附录） 方法的精密度和准确度.....	7

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，规范环境空气中无机有害气体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一氧化碳、二氧化氮、一氧化氮、二氧化硫、二氧化碳、氯化氢、氰化氢、氟化氢、一氧化二氮、氨等10种无机有害气体的便携式傅里叶红外仪法。

本标准的附录A和附录B为规范性附录，附录C为资料性附录。

本标准首次发布。

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：浙江省环境监测中心。

本标准验证单位：杭州市环境监测中心站、宁波市环境监测中心、上海市奉贤区环境监测站、上海市嘉定区环境监测站、上海市南汇区环境监测站、浙江省新昌县环境监测站、浙江省建德市环境监测站、浙江省慈溪市环境监测站和北京承天示优科技有限公司。

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 无机有害气体的应急监测

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无机有害气体的便携式傅里叶红外仪法。

本标准规定为定性半定量方法，适用于环境空气中一氧化碳、二氧化氮、一氧化氮、二氧化硫、二氧化碳、氯化氢、氰化氢、氟化氢、一氧化二氮、氨等无机有害气体的现场应急监测，以及筛选、普查等先期调查工作。其他无机气体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 194 环境空气质量手工监测技术规范

HJ 589 突发环境事件应急监测技术规范

HJ/T 55 大气污染物无组织排放监测技术导则

3 方法原理

当波长连续变化的红外光照射被测定的分子时，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。通过比对样品的红外光谱和标准谱图库中定量标准物质的光谱在特征波数上的吸收峰进行定性分析；根据样品目标物的峰面积响应值与标准图库中对应的标准物质吸收峰的峰面积响应值之比来进行半定量分析。

4 干扰和消除

4.1 当空气相对湿度大于 85%时，不适宜监测。

4.2 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 氮气：纯度 $\geq 99.9\%$ 。

5.2 防尘滤芯：玻璃纤维材质，孔径 $\leq 2\ \mu\text{m}$ 。

6 仪器和设备

6.1 便携式傅里叶红外仪

配备定性定量功能的工作软件；样气压力为大气压；样品室温度为 $50^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ ；光程长度 $>9.0\text{ m}$ ，采用多次反射等方法，满足检测下限的要求；波长范围为 $600\sim 4500\text{ cm}^{-1}$ 。仪器结构示意图见图 1。

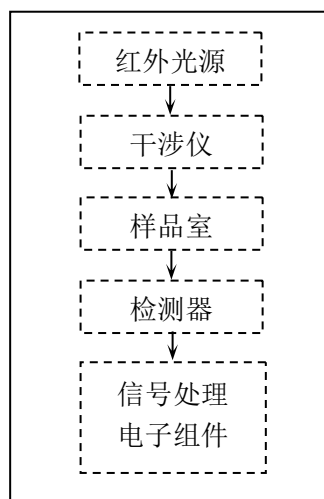


图 1 仪器结构示意图

6.2 辅助设备

- 6.2.1 便携式氮气瓶：纯度 $\geq 99.9\%$ 。
- 6.2.2 蓄电池：持续供电时间大于 1 h，输出电压 220 V。
- 6.2.3 温度计：用于测量环境温度，测量范围 $(-30\sim 50)^{\circ}\text{C}$ ，精度 $\pm 0.2^{\circ}\text{C}$ 。
- 6.2.4 大气压计：用于测量环境大气压，测量范围 $(50\sim 107)\text{ kPa}$ ，精度 $\pm 0.1\text{ kPa}$ 。
- 6.2.5 湿度计：用于测量环境湿度，测量范围 $(0\%\sim 100\%) \text{ RH}$ ，精度 $\pm 1\%$ 。

7 样品

7.1 采样前准备

- 7.1.1 检查便携式氮气瓶的气压 ($>0.2\text{ MPa}$)。
- 7.1.2 检查蓄电池的电量是否符合 $>1\text{ h}$ 的供电要求。
- 7.1.3 将仪器通电，并连接工作站，然后启动仪器，待光源强度、干涉图高度、样品室温度、测试的环境温度、湿度达到待测要求。
- 7.1.4 用流速约 0.2 L/min 氮气 (5.1) 通过采样器管路和样品室，进行清洗。

7.2 样品采集

- 7.2.1 参照 HJ/T 55、HJ 194、HJ 589 进行布点和采样。采样环境温度应在 $(-10\sim 50)^{\circ}\text{C}$ 。
- 7.2.2 用氮气 (5.1) 对仪器进行零点校准，绘制背景谱图，具体操作见各仪器操作说明。

7.2.3 打开仪器采样泵开始连续抽样，保证气样充满样品室后开始样品分析，分析时间选择 1 min。

7.2.4 样品的分析结果为瞬时监测结果，根据不同的监测目的确定样品采集的个数，一般采集 5~6 个样品进行结果分析。

7.2.5 采集的样品谱图须及时进行编号，同时记录环境温度、大气压、湿度。

7.2.6 样品采集完后，用氮气（5.1）对采样器管路和样品室进行清洗，直至谱图中无吸收峰。

8 分析步骤

8.1 背景扣除

建立只含水（汽）和二氧化碳的应用库。得到样品的分析谱图后，利用工作站的残差功能，消除水（汽）和二氧化碳的光谱，再进行谱图分析。

8.2 定性分析

通过样品的红外光谱与标准谱图库中定量标准物质的红外谱图进行比对作定性分析；样品的谱图比对分析主要由自动合成光谱、光谱拟合度表示、人工核查三个基本功能构成。

利用仪器软件对样品的谱图进行检索，根据样品谱图与标准谱图的拟和度高低，再进行人工谱图比对，确认定性结果。

若样品组分复杂，在第一轮光谱匹配得到部分定性结果后，仍有其他吸收峰存在，则需进行第二轮定性分析。将第一轮检出的化合物增加到应用库，利用残差功能扣除已检出的化合物后得到新的残差图。在光谱匹配中，根据特征峰的位置选择需匹配的光谱范围，对残差图进行第二轮的搜索；根据匹配结果中化合物拟和度的高低，进行人工核查，读取定性结果。

8.3 定量分析

将定性结果列于应用谱图库中，读取半定量分析结果。

8.4 化合物特征红外振动频率

化合物的特征红外振动频率详见附录 B。

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 $\mu\text{mol}/\text{mol}$ 时，按公式（1）换算成标准状态（273.15K，101.325kPa）下的质量浓度：

$$\rho = \varphi \times \frac{M}{22.4} \quad (1)$$

式中： ρ ——目标化合物质量浓度， mg/m^3 ；

φ ——目标化合物体积比浓度， $\mu\text{mol}/\text{mol}$ (10^{-6})；

M ——目标化合物的摩尔质量， g/mol ；

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

9.2 结果表示

列出检出物质的名称和浓度值。半定量测定结果小于 $100 \text{ mg}/\text{m}^3$ 时，保留至整数位；大于等于 $100 \text{ mg}/\text{m}^3$ 时，取三位有效数字。

10 精密度和准确度

本方法主要对一氧化碳、二氧化氮、一氧化氮、二氧化硫、二氧化碳、氯化氢、氰化氢、氟化氢、一氧化二氮和氨进行定性和半定量分析，实验室内和实验室间的精密度和准确度分析结果详见附录 C。

11 质量保证和质量控制

11.1 空白实验

采样分析前必须使用氮气 (5.1) 进行空白实验，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 次水份的校准。

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 防尘滤芯每次使用应更换，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、测定下限和测定范围

表 A.1 中给出了 10 种无机有害气体的检出限、测定下限和测定范围。

表 A.1 方法的检出限、测定下限和测定范围

化合物	检出限 (mg/m ³)	测定下限 (mg/m ³)	测定范围 (mg/m ³)
一氧化碳	1	4	4~127
二氧化氮	1	4	4~100
一氧化氮	2	8	8~130
二氧化硫	2	8	8~480
二氧化碳	1	4	4~3000
氯化氢	2	8	8~240
氰化氢	1	5	5~240
氟化氢	1	4	4~45
一氧化二氮	1	4	4~200
氨	1	4	4~160

注：检出限为纯氮气及单组分条件下的值，测定下限为能得到可靠定性和定量结果的下限浓度。

附录 B
 (规范性附录)
 气体的红外特征振动频率

表 B.1 中给出了水(汽)和 10 种无机有害气体的红外特征振动频率。

表 B.1 水(汽)和 10 种无机有害气体的红外特征振动频率

化合物	红外特征振动频率 (cm ⁻¹)
水(汽)	1200—2000、3400—4000
一氧化碳	2177、2115
二氧化氮	1628、1605、1598
一氧化氮	1906、1852
二氧化硫	1381、1374、1350、1165*、1134*
二氧化碳	2362、2339
氯化氢	2678、2701、2732、2756、2779、2802、2825、2840、2864、2887、2910、2925、 2949、2964、2979、3003、3018、3033
氰化氢	1381*、1435*、3288、3342
氟化氢	3774、3790、3836、3883、3921、4006、4037、4076、4114、4145、4176
一氧化二氮	1273、1296、2215、2238
氨	926、964、1628*、3335*

注：*表示弱振动频率

附录 C
(资料性附录)
方法的精密度和准确度

表 C.1 和表 C.2 分别给出了方法的精密度和准确度。

表 C.1 方法精密度

化合物	浓度 (mg/m ³)	比对实验室 数量 (个)	实验室内相对标 准偏差 (%)	实验室间相对标 准偏差 (%)	重复性限 r (mg/m ³)	再现性限 R (mg/m ³)
一氧化碳	4.0	7	1.3~11.2	7.7	0.5	0.9
	62.5		0.3~1.0	0.8	1.0	1.7
二氧化氮	4.1	7	0.5~6.9	10.1	0.5	1.5
一氧化氮	7.5	7	1.0~4.6	4.1	0.6	1.3
	66.8		0.2~1.8	2.3	1.5	4.5
二氧化硫	5.6	7	0.9~11.0	10.8	0.5	1.4
	144		0.0~0.85	1.4	1.8	5.6
二氧化碳	9.74	6	0.8~2.2	2.0	1.3	5.5
	98.4		0.2~0.7	5.2	0.9	1.4
氯化氢	8.31	6	1.1~8.2	4.4	2.3	10.1
	80.1		0.3~2.5	2.9	0.4	0.7
氰化氢	6.74	6	1.1~3.6	4.9	1.0	3.3
	22.3		0.7~2.6	2.5	0.2	0.4
氟化氢	5.27	6	0.7~1.6	2.4	1.1	3.0
	42.5		0.1~2.2	4.7	0.1	1.4
一氧化二氮	10.9	6	0.1~0.4	1.8	0.3	4.8
	99.0		0.0~0.2	5.4	0.2	0.6
氨	3.79	6	1.1~3.2	1.7	0.7	1.9
	39.1		0.1~1.3	7.7	0.5	0.9

表 C.2 方法准确度

化合物	浓度 (mg/m ³)	比对实验室数量 (个)	相对误差 (%)	相对误差最终值 (%)
一氧化碳	4.0	7	-27.5~-7.5	-15.4±13.0
	62.5		0.8~3.0	2.4±1.6
二氧化氮	4.1	7	2.4~34.1	20.9±24.4
一氧化氮	7.5	7	26.7~41.3	35.8±11.3
	66.8		-5.1~1.9	-1.8±4.6
二氧化硫	5.6	7	-32.1~-14.3	-23.7±16.9
	144		-9.0~-4.9	-7.6±2.6
二氧化碳	9.74	6	-3.9~4.7	0.2±6.9
	98.4		-3.1~1.5	-0.4±4.0
氯化氢	8.31	6	-6.6~7.2	-2.0±10.1
	80.1		-8.1~3.4	-0.2±8.8
氰化氢	6.74	6	-6.4~1.8	-1.7±5.7
	22.3		-7.9~4.6	-3.8±9.5
氟化氢	5.27	6	-7.0~-0.6	-3.1±4.9
	42.5		-4.0~2.6	-1.5±4.7
一氧化二氮	10.9	6	-4.6~5.5	-0.5±9.3
	99.0		-0.8~3.6	1.9±3.6
氨	3.79	6	-9.0~4.8	-1.7±10.6
	39.1		-2.8~2.3	-0.5±3.3