|  |  |
| --- | --- |
| ICS  | 13.060 |
| CCS  | 51 |

中华人民共和国国家标准

GB/T 18204.2—2022

代替 GB/T18204.2-2014



公共场所卫生检验方法

第2部分：化学污染物

Examination methods for public places—Part 2： Chemical pollutants

(点击此处添加与国际标准一致性程度的标识)

（本草案完成时间：2021年12月13日）

2022 - XX - XX发布

2022 - XX - XX实施



目次

[前言 II](#_Toc93308651)

[1 范围 1](#_Toc93308652)

[2 规范性引用文件 1](#_Toc93308653)

[3 术语与定义 1](#_Toc93308654)

[4 一氧化碳 1](#_Toc93308655)

[5 二氧化碳 4](#_Toc93308656)

[6 可吸入颗粒物PM10 7](#_Toc93308657)

[7 细颗粒物PM2.5 9](#_Toc93308658)

[8 甲醛 11](#_Toc93308659)

[9 氨 18](#_Toc93308660)

[10 总挥发性有机物 22](#_Toc93308661)

[11 苯、甲苯、二甲苯 22](#_Toc93308662)

[12 臭氧 24](#_Toc93308663)

[13 尿素 26](#_Toc93308664)

[14 硫化氢 27](#_Toc93308665)

[15 氧化还原电位 27](#_Toc93308666)

[附录A （规范性） 现场采样检测布点要求 30](#_Toc93308667)

[附录B （规范性） 质量浓度转换系数和总不确定度相对误差的确定 31](#_Toc93308668)

[附录C （资料性） 便携式气相色谱分析条件 33](#_Toc93308669)

1. 前言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

GB/T 18204《公共场所卫生检测方法》分为六个部分：

1. 第1部分：物理因素；
2. 第2部分：化学污染物；
3. 第3部分：空气微生物；
4. 第4部分：公共用品用具微生物；
5. 第5部分：集中空调通风系统；
6. 第6部分：卫生监测技术规范。

本文件为GB/T 18204的第2部分。

本文件代替GB/T 18204.2—2014《公共场所卫生检验方法—第 2 部分：化学污染物》。

本文件与GB/T 18204.2—2014相比，主要技术变化如下：

1. 修改了范围；
2. 删除了容量滴定测定二氧化碳的方法；
3. 删除了气相色谱测定甲醛的方法；
4. 增加了高效液相色谱法测定甲醛的方法；
5. 合并了苯、甲苯和二甲苯测定方法；
6. 调整了尿素测定方法部分参数；
7. 增加了池水中氧化还原电位测定方法。
8. 将气态污染物标准体积改为参比体积，颗粒物改为实际体积。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中华人民共和国国家卫生健康委员会提出。

本文件由中华人民共和国国家卫生健康委员会归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

公共场所卫生检验方法

第2部分：化学污染物

* 1. 范围

本部分规定了公共场所室内空气中化学污染物、池水尿素和氧化还原电位的测定方法。

本部分适用于公共场所室内空气中化学污染物、池水尿素和氧化还原电位的测定。其他场所、居室等室内环境可参照执行。

1. 本部分中同一个指标如果有两个或两个以上检验方法时，可根据技术条件选择使用，但以第一法为仲裁法。
	1. 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 11742 居住区大气中硫化氢卫生检验标准方法 亚甲蓝分光光度法

GB/T 14669 空气质量 氨的测定 离子选择电极法

GB/T 16129 居住区大气中甲醛卫生检验标准方法 分光光度法

GB/T 18883 室内空气质量标准

HJ 590-2010 环境空气臭氧的测定 紫外分光光度法

* 1. 术语与定义

参比状态reference state

温度为298.15 K，大气压力为101.325 kPa时的状态。

* 1. 一氧化碳
		1. 不分光红外分析法
			1. 原理

一氧化碳对红外线具有选择性的吸收。在一定范围内，吸收值与一氧化碳浓度呈线性关系，根据吸收值可以确定样品中一氧化碳的浓度。

* + - 1. 试剂和材料

变色硅胶：120℃干燥2 h。

氯化钙：分析纯。

高纯氮气：纯度99.999%。

霍加拉特（Hopcalite）氧化剂：主要成分为60%氧化锰（MnO）和40%氧化铜（CuO），830 μm～1 000 μm颗粒，使用存放过程中应保持干燥。

一氧化碳标准气体（贮于铝合金瓶中）：不确定度小于1%。

* + - 1. 仪器

不分光红外线一氧化碳气体分析仪：

1. 测量范围：0.125mg/m3～62.5 mg/m3；
2. 重现性：≤满量程；
3. 零点漂移：≤±2%满量程/h；
4. 跨度漂移：≤±2%满量程/3 h；
5. 线性偏差：≤±2%满量程；
6. 响应时间：t0～t90＜45s
	* + 1. 采样分析步骤

采样布点：见附录A。

采样：抽取现场空气冲洗采气袋3次～4次后，采气0.5 L或1.0 L，密封进气口，带回实验室分析。也可以用仪器在现场直接测定空气中一氧化碳。

仪器零点校准：接通电源待仪器稳定后，将高纯氮气（4.1.2.3）或经霍加拉特（4.1.2.4）氧化管和干燥管（加入4.1.2.1和4.1.2.2）后的空气接入仪器进气进行口，进行零点校准。

仪器终点校准：将一氧化碳标准气（4.1.2.5）接入仪器进气口，进行终点校准。

零点与终点校准重复2次～3次，使仪器处在正常工作状态。

样品测定：将空气样品的采气袋接在仪器的进气口，样品经干燥后被自自动抽到室内，仪器即指示一氧化碳浓度。如果仪器在现场使用，可直接读出空气中一氧化碳的浓度。

* + - 1. 结果计算

浓度换算：如果仪器浓度读数值为一氧化碳体积分数，可按式（1）换算成参比状态下的质量浓度。

 $ρ=\frac{φ×T\_{r}}{B×(273+t)}×M$ ()

式中：

*ρ*——一氧化碳质量浓度，单位为毫克每立方米（mg/m3）；

*φ*——一氧化碳体积分数，单位为毫升每立方米（mL/m3）；

*T*r——参比状态的绝对温度，298.15K；

*B*——参比状态下（25℃，101.325kPa）气体摩尔体积，B = 24.5 L/mol；

*t*——现场温度，单使为摄氏度（℃）；

*M*——一氧化碳相对分子质量，MCO为28，单位为克每摩尔（g/mol）。

结果表达：一个区域的测定结果以该区域内各采样点质量浓度的算术平均值给出。

* + - 1. 测量范围和精密度

本法最低检出质量浓度为0.125 mg/m3，测量范围0.5 mg/m3～50 mg/m3。

在0.5 mg/m3～50 mg/m3浓度范围内，重复测量的平均相对标准差小于±2%。

* + - 1. 干扰与排除

空气中甲烷、二氧化碳、水蒸气等非待测组分对本法测定结果存在影响。

釆用气体滤波相关技术及多次反射气室结构，可消除空气中甲烷、二氧化碳等非待测组分的十扰，釆用干燥剂可去除水蒸气干扰。

* + 1. 气相色谱法
			1. 原理

一氧化碳在色谱柱中与空气的其他成分完全分离后，进入转化炉，在360℃镍触媒催化作用下，与氢气反应，生成甲烷，用氢火焰离子化检测器测定。

* + - 1. 试剂和材料

碳分子筛：TDX-01，180μm～250μm，作为固定相。

镍触媒：380μm～550μm，当一氧化碳＜180 mg/m3，二氧化碳＜0.4%时，转化率＞95%。

一氧化碳标准气体（贮于铝合金瓶中）：不确定度小于1%。

高纯氮气：＞99.999%。

纯氢：＞99.6%。

塑料铝箔复合膜采气袋：容积400 mL～600 mL。

* + - 1. 仪器与设备

气相色谱仪：配备氢火焰离子化检测器的气相色谱仪。

转化炉：可控温度360 ℃±1 ℃。

注射器：2 mL、5 mL、10 mL、100 mL，体积误差＜±1%。

色谱柱：长2 m内径2 mm不锈钢管内填充TDX-01碳分子筛（4.2.2.1），柱管两端填充玻璃棉。新装的色谱柱在使用前，应在柱温150 ℃、检测器温度180 ℃、通氢气60 mL/min条件下，老化处理10 h。

转化柱：长15 cm、内径4 mm不锈钢管内填充镍触媒（4.2.2.2），柱管两端塞玻璃棉。转化柱装在转化炉内，一端与色谱柱连通，另一端与检测器相连。使用前，转化柱应在炉温360 ℃，通氢气60 mL/min条件下，老化处理10 h。转化柱老化与色谱柱老化同步进行。

* + - 1. 釆样

采样布点：见附录A。

采样：抽取现场空气冲洗采气袋3次～4次后，釆气400 mL～600 mL，密封进气口，带回实验室分析。

* + - 1. 分析步骤

色谱分析条件：色谱分析条件常因试验条件不同而有差异，应根据所用气相色谱仪的型号和性能，确定一氧化碳分析最佳的色谱分析条件。下面所列举色谱分析条件是一个实例。

色谱柱温度：78℃；

转化柱温度：360℃；

载气（H2）：78 mL/min；

氮气：130 mL/min；

空气：750 mL/min；

进样量：用六通进样阀进样1 mL。

标准气配制：在5支100 mL注射器中，用高纯氮气（4.2.2.4）将已知浓度的一氧化碳标准气体稀释成0.5 mg/m3～50 mg/m3范围的4种浓度的标准气体，另取高纯氮气作为零浓度气体。

标准曲线绘制：每个浓度的标准气体分别通过色谱仪的六通进样阀，进样量1 mL，得到各个浓度的色谱峰和保留时间。每个浓度作3次，测量色谱峰高的平均值。以峰高（mm）作纵坐标，浓度（mL/m3）作横坐标，绘制标准曲线，并计算回归线的斜率，以斜率倒数*B*s [mL/（m3 • mm）]作样品测定的计算因子。

校正因子测定：用单点校正法求校正因子。取与样品空气中含一氧化碳浓度相接近的标准气体。按4.2.5.3操作，测量色谱峰的平均峰高（mm）和保留时间。按式（2）计算校正因子（*f*）：

 $f=\frac{φ\_{0}}{h-h\_{0}}$ ()

式中：

*f* ——校正因子，单位为毫升每立方米毫米［mL/(m3 • mm)］；

*φ*0 ——标准气体积分数，单位为毫升每立方米（mL/m3）；

*h* ——标准气平均峰高，单位为毫米（mm）；

*h*0 ——空白样品平均峰高，单位为毫米（mm）。

样品分析：通过色谱仪六通进样阀，进样品空气1 mL，以保留时间定性，测量一氧化碳的峰高。每个样品作3次分析，求峰高的平均值。高浓度样品，用高纯氮气（4.2.2.4）稀释后再分析。

* + - 1. 结果计算

体积分数计算：按式（3）计算空气中一氧化碳体积分数。

 $φ\_{p}=(h-h\_{0})×B^{'}$ ()

式中：

φp ——空气中一氧化碳体积分数，单位为毫升每立方米（mL/m3）；

*h* ——样品峰高的平均值，单位为毫米（mm）；

*h*0 ——空白样品峰高的平均值，单位为毫米（mm）；

B＇——按照标准曲线法或单点校正法得出的计算因子或校正因子，单位为毫升每立方米每毫米 [mL/（m3 • mm）]。

浓度换算：将一氧化碳体积浓度按4.1.5.1中式（1）换算成参比状态下的质量浓度。

结果表达：见4.1.5.2。

* + - 1. 测量范围、精密度和准确度

当进样1 mL时，本法最低检岀质量浓度为0.50 mg/m3,测量范围为0.50 mg/m3～50.0 mg/m3。

重复性：一氧化碳浓度在6 mg/m3时，10次进样分析，变异系数为2%。

回收率：一氧化碳浓度在3 mg/m3～25 mg/m3时，回收率为94%～104%。

* + - 1. 干扰

空气中二氧化碳、甲烷及其他有机物均不干扰本法测量结果。

* 1. 二氧化碳
		1. 不分光红外分析法
			1. 原理

二氧化碳对红外线具有选择性的吸收。在一定范围内，吸收值与二氧化碳浓度呈线性关系。根据吸收值确定样品中二氧化碳的浓度。

* + - 1. 试剂和材料

变色硅胶：120℃干燥2h。

氯化钙：分析纯。

高纯氮气：＞99.999%

烧碱石棉：分析纯。

二氧化碳标准气体（贮于铝合金钢瓶中）：不确定度小于1%。

塑料铝箔复合薄膜采气袋0.5 L或1.0 L。

* + - 1. 仪器和设备

不分光红外线气体分析仪：

测量范围：0%～0.5%档。

重现性：≤±l%满刻度。

零点漂移：≤±2%满刻度/h。

跨度漂移：≤±2%满刻度/3h。

温度附加误差：（在10℃～45℃）≤±2%满刻度/10℃。

一氧化碳干扰：1 250 mg/m3CO≤±0.3%满刻度。

响应时间：t0～t90＜15s。

* + - 1. 采样

釆样布点：见附录A。

用塑料铝箔复合薄膜采气袋（5.1.2.6），抽取现场空气冲洗3次～4次，釆气0.5 L或1.0 L，密封进气口，带回实验室分析。也可以使用仪器在现场测定空气中二氧化碳浓度。

* + - 1. 分析步骤

仪器零点校准：仪器接通电源后，稳定0.5 h～1 h，将高纯氮气（5.1.2.3）或空气经变色硅胶（5.1.2.1）或氯化钙（5.1.2.2）干燥和烧碱石棉（5.1.2.4）过滤后接入仪器，进行零点校准。

仪器终点校准：二氧化碳标准气（5.1.2.5）连接在仪器进样口，进行终点刻度校准。

零点与终点校准重复2次～3次，使仪器处在正常工作状态。

样品测定：内装空气样品的采气袋经过装有变色硅胶（5.1.2.1）或氯化钙（5.1.2.2）的过滤器与仪器进气口相连，样品被自动抽到气室中，仪器显示二氧化碳的浓度。如果仪器在现场使用，可直接读出空气中二氧化碳的浓度。

* + - 1. 结果计算

结果表达：一个区域的测定结果以该区域内各釆样点体积分数的算术平均值给出。

* + - 1. 测量范围和精密度

本法最低检出体积分数为0.01%，测量范围0.05%～0.5%。

在体积分数为0.05%～0.5%范围内，重复测量的平均相对标准差小于±2%。

* + - 1. 干扰与排除

空气中的水蒸气会对本法产生干扰，将空气样品经干燥后再进入仪器可去除水蒸气干扰。安装波长4 260 nm的红外滤光片，空气中的甲烷、一氧化碳等非待测组分对本法干扰较小。

* + 1. 气相色谱法
			1. 原理

二氧化碳在色谱柱中与空气的其他成分完全分离后，进入热导检测器的工作臂，使该臂电阻值的变化与参考臂电阻值的变化不相等，惠斯登电桥失去平衡而产生信号输岀。在线性范围内，信号大小与进入检测器的二氧化碳浓度成正比，从而进行定性与定量测定。

* + - 1. 试剂和材料

高分子多孔聚合物：GDX-102，180 μm～250 μm，作色谱固定相。

高纯氮气：＞99.999%。

纯氢：＞99.6%。

二氧化碳标准气[φ（CO2）=1%]：以氮气作本底气，贮于铝合金钢瓶中。

塑料铝箔复合膜采样袋容积：400 mL～600 mL。

* + - 1. 仪器和设备

气相色谱仪：配备有热导检测器。

注射器：2 mL、5 mL、10 mL、20 mL、50 mL、100 mL，体积误差＜±1%。

色谱柱：长3 m内径4 mm不锈钢管内填充GDX-102高分子多孔聚合物（5.2.2.1），柱管两端填充玻璃棉。新装的色谱柱在使用前，应在柱温180℃、通高纯氮气（5.2.2.2）70 mL/min条件下,老化12 h，直至基线稳定为止。

* + - 1. 采样

采样布点：见附录A。

抽取现场空气冲洗采气袋3次～4次后，釆气400 mL～600 mL,密封进气口，带回实验室分析。

* + - 1. 分析步骤

色谱分析条件：由于色谱分析条件常因实验条件不同而有差异，所以应根据所用气相色谱仪的型号和性能，制定能分析二氧化碳的最佳的色谱分析条件。下面所列色谱分析条件是一个实例。

柱箱温度：10℃～35℃；

检测室温度：10℃～35℃；

汽化室温度：10℃～35℃；

载气(H2)：50 mL/min；

进样量：用六通进样阀进样3 mL。

标准气配置：在5支100 mL注射器内，分别注入二氧化碳标准气体（5.2.2.4）2 mL、4 mL、 8 mL、16 mL、32 mL，再用高纯氮气（5.2.2.2）稀释至100 mL，即得体积分数为 0.02%、0.04%、0.08%、 0.16%和0.32%的气体，另取高纯氮气作为零浓度气体。

标准曲线绘制：在与样品相同分析条件下，绘制标准曲线。每个浓度的标准气体，分别通过色谱仪的六通进样阀，进样3 mL，得到各个浓度的色谱峰和保留时间。每个浓度作3次，测量色谱峰高的平均值。以二氧化碳的体积分数（%）和平均峰高（mm）绘制标准曲线，并计算回归线的斜率，以斜率的倒数*B*s[（%）/mm]作为样品测定的计算因子。

校正因子测定：在与样品相同分析条件下，用单点校正法求校正因子。取与空气样品中含二氧化碳浓度相接近的标准气体，测量色谱峰的平均峰高（mm）和保留时间。按式（4）计算校正因子。

 $f=\frac{φ\_{0}}{h-h\_{0}}$ ()

式中：

*f* ——校正因子，（%）/mm；

*φ*0 ——标准气体积分数，%；

*h* ——标准气平均峰高，单位为毫米（mm）；

*h*0 ——空白样品平均峰高，单位为毫米（mm）。

样品分析：通过色谱仪六通进样阀进样品空气3 mL,以保留时间定性，测量二氧化碳的峰高。每个样品作3次，求峰高的平均值。高浓度样品用高纯氮气稀释至小于0.3%再分析。

* + - 1. 结果计算

按式（5）计算二氧化碳体积分数。

 φ$=(h-h\_{0})×B^{'}$ ()

式中：

φ——空气中二氧化碳体积分数，%；

*h* ——样品峰高的平均值，单位为毫米（mm）；

*h*0 ——空白样品峰高的平均值，单位为毫米（mm）；

B＇——按照标准曲线法或单点校正法得出的计算因子或校正因子，（%）/mm。

结果表达：见5.1.6。

* + - 1. 测量范围、精密度和准确度

当进样3 mL时，本法最低检出二氧化碳体积分数为0.014%，测量范围0.02%～0.6%。

二氧化碳在0.1%～0.2%时，重复测定的变异系数为3%～5%；二氧化碳在0.02%～0.4%时，回收率为95%～105%。

* + - 1. 干扰

由于采用了色谱分离技术，空气中甲烷、氨、水蒸气和一氧化碳等均不干扰本法测量。

* 1. 可吸入颗粒物PM10
		1. 滤膜称重法
			1. 原理

使用带有PM10切割器的滤膜采样器进行空气釆样，空气中的颗粒物经切割器分离后，可吸入颗粒物PM10。被釆集在滤膜上，经实验室称量可得到PM10的质量，再除以采气体积即得出可吸入颗粒物PM10。的质量浓度。

* + - 1. 仪器设备和材料

可吸入颗粒物PM10滤膜采样器：颗粒物捕集特性Da50 = 10 μm±0.5 μm，σg=1.5±0.1。

其中Da50为捕集效率为50%时所对应的颗粒物空气动力学直径；σg为捕集效率的几何标准差。

流量计：精度2.5级。

分析天平：精度0.000 01 g。

计时器：计时误差＜1%。

滤膜：0.3μm粒子过滤效率不低于99.99%。

温度计：最小分度值不大于1.0℃，测量精度±1.0℃。

大气压力计：最小分度值不大于0.05 kPa，精度±0.2 kPa。

采样泵：恒流精度±5%设定值。

干燥器。

* + - 1. 测量步骤

将滤膜编号，放入干燥器中平衡24 h，用天平称出初始质量。

用一级皂膜流量计对采样流量计进行校准，误差≤5%。

釆样布点见附录A。

按使用说明书连接采样器，装上滤膜，将釆样流量调整到规定值。

根据检测现场环境状况设定采样时间。

测量现场的环境温度和大气压力。

将釆集有颗粒物的滤膜带回实验室，放入干燥器中平衡24 h，用天平称出终质量。

* + - 1. 结果计算

浓度计算：可吸入颗粒物PM10。质量浓度计算见式（6）。

 $ρ=\frac{m}{V}×1000=\frac{m\_{2}-m\_{1}}{V}×1000$ ()

式中：

*ρ*——可吸入颗粒物PM10质量浓度，单位为毫克每立方米（mg/m3）；

*m*——PM10颗粒物质量，单位为毫克（mg）；

*V*——实际釆气体积，单位为升（L）；

*m*2——滤膜终质量，单位为毫克（mg）；

*m*1——滤膜初质量，单位为毫克（mg）。

结果表达：一个区域的测定结果以该区域内各采样点质量浓度的算术平均值给出。

* + - 1. 检出限

当采气体积为5 m3时，本法最低检出可吸入颗粒物PM10的质量浓度为0.01 mg/m3。

* + 1. 光散射法
			- 1. 原理

当光照射在空气中悬浮的颗粒物上时，产生散射光。在颗粒物性质一定的情况下，颗粒物的散射光强度与其质量浓度成正比。通过测量散射光强度，应用质量浓度转换系数K值，求得颗粒物质量浓度。

* + - 1. 仪器

光散射式粉尘仪：颗粒物捕集特性Da50 = 10 μm±0.5 μm， σg=1.5±0.1。

其中：Da50为捕集效率为50%时所对应的颗粒物空气动力学直径；σg为捕集效率的几何标准差。

测量灵敏度：对于校正粒子，仪器计数1 CPM = 0.001 mg/m3。

测量相对误差：对于校正粒子测量相对误差小于±10%。

测量范围：0.001 mg/m3～10 mg/m3 以上。

仪器应内设出厂前已标定的具有光学稳定性的自校装置。

1. 校正粒子为平均粒径0.6μm，几何标准偏差σ≤1.25的聚苯乙烯粒子；
2. CPM为每分钟脉冲计数值，相对浓度的一种表示方法。
	* + 1. 测量步骤

釆样布点见附录A。

按要求对粉尘仪进行期间核查和使用前的光学系统自校准。

根据环境状况设定仪器釆样时间与量程。

按使用说明书操作仪器。

粉尘仪使用环境的相对湿度应小于90%，平均风速小于1 m/s。

* + - 1. 结果计算

浓度计算：对于非质量浓度的计数值，按式（7）转换为PM10质量浓度。

 $ρ=R∙K$ ()

式中：

*ρ*——可吸入颗粒物PM10的质量浓度，单位为毫克每立方米（mg/m3）；

*R*——仪器计数值，计数每分（CPM）；

*K*——质量浓度转换系数，mg/（m3 • CPM）。

1. 质量浓度转换系数K的确定见附录B。

结果表达：见 6.1.4.3。

* + - 1. 测量范围和精密度

本法测定可吸入颗粒物PM10质量浓度范围为0.001 mg/m3 ～ 10 mg/m3。

在可吸入颗粒物PM10质量浓度范围为0.001 mg/m3～ 10mg/m3时，本法重复测量的平均相对标准差小于± 7%。

* + - 1. 测量不确定度

在0.08 mg/m3～ 0.3 mg/m3浓度范围内，本法与重量法比较其测量总不确定度（ROU）小于25%。

1. 总不确定度ROU的确定方法见附录B。
	1. 细颗粒物PM2.5
		1. 原理

本部分规定了公共场所室内空气中细颗粒物PM2.5的光散射测定方法。当光照射在空气中悬浮的颗料物上时，产生散射光。在颗粒物性质一定的条件下，颗粒物的散射光强度与其质量浓度成正比。通过测量散射光强度，应用质量浓度转换系数K值，求得颗粒物质量浓度。

* + 1. 仪器

光散射式粉尘仪：颗粒物捕集特性Da50=2.5 μm±0.2μm，σg =1.2±0.1。

其中：Da50为捕集效率为50%时所对应的颗粒物空气动力学直径；σg为捕集效率的几何标准差。

测量灵敏度：对于校正粒子，测量灵敏度不低于0.001 mg/m3。

测量相对误差：对于校正粒子测量相对误差小于±10%。

测量范围：不小于0.001 mg/m3～0.5 mg/ m3。

仪器应内设出厂前已标定的具有光学稳定性的自校装置。

1. 校正粒子为平均粒径0.6μm，几何标准偏差σ≤1.25的聚苯乙烯粒子。
	* 1. 测量步骤

检测点布置参见附录A。

按要求对粉尘仪进行期间核査和使用前的光学系统自校准。

根据环境状况设定仪器采样时间与量程。

按仪器使用说明书进行仪器操作。

每个检测点重复测定5次。

检测点处的环境平均风速应小于1 m/s。

* + 1. 结果计算

浓度计算：对于非质量浓度的计数值，按式（8）转换为PM2.5质量浓度。

 $ρ=R∙K$ ()

式中：

*ρ*——细颗粒物PM2.5的质量浓度，单位为毫克每立方米（mg/m3）；

*R*——仪器计数值，计数每分（CPM）；

*K*——质量浓度转换系数，mg/（m3 • CPM）。

1. 质量浓度转换系数K的确定参见附录B。

结果表达：每个检测点的质量浓度以该检测点5次测定结果的算术平均值给出，一个区域的测定结果以该区域内各检测点质量浓度的算术平均值给出。

* + 1. 测量范围和精密度

本法测定细颗粒物PM2.5质量浓度范围为0.001 mg/m3～0.5 mg/m3。

在细颗粒物PM2.5质量浓度范围为0.001 mg/ m3～0.5 mg/m3时，本法重复测量的平均相对标准差小于±7%。

* + 1. 测量总不确定度

在0.001 mg/m3～0.5 mg/m3浓度范围内，本法与重量法比较其测量总不确定度（ROU）小于25%。

1. 总不确定度ROU的确定方法参见附录B。
	* 1. 干扰与排除

环境相对湿度对本法存在干扰，应在相对湿度<50%的环境中使用本法；带有消除湿度干扰功能的粉尘仪可扩大本法使用环境相对湿度的范围。

* 1. 甲醛
		1. AHMT分光光度法

本法规定室内空气中甲醛浓度的测定釆用GB/T 16129。

* + 1. 酚试剂分光光度法
			1. 原理

空气中的甲醛与酚试剂反应生成嗪，嗪在酸性溶液中被高铁离子氧化形成蓝绿色化合物，比色定量。

* + - 1. 试剂

注：本法中的用水均为重蒸馏水或去离子交换水，试剂纯度为分析纯。

吸收原液（1.0 g/L）：称量 0.10 g 酚试剂［C6H4SN（CH3）C﹕NNH2 • HC1，简称 MBTH］。加水至100 mL。放冰箱中保存，可稳定3d。

吸收液：量取吸收原液5 mL，加95 mL水，即为吸收液，使用前配制。

硫酸铁铵溶液｛ρ［NH4Fe（SO4）2 •12H2O］=10 g/L｝：称量 1.0 g 硫酸铁铵，用 0.1 mol/L 盐酸溶解，并稀释至100 mL。

碘溶液[c（1/2I2）=0.100 0 mol/L］；称量40g碘化钾，溶于25 mL水中，加入12.7 g碘。待碘完全溶解后，用水定容至1000 mL。移入棕色瓶中，暗处贮存。

氢氧化钠溶液（40 g/L）：称量40 g氢氧化钠，溶于水中，并稀释至1 000 mL。

硫酸溶液［c（1/2H2SO4）=0.5 mol/L]：取28 mL浓硫酸缓慢加入水中，冷却后，稀释至1 000 mL。

硫代硫酸钠标准溶液[c（Na2S2O3）=0.1000 mol/L]。

淀粉溶液（5 g/L）：将0.5 g可溶性淀粉，用少量水调成糊状后，再加入100 mL沸水，并煮沸 2 min～3 min至溶液透明。冷却后，加入0.1 g水杨酸或0.4 g氯化锌保存。

甲醛标准贮备溶液：取2.8 mL甲醛溶液[φ（HCHO） = 36%～38%]，放入1 L容量瓶中，加水稀释至刻度。此溶液1 mL约相当于1 mg甲醛，其准确浓度用下述碘量法标定：取20.00 mL甲醛标准贮备溶液，置于250 mL碘量瓶中，加入20.00 mL碘溶液（8.2.2.4）和15 mL氢氧化钠溶液（8.2.2.5），放置15 min。加入20 mL硫酸溶液（8.2.2.6），再放置15 min，用硫代硫酸钠溶液（8.2.2.7）滴定，至溶液呈现淡黄色时，加入1 mL淀粉溶液（8.2.2.8）继续滴定至恰使蓝色褪去为止；同时用水作空白滴定。重复上述滴定，2次误差应小于0.05 mL。按式（9）计算贮备液中甲醛浓度。

 $ρ\left(HCHO\right)=\frac{(V\_{1}-V\_{2})×c×M}{20}$ ()

式中：

*ρ（HCHO）*——甲醛标准贮备液质量浓度，单位为毫克每毫升（mg/mL）；

*V*1 —滴定空白消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积，单位为毫升（mL）；

*V*2 —滴定甲醛标准贮备溶液消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积，单位为毫升（mL）；

*c* — 硫代硫酸钠标准溶液的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

*M* —甲醛的换算值，15。

*20*—标定时所取甲醛标准储备溶液体积（mL）。

甲醛标准溶液[*ρ*（HCHO） = l μg / mL]：使用时，首先将甲醛标准贮备溶液（8.2.2.9）用水稀释为10 μg/mL甲醛溶液，然后取该溶液10.00 mL，放入100 mL容量瓶中，再加入5 mL吸收原液，用水定容至100 mL，放置30 min后，用于配制标准色列管，此标准溶液可稳定24 h。

* + - 1. 仪器和设备

大型气泡吸收管：出气口内径为1 mm，出气口至管底距离等于或小于5 mm。

恒流采样器：流量范围0 L/min～1 L/min。流量可调，恒流误差小于±5%设定值。

经校准的一级皂膜流量计或电子流量计，流量计范围涵盖采样流量。

具塞比色管：10 mL。

分光光度计：1cm比色皿。

* + - 1. 样品的采集、运输与保存
				1. 采样管流量和气密性检验

每次采样前，在实验室用流量计校准每套采样系统（采样器+采样管）流量，应逐一检查采样系统的气密性。

* + - * 1. 釆样布点见附录A。
				2. 样品采集

用一个内装5mL吸收液（8.2.2.2）的气泡吸收管，以0.5L/min流量采样，采气体积10L。记录采样时的温度和大气压力。24小时内分析完毕。

* + - * 1. 现场空白

将装有吸收液的2个气泡吸收管带到现场作为现场空白，与样品在相同条件下保存，运输。

* + - 1. 分析步骤

取10 mL具塞比色管，按表1制备甲醛标准系列。

1. 甲醛标准系列

| 管号 | 0 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 标准溶液/mL | 0 | 0.1 | 0.2 | 0.4 | 0.6 | 0.8 | 1.0 | 1.5 | 2.0 |
| 吸收液/mL | 5.0 | 4.9 | 4.8 | 4.6 | 4.4 | 4.2 | 4.0 | 3.5 | 3.0 |
| 甲醛含量g | 0 | 0.1 | 0，2 | 0.4 | 0.6 | 0.8 | 1.0 | 1.5 | 2.0 |

在各管中加入0.4 mL硫酸铁铵溶液（8.2.2.3）摇匀，25～35℃时放置15min待显色完全，当温度低于15℃时可适当水浴使显色完全。用1 cm 比色皿，在630 nm波长下，以水作参比，测定各管溶液的吸光度。

以甲醛含量为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制标准曲线，并计算回归线方程，以斜率倒数作为样品测定的计算因子*Bs*（μg/吸光度）。

样品测定：采样后，将样品溶液全部转入比色管中，用少量吸收液分三次洗涤吸收管，合并使总体积为5 mL，按 8.2.5.2和8.2.5.3的操作步骤测定吸光度（A）。

在每批样品测定的同时，用5 mL未釆样的吸收液做空白对照，测定空白样的吸光度（A0）。

若样品溶液中甲醛浓度超过标准曲线范围，则先用吸收液稀释后测定，计算时乘以稀释倍数。

* + - 1. 结果计算

将实际采气体积按式（10）换算成参比状态下采样体积Vr。

 $V\_{r}=V\_{t}\frac{T\_{r}}{273+t}∙\frac{P}{P\_{r}}$ ()

式中：

*V*r—换算成参比状态下的采样体积，单位为升（L）；

*V*t—实际采样体积，单位为升（L）；

*T*r—参比状态的绝对温度，单位为开尔文（K），（Tr=298.15K）；

t—采样时采样点的温度，℃；

P—采样时采样点的大气压力，单位为千帕（kPa）；

*P*r—参比状态下的大气压力，单位为千帕（kPa），（*P*r =101.325kPa）。

按式（11）计算空气中甲醛质量浓度。

 $ρ=\frac{(A-A\_{0})×B\_{s}}{V\_{r}}$ ()

式中：

*ρ*—空气中甲醛质量浓度，单位为毫克每立方米（mg/m3）；

*A*—样品溶液的吸光度；

*A*0—空白溶液的吸光度；

*B*s —计算因子，μg/吸光度；

*V*r—参比状态下的采气体积，单位为升（L）。

结果表达：一个区域的测定结果以该区域内各采样点质量浓度的算术平均值给出。

* + - 1. 测量范围、精密度和准确度

本法灵敏度为2.8 μg HCHO/吸光度。

本法最低检测质量为0.056 μg甲醛，当采气体积为10 L时，测量范围0.01 mg/ m3～0.15 mg/m3。

当甲醛含量为0.1μg/5 mL、0.6 μg/5 mL、1.5 μg/5 mL时，本法重复测定的变异系数为5%、5%、3%；当甲醛含量0.4 μg/5 mL～1.0 μg/5 mL时，样品加标回收率为93%～101%。

* + - 1. 干扰与排除

20 μg酚、2 μg乙醛以及二氧化氮在一般情况下，对测定结果无干扰。

乙醛（＞2 μg）及丙醛与MBTH反应也产生蓝色染料，对本法有明显干扰，此时所测得的结果，是以甲醛表示的样品溶液中的总醛量。

二氧化硫对本法有干扰，可将样品气体先通过硫酸锰滤纸过滤，予以排除。硫酸锰滤纸的制法：取10mL浓度为100g/L的硫酸锰（MnSO4）水溶液，滴加到250cm2玻璃纤维滤纸上，风干后切成2mm×5mm碎片，装入415mm×150mm的U形玻璃管中，采样时将此管接在甲醛吸收管之前。

此法制成的硫酸锰滤纸，吸收二氧化硫的效能受大气湿度影响很大。当相对湿度大于88%，采气速度1L/min，二氧化硫浓度为1mg/m3时，能消除95%以上的二氧化硫，此滤纸可维持50 h有效。当相对湿度为15%～30%时，吸收二氧化硫的效能逐渐降低。所以相对湿度很低时，应换用新制备的硫酸锰滤纸。

日光照射能使甲醛氧化，因此在采样时、样品运输和存放过程中，都应采取避光措施。

* + 1. 高效液相色谱法
			1. 原理

使用填充了涂渍 2.4-二硝基苯肼（DNPH）的采样管采集一定体积的空气样品，样品中的甲醛经强酸催化与涂渍于硅胶上的DNPH反应，生成稳定有颜色的甲醛-2.4-二硝基苯腙，经乙腈洗脱后，使用具有紫外检测器或二极管阵列检测器的高效液相色谱仪进行分析。

* + - 1. 试剂和材料

乙腈 （CH3CN）：色谱纯。甲醛的浓度应小于1.5 µg/L。避光保存。

空白试剂水：去离子水，经检验，甲醛含量应小于1.5 µg/L。

标准储备溶液：*ρ*=100 µg/mL，以甲醛计，直接购买市售有证的甲醛-2，4-二硝基苯腙标准溶液。避光保存，开封后密闭4℃低温保存，可保存2个月；也可用市售标准品配制，用乙腈稀释至所需质量浓度。

标准使用溶液：*ρ*=10 µg/mL，以甲醛计准确移取1.00 mL 标准储备溶液于10 mL 容量瓶中，用乙腈稀释至刻度，混匀。

DNPH 采样管：涂渍 DNPH 的填充柱采样管，市售商品化产品，一次性使用（填料：1000 mg，粒径10 µm），采样管应4 ℃低温避光保存，并尽量减少保存时间以免空白值过高。

臭氧去除柱：市售商品化产品，一次性使用（填充粒状碘化钾），当含臭氧的空气通过该装置时，碘离子被氧化成碘，同时消耗其中的臭氧。

一次性注射器：5 mL 医用无菌注射器。

针头过滤器：0.45 µm 有机滤膜。

* + - 1. 仪器和设备

气体采样器：选择适宜流量范围的采样器，满足采样流量要求，流量稳定。

高效液相色谱仪：配备紫外检测器或二极管阵列检测器，具有梯度洗脱功能。

色谱柱：C18柱，4.6 mm250 mm，粒径为5.0 µm，或等效色谱柱。

* + - 1. 样品采集和保存

采样布点见附录A。

用一级皂膜流量计对采样流量计进行校准，误差≤5%。

样品采集系统一般由恒流气体采样器、采样导管、DNPH 采样管、臭氧去除柱等组成。采样流量1.0 L/min，采气体积50 L。

记录采样点的温度和大气压力。

采样管应使用密封帽将两端管口封闭，并用锡纸或铝箔将采样管包严，4℃低温避光保存与运输。如果不能及时分析，应4 ℃低温避光保存，时间不超过30 d。

* + - 1. 分析步骤

液相色谱测试条件：应根据液相色谱仪的型号和性能，制定能分析甲醛的最佳测试条件。下面所列举的测试条件是一个实例。

梯度洗脱程序：60%乙腈+40%水，保持20 min，20～30 min 内乙腈线性增至100%，30～32min 内乙腈再减至60%，并保持 8min。该推荐分析条件适用于醛酮类物质的同时测定，如果单独测定甲醛且没有其他醛酮类物质的干扰，可采用等度洗脱70%乙腈+30%水，以缩短分析时间。

检测波长：360 nm；

流速：1.0 mL/min；

进样量：20 µL；

柱温：30℃。

标准系列的制备：分别准确移取0.02 mL、0.2 mL、0.5 mL、1 mL和2 mL的标准使用溶液于10 mL容量瓶中，用乙腈定容，混匀。配制成质量浓度（以甲醛计）为0.02 µg/mL、0.2 µg/mL、0.5 µg/mL、1.0 µg/mL、2.0 µg/mL的标准系列。

校准曲线的绘制：按照推荐分析条件进行测定，以色谱响应值为纵坐标，质量浓度为横坐标，绘制校准曲线。校准曲线的相关系数≥0.995，否则重新绘制校准曲线。甲醛-2，4-二硝基苯腙的参考色谱图见图1。



图1 甲醛-2，4-二硝基苯腙标样的标准色谱图

* + - * 1. 样品测定

加入约5 ml乙腈洗脱采样管，让乙腈自然流过采样管，流向应与采样时气流方向相反。将洗脱液收集于5 ml 容量瓶中用乙腈定容，用注射器吸取洗脱液，经过针头过滤器过滤，转移至2 ml 棕色样品瓶中，待测。过滤后的洗脱液如不能及时分析，可在4℃低温避光保存30 d。根据保留时间定性，若使用二极管阵列检测器检测，可用光谱图特征峰辅助定性。根据校准曲线，计算待测组分含量。

* + - 1. 结果计算与表示
				1. 结果计算

室内空气样品中的甲醛浓度按式（12）计算。

 $ρ=\frac{ρ\_{1}×V\_{1}}{V\_{r}}$ ()

式中：

*ρ*——空气中甲醛的质量浓度，单位为毫克每立方米（mg/m3）；

*ρ*1——由校准曲线计算的甲醛浓度，单位为微克每毫升（µg/mL）；

*V*1——洗脱液定容体积，单位为毫升（mL）；

*V*r——参比状态下的采样体积，单位为升（L）。

结果表达：一个区域的测定结果以该区域内各采样点质量浓度的算术平均值给出。

* + - 1. 测量范围、精密度和准确度

当采样体积为50 L时，本方法的检出限为0.000 3 mg/m3，测定范围0.001 2 mg/m3～0.2 mg/m3。

精密度

分别对甲醛浓度为0.01 mg/m3、0.06 mg/m3 和0.12 mg/m3 的样品进行测定。实验室内相对标准偏差小于5.8%，实验室间相对标准偏差范围为2.5%～12.9%。对空白采样管进行了加标分析，加标量为0.5 µg、3.0 µg 和6.0 µg时，加标回收率范围为98.9%～100%。

* + - 1. 干扰

臭氧易与衍生剂DNPH及衍生后的甲醛-2，4-二硝基苯腙发生反应，影响测量结果，应在采样管前串联臭氧去除柱，消除干扰。

* + 1. 光电光度法
			1. 原理

甲醛气体通过检测单元时，检测单元中浸有发色剂的纸因化学反应其颜色由白色变成黄色。变色的程度所引起反射光强度的变化与甲醛浓度呈函数关系。根据反射光量强度变化率测定甲醛的浓度。

* + - 1. 仪器

光电光度法甲醛测定仪：

最小分辨率0.01 mL/m3；

响应时间：t95%≤15 min。

* + - 1. 测量步骤

釆样布点见附录A。

根据仪器使用说明书操作仪器。

待仪器稳定后读取数值。

间隔10 min重复1次，共重复3次。取全部数据的算术平均值。

记录现场温度、大气压和相对湿度。

仪器进气口应离开人体正面呼吸带1 m。

按要求对仪器进行期间核查和使用前校准。

* + - 1. 结果计算

浓度换算：对于体积分数的测量值按式（13）换算成参比状态下的质量浓度。

 $ρ=\frac{φ×T\_{r}}{B×(273+t）}×M$ ()

式中：

*ρ*——甲醛质量浓度，单位为毫克每立方米（mg/m3）；

*φ*——体积分数测量值，单位为毫升每立方米（mL/m3）；

*Tr*——参比状态的绝对温度，298.15 K；

B ——参比状态下（25 °C，101.325kPa）气体摩尔休积，B = 24.5 L/mol；

*t* ——现场温度，单位为摄氏度（°C）。

*M*——甲醛相对分子质量，MHCHO为30，单位为克每摩尔（g/mol）

结果表达：见8.2.6.3。

* + - 1. 测量范围和精密度

本法测定室内空气中甲醛浓度范围为0.02 mg/m3～1.25 mg/m3 。

在甲醛浓度0.02 mg/m3～1.25 mg/m3范围内，本法重复测量的相对标准差＜7%。

* + - 1. 测量不确定度

在0.01 mg/m3～0.8 mg/m3的浓度范围内，与酚试剂分光光度法比较其测量总不确定度（ROU）小于25%。

1. 总不确定度ROU的确定方法参见附录B。
	* + 1. 干扰

在乙醛、CO、CO2、丙酮和NH3以1 μg/g浓度与甲醛共存时，对本法测量造成的相对误差＜5%。

* + 1. 电化学传感器法
			1. 原理

甲醛气体通过传感器，在电解质催化作用下，甲醛分子在电极上发生氧化还原反应而形成电子转移，在外电压作用下形成与甲醛浓度成正比的电流。

1. 此方法仅限于在空气甲醛浓度较高的情形下使用。
	* + 1. 仪器

电化学传感器法甲醛测定仪：

最小分辨率：0.01 mL/m3；

响应时间：t95%≤3 min。

用甲醛标准气或酚试剂分光光度法（8.2）对仪器进行比对测试，其相对偏差≤15%。

* + - 1. 测量步骤

采样布点见附录A。

根据仪器使用说明书，在现场对仪器进行调整。

待仪器稳定后，每分钟读取1个数值，连续读5次。

间隔10 min重复8.5.3.3步骤1次，共重复3次。取全部数据的算术平均值。

记录现场温度、大气压和相对湿度。

仪器进气口应离开人体正面呼吸带1 m。

按要求对仪器进行期间核查和使用前校准。

* + - 1. 结果计算

浓度换算：对于体积分数的测量值按式（13）换算成质量浓度。

结果表达：见8.2.6.3。

* + - 1. 测量范围和精密度

本法测定室内空气中甲醛浓度范围为0.2 mg/m3～5 mg/m3。

在甲醛浓度0.2 mg/m3～5 mg/m3范围内，本法重复测量的相对标准差＜5%。

* + - 1. 干扰与排除

H2S、SO2、乙醇、氨和甲醇气体对本法有干扰，当空气中甲醛与上述气体共存时，应根据干扰物浓度与本法仪器之间的响应关系对测量值予以校正。环境相对湿度对本法亦存在干扰，应在25%～75%的环境中使用本法。乙醛、NO2、苯酚和丙酮对本法无干扰。

* 1. 氨
		1. 靛酚蓝分光光度法
			1. 原理

空气中的氨被稀硫酸吸收，在亚硝基铁氰化钠及次氯酸钠存在条件下，与水杨酸生成蓝绿色的靛酚蓝染料，根据着色深浅，比色定量。

* + - 1. 试剂和材料
1. 本法所用的试剂均为分析纯。

无氨蒸馏水：在普通蒸馏水中加少量的高锰酸钾至浅紫红色，再加少量氢氧化钠至呈碱性。蒸馏，取其中间蒸馏部分的水，加少量硫酸溶液呈微酸性，再蒸馅一次。

吸收液［c（H2S04）= 0.005 mol/L］：量取2.8 mL浓硫酸加入水（9.1.2.1）中，并稀释至1 L。临用时再稀释10倍。

水杨酸溶液｛ρ[C6H4（OH）COOH] = 50 g/L｝：称取10.0 g水杨酸和10.0 g柠檬酸钠 （Na3C6O7∙2H2O），加水约 50 mL，再加 55 mL 氢氧化钠溶液［c（NaOH）=2 mol/L］，用水（9.1.2.1）稀释至200 mL。此试剂稍有黄色，室温下可稳定1个月。

亚硝基铁氰化钠溶液（10 g/L）：称取1.0 g亚硝基铁氰化钠[Na2Fe（CN）5∙NO∙2H2O]，溶于100 mL水（9.1.2.1）中。贮于冰箱中可稳定1个月。

次氯酸钠溶液[c（NaClO）=0.05 mol/L]：取1mL次氯酸钠试剂原液，根据碘量法标定的浓度用次氯酸钠溶液[c（NaOH）=2mol/L]稀释成0.05 mol/L的次氯酸钠溶液，贮于冰箱中可保存两个月。次氯酸钠溶液浓度的标定：称取2 g碘化钾（KI）于250 mL碘量瓶中，加水50 mL溶解，加1.00 mL次氯酸钠（NaClO）试剂，再加0.5 mL盐酸溶液［V（HC1）= 50%］，摇匀，暗处放置3 min。用硫代硫酸钠标准溶液[c（1/2NaS2O3）=0.100mol/L]滴定析出碘，至溶液呈黄色时，加1 mL新配制的淀粉指示剂（5g/L），继续滴定至蓝色刚刚褪去，即为终点，记录所用硫代硫酸钠标准溶液体积，按式（14）计算次氯酸钠溶液的浓度。

 $c\left(NaClO\right)=\frac{c(1/2NaS\_{2}O\_{3})×V}{1.00×2}$ ()

式中：

*c*（*NaClO*） ——次氯酸钠试剂的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

*c*（*1/2NaS2O3*） ——硫代硫酸钠标准溶液浓度，摩尔每升（mol/L）；

*V* ——硫代硫酸钠标准溶液用量，单位为毫升（mL）。

氨标准贮备液[*ρ*（NH3）=1.00 g/L：称取0.3142 g经105 ℃干燥1h的氯化铵（NH4Cl），用少量水溶解，移入100 mL容量瓶中，用吸收液（9.1.2.2）稀释至刻度。此液1.00 mL含1.00 mg氨。

氨标准工作液[*ρ*（NH3）=1.00 mg/L]：临用时，将标准贮备液（9.1.2.6）用吸收液（9.1.2.2）稀释成1.00 ml含1.0 μg氨。

* + - 1. 仪器和设备

大型气泡吸收管：有10mL，刻度线，出气口内径为1mm，与管底距离应为3 mm～5 mm。

空气采样器：流量范围0 L/min～2 L/min，流量可调且恒定。

具塞比色管：10mL。

分光光度计：测波长为697.5 nm，狭缝小于20 nm。

* + - 1. 采样

采样布点见附录A。

用一级皂膜流量计对采样流量计进行校准，误差≤5 %。

用一个内装10 mL吸收液（9.1.2.2）的大型气泡吸收管，以0.5 L/min流量釆样5 L。

记录采样点的温度及大气压力。

釆样后，样品在室温下保存，于24 h内分析。

* + - 1. 分析步骤

标准曲线的绘制：取10 mL具塞比色管7支，按表2制备标准系列管。

1. 氨标准系列

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 管号 | 0 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
| 标准工作液（9.1.2.7）/mL | 0 | 0.50 | L00 | 3.00 | 5.00 | 7.00 | 10.00 |
| 吸收液（9.1.2.2）/mL | 10.00 | 9.50 | 9，00 | 7.00 | 5.00 | 3.00 | 0 |
| 氨含量/μg | 0 | 0.50 | 1.00 | 3.00 | 5.00 | 7.00 | 10.00 |

在各管中加入0.50 mL水杨酸溶液（9.1.2.3），再加入0.10 mL亚硝基铁氰化钠溶液（9.1.2.4）和 0.10 mL次氯酸钠溶液（9.1.2.5），混匀，室温下放置1 h。用1 cm比色皿，于波长697.5 nm处，以水作参比，测定各管溶液的吸光度。以氨含量（μg）作横坐标，吸光度为纵坐标，绘制标准曲线，并计算校准曲线的斜率。标准曲线斜率应为0.081±0.003吸光度/μg氨，以斜率的倒数作为样品测定时的计算因子（*Bs*）。

样品测定：将样品溶液转入具塞比色管内，用少量的水洗吸收管，合并，使总体积为10mL。再按9.1.5.1的操作步骤测定样品的吸光度。在每批样品测定的同时，用10 mL未釆样的吸收液作试剂空白测定。如果样品溶液吸光度超过标准曲线范围，则可用空白吸收液稀释样品液后再分析。

* + - 1. 结果计算

采气体积换算：将实际采气体积按式（10）换算成参比状态下的采气体积Vr。

浓度计算：空气中氨的质量浓度按式（15）计算。

 $ρ=\frac{(A-A\_{0})×B\_{s}}{V\_{r}}×k$ ()

式中：

*ρ* ——空气中氨的质量浓度，毫克每立方米（mg/m3）；

*A* ——样品溶液的吸光度；

*A*0——空白溶液的吸光度；

*B*s——计算因子，μg/吸光度；

*V*r——参比状态下的采气体积，单位为升（L）；

*k*——样品溶液的稀释倍数。

结果表达：一个区域的测定结果以该区域内各采样点质量浓度的算术平均值给出。

* + - 1. 范围、精密度和准确度

本法灵敏度为12.3 μg NH3/吸光度。

当采气体积为5 L时，本法最低检出质量浓度为0.01 mg/m3，测量范围0.01 mg/m3～2 mg/m3。

8.1.7.3当氨含量为1.0 μg/10 mL、5.0 μg/10 mL、10.0 μg/10 mL时，本法变异系数分别为3.1%、2.9%、1.0%，平均相对偏差为2.5%；样品溶液加入1.0μg、3.0μg、5.0μg、7.0μg的氨时，其回收率为95%～109%。

* + - 1. 干扰与排除

对已知的干扰物如Ca2+、Mg2+、Fe3+、Mn2+、Al3+等多种阳离子，本法已采用柠檬酸络合的方法予以消除，2 μg/10 mL以上的苯氨和30 μg/10 mL以上的H2S对本法有干扰。

* + 1. 纳氏试剂分光光度法
			1. 原理

空气中的氨吸收在稀硫酸中，与纳氏试剂作用生成黄色化合物，根据着色深浅，比色定量。

* + - 1. 试剂和材料
1. 本法所用的试剂均为分析纯。

无氨蒸馏水：见9.1.2.1。

吸收液[c（H2SO4）=0.005 mol/L]：见 9.1.2.2。

酒石酸钾钠溶液（500g/L）：称取50g酒石酸钾钠（KNaC4H4O6∙4H2O）溶于100 mL水中，煮沸，使约减少20 mL为止，冷却后，再用水稀释至100 mL：

纳氏试剂：称取17 g二氯化汞（HgCl2）溶解于300 mL水中，另称取35 g碘化钾（KI）溶解在 100 mL水中，然后将二氯化汞溶液缓慢加入到碘化钾溶液中，直至形成红色沉淀不溶为止。再加入 600 mL氢氧化钠溶液（200g/L）及剩余的二氯化汞溶液。将此溶液静置1d～2 d，使红色混浊物下沉，将上清液移入棕色瓶中（或用5#玻璃砂芯漏斗过滤），用橡皮塞塞紧保存备用。此试剂几乎无色。

1. 纳氏试剂毒性较大，取用时必须十分小心，接触到皮肤时，应立即用水冲洗；含纳氏试剂的废液，应集中处理。

氨标准贮备液[*ρ*（NH3）= 1.00 g/L]：见9.1.2.6。

氨标准工作液[*ρ*（NH3）=2.00 g/L]：临用时，将标准贮备液（9.2.2.5）用吸收液（9.2.2.2）稀释成1.00 mL含2.00 μg氨。

* + - 1. 仪器和设备

大型气泡吸收管：见9.1.3.1。

空气采样器：见9.1.3.2。

具塞比色管：10 mL。

分光光度计：可测波长为425 nm，狭缝小于20 nm。

* + - 1. 釆样

见9.1.4

* + - 1. 分析步骤

标准曲线的绘制：取10 mL具塞比色管7支，按表3制备标准系列管。

1. 氨标准系列

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 管号 | 0 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
| 标准工作液（9.2.2.6）/mL | 1.00 | 1.00 | 2.00 | 4.00 | 6.00 | 8.00 | 10.00 |
| 吸收液（9.2.2.2）/mL | 10.00 | 9.00 | 8.00 | 6.00 | 4.00 | 2.00 | 0 |
| 氨含量/μg | 0 | 2.00 | 4.00 | 8.00 | 12，00 | 16.00 | 20.00 |

在各管中加入0.1 mL酒石酸钾钠溶液（9.2.2.3），再加入0.5 mL纳氏试剂（9.2.2.4），混匀，室温下放置10 min。用1 cm比色皿，于波长425 nm处，以水作参比，测定吸收管。以氨含量（μg）作横坐标，吸光度为纵坐标，绘制标准曲线，并计算标准曲线的斜率。标准曲线斜率*b*应为0.014±0.002，以斜率的倒数作为样品测定时的计算因子（*Bs*）。

样品测定：将样品溶液转入具塞比色管中，用少量的水洗吸收管，合并，使总体积为10 mL。再按9.2.5.1操作步骤测定样品的吸光度。在每批样品测定的同时，用10 mL未采样的吸收液作试剂空白测定。如果样品溶液吸光度超过标准曲线范围，则可用空白吸收液稀释样品液后再分析。

* + - 1. 结果计算

实际采气体积按式（10）换算成参比状态下的采气体积Vr。

空气中氨浓度按式（15）计算。

结果表达见9.1.6.3。

* + - 1. 精密度和准确度

本法灵敏度为7.4 mg NH3/吸光度。

当釆气体积为5 L时，本法最低检出质量浓度为0.4 mg/m3，测量范围0.4 mg/m3～4 mg/m3。

当样品中氨含量为6.5 μg/mL、10.0 μg/mL、15.0 μ/mL时，本法变异系数分别为8.4%、5.9%、3.9%；样品溶液加入2.0 μg、5.0 μg 、10.0 μg的氨时，其回收率为95.2%～111.8%。

* + - 1. 干扰

当Ca2+、Mg2+、Fe3+、Mn2+、A13+等多种阳离子低于10 μg/10 mL，不会对本法产生干扰。2 μg/10 mL以上的甲醛和5 μg/10 mL以上的H2S对本法有干扰。

* + 1. 离子选择电极法

本法规定公共场所室内空气中氨浓度的测定采用GB/T 14669。

* 1. 总挥发性有机物

本法规定公共场所室内空气中总挥发性有机物TVOC浓度的测定采用GB/T 18883中热解吸/毛细管气相色谱法。

1. 若同时检测苯、甲苯、二甲苯，可与总挥发性有机物同次采样并检测。
	1. 苯、甲苯、二甲苯
		1. 毛细管气相色谱法

本法规定公共场所室内空气中苯、甲苯、二甲苯浓度的测定采用GB/T 18883中毛细管气相色谱法 或热解吸/毛细管气相色谱法。

* + 1. 便携式气相色谱法
			1. 原理

便携式气相色谱仪内置恒流采样泵抽取一定体积空气样品，当气流流经装有少量吸附剂的预浓缩器时待测组分在室温被捕集，解吸时瞬间加热预浓缩器，通过逆向载气流将化合物吹入色谱柱，经色谱柱分离后以微氩离子检测器检测，保留时间定性，峰面积定量。

* + - 1. 试剂和材料
1. 本法使用的试剂应为色谱纯。如果为分析纯，需经纯化处理，保证色谱分析无杂峰。

稀释溶液：甲醇。

高纯氩气：纯度大于99.999%。

* + - 1. 仪器和设备

便携式气相色谱仪：内置恒流采样泵、装填有少量吸附剂的预浓缩器、微氩离子检测器 （MAID）。

色谱柱：30 m或60 m中等极性毛细管色谱柱。

气体采样袋：Tedlar气体采样袋，容积3 L。

注射器：1 μL、10 μL液体注射器。

容量瓶：10 mL

液体外标法标准气配制装置：该装置具有进样口、温度可调节的气化室、流量可调节的气路系统，可外接采气袋的出气口。

* + - 1. 采样

釆样/检测布点见附录A。

在选定的色谱条件下，在现场采用便携式气相色谱内置恒流泵直接采样分析，1 h内可完成 4次釆样分析，相邻两次釆样间隔时间为15 min。该采样点浓度为4次釆样测定结果的平均值。

记录现场釆样分析时的气温和大气压力。

* + - 1. 分析步骤

色谱分析条件：由于色谱分析条件常因实验条件不同而有差异，所以应根据所用便携式气相色谱仪的型号和性能，制定分析苯系物的最佳色谱分析条件。附录C所列举的色谱分析条件是一个实例。

标准曲线的绘制：釆用液体外标法，在与做样品分析时的相同条件下绘制标准曲线或计算回 归方程。具体的操作步骤如下：

——目标化合物的混合标准液制备：用微量注射器分别取1 μL、2 μL、4 μL、10 μL、20 μL各目标化合物的色谱纯物质于预先加入5 mL甲醇（11.2.2.1）的10 mL容量瓶中，定容至10 mL，制备成目标化合物的混合标准溶液系列；

——目标化合物的混合标准气制备：以微量注射器取1 μL混合标准溶液注入液体外标法标准气配制装置汽化室，气化室温度为100°C，用高纯氮气以恒定流速将汽化室内气体吹入Tedlar釆气袋，通过控制采气袋的充气时间得到2 L混合标准气。采气袋在配气前需用高纯氩气（11.2.2.2）清洗3次，并且每次清洗时需用抽气泵抽净采气袋中残留气体。该标准气现用现配；

——目标化合物定性：以保留时间定性。在中等极性毛细色谱柱，目标化合物的出峰顺序依次为苯、甲苯、乙苯、间（对）二甲苯、邻二甲苯，其中间、对二甲苯无法分开；

——绘制标准曲线或计算回归方程：在选定的色谱分析条件下，对混合标准气分别采样分析，每个浓度平行测定3次，以3次测定峰面积平均值的平方根为纵坐标，以各目标化合物质量分数为横坐标绘制标准曲线，并计算回归方程，要求回归方程的相关系数至少达到0.995。

* + - 1. 结果计算

将采样体积按式（10）换算成参比状态下的采样体积Vr。

空气样品中待测组分的浓度按式（16）计算。

 $ρ=\frac{m}{V\_{r}}×1000$ ()

式中：

*ρ* ——参比状况下的空气样品中待测组分的浓度，单位为毫克每立方米（mg/m3）；

*m* ——按照标准曲线计算的目标化合物的质量，单位为毫克（mg）；

Vr——参比状态下的采样体积，单位为升（L）。

结果表达：一个区域的测定结果以该区域内各采样点质量浓度的算术平均值给出。

* + - 1. 测量范围、精密度和准确度

当采样流速为400 mL/min，采样时间为30 s时，本法最低检出质量浓度为7.2 μg/m3，测定 范围0.05 mg/m3～0.80 mg/m3，可以通过调整采样时间扩大方法的检测范围。

对空气中苯浓度在0.05 mg/m3～0.80 mg/m3范围内，同一天和一周内本法重复测定的相对标准差范围分别为0.8%～6.9%和1.3%～8.4%；与GB/T 18883中毛细管气相色谱法的比对实验结果表明，本法对高、中、低不同苯浓度测定结果间的相对偏差在0.5%～13.9%。

* 1. 臭氧
		1. 紫外光度法

本法规定公共场所室内空气中臭氧浓度的测定采用HJ 590-2010。

* + 1. 靛蓝二磺酸钠分光光度法
			1. 原理

空气中的臭氧在磷酸盐缓冲溶液条件下，使吸收液中蓝色的靛蓝二磺酸钠褪色，生成靛红二磺酸钠。根据颜色减弱的程度比色定量。

* + - 1. 试剂和材料
1. 本法中所用试剂除特别说明外均为分析纯，试验用水为重蒸馏水。

硫酸溶液（1 + 6）。

淀粉指示剂（2.0 g/L）。

硫代硫酸钠标准溶液[c（Na2S2O3）=0.010 0 mol/L]。

溴酸钾标准溶液［c（l/6KBrO3）=0.100 0 mol/L］：准确称取1.391 8 g溴酸钾（优级纯，经180℃烘2 h）溶于水，稀释至500 mL。

溴酸钾-溴化钾标准溶液［c（l/6KBrO3）=0.010 0 mol/L］：吸取10.00 mL溴酸钾标准溶液 （12.2.2.4）于100 mL容量瓶中，加入1.0 g溴化钾，用水稀释至刻度。

磷酸盐缓冲溶液［c（KH2PO4-Na2HPO4）= 0.050 mol/L］：称 6.80 g磷酸二氢钾（KH2PO4）、7.10 g无水磷酸氢二钠（Na2HPO4）溶于水，稀释至1 L，此溶液pH = 6.8。

靛蓝二磺酸钠标准贮备液：称取0.25 g靛蓝二磺酸钠溶于水，稀释在500 mL棕色容量瓶内， 在室温暗处存放24 h后标定。标定后的溶液在冰箱内可稳定1个月。

标定方法：准确吸取20.00 mL靛蓝二磺酸钠标准贮备液于250 mL碘量瓶中，加入20.00 mL溴酸钾-溴化钾溶液（12.2.2.5），再加入50 mL水。在（19.0±0.5） ℃水浴中放置至溶液温度与水浴温度平衡时，加入5.0 mL硫酸溶液（12.2.2.1），立即盖塞混匀并开始计时，水浴中暗处放置30 min。加入1.0 g 碘化钾，立即盖塞轻轻摇匀至溶解，暗处放置5 min，用硫代硫酸钠溶液（12.2.2.3）滴定至棕色刚好褪去呈淡黄色，加入5 mL淀粉指示剂（12.2.2.2），继续滴定至蓝色消褪，终点为亮黄色。重复上述滴定，2次误差应小于0.05 mL。按式（17）计算贮备液中臭氧浓度。

 $ρ\left（O\_{3}\right）=\frac{(c\_{1}V\_{1}-c\_{2}V\_{2})×M}{V\_{s}×4}×1000$ ()

式中：

*ρ*——臭氧的质量浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

*c*1——溴酸钾-溴化钾标准溶液的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

*V*1——加入溴酸钾-溴化钾标准溶液的体积，单位为毫升（mL）；

*c*2 ——滴定时所用硫代硫酸钠标准溶液的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

*V*2——滴定时所用硫代硫酸钠标准溶液的体积，单位为毫升（mL）；

*M*——臭氧的摩尔质量，数值为48，单位为克每摩尔（g/mol）；

*V*s——靛蓝二磺酸钠贮备液吸取量，单位为毫升（mL）；

4 ——化学计量因数。

靛蓝二磺酸钠标准工作液：将标定后的标准贮备液（12.2.2.7）用磷酸盐缓冲液（12.2.2.6）逐级稀释成1.00 mL相当于1.00 μg臭氧的靛蓝二磺酸钠工作液，置冰箱内可保存2周。

吸收液：量取25 mL靛蓝二磺酸钠标准贮备液（12.2.2.7），用磷酸盐缓冲液（12.2.2.6）稀释至 1 L棕色容量瓶中，冰箱内贮放可使用1个月。

* + - 1. 仪器和设备

多孔玻板吸收管：普通型，内装9 mL吸收液，在流量0.3 L/min时，玻板阻力应为4 kPa～ 5 kPa，气泡分散均匀。

空气采样器：流量范围0 L/min～1.0 L/min，流量可调、恒定。

具塞比色管：10 mL。

恒温水浴。

水银温度计：精度为±0.5 °C。

分光光度计：用2 cm比色皿，可测波长610 nm。

* + - 1. 釆样

釆样布点见附录A。

用一级皂膜流量计对采样流量进行校准，误差≤5%。

用硅橡胶管连接两个内装9.00 mL吸收液的多孔玻板吸收管，配有黑色避光套。

以0.3 L/min流量采气5 L～20 L，当第一支吸收管中的吸收液颜色明显减退时立即停止采样，如不褪色，采气量应不小于20 L。

记录采样时的温度和大气压。

采样后的样品20 °C以下暗处存放，一周内实验室分析。

* + - 1. 分析步骤

标准曲线绘制：取10 mL具塞比色管6支，按表4制备标准色列管。

1. 臭氧标准色列管系列

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 管号 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
| 靛蓝二磺酸钠标准工作液（12.2.2.8）/mL | 10.00 | 8.00 | 6.00 | 4.00 | 2.00 | 0 |
| 磷酸盐缓冲溶液（12.2.2.6）/mL | 0 | 2.00 | 4.00 | 6.00 | 8.00 | 10.00 |
| 臭氧含量/（μg / mL） | 0 | 0.2 | 0.4 | 0.6 | 0.8 | 1.0 |

各管揺匀，用2 cm比色皿，以水作参比，在波长610 nm下测定吸光度。以标准系列中零浓度与各标准管吸光度之差为纵坐标，臭氧含量（μg）为纵坐标，绘制标准曲线，并计算回归线的斜率。以斜率的倒数作为样品测定的计算因子*Bs*。

样品测定：将采样后的两支吸收管中样品分别移入比色管中，用少量水洗吸收管，使总体积分 别为10.0 mL。按12.2.5.1步骤操作，测定样品吸光度。同时另取未采样的吸收液，作试剂空白测定。

* + - 1. 结果计算

采气体积换算：实际釆气体积按式（10）换算成参比状态下的采气体积Vr。

浓度计算：空气中臭氧浓度按式（18）计算。

 $ρ=\frac{[\left(A\_{0}-A\_{1}\right)+\left(A\_{0}-A\_{2}\right)]×B\_{s}}{V\_{r}}$ ()

式中：

*ρ* ——空气中臭氧质量浓度，单位为毫克每立方米（mg/m3）；

*A*0——试剂空白溶液的吸光度；

*A*1——第一支样品管溶液的吸光度；

*A*2——第二支样品管溶液的吸光度；

*BS*——计算因子，μg/吸光度；

*V*r——参比状况下的采气体积，单位为升（L）。

结果表达：一个区域的测定结果以该区域内各釆样点质量浓度的算术平均值给出。

* + - 1. 测量范围、精密度和准确度

本法灵敏度为1.2 μg O3/吸光度。

当采气体积为20 L时，本法最低检出质量浓度为0.009 mg/m3，测量范围0.009 mg/m3～0.5 mg/m3 。

当臭氧含量在2 μg/10 mL～10 μg/10 mL范围内，5个实验室的平均相对标准偏差为4.7 %； 平均回收率为95%～108%。

* + - 1. 干扰

空气中的二氧化氮会使本法检测结果偏高，约为二氧化氮质量浓度的6 %。当空气中的二氧化硫、 硫化氢、氟化氢浓度分别高于750 μg/m3、110 μg/m3、2.5 μg/m3时，会对本法造成干扰。

* 1. 尿素
		1. 原理

尿素与二乙酰一肟及安替比林反应呈现黄色，在波长460 nm处有最大吸收峰。

* + 1. 仪器和设备

棕色具塞比色管：50 mL。

水浴。

分光光度计。

* + 1. 试剂和材料

二乙酰一肟溶液{*φ*[CH3COC（NOH）CH3] = 0.2%}：称取 0.2 g 二乙酰一肟［CH3COC（NOH） CH3］溶于10%乙酸中，并稀释至100 mL，保存于棕色瓶备用。

安替比林溶液{*φ*[1，5-二甲基-2-苯-3-吡唑酮 C6H5NN（CH3）C（CH3）：CHC：O]= 0.2%}：称取0.2 g安替比林（1，5-二甲基-2-苯-3-吡唑酮C6H5NN（CH3）C（CH3）：CHC：O），溶于1+1硫酸中并用1+1硫酸稀释至100 mL，在棕色瓶中保存。

1. 硫酸浓度大于1+1时，显色缓慢且操作不便。

尿素标准储备溶液：准确称取0.100 0g尿素于小烧杯中，加入少量纯水溶解后转入1 000ml容量瓶中，加入0.1 mL三氯甲烷并用纯水定容，此溶液每毫升含0.1 mg尿素。冷藏保存。

尿素标准使用溶液：准确吸取尿素标准储备溶液（13.3.3）10.00 mL于100 mL容量瓶中，用纯水定容，此液每毫升含有0.01 mg尿素。

* + 1. 分析步骤

吸取水样10 mL于50 mL棕色具塞试管中，另取棕色具塞试管加入尿素标准使用液（13.3.4）0mL、0.1mL、0.3mL、0.5mL、0.7mL、0.9mL、1.1mL、1.3mL、1.5mL，并用纯水稀释至25mL。高浓度样品，可稀释后再分析。

1. 显色后溶液遇光褪色，故需用标色法。

于13.4.1中各管加入1.0 mL二乙酰一肟溶液（13.3.1）混匀。再加安替比林溶液（13.3.2）2.0 mL混匀。

将经过13.4.2处理的试管在沸水浴中加热50 min，取出并在流动的自来水中冷却2 min。立即以纯水为对照，在460 nm处，用1 cm比色皿，测定各管吸光值（加热45 min～55 min，呈最深色，若再延长加热时间吸光值下降）。

以浓度对照吸光值，制备标准曲线。以水样吸光值从曲线上查出尿素含量。

* + 1. 结果计算

水中尿素的浓度按照式（19）计算。

 $ρ=\frac{m}{V}×1000$ ()

式中：

$ρ$——水样中尿素浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

*m*——从曲线上查得水样中含尿素的质量，单位为毫克（mg）；

*V*——水样体积，单位为毫升（mL）。

* 1. 硫化氢

本法规定硫磺泉的温泉沐浴场所空气中硫化氢浓度的测定采用GB/T 11742。

* 1. 氧化还原电位
		1. 原理

水体中氧化还原作用状态通常用氧化还原电位（Eh）来表示。将铂电极和参比电极插入水溶液中，金属表面便会产生电子转移反应，电极与溶液之间产生电位差，电极反应达到平衡时相对于氢标准电极的电位差为氧化还原电位。

* + 1. 试剂与材料

硫酸亚铁铵—硫酸铁铵标准溶液：溶解39.21g硫酸亚铁铵[ (NH4)2Fe (SO4)2•6H2O]、48.22g硫酸铁铵[ NH4Fe (SO4)2•12H2O]和56.2mL浓硫酸（H2SO4,密度1.84g/cm3）于水中，稀释至1000mL。配制的溶液应密闭保存在玻璃或塑料容器中。该溶液是较稳定的氧化还原电位标准溶液。表5给出了25℃铂电极与不同参比电极配对在硫酸亚铁铵—硫酸铁铵标准溶液中的氧化还原电位。

1. 25℃铂电极与不同参比电极配对在硫酸亚铁铵—硫酸铁铵标准溶液中的氧化还原电位

|  |  |
| --- | --- |
| 参比电极 | ORP（mV） |
| Hg，Hg2Cl2，饱和KCl | +430 |
| Ag，AgCl，1.00mol/L KCl | +439 |
| Ag，AgCl，4.00mol/L KCl | +475 |
| Ag，AgCl，饱和KCl | +476 |
| Pt，H2（p=1），H（ɑ=1） | +675 |

氧化还原电位仪配套的标准溶液或者购置的标准溶液。

* + 1. 仪器与设备

氧化还原电位仪：

测量范围：-1999 mV～1999 mV；

分辨率：1 mV；

准确度：≤±0.1%。

温度计：精度±0.5℃。

pH计。

水浴锅。

常用实验设备。

* + 1. 样品采集与前处理

采样前准备

采样前应先用水样荡洗采样器、容器和塞子2～3次（油类除外）。采样时不可搅动水底的沉积物。

选择适宜的采样器：塑料或玻璃的采样器及用于采样的橡胶管和乳胶管洗净备用。金属材质的采样器，应先用洗涤剂清除油垢，再用自来水冲洗干净后晾干备用。特殊采样器的清洗方法可参照仪器说明书。

采样容器的洗涤：将容器用水和洗涤剂清洗，除去灰尘、油垢后用自来水冲洗干净，然后用质量分数10%的硝酸（或盐酸）浸泡8 h，取出沥干后用自来水冲洗3次，并用蒸馏水充分淋洗干净。

样品采集：在泳池水面下30 cm处采集水样500 mL。

* + 1. 分析步骤

仪器校准：仪器使用前应将电极浸入标准溶液（15.2）中，待仪器数值稳定后读取显示数值，测定值与标准溶液氧化还原电位标准值差值应在±30 mV。更换新鲜的标准溶液后再次测量，两次测定值差值应在±10mV。

电极清洗及活化：当电极受到污染时，应进行电极清洗及活化。无机物污染时，可将电极浸入稀盐酸中30 min，用纯水清洗后再浸入氯化钾溶液中浸泡6 h后使用。有机物污染时，可用洗涤剂清洗电极表面后用纯水清洗，再浸入氯化钾溶液中浸泡6 h后使用。也可参照仪器说明书对电极进行清洗和活化。

样品测定：仪器校准后，使用去离子水冲洗电极，将电极浸入待测水样，并在测量过程中充分搅拌，待数值稳定后读数，同时记录测量时的水温及pH值。

* + 1. 结果计算与表示

现场直接读出氧化还原电位结果。部分仪器测定结果需按说明书进行数值校正。

1. （规范性）
现场采样检测布点要求

室内面积不足50 m2的设置1个测点，50 m2～200 m2的设置2个测点，200 m2以上的设置3个～5个测点。

室内1个测点的设置在中央，2个釆样点的设置在室内对称点上，3个测点的设置在室内对角线四 等分的3个等分点上，5个测点的按梅花布点，其他的按均匀布点原则布置。

测点距离地面高度1 m～1.5 m，距离墙壁不小于0.5 m。

测点应避开通风口、通风道等。

1. （规范性）
质量浓度转换系数和总不确定度相对误差的确定
2. 本附录规定了光散射式粉尘仪可吸入颗粒物PM10质量浓度转换系数*K*和测量总不确定度的确定方法，其他现场快速检测仪器可参照执行。
	1. 质量浓度转换系数*K*值的确定
		1. 质量浓度转换系数*K*值的计算

质量浓度转换系数*K*是标准状态下空气中可吸入颗粒物PM10质量浓度与粉尘仪测定的相对浓度（仪器计数值CPM）的比值，见式（B.1）

 $K=\frac{ρ}{R}$ (B.1)

式中：

*K*——质量浓度转换系数，mg/（m3• CPM）；

*ρ*——标准状态下PM10颗粒物的质量浓度值，单位为毫克每立方米（mg/m3）

R——光散射式粉尘仪的计数值，CPM

* + 1. 仪器和材料

中流量PM10滤膜采样器1台：见6.1.2.1。

流量计：见6.1.2.2。

分析天平，见6.1.2.3。

计时器：见6.1.2.4。

滤膜：见6.1.2.5

温度计：见 6.1.2.6

大气压力计：见6.1.2.7。

采样泵：流量70 L/min～150 L/min，恒流精度±5%设定值。

干燥器，见6.1.2.9

光散射式粉尘仪1台：见6.2.2

* + 1. 测定步骤

采样位置：将光散射式粉尘仪和PM10滤膜采样器置于现场同一测定点、同一高度进行平行釆 样。仪器的吸气口中心距离应在30 cm～50 cm之间。

操作：PM10滤膜采样器的样品釆集、实验室分析及质量浓度的计算见6.1.3和6.1.4，光散射式粉尘仪的操作见6.2.3。

单一场所*K*值的确定：在同一现场，采集12组以上有效样品进行数据统计分析，确认质量浓 度和相对浓度具有线性回归关系，按式（B.1）计算转换系数*K*，然后将其转换系数*K*的算术平均值作为 该场所可吸入颗粒物PM10浓度的转换系数*K*值。

同类场所*K*值的确定：按B.2.3.3的方法考虑场所不同PM10浓度水平、不同地区、不同环境条件，得出同类场所若干个*K*值，将这些*K*值的算术平均值作为该类场所可吸入颗粒物PM10浓度的转 换系数*K*值。

公共场所通用*K*值的确定：在B.2.3.4的基础上考虑不同类型场所的*K*值，将不同类型场所 *K*值的算术平均值作为公共场所通用的可吸入颗粒物PM10浓度转换系数*K*值。

* 1. 测量总不确定度的确定
		1. 定义

在测定范围内光散射法与滤膜称重法相比较，总不确定度（Relative overall uncertainty，ROU）在 95 %置信水平时的相对误差，由式（B.2）表达。

 $ROU=\left(\left|\overbar{b}\right|+2\left|MRSD\right|\right)×100\%$ (B.)

式中：

$\left|\overbar{b}\right|$——重量法与光散射法配对测定PM10结果的平均相对偏差的绝对值；

$\left|MRSD\right|$——光散射法测定PM10结果之间平均相对标准差的绝对值。

仪器和材料

中流量PM10滤膜采样器1台：见6.1.2.1。

光散射式粉尘仪2台：见6.2.2。

其他同 B.2.2.2。

* + 1. 测定步骤

采样位置：见B.2.3.1。

操作：见 B.2.3.2。

样品要求：在PM10浓度0.05 mg/m3～0.5 mg/m3范围内基本均匀选择5个浓度点，对于每个浓度点滤膜法与光散射法之间以及光散射法自身之间分别釆集10组有效数据。

计算：按式（B.2）计算测量总不确定度。

* 1. 公共场所通用质量浓度转换系数*K*值的参考值

可见光光散射数字粉尘仪*K*值：0.014（密闭空调房间）或0.02（一般公共场所）；激光光散射数字粉尘仪*K*值：0.001。

1. （资料性）
便携式气相色谱分析条件
2. 本附录为便携式气相色谱分析条件的一个实例。
	1. 气相色谱分析条件

以美国INFICON公司生产的CMS-100便携式气相色谱仪为例，色谱分析条件如下：

色谱柱：MXT-200毛细管柱（30 m×0.53 mm，1.0μm），中等极性；

预浓缩器的吸附剂：CARBXEN；

柱温：70℃；

柱前压：68 947.6 Pa；

热解析时间：4 s；

色谱图抑制时间：100 s。

* 1. 按C.1的色谱条件获得目标化合物的色谱图

见图C.1



说明：

1——苯；

2——甲苯；

3——乙苯；

4——间（对）二甲苯；

5——邻二甲苯。

图C.1苯系物分离效果色谱图

* 1. 按C.1的色谱条件获得目标化合物的色谱图中苯系物的保留时间

见表C1

* 1. 苯系物的保留时间

|  |  |
| --- | --- |
| 目标化合物 | 保留时间 |
| 苯 | 2'8" |
| 甲苯 | 3'29" |
| 乙苯 | 6'20" |
| 间（对）二甲苯 | 6'45" |
| 邻二甲苯 | 8'4" |



联系人：李莉

联系电话：010-50930248

联系邮箱：lili@nieh.chinacdc.cn