

国家环境保护总局标准

固定污染源排气中沥青烟的测定 重量法

HJ/T 45—1999

Stationary source emission—Determination of asphaltic smoke—
Gravimetric method

1 适用范围

- 1.1 本标准适用于固定污染源有组织排放的沥青烟测定。
- 1.2 沥青烟的检出限为 5.1 mg, 定量测定范围为 17.0~2 000 mg。

2 定义

沥青烟:指沥青及沥青制品生产和加工过程中形成的液态烃类颗粒物质和少量气态烃类物质的混合烟雾。在本标准中则指用重量为 1.1 ± 0.1 g 的 3[#] 玻璃纤维滤筒所能捕集到的颗粒状液态烃类物质。

3 方法原理

将排气筒中的沥青烟收集于已恒重的玻璃纤维滤筒中,除去水分后,由采样前后玻璃纤维滤筒的增量计算沥青烟的浓度。若沥青烟气中含有显著的固体颗粒物,则将采样后的玻璃纤维滤筒用环己烷提取,并测定提取液中的沥青烟。

4 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。

GB 16297—1996 大气污染物综合排放标准

GB/T 16157—1996 固定污染源排气中颗粒物测定和气态污染物采样方法

5 试剂

- 5.1 环己烷:分析纯,经重蒸收集 $\leq 82^\circ\text{C}$ 馏分,其空白残渣应小于 1 mg/100 ml。

6 仪器

6.1 采样仪器

除 6.1.1 和 6.1.2 之外,均按照 GB/T 16157—1996 中 8.3 关于“普通型采样管法”(预测流速法)配置和组合采样仪器。

6.1.1 采样管:采集沥青烟的采样管由采样嘴、前弯管、冷却套管、滤筒夹(含保温夹套)、滤筒和采样管主体等部分组成(见图 1),其中采样管主体(图 1-14)和前弯管(图 1-1)内衬聚四氟乙烯或内壁镀特氟隆(Teflon);保温夹套(图 1-8)应可保持 $42 \pm 10^\circ\text{C}$;采样嘴(图 1-2)的形状和尺寸应符合 GB/T 16157—1996 中 8.3.3.2 的要求;前弯管(图 1-1)的长度应视排气筒直径而定;冷却套管(图 1-3)为脱卸式,根据沥青烟温度决定是否选用。在不用冷却套管的情况下,前弯管与滤筒夹相衔接,其长度应不大于 500 mm。

国家环境保护总局 1999-08-18 批准

2000-01-01 实施

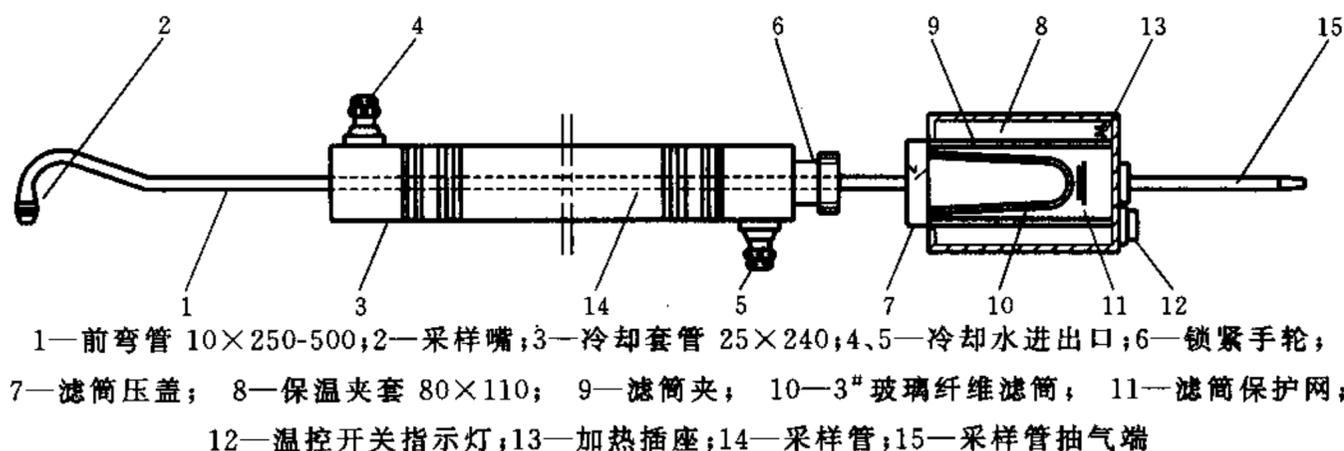


图 1 沥青烟采样管

6.1.2 3# 玻璃纤维滤筒

重量 1.1 ± 0.1 g, 口径 25 mm, 长度 70 mm。

6.2 索氏提取器: 250 ml。

6.3 调温电热碗: 250 ml。

6.4 尼龙筛布: 100~120 目。

7 样品采集和保存

7.1 采样点位和采样频次

7.1.1 采样位置和采样点按 GB/T 16157—1996 中 4.2 执行。

7.1.2 采样时间和采样频次按 GB 16297—1996 中 8.2.1 确定。

7.2 采样前的准备

7.2.1 玻璃纤维滤筒处理与恒重

用铅笔将滤筒(6.1.2)编号, 于 105°C 烘 2 h, 或 400°C 烘 1 h 后, 置于干燥器内冷却至室温, 用天平称至恒重, 准确至 0.1 mg。“恒重”系指间隔 24 h 的两次称重之差, 3# 滤筒应不大于 5.0 mg。

7.2.2 安装滤筒

将恒重后的 3# 滤筒(7.2.1)装入滤筒夹, 用滤筒压盖将滤筒口轻轻压紧, 记下滤筒编号。

7.2.3 启动滤筒保温系统

将滤筒夹加热插座接通电源 220 V, 打开温控开关, 使滤筒夹升温至 $42 \pm 10^{\circ}\text{C}$, 指示灯闪亮。

7.2.4 检查

检查采样系统所有仪器的连接和功能是否正常, 并按 GB/T 16157—1996 中 5.2.2.3 之 c 有关规定, 对采样系统进行检漏。

7.3 采样

将采样管(6.1.1)的采样嘴、前弯管部分伸入烟道开孔, 滤筒夹和冷却夹套应处于烟道开孔之外, 维持滤筒夹保温系统的温度为 $42 \pm 10^{\circ}\text{C}$ 进行采样。

当沥青烟气温度大于或等于 150°C 时, 应启用冷却装置, 当沥青烟气温度低于 150°C 时不用冷却装置。调节冷却水流速度使沥青烟气进入滤筒夹时不低于 40°C 。

采样步骤按 GB/T 16157—1996 中 8.3.5 之 c 至 n 进行操作。

采样完毕后, 取出采样嘴和前弯管, 将其外部所沾烟垢擦净, 把 3# 玻璃纤维滤筒收入带编号的样品盒中, 将采样嘴、前弯管和采样管一并带回实验室分析。

8 测定步骤

8.1 滤筒的称重

将采样后的滤筒放入干燥器内平衡 24 h 后, 用天平称至恒重。恒重要求同(7.2.1)。记录 3# 滤筒的

增重为 ΔW_1 。

8.2 采样管的洗涤

当沥青烟浓度较高时,采样管会截留少量沥青烟,用环己烷(5.1)洗涤包括采样嘴、前弯管和采样管各部分,将洗涤液合并置于已称重的烧杯中,盖上滤纸,使其在室温常压下自然蒸发。待环己烷蒸发完后,将烧杯移至干燥器中 24 h,至恒重,记下烧杯的增重 ΔW_2 。

9 计算和结果表示

9.1 沥青烟的浓度计算

样品中沥青烟浓度按式(1)计算:

$$c = \frac{\Delta W_1 + \Delta W_2}{V_{nd}} \times 10^3 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: c ——某样品中沥青烟浓度, mg/m^3 ;

ΔW_1 、 ΔW_2 ——分别为 3[#] 滤筒、采样管洗涤液中沥青烟重量, mg ;

V_{nd} ——换算成标准状态下的采样体积, L 。

按 GB/T 16157—1996 中 10.1 或 10.2 计算 V_{nd} 。

9.2 沥青烟的“排放浓度”计算

按 GB/T 16157—1996 中 11.1 计算同一个采样截面的沥青烟平均浓度,并进一步按 1 h 内的采样频次计算平均值,即为沥青烟的“排放浓度”。

9.3 沥青烟的“排放速率”计算

按 GB/T 16157—1996 中 11.4 计算沥青烟的“排放速率”。

10 方法的精密度

五个实验室分别测定沥青烟含量为 98.4 mg 的统一样品,得到方法的重复性标准偏差为 1.2 mg ,重复性相对标准偏差为 1.2%,重复性为 3.5 mg ;方法的再现性标准偏差为 1.5 mg ,再现性相对标准偏差为 1.5%,再现性为 4.2 mg 。

五个实验室同时采集和测定沥青烟浓度为 137~232 mg/m^3 的十个沥青烟实际样品,相对标准偏差为 13.2%~15.8%之间。

11 说明

11.1 沥青烟含多种有毒物质,故采样和分析人员要注意自身防护和操作安全。样品的收集和处理要有专用工具和器皿;测试完毕后的样品要专门收集,予以销毁。衣服用品要彻底清洗,以防二次污染。

11.2 沥青烟样品具有一定的挥发性,样品应及时处理和分析。样品保存要有专用干燥器,采有样品的和未经使用的滤筒、烧杯等要分开放置在不同的干燥器中,以防相互沾污。

11.3 采样管采集浓度高的沥青烟样品后,应用环己烷或其他溶剂彻底清洗后,方可重复使用。

11.4 若沥青烟气中夹带的尘粒较多,应将采样后的滤筒经环己烷提取后,进行沥青烟含量测定,测定步骤见附录 A。

11.5 由于市售 3[#] 玻璃纤维滤筒质量参差不齐,应注意选用重量为 $1.1 \pm 0.1 \text{ g}$,口径为 25 mm,长度 70 mm,质地紧密、均匀的产品。

附录 A

(标准的附录)

环己烷提取后测定沥青烟的操作步骤

将采样并恒重后的滤筒用 100~120 目尼龙筛布(6.4)包裹(注意:滤筒不要剪碎),放入索氏提取器(6.2)提取管中,高度要低于提取器虹吸部位。倒入适量环己烷(5.1)使浸过提取器虹吸管,产生虹吸后再加入约 40 ml 左右,装妥冷凝装置,开启电热碗(6.3)加热,使提取器中环己烷液滴冷却速度为 0.5~1 滴/s。待虹吸回流 8~10 次后,接受瓶中沥青烟-环己烷溶液在 40 ml 左右,停止加热,冷却接受瓶,将接受瓶提取液移至已恒重的 100 ml 烧杯中,(将提取管中环己烷虹吸至回收瓶中,滤筒弃去),并用环己烷(5.1)洗涤接受瓶三次,每次 5 ml,洗涤液与烧杯中提取液合并,总体积为 60 ml 左右。将烧杯用滤纸盖好,在室温常压下自然蒸发,环己烷蒸发完后,把烧杯置于干燥器中 24 h,称至恒重。记录烧杯的增重 ΔW_2 , (应有 $\Delta W_2 \approx \Delta W_1$), 准确至 0.1 mg。同时取同批滤筒进行空白试验,空白试验值小于 ± 1 mg 时,校正值可以忽略不计。

附加说明:

本标准由国家环境保护总局科技标准司提出。

本标准由上海市环境监测中心负责起草。

本标准主要起草人:丁荔、靳茂霞、冯彩英。

本标准委托中国环境监测总站负责解释。