

F-HZ-HJ-DQ-0194

工业废气—固定污染源排气中沥青烟的测定—重量法

沥青烟是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。在本方法中则指用重量为 $1.1 \pm 0.1\text{g}$ 的 3# 玻璃纤维滤筒所能捕集到的颗粒状液态烃类物质。

1 范围

本方法适用于固定污染源有组织排放的沥青烟测定。

沥青烟的检出限为 5.1mg ，定量测定范围为 $17.0 \sim 2000\text{mg}$ 。

2 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。

3 试剂

3.1 环己烷：分析纯，经重蒸收集 82 馏分，其空白残渣应小于 $1\text{mg}/100\text{mL}$ 。

4 仪器

4.1 采样仪器。除 4.1.1 和 4.1.2 之外，均按照 F-HZ-HJ-DQ-0175 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。

4.1.1 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 ± 10 ；采样嘴（图 1-2）的形状和尺寸应符合 F-HZ-HJ-DQ-0175 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，其长度应为大于 500mm 。

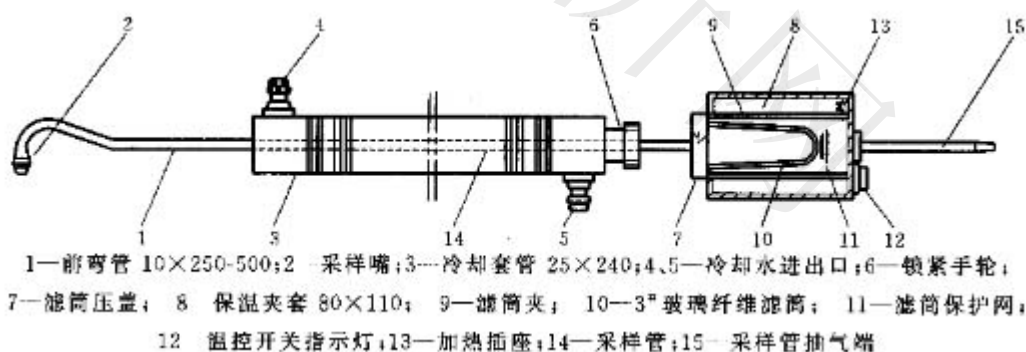


图 1 沥青烟采样管

4.1.2 3# 玻璃纤维滤筒，重量 $1.1 \pm 0.1\text{g}$ ，口径 25mm ，长度 70mm 。

4.2 索氏提取器：250mL。

4.3 调温电热碗：250mL。

4.4 尼龙筛布：100~120 目。

5 采样

5.1 采样点和采样频次

5.1.1 采样位置和采样点按 F-HZ-HJ-DQ-0175 中 4.2 执行。

5.1.2 采样时间和采样频次：以连续 1h 的采样获取平均值；或在 1h 内，以等时间间隔采集

4 个样品，并计平均值。

5.2 采样前的准备

5.2.1 玻璃纤维滤筒处理与恒重。用铅笔将滤筒（4.1.2）编号，于 105 烘 2h，或 400 烘 1h 后，置于干燥器内冷却至室温，用水平称至恒重，准确至 0.1mg。“恒重”系指间隔 24h 的两次称重之差，3[#]滤筒应不大于 5.0mg。

5.2.2 安装滤筒。将恒重后的 3[#]滤筒(5.2.1)装入滤筒夹，用滤筒压盖将滤筒口轻轻压紧，记下滤筒编号。

5.2.3 启动滤筒保温系统。将滤筒夹加热插座接通电源 220V，打开温控开关，使滤筒夹升温至 42±10，指示灯闪亮。

5.2.4 检查。检查采样系统所有仪器的连接和功能是否正常，并按下述规定，对采样系统进行检漏：

检查系统是否漏气，如发现漏气、应分段检查、堵漏，直到满足检漏要求。

流量计量装置放在抽气泵前的，其检漏方法有两种：

方法一：在系统的抽气泵前串一满量程为 1L/min 的小量程转子流量计。检漏时，将装好滤筒的采样管进口（不包括采样嘴）堵严，打开抽气泵，调节泵进口处的调节阀，使系统中的压力表负压指示为 6.7kPa，此时，小量程流量计的流量如不大于 0.6L/min，则视为不漏气。

方法二：检漏时，堵严采样管滤筒夹处进口，打开抽气泵，调节泵进口的调节阀，使系统中的真空压力表负压指示为 6.7kPa，关闭连接抽气泵的橡皮管，在 0.5min 内如真空压力表的指示值下降不超过 0.2kPa，则视为不漏气。

在仪器携往现场前，已按上述方法进行过检漏的，现场检漏仅对采样管后的连接橡皮管到抽气泵段进行检漏。

流量计量装置放在抽气泵后的检漏方法：在流量计量装置出口接一三通管，其一端接 U 型压力计，另一端接橡皮管。检漏时，切断抽气泵的进口通路，由三通的橡皮管端压入空气，使 U 型压力计水柱压差上升到 2kPa，堵住橡皮管进口，如 U 型压力计的液面差在 1min 内不变，则视为不漏气。抽气泵前管段仍按前面的方法检漏。

5.3 采样

将采样管（4.1.1）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±10 进行采样。

当沥青烟气温度大于或等于 150 时，应启用冷却装置，当沥青烟气温度低于 150 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。

采样步骤按下述 a)~l) 进行操作：

- 根据烟道断面大小，确定采样点数和位置，然后将各采样点的位置用胶布在皮托管和采样管上作出记号。
- 打开烟道的采样孔，清除孔中的积灰。
- 按顺序测定排气温度、水分含量、静压和各采样点的气体动压。如干排气成分与空气的成分有较大差异时，还应测定排气的成分。进行各项测定时，应将采样孔封闭。
- 根据测得的排气温度、水分含量、静压和各采样点的流速，结合选用的采样嘴直径，按下式算出各采样点的等速采样流量：

$$Q_r' = 0.00047d^2 \cdot V_s \left(\frac{B_a + P_s}{273 + t_s} \right) \left[\frac{M_{sd}(273 + t_r)}{B_a + P_r} \right]^{1/2} (1 - X_{sw})$$

式中： Q_r ——等速采样流量的转子流量计读数，L/min；

d ——采样嘴直径，mm；

V_s ——测点气体流速，m/s；

B_a ——大气压力，Pa；

P_s ——排气静压，Pa；

P_r ——转子流量计前气体压力，Pa；

t_s ——排气温度的，；

t_r ——转子流量计前气体温度，；

M_{sd} ——干排气的分子量，kg/kmol；

X_{sw} ——排气中的水分含量体积百分数，%。

当干排气成分和空气近似时，等速采样流量按下式计算：

$$Q_r' = 0.0025d^2 \cdot V_s \left(\frac{B_a + P_s}{273 + t_s} \right) \left[\frac{273 + t_r}{B_a + P_r} \right]^{1/2} (1 - X_{sw})$$

e) 装上所选定的采样嘴，开动抽气泵调整流量至第一个采样点所需的等速采样流量，关闭抽气泵。记下累积流量计初读数 V_1 。

f) 将采样管插入烟道中第一采样点处，将采样孔封闭，使采样嘴对准气流方向（其与气流方向偏差不得大于 10° ），然后开动抽气泵，并迅速调整流量到第一个采样点的采样流量。

g) 采样期间，由于颗粒物在滤筒上逐渐聚集，阻力会逐渐增加，需随时调节控制阀以保持等速采样流量，并记下流量计前的温度、压力和该点的采样延续时间。

h) 一点采样后，立即将采样管按顺序移到第二个采样点，同时调节流量至第二个采样点所需的等速采样流量。依次类推，顺序在各点采样。每点采样时间视颗粒物浓度而定，原则上每点采样时间应不少于 3min。各点采样时间应相等。

i) 采样结束后，关闭抽气泵，小心地从烟道取出采样管，注意不要倒置。记录累积流量计终读数 V_2 。如采样管倒置采样，采样结束时，应及时记下采样时间及累积流量计终读数 V_2 ，并迅速从烟道中取出采样管，正置后，再关闭抽气泵。

j) 用镊子将滤筒取出，轻轻敲打前弯管，并用细毛刷将附着在弯管内的尘粒刷到滤筒中，将滤筒用纸包好，放入专用盒中保存。

k) 每次采样，至少采取三个样品，取其平均值。

l) 采样后应再测量一次采样点的流速，与采样前的流速相比，如相差大于 20%，样品作废，重新取样。

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。

6 操作步骤

6.1 滤筒的称重。将采样后的滤筒放入干燥内平衡 24h 后，用天平称至恒重。恒重要求同（5.2.1）。记录 3# 滤筒的增重为 ΔW_1 。

6.2 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（3.1）洗涤包括采样嘴、前弯管和采样管条部分，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 24h，至恒重，记下烧杯的增重 ΔW_2 。

7 结果计算

7.1 沥青烟的浓度计算

样品中沥青烟浓度按下式计算：

$$c = \frac{\Delta W_1 + \Delta W_2}{V_{nd}} \times 10^3$$

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 。

V_{nd} 的计算：

a) 使用转子流量计时的体积计算

当转子流量计前装有干燥器时，标准状态下干排气采气体积按下式计算：

$$V_{nd} = 0.27Q_r \sqrt{\frac{B_a + P_r}{M_{sd}(273 + t_r)}} \cdot t$$

式中： V_{nd} ——标准状态下采气体积，L；

Q_r ——采样流量，L/min；

M_{sd} ——干排气气体分子量，kg/kmol；

P_r ——转子流量计前气体压力，Pa；

t_r ——转子流量计前气体温度，℃；

t ——采样时间，min。

当被测气体的干气体分子量近似于空气时，标准状态下干气体体积按下式计算：

$$V_{nd} = 0.05Q_r \sqrt{\frac{B_a + P_r}{273 + t_r}} \cdot t$$

b) 使用干式累积流量计时的体积计算

使用干式累积流量计，流量计前装有干燥器，标准状态下干气体体积按下式计算：

$$V_{nd} = K(V_2 - V_1) \frac{273}{273 + t_d} \cdot \frac{B_a + P_d}{101300}$$

式中： V_1, V_2 ——采样前后累积流量计的读数，L；

t_d ——流量计前气体温度，℃；

P_d ——流量计前气体压力，Pa；

K ——流量计的修正系数。

7.2 沥青烟的“排放浓度”计算。按 F-HZ-HJ-DQ-0175 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 1h 内的采样频次计算平均值，即为沥青烟的“排放浓度”。

7.3 沥青烟的“排放速率”计算。

$$G = \bar{C} \cdot Q_{sn} \times 10^{-6}$$

式中： G ——沥青烟的排放速率，kg/h；

Q_{sn} ——标准状态下干排气流量， m^3/h 。

标准状态下干排气流量 Q_{sn} 按下式计算：

$$Q_{sn} = Q_s \cdot \frac{B_a + P_s}{101300} \cdot \frac{273}{273 + t_s} (1 - X_{sw})$$

式中： Q_{sn} ——标准状态下干排气流量， m^3/h ；

B_a ——大气压力，Pa；

P_s ——排气静压，Pa；

t_s ——排气温度的，℃；

X_{sw} ——排气中水分含量体积百分数，%。

8 精密度和准确度

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

五个实验室同时采集和测定沥青烟浓度为 137~232mg/m³ 十个沥青烟实际样品，相对标准偏差为 13.2%~15.8% 之间。

9 说明

9.1 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。

9.2 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。

9.3 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。

9.4 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。环己烷提取后测定沥青烟的操作步骤如下：

将采样并恒重后的滤筒用 100~120 目尼龙筛布（4.4）包裹（注意：滤筒不要剪碎），放入索氏提取器（4.2）提取管中，高度要低于提取器虹吸部位。倒入适量环己烷（3.1）使浸过提取器虹吸管，产生虹吸后再加入约 40mL 左右，装妥冷凝装置，开启电热碗（4.3）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 40mL 左右，停止加热，冷却接受瓶，将接受瓶提取液移至已恒重的 100mL 烧杯中，（将提取管中环己烷虹吸至回将瓶中，滤筒弃去），并用环己烷（3.1）洗涤接受瓶三次，每次 5mL，洗涤液与烧杯中提取液合并，总体积为 60mL 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 24h，称至恒重。记录烧杯的增重 $\Delta W_{\text{总}}$ ，（应有 $\Delta W_{\text{总}} \approx \Delta W_1$ ），准确至 0.1mg。同时取同批滤筒进行空白试验，空白试验值小于 $\pm 1\text{mg}$ 时，校正值可以忽略不计。

9.5 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 25mm，长度 70mm，质地紧密、均匀的产品。

10 参考文献

10.1 中国标准出版社编，中国环境保护标准汇编：废气废水废渣分析方法，pp.376~379，中国标准出版社，北京，2000（HJ/T 45-1999）

10.2 GB 16297—1996 大气污染物综合排放标准

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