ICS 13.040.20
Z 10/39

HJ

中华人民共和国国家生态环境标准

HJ 1413—2025

环境空气 颗粒物来源解析 离子色谱法测定颗粒物中左旋葡聚糖、甘露聚糖和半乳聚糖

Ambient air—Source apportionment on particulate matter—Determination of levoglucosan，mannosan and galactosan in particulate matter by ion chromatography

本电子版为正式标准文件，由生态环境部标准研究所审校排版。

2025-05-21发布 2025-08-01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 2
6　仪器和设备 3
7　样品 3
8　分析步骤 3
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
12　注意事项 6
附录A（资料性附录）　标准样品参考色谱图 7
附录B（资料性附录）　方法准确度 8

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》，加强空气污染防治，保护和改善生态环境，保障人体健康，规范环境空气颗粒物来源解析工作中颗粒物中左旋葡聚糖、甘露聚糖和半乳聚糖的测定方法，制定本标准。

本标准属于环境空气颗粒物来源解析系列标准之一，规定了测定颗粒物中左旋葡聚糖、甘露聚糖和半乳聚糖的离子色谱法。

本标准的附录 A 和附录 B 为资料性附录。

本标准为首次发布。

本标准由生态环境部大气环境司、法规与标准司组织制订。

本标准主要起草单位：中国环境监测总站。

本标准验证单位：中国环境科学研究院、北京市生态环境监测中心、河北省生态环境监测中心、四川省生态环境监测总站、江西省生态环境监测中心、山东省青岛生态环境监测中心。

本标准生态环境部 2025 年 5 月 21 日批准。

本标准自 2025 年 8 月 1 日起实施。

本标准由生态环境部解释。

环境空气　颗粒物来源解析
离子色谱法测定颗粒物中左旋葡聚糖、甘露聚糖和半乳聚糖

1　适用范围

本标准规定了测定颗粒物中左旋葡聚糖、甘露聚糖和半乳聚糖的离子色谱法。

本标准适用于环境空气颗粒物来源解析工作中颗粒物中左旋葡聚糖、甘露聚糖和半乳聚糖的测定。

当试样体积 10.0 mL，进样量 200 μL 时，左旋葡聚糖、甘露聚糖和半乳聚糖的检出限分别为 0.09 μg、0.08 μg 和 0.08 μg，测定下限分别为 0.36 μg、0.32 μg 和 0.32 μg；当采样体积为 24 m^3，提取液体积为 10 mL、进样量为 200 μL 时，左旋葡聚糖、甘露聚糖、半乳聚糖的方法检出限均为 0.004 μg/m^3，测定下限均为 0.016 μg/m^3。当颗粒物质量为 0.2 g、提取液体积为 10 mL、进样量为 200 μL 时，左旋葡聚糖、甘露聚糖、半乳聚糖的方法检出限分别为 0.5 μg/g、0.4 μg/g 和 0.4 μg/g，测定下限分别为 2.0 μg/g、1.6 μg/g 和 1.6 μg/g。

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。

HJ 93　环境空气颗粒物（PM_{10} 和 $PM_{2.5}$）采样器技术要求及检测方法

HJ 194　环境空气质量手工监测技术规范

HJ/T 374　总悬浮颗粒物采样器技术要求及检测方法

HJ 618　环境空气 PM_{10} 和 $PM_{2.5}$ 的测定 重量法

HJ 1263　环境空气 总悬浮颗粒物的测定 重量法

HJ 1351　环境空气 颗粒物来源解析 基于手工监测的受体模型法技术规范

《环境空气颗粒物来源解析监测技术方法指南》（监测函〔2020〕8 号）

3　方法原理

颗粒物样品中的左旋葡聚糖、甘露聚糖和半乳聚糖经水超声提取，提取液经有机物净化柱和重金属净化柱净化，再经离子色谱柱分离后，用安培检测器检测。根据保留时间定性，峰面积或峰高定量。

4　干扰和消除

阿拉伯糖醇和左旋葡聚糖、海藻糖和甘露聚糖的保留时间相近，不易有效分离，可通过调整淋洗液浓度和柱温等方式消除干扰。

5 试剂和材料

除非另有说明，分析时均使用符合国家标准的分析纯试剂，实验用水为不含目标化合物，且电阻率≥18.2 MΩ·cm（25℃）的去离子水。

5.1 氢氧化钠（NaOH）：优级纯，颗粒状固体小球。

5.2 左旋葡聚糖：w（$C_6H_{10}O_5$）≥99%，CAS 号 498-07-7。

5.3 甘露聚糖：w（$C_6H_{10}O_5$）≥99%，CAS 号 14168-65-1。

5.4 半乳聚糖：w（$C_6H_{10}O_5$）≥97%，CAS 号 644-76-8。

5.5 左旋葡聚糖标准贮备液：ρ（$C_6H_{10}O_5$）≈1 000 mg/L。

准确称取左旋葡聚糖（5.2）0.10 g（精确到 0.1 mg），用水溶解后稀释定容至 100 mL，转移至试剂瓶，于 4℃以下冷藏、密封可保存 2 个月。亦可购买市售有证标准溶液，参照产品说明书保存。

5.6 甘露聚糖标准贮备液：ρ（$C_6H_{10}O_5$）≈1 000 mg/L。

准确称取甘露聚糖（5.3）0.10 g（精确到 0.1 mg），用水溶解后稀释定容至 100 mL，转移至试剂瓶，于 4℃以下冷藏、密封可保存 2 个月。亦可购买市售有证标准溶液，参照产品说明书保存。

5.7 半乳聚糖标准贮备液：ρ（$C_6H_{10}O_5$）≈1 000 mg/L。

准确称取半乳聚糖（5.4）0.10 g（精确到 0.1 mg），用水溶解后稀释定容至 100 mL，转移至试剂瓶，于 4℃以下冷藏、密封可保存 2 个月。亦可购买市售有证标准溶液，参照产品说明书保存。

5.8 氢氧化钠贮备液：c（NaOH）≈19 mol/L。

准确称量 100 g 氢氧化钠（5.1），溶于 100 mL 水中，搅拌至完全溶解，并静置至完全冷却后使用，于塑料瓶中密封可保存 3 个月。亦可购买市售合格溶液。

5.9 混合标准使用液：ρ（$C_6H_{10}O_5$）=10.0 mg/L。

分别准确移取适量（约 1.0 mL）左旋葡聚糖标准贮备液（5.5）、甘露聚糖标准贮备液（5.6）和半乳聚糖标准贮备液（5.7），移入装有少量水的 100 mL 容量瓶中，用水稀释定容至标线，混匀，使左旋葡聚糖、甘露聚糖和半乳聚糖浓度均为 10.0 mg/L，转移至试剂瓶，4℃以下冷藏、避光和密封可保存 2 个月。

5.10 氢氧化钠淋洗液：c（NaOH）=1 000 mmol/L。

移取 52 mL 氢氧化钠贮备液（5.8），加入到含有 800 mL 水的 1 000 mL 容量瓶中，准确定容至标线。混匀后立即转移至淋洗液瓶，加氮气（5.17）保护。

5.11 氢氧化钠淋洗液：c（NaOH）=300 mmol/L。

移取 15.6 mL 氢氧化钠贮备液（5.8），加入到含有 800 mL 水的 1 000 mL 容量瓶中，用水定容至标线。混匀后立即转移至淋洗液瓶，加氮气（5.17）保护。

5.12 滤膜：石英材质，对 0.3 μm 标准粒子的截留效率不低于 99%，符合 HJ 93、HJ 618 和 HJ 1263 的要求。使用前需用铝箔包好置于马弗炉中 500℃灼烧 4 h，取出后置于干燥器中密封保存。每次实验应使用同批次滤膜，并经同批次灼烧处理。

5.13 滤膜盒：聚乙烯或聚苯乙烯等塑料材质。

5.14 针式微孔滤膜过滤器：孔径 0.22 μm。亲水聚四氟乙烯、聚醚砜、混合纤维、尼龙等不干扰目标物测试的材质。

5.15 有机物净化柱：填料为反相 C_{18} 或具大孔结构的聚二乙烯基苯聚合物反相填料等，可去除水中疏水性有机物，规格 1 g。按照使用说明书活化后使用。

5.16 重金属净化柱：填料为 Na 型强酸性阳离子交换树脂等，可去除水中重金属，规格 1 g。按照使用说明书活化后使用。

5.17 氮气：纯度≥99.999%。

6 仪器和设备

6.1 颗粒物采样器：性能和技术指标满足 HJ 93、HJ/T 374 和《环境空气颗粒物来源解析监测技术方法指南》的要求。

6.2 离子色谱仪：离子色谱仪（配有二元及以上梯度泵），配有脉冲安培检测器（工作电极为金电极，配套 Ag/AgCl 或 Pd 参比电极等，可满足三种目标化合物的测定）。

6.3 阴离子色谱柱：可用于糖的分离，填料氯甲基苯乙烯-二乙烯基苯聚合物或聚苯乙烯-二乙烯基苯聚合物等，季铵官能团，配相应阴离子保护柱。

6.4 超声波清洗器。

6.5 一般实验室常用仪器和设备。

7 样品

7.1 样品的采集

环境空气颗粒物样品的采集参照 HJ 194、HJ 618 和 HJ 1263 执行。污染源颗粒物样品采集参照 HJ 1351 和《环境空气颗粒物来源解析监测技术方法指南》执行。

注：如有特殊需要，可按监测目的或其他相关技术要求采集样品。

7.2 样品的运输与保存

样品（7.1）置于滤膜盒（5.13）或用锡纸包裹后于密封袋存放，避免折叠或挤压，于 4℃以下冷藏运输，带回实验室后-18℃以下冷冻保存，在 1 个月内完成测定。

7.3 试样的制备

取适量颗粒物样品，放入样品管中，加入 10 mL 水浸没，置于超声波清洗器（6.4）中，冰水浴超声提取 30 min。提取液经针式微孔滤膜过滤器（5.14）过滤，再用有机物净化柱（5.15）和重金属净化柱（5.16）净化，弃去 3 mL 初滤液后待测。

注：为防止糖类被微生物代谢，试样需在 12 h 内完成测定。

7.4 空白试样的制备

取相同面积的同批次空白滤膜（5.12），按照试样的制备（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

阴离子色谱柱（6.3）尺寸 250 mm×4 mm，填料为氯甲基苯乙烯-二乙烯基苯聚合物，淋洗液浓度梯度程序见表 1，流速：0.4 mL/min，进样量：200 μL，柱温：30℃，安培池温度：30℃。安培检测器为四电位波形，波形设置如表 2 所示。此参考条件下的标准样品色谱图参见附录 A 中图 A.1。

表 1　淋洗液梯度程序分析条件

时间/min	实验用水/%	1 000 mmol/L 氢氧化钠淋洗液（5.10）/%
0	55	45
8.5	55	45
8.6	80	20
25	80	20
25.1	20	80
40	20	80
40.1	55	45
55	55	45
注：可根据色谱柱尺寸和填料调整离子色谱条件，参见附录 A 图 A.2。		

表 2　检测器的四电位波形设置

时间/s	电压/V	积分
0	+0.10	—
0.20	+0.10	开始
0.40	+0.10	结束
0.41	–2.00	—
0.42	–2.00	—
0.43	+0.60	—
0.44	–0.10	—
0.50	–0.10	—

8.2　标准曲线的建立

分别准确移取 0 mL、0.10 mL、0.50 mL、1.00 mL、5.00 mL、10.00 mL 混合标准使用液（5.9）置于一组 100 mL 容量瓶中，用水定容至标线，混匀。三种糖的标准系列质量浓度见表 3（此为参考浓度，可根据被测样品中目标化合物浓度，在线性范围内调整标准系列浓度范围）。按照仪器参考条件（8.1），从低浓度到高浓度依次测定。以质量浓度为横坐标，峰面积（或峰高）为纵坐标，建立标准曲线。

表 3　标准系列的配制

化合物名称	标准系列浓度（mg/L）					
左旋葡聚糖	0	0.010	0.050	0.100	0.500	1.00
甘露聚糖	0	0.010	0.050	0.100	0.500	1.00
半乳聚糖	0	0.010	0.050	0.100	0.500	1.00

8.3　试样测定

按照与标准曲线的建立（8.2）相同的条件和步骤，进行试样（7.3）的测定。

8.4　空白试验

按照与试样测定（8.3）相同的条件和步骤，进行空白试样（7.4）的测定。

9 结果计算与表示

9.1 结果计算

颗粒物中左旋葡聚糖、甘露聚糖和半乳聚糖的质量浓度按照公式（1）计算。

$$\rho_i = \frac{\rho_{1,i} \times V_2 \times N}{V_1} \times D \quad (1)$$

式中：

ρ_i——颗粒物中左旋葡聚糖、甘露聚糖或半乳聚糖的含量，μg/m^3；

$\rho_{1,i}$——试样中左旋葡聚糖、甘露聚糖或半乳聚糖的质量浓度，mg/L；

V_1——根据相关规定采用相应状态下的采样体积，m^3；

V_2——提取液体积，mL；

N——滤膜面积与试样制备时截取的面积之比；

D——试样稀释倍数。

颗粒物中左旋葡聚糖、甘露聚糖和半乳聚糖的含量按照公式（2）计算。

$$w_i = \frac{\rho_i \times V}{m} \times D \quad (2)$$

式中：

w_i——颗粒物中左旋葡聚糖、甘露聚糖或半乳聚糖的含量，μg/g；

ρ_i——试样中左旋葡聚糖、甘露聚糖或半乳聚糖的质量浓度，mg/L；

V——提取液体积，mL；

m——颗粒物的质量，g；

D——试样稀释倍数。

9.2 结果表示

测定结果最多保留 3 位有效数字，小数点后位数与方法检出限一致。

10 准确度

10.1 精密度

6 家实验室对低、中、高 3 种统一浓度的空白滤膜加标样品进行 6 次重复测定，实验室内相对标准偏差范围为 0.3%～9.2%；实验室间相对标准偏差范围为 1.5%～17%；重复性限范围为 0.02 μg～0.60 μg；再现性限范围为 0.06 μg～3.10 μg。

6 家实验室对 2 种非统一总悬浮颗粒物样品进行 6 次重复测定，加标样品实验室内相对标准偏差范围为 1.8%～9.6%；6 家实验室对 1 种生物质燃烧源颗粒物样品进行 6 次重复测定，实验室内相对标准偏差范围为 1.4%～28%；实验室间相对标准偏差范围为 9.4%～31%；重复性限范围为 0.3 μg/g～3.2 μg/g；再现性限范围为 0.6 μg/g～5.9 μg/g。

方法精密度测试结果参见附录 B 中表 B.1、B.2 和 B.3。

10.2 正确度

6 家实验室对低、中、高 3 种统一浓度的空白滤膜加标样品进行 6 次重复测定，加标回收率范围是

74.6%～119%。

6 家实验室对 2 种非统一总悬浮颗粒物样品以及 1 种生物质燃烧源颗粒物样品进行 6 次重复测定，加标回收率范围是 72.5%～128%。

方法正确度测试结果参见附录 B 中表 B.4 和 B.5。

11 质量保证和质量控制

11.1 每批次样品（≤20 个/批）应至少做一个实验室空白，空白测定值需低于方法检出限。

11.2 标准曲线至少需 5 个浓度系列（不含零浓度点），标准曲线相关系数≥0.999，否则应查找原因或重新建立标准曲线。每批次样品（≤20 个/批）测定时需同时测定标准曲线。

11.3 每 20 个或每批次（≤20 个/批）样品应至少测定一个平行双样。平行双样测定结果的相对偏差应在±20%以内。

注：可在同一张样品滤膜上选取面积相同的 2 块颗粒物分布均匀且颜色无明显差异的样品做平行样。

11.4 每批次样品（≤20 个/批）应至少做 1 个加标回收测定，其中加标回收率为 70%～130%。

12 注意事项

12.1 使用可读取 pH 的 Ag/AgCl 参比电极时，需经常关注安培检测器上 pH 参比电极的显示值变化，若 pH 值显示不准确，应对参比电极的 pH 值进行校正。如经校正仍不能满足要求，则需更换参比电极。实验结束后，用去离子水冲洗安培池至中性，再取下参比电极，保存于饱和氯化钾溶液中或按仪器说明书进行保存。

12.2 安培检测器灵敏度降低时，可将金电极抛光打磨。

12.3 三种糖保留时间易偏移，每次使用前需用梯度淋洗液条件下的高浓度淋洗液冲洗体系 1～2 h，且每次测定结束，需使用高浓度淋洗液冲洗色谱柱，或参考色谱柱使用说明书进行维护。

附 录 A
（资料性附录）
标准样品参考色谱图

图 A.1～图 A.2 给出了 2 种参考条件下，0.100 mg/L 左旋葡聚糖、半乳聚糖和甘露聚糖混合标准溶液的离子色谱图。

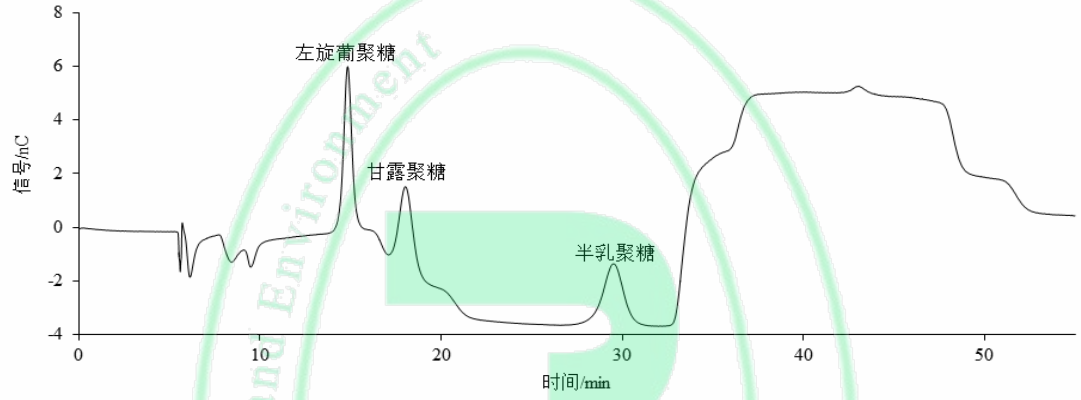

图 A.1 左旋葡聚糖、半乳聚糖和甘露聚糖标准样品的参考色谱图（ρ=0.100 mg/L）

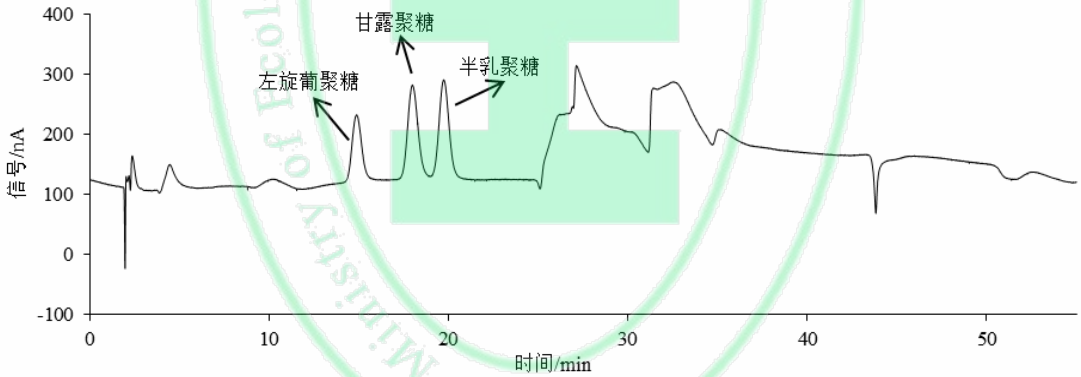

图 A.2 左旋葡聚糖、半乳聚糖和甘露聚糖标准样品的参考色谱图（ρ=0.100 mg/L）

注：该色谱图的参考色谱条件：阴离子色谱柱（6.3）尺寸 150 mm×4 mm，填料为聚苯乙烯-二乙烯基苯聚合物，淋洗液流速：0.5 mL/min，进样量：250 μL，柱温：45℃，安培池温度：35℃。检测器为三电位波形，波形设置为 0 s～0.3 s +0.05 V，0.35 s +0.55 V，0.55 s -0.10 V，0.2 s 积分开始，0.3 s 积分结束。淋洗液 A 为水，B 为 300 mmol/L 氢氧化钠，梯度条件为 0 min～22 min A 95% B 5%，22.1 min～40 min A 10% B 90%，40.1 min～55 min A 95% B 5%。

附 录 B
（资料性附录）
方法准确度

6 家实验室测定的精密度和正确度数据汇总见表 B.1、表 B.2、表 B.3、表 B.4 和表 B.5。

表 B.1 方法的精密度数据（空白滤膜加标样品）

序号	目标化合物名称	加标量（μg）	平均值（μg）	实验室内相对标准偏差（%）	实验室间相对标准偏差（%）	重复性限（μg）	再现性限（μg）
1	左旋葡聚糖	0.50	0.48	1.9～8.1	17	0.07	0.24
		2.00	1.96	0.3～3.9	14	0.12	0.78
		9.00	8.71	1.2～3.4	13	0.60	3.10
2	甘露聚糖	0.50	0.47	1.0～9.2	13	0.06	0.18
		2.00	1.99	0.7～6.4	1.5	0.18	0.18
		9.00	8.75	0.9～2.5	3.9	0.37	1.02
3	半乳聚糖	0.50	0.49	0.8～8.8	6.6	0.02	0.06
		2.00	1.92	1.3～3.9	5.3	0.13	0.31
		9.00	8.65	1.1～2.5	3.4	0.39	0.87

表 B.2 方法的精密度数据（环境空气总悬浮颗粒物样品）

序号	目标化合物名称	样品浓度（$\mu g/m^3$）	单位滤膜面积上的含量（$\mu g/cm^2$）	加标后单位滤膜面积上的含量（$\mu g/cm^2$）	加标样品实验室内相对标准偏差（%）
1	左旋葡聚糖	0.020～0.102	0.003～0.044	0.024～0.167	2.3～9.6
		0.021～0.065	0.111～0.187	0.372～0.652	1.8～8.7
2	甘露聚糖	ND～0.019	ND～0.189	0.016～0.031	2.3～9.6
		ND～0.006	ND～0.017	0.025～0.042	4.3～8.1
3	半乳聚糖	ND～0.037	ND～0.037	0.016～0.182	2.3～9.6
		ND～0.073	ND～0.021	0.013～0.246	1.8～8.7
注：ND 表示未检出。					

表 B.3 方法的精密度数据（生物质燃烧源颗粒物样品）

序号	目标化合物名称	样品类型	样品浓度（μg/g）	测定均值(μg/g)	实验室内相对标准偏差（%）	实验室间相对标准偏差（%）	重复性限（μg/g）	再现性限（μg/g）
1	左旋葡聚糖	生物质燃烧源颗粒物	5.4～9.7	7.6	4.8～26	24	3.2	5.9
		加标生物质燃烧源颗粒物	14.9～19.0	17.4	1.4～8.1	9.4	2.7	5.2
2	甘露聚糖	生物质燃烧源颗粒物	0.5～1.2	0.9	2.6～28	23	0.5	0.7
		加标生物质燃烧源颗粒物	1.5～2.2	1.9	1.7～9.1	12	0.4	0.7
3	半乳聚糖	生物质燃烧源颗粒物	0.4～0.9	0.7	3.9～20	31	0.3	0.6
		加标生物质燃烧源颗粒物	1.3～1.8	1.6	4.4～10	11	0.4	0.6

表 B.4　方法的正确度数据（空白滤膜加标样品）

序号	目标化合物名称	加标量（μg）	加标回收率范围%	实验室间加标回收率均值%	加标回收率标准偏差%	加标回收率最终值%
1	左旋葡聚糖	0.50	74.6～119	96.6	17	96.6±34
		2.00	93.0～115	98.1	14	98.1±28
		9.00	82.9～117	97.1	13	97.1±26
2	甘露聚糖	0.50	79.0～107	94.8	12	94.8±24
		2.00	97.0～102	99.4	1.7	99.4±3.4
		9.00	89.9～99.9	97.2	3.8	97.2±7.6
3	半乳聚糖	0.50	90.0～107	97.8	6.4	97.8±13
		2.00	86.5～100	96.3	5.1	96.3±10
		9.00	91.1～98.7	96.2	3.3	96.2±6.6

表 B.5　方法的正确度数据（环境空气总悬浮颗粒物样品和生物质燃烧源颗粒物样品）

序号	目标化合物名称	样品类型	样品浓度	加标量（μg）	加标回收率范围%	实验室间加标回收率均值%	加标回收率标准偏差%	加标回收率最终值%
1	左旋葡聚糖	总悬浮颗粒物	0.020 μg/m^3～0.102 μg/m^3	0.20	72.5～118	/	/	/
			0.021 μg/m^3～0.065 μg/m^3	2.00	80.6～128	/	/	/
		生物质燃烧源颗粒物	5.4 μg/g～9.7 μg/g	2.00	94.0～112	99.0	7.4	99.0±15
2	甘露聚糖	总悬浮颗粒物	ND～0.019 μg/m^3	0.10～0.20	85.5～118	/	/	/
			ND～0.006 μg/m^3	0.10～0.20	75.4～107	/	/	/
		生物质燃烧源颗粒物	0.6 μg/g～1.2 μg/g	0.20	88.2～105	94.9	5.6	94.9±11
3	半乳聚糖	总悬浮颗粒物	ND～0.037 μg/m^3	0.10～0.20	80.5～122	/	/	/
			ND～0.073 μg/m^3	0.10～0.20	91.6～108	/	/	/
		生物质燃烧源颗粒物	0.4 μg/g～0.9 μg/g	0.20	88.3～107	96.2	7.8	96.2±16
注：ND 表示未检出。								