

中华人民共和国国家生态环境标准

HJ 37—2026

代替HJ/T 37—1999

固定污染源废气 乙腈和丙烯腈的测定 活性炭吸附/溶剂解吸-气相色谱法

Stationary source emission—Determination of acetonitrile and
acrylonitrile—Activated charcoal adsorption/solvents
desorption-gas chromatography

本电子版为正式标准文件，由生态环境部环境标准研究所审校排版。

2026-01-20发布

2026-08-01实施

生态 环 境 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	3
8 分析步骤	4
9 结果计算与表示	5
10 准确度	5
11 质量保证和质量控制	6
附录A (资料性附录) 方法的准确度	7

前 言

为贯彻《中华人民共和国环境保护法》《中华人民共和国大气污染防治法》，防治生态环境污染，改善生态环境质量，规范固定污染源有组织排放废气和无组织排放监控点空气中乙腈和丙烯腈的测定方法，制定本标准。

本标准规定了测定固定污染源有组织排放废气和无组织排放监控点空气中乙腈和丙烯腈的活性炭吸附/溶剂解吸-气相色谱法。

本标准是对《固定污染源排气中丙烯腈的测定 气相色谱法》(HJ/T 37-1999) 的修订。

本标准首次发布于1999年，本次为第一次修订。修订的主要内容如下：

——标准名称变更为《固定污染源废气 乙腈和丙烯腈的测定 活性炭吸附/溶剂解吸-气相色谱法》；

——增加了乙腈作为目标化合物；

——增加了警告；

——完善了适用范围、试剂和材料、仪器和设备、样品采集、样品保存、结果计算与表示、质量保证和质量控制；

——删除了说明。

自本标准实施之日起，《固定污染源排气中丙烯腈的测定 气相色谱法》(HJ/T 37-1999) 废止。

本标准的附录A为资料性附录。

本标准由生态环境部生态环境监测司、法规与标准司组织制订。

本标准起草单位：山东省生态环境监测中心。

本标准验证单位：江苏省环境监测中心、江苏康达检测技术股份有限公司、浙江省生态环境监测中心、中国测试技术研究院化学研究所、山东省济南生态环境监测中心、山东省潍坊生态环境监测中心（山东省海洋生态环境监测与应急处置中心潍坊分中心）。

本标准生态环境部2026年1月20日批准。

本标准自2026年8月1日起实施。

本标准由生态环境部解释。

固定污染源废气 乙腈和丙烯腈的测定

活性炭吸附/溶剂解吸-气相色谱法

警告：实验中使用的溶剂和试剂均具有一定毒性，标准溶液配制及样品前处理过程应在通风橱内进行；操作时应按要求佩戴防护器具，避免直接接触皮肤和衣物。

1 适用范围

本标准规定了测定固定污染源有组织排放废气和无组织排放监控点空气中乙腈和丙烯腈的活性炭吸附/溶剂解吸-气相色谱法。

本标准适用于固定污染源有组织排放废气和无组织排放监控点空气中乙腈和丙烯腈的测定。

固定污染源有组织排放废气采样体积为 10 L，解吸液体积为 8.00 mL 时，乙腈和丙烯腈的方法检出限分别为 0.3 mg/m^3 和 0.2 mg/m^3 ，测定下限分别为 1.2 mg/m^3 和 0.8 mg/m^3 ；无组织排放监控点空气采样体积为 30 L，解吸液体积为 8.00 mL 时，乙腈和丙烯腈的方法检出限分别为 0.09 mg/m^3 和 0.07 mg/m^3 ，测定下限分别为 0.36 mg/m^3 和 0.28 mg/m^3 。

2 规范性引用文件

本标准引用了下列文件或其中的条款。凡是注明日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本标准。凡是未注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本标准。其他文件被新文件废止、修改、修订的，新文件适用于本标准。

GB/T 16157 固定污染源排气中颗粒物测定与气态污染物采样方法

HJ/T 47 烟气采样器技术条件

HJ/T 55 大气污染物无组织排放监测技术导则

HJ/T 375 环境空气采样器技术要求及检测方法

HJ/T 397 固定源废气监测技术规范

3 方法原理

固定污染源有组织排放废气和无组织排放监控点空气中的乙腈和丙烯腈经活性炭吸附剂富集，溶剂解吸。解吸液经气相色谱分离，氢火焰离子化检测器（FID）检测，以保留时间定性，外标法定量。

4 干扰和消除

对于复杂基质样品，必要时可采用极性不同的色谱柱或使用气相色谱/质谱（GC/MS）定性确认。

5 试剂和材料

5.1 二硫化碳 (CS_2)：分析纯。

5.2 丙酮 (C_3H_6O)：色谱纯。

5.3 二硫化碳-丙酮混合溶液：二硫化碳（5.1）和丙酮（5.2）等体积比例混合。

5.4 乙腈 (C_2H_3N)： $w \geq 99.5\%$ 。

5.5 丙烯腈 (C_3H_3N)： $w \geq 99.5\%$ 。

5.6 标准贮备液： $\rho = 10.0 \text{ mg/mL}$ 。

称取乙腈（5.4）和丙烯腈（5.5）各 0.100 g 于少量二硫化碳-丙酮混合溶液（5.3）中，用二硫化碳-丙酮混合溶液（5.3）定容至 10 mL，4℃以下避光冷藏密封保存，可保存 1 个月。亦可购买市售商品化试剂。

5.7 标准使用液：

标准使用液 I： $\rho = 1.00 \text{ mg/mL}$ ；

标准使用液 II： $\rho = 100 \text{ mg/L}$ 。

分别移取一定量的标准贮备液（5.6），用二硫化碳-丙酮混合溶液（5.3）稀释、混匀定容。4℃以下避光冷藏密封保存，可保存 1 个月。

5.8 活性炭吸附管：玻璃材质，160 mm（长）×8 mm（外径），内装两段粒径为 $380 \mu\text{m} \sim 830 \mu\text{m}$ （40 目～20 目）的椰壳活性炭，其中 A 段 800 mg，B 段 200 mg，详见图 1。亦可购买市售商品化采样管。

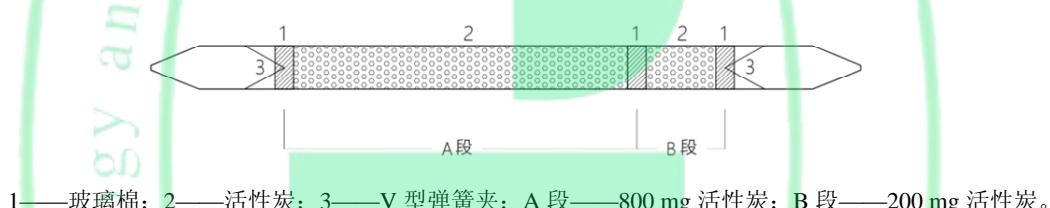


图 1 活性炭吸附管

5.9 氮气：纯度 $\geq 99.999\%$ 。

5.10 氢气：纯度 $\geq 99.99\%$ 。

5.11 空气：经变色硅胶除湿和脱烃管除烃，或经 5\AA 分子筛净化的无油压缩空气。

6 仪器和设备

6.1 固定污染源废气采样系统：包括采样管、除湿装置、导气管、流量控制器和抽气泵等。采样流量范围 $0.1 \text{ L/min} \sim 1.0 \text{ L/min}$ ，精度 $\pm 5\%$ ，采样管应具备加热和保温功能，加热温度不低于 120°C ；其他性能和技术指标应符合 GB/T 16157、HJ/T 47 和 HJ/T 397 的有关要求。

6.2 空气采样器：采样流量范围 $0.1 \text{ L/min} \sim 1.5 \text{ L/min}$ 。其他性能和技术指标应符合 HJ/T 375 相关要求。

6.3 气相色谱仪：具有分流/不分流进样口，具备载气恒流或恒压功能，柱箱可程序升温，配备 FID 检测器。

6.4 色谱柱：规格为 30 m （长）× 0.53 mm （内径）× $1.00 \mu\text{m}$ （膜厚），固定液为 100% 聚乙二醇，或其他等效毛细管色谱柱。

6.5 分析天平：实际分度值 0.1 mg 。

6.6 具塞玻璃试管：5 mL、10 mL。

6.7 一般实验室常用仪器和设备。

7 样品

7.1 样品采集

7.1.1 固定污染源有组织排放废气样品

固定污染源有组织排放废气按照 GB/T 16157 和 HJ/T 397 的相关规定采样。在采样现场，除去活性炭吸附管（5.8）两端封口，在固定污染源废气采样系统（6.1）中连接除湿装置和活性炭吸附管（5.8）。检查采样系统的气密性，调节采样流量。此活性炭吸附管仅作为调节流量用。

采样时，除去活性炭吸附管（5.8）两端封口，与固定污染源废气采样系统（6.1）相连接，开启加热采样管电源，将采样管加热并保持在 $120^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ （有防爆安全要求的除外），以 $0.5\text{ L}/\text{min}$ 流量采样，至少采样 20 min。采样结束后立即密封吸附管两端，避光保存。

注：在采集低浓度废气样品时，采样时间可延长至 60 min。

7.1.2 无组织排放监控点空气样品

无组织排放监控点空气按照 HJ/T 55 的相关规定采样。采样时，除去活性炭吸附管（5.8）两端封口，吸附管 B 端与空气采样器（6.2）相连接，吸附管 A 端水平或垂直向上安放在采样位置，以 $0.5\text{ L}/\text{min}$ 流量采样，至少采样 60 min。采样结束后立即密封吸附管两端，避光保存。

7.1.3 全程序空白样品

采样时应至少带一支活性炭吸附管（5.8）作为全程序空白样品。吸附管敲开两端封口后立即密封，随同批次已采集样品的吸附管一同存放并带回实验室分析。

7.2 样品保存

采集样品的吸附管室温下避光保存，乙腈可保存 3 d，丙烯腈可保存 7 d； 8°C 以下低温保存，可保存 7 d。

7.3 试样的制备

将采集样品的吸附管去掉两端密封胶帽，用一根带钩的铁丝取出压在 A 段玻璃棉上的 V 字型弹簧夹，将 A 段和 B 段吸附剂分别转移至 10 mL 和 5 mL 具塞玻璃试管（6.6）中，并分别加入 8.00 mL 和 2.00 mL 二硫化碳-丙酮混合溶液（5.3），迅速盖紧试管塞，振摇试管，使二硫化碳-丙酮混合溶液（5.3）与吸附剂充分混合，室温下解吸 1 h，取上清液，置于样品瓶内， 4°C 以下冷藏密封，1 个月内完成测定。

7.4 空白试样的制备

7.4.1 全程序空白试样的制备

将全程序空白样品（7.1.3），按照与试样的制备（7.3）相同的步骤制备全程序空白试样。

7.4.2 实验室空白试样的制备

取同批次活性炭吸附管（5.8），按照与试样的制备（7.3）相同的步骤制备实验室空白试样。

8 分析步骤

8.1 仪器参考条件

进样口温度: 220℃; FID 温度: 220℃; 色谱柱升温程序: 初始温度 50℃, 以 6℃/min 升至 80℃, 再以 30℃/min 升至 180℃, 保持 2 min。载气: 氮气 (5.9), 柱流量 5.0 mL/min; 分流比: 2:1; 燃烧气: 氢气 (5.10), 流量: 40 mL/min; 助燃气: 空气 (5.11), 流量 400 mL/min; 尾吹气: 氮气 (5.9), 流量: 40 mL/min。进样量: 1.0 μL。

8.2 校准

8.2.1 标准曲线的建立

取乙腈和丙烯腈标准使用液 (5.7), 用二硫化碳-丙酮混合溶液 (5.3) 配制成质量浓度分别为 1.00 μg/mL、2.00 μg/mL、5.00 μg/mL、8.00 μg/mL、10.0 μg/mL 或 10.0 μg/mL、20.0 μg/mL、50.0 μg/mL、100 μg/mL、500 μg/mL 的标准系列溶液 (此为参考浓度)。按照仪器参考条件 (8.1), 从低浓度到高浓度依次对标准系列溶液进行测定, 以标准系列中目标化合物的质量浓度为横坐标, 与其对应的峰面积 (或峰高) 为纵坐标, 建立标准曲线。

8.2.2 标准色谱图

本标准仪器参考条件 (8.1) 下, 浓度为 50 μg/mL 的目标化合物色谱图见图 2。

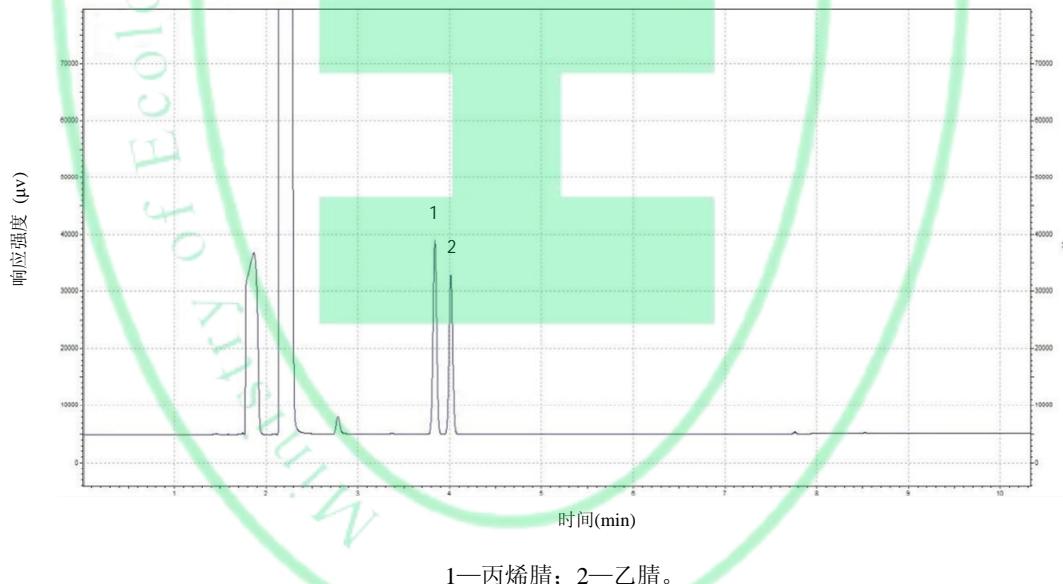


图 2 乙腈和丙烯腈的标准色谱图 ($\rho=50 \mu\text{g/mL}$)

8.3 试样的测定

按照与标准曲线的建立相同的仪器条件 (8.1), 测定试样 (7.3)。

8.4 空白试样的测定

按照与试样的测定（8.3）相同的条件，测定空白试样（7.4）。

9 结果计算与表示

9.1 定性分析

根据样品中目标化合物的保留时间进行定性。

样品分析前，确定保留时间范围为 $t \pm 3S$ 。 t 为初始校准时各浓度水平目标化合物的保留时间均值， S 为初始校准时各浓度水平目标化合物保留时间的标准偏差。样品分析时，目标化合物应在保留时间范围 $t \pm 3S$ 内出峰。

9.2 结果计算

样品中目标化合物的质量浓度，按照公式（1）进行计算。

$$r_i = \frac{r_{iA} \times V_A + r_{iB} \times V_B}{V_{nd}} \quad (1)$$

式中： r_i ——样品中目标化合物的质量浓度， mg/m^3 ；

r_{iA} ——由标准曲线计算的 A 段吸附剂中目标化合物 i 的质量浓度， $\mu\text{g}/\text{mL}$ ；

r_{iB} ——由标准曲线计算的 B 段吸附剂中目标化合物 i 的质量浓度， $\mu\text{g}/\text{mL}$ ；

V_A ——解吸 A 段吸附剂使用的溶剂体积， mL ；

V_B ——解吸 B 段吸附剂使用的溶剂体积， mL ；

V_{nd} ——标准状态（273.15 K, 101.325 kPa）下干气采样体积， L 。

9.3 结果表示

测定结果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 准确度

10.1 精密度

6 家实验室分别对乙腈和丙烯腈浓度为 $0.530 \text{ mg}/\text{m}^3$ 、 $8.00 \text{ mg}/\text{m}^3$ 和 $80.0 \text{ mg}/\text{m}^3$ 共 3 个浓度的空白气体加标样品重复测定 6 次：其中，乙腈的实验室内相对标准偏差范围分别为 $3.2\% \sim 7.0\%$ 、 $2.0\% \sim 5.0\%$ 和 $0.79\% \sim 9.7\%$ ，实验室间相对标准偏差分别为 8.4% 、 11% 和 6.3% ，重复性限分别为 $0.077 \text{ mg}/\text{m}^3$ 、 $0.91 \text{ mg}/\text{m}^3$ 和 $13 \text{ mg}/\text{m}^3$ ，再现性限分别为 $0.14 \text{ mg}/\text{m}^3$ 、 $2.6 \text{ mg}/\text{m}^3$ 和 $18 \text{ mg}/\text{m}^3$ ；丙烯腈的实验室内相对标准偏差范围分别为 $2.4\% \sim 5.9\%$ 、 $2.3\% \sim 13\%$ 和 $1.2\% \sim 13\%$ ，实验室间相对标准偏差分别为 7.7% 、 10% 和 6.1% ，重复性限分别为 $0.062 \text{ mg}/\text{m}^3$ 、 $1.5 \text{ mg}/\text{m}^3$ 和 $15 \text{ mg}/\text{m}^3$ ，再现性限分别为 $0.12 \text{ mg}/\text{m}^3$ 、 $2.7 \text{ mg}/\text{m}^3$ 和 $19 \text{ mg}/\text{m}^3$ 。详见附录 A 中表 A.1。

6 家实验室分别对乙腈浓度为 $0.500 \mu\text{mol}/\text{mol}$ 和 $10.0 \mu\text{mol}/\text{mol}$ 共 2 个浓度的模拟实际气体样品重复测定 6 次，实验室内相对标准偏差范围分别为 $2.6\% \sim 11\%$ 和 $2.8\% \sim 10\%$ ，实验室间相对标准偏差分别为 9.4% 和 11% ，重复性限分别为 $0.15 \text{ mg}/\text{m}^3$ 和 $2.7 \text{ mg}/\text{m}^3$ ，再现性限分别为 $0.25 \text{ mg}/\text{m}^3$ 和 $5.4 \text{ mg}/\text{m}^3$ ；6 家实验室分别对丙烯腈浓度为 $0.500 \mu\text{mol}/\text{mol}$ 和 $10.0 \mu\text{mol}/\text{mol}$ 共 2 个浓度的模拟实际气体样品重复

测定 6 次, 实验室内相对标准偏差范围分别为 1.7%~18% 和 2.1%~7.2%, 实验室间相对标准偏差分别为 12% 和 7.7%, 重复性限分别为 0.28 mg/m^3 和 3.0 mg/m^3 , 再现性限分别为 0.43 mg/m^3 和 5.2 mg/m^3 。详见附录 A 中表 A.1。

10.2 正确度

6 家实验室分别对乙腈和丙烯腈浓度为 0.530 mg/m^3 、 8.00 mg/m^3 和 80.0 mg/m^3 共 3 个浓度的空白气体加标样品重复测定 6 次: 其中, 乙腈的加标回收率范围分别为 90.9%~113%、88.5%~118% 和 91.8%~107%, 加标回收率最终值分别为 $102\% \pm 16\%$ 、 $101\% \pm 21\%$ 和 $98.8\% \pm 11\%$; 丙烯腈的加标回收率范围分别为 87.2%~104%、86.0%~115% 和 93.0%~109%, 加标回收率最终值分别为 $96.0\% \pm 15\%$ 、 $100\% \pm 19\%$ 和 $101\% \pm 13\%$ 。详见附录 A 中表 A.2。

6 家实验室分别对乙腈浓度为 $0.500 \mu\text{mol/mol}$ 和 $10.0 \mu\text{mol/mol}$ 共 2 个浓度的模拟实际气体加标样品重复测定 6 次, 加标回收率范围分别为 82.6%~113% 和 83.7%~106%, 加标回收率最终值分别为 $95.1\% \pm 21\%$ 和 $92.4\% \pm 16\%$; 6 家实验室分别对丙烯腈浓度为 $0.500 \mu\text{mol/mol}$ 和 $10.0 \mu\text{mol/mol}$ 共 2 个浓度的模拟实际气体加标样品重复测定 6 次, 加标回收率范围分别为 82.8%~118% 和 89.4%~108%, 加标回收率最终值分别为 $92.2\% \pm 26\%$ 和 $94.7\% \pm 15\%$ 。详见附录 A 中表 A.2。

6 家实验室分别对乙腈和丙烯腈加标量为 $80.0 \mu\text{g}$ 有组织排放废气加标样品重复测定 6 次: 其中, 乙腈的加标回收率范围为 74.0%~102%, 加标回收率最终值为 $92.2\% \pm 22\%$; 丙烯腈的加标回收率范围为 84.3%~103%, 加标回收率最终值为 $93.8\% \pm 16\%$ 。详见附录 A 中表 A.2。

11 质量保证和质量控制

- 11.1 采样时流量应稳定。采样前后的流量相对偏差不大于 10%。
- 11.2 如果活性炭吸附管中 B 段目标化合物的吸附量大于等于总吸附量的 10%, 应重新采样。
- 11.3 每测定 20 个样品或每批次样品(少于 20 个), 应至少分析 1 个实验室空白试样和全程序空白试样, 空白试样中目标化合物测定值应低于方法检出限。
- 11.4 各目标化合物标准曲线的线性相关系数应 ≥ 0.995 , 否则应查找原因或重新建立标准曲线。
- 11.5 每测定 20 个样品或每批次样品(少于 20 个), 应分析 1 个标准曲线中间点浓度, 中间点浓度测定值与标准曲线相应点浓度的相对误差应在 $\pm 20\%$ 以内。否则, 应重新建立标准曲线。

附录 A
(资料性附录)
方法的准确度

方法的重复性限和再现性限等精密度数据见表 A.1, 加标回收率等正确度数据见表 A.2。

表 A.1 方法精密度

化合物名称	样品	加标样品浓度	实验室间相对标准偏差 (%)	实验室间相对标准偏差 (%)	重复性限 (mg/m ³)	再现性限 (mg/m ³)
乙腈	空白气体加标 (mg/m ³)	0.530	3.2~7.0	8.4	0.077	0.14
		8.00	2.0~5.0	11	0.91	2.6
		80.0	0.79~9.7	6.3	13	18
	模拟实际气体加标 (μmol/mol)	0.500	2.6~11	9.4	0.15	0.25
		10.0	2.8~10	11	2.7	5.4
丙烯腈	空白气体加标 (mg/m ³)	0.530	2.4~5.9	7.7	0.062	0.12
		8.00	2.3~13	10	1.5	2.7
		80.0	1.2~13	6.1	15	19
	模拟实际气体加标 (μmol/mol)	0.500	1.7~18	12	0.28	0.43
		10.0	2.1~7.2	7.7	3.0	5.2

表 A.2 方法正确度

化合物名称	样品	加标浓度	\bar{P} (%)	$S_{\bar{P}}$ (%)	$\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$ (%)
乙腈	空白气体加标 (mg/m ³)	0.530	102	8.0	102±16
		8.00	101	10	101±21
		80.0	98.8	5.6	98.8±11
	模拟实际气体加标 (μmol/mol)	0.500	95.1	10	95.1±21
		10.0	92.4	7.8	92.4±16
		80.0	92.2	11	92.2±22
丙烯腈	空白气体加标 (mg/m ³)	0.530	96.0	7.3	96.0±15
		8.00	100	9.7	100±19
		80.0	101	6.7	101±13
	模拟实际气体加标 (μmol/mol)	0.500	92.2	13	92.2±26
		10.0	94.7	7.4	94.7±15
		80.0	93.8	7.9	93.8±16