

DB11

北京市地方标准

DB 11/T 1484—2017

固定污染源废气挥发性有机物 监测技术规范

Technical specification for monitoring of volatile organic compounds
emitted from stationary source

2017 - 12 - 15 发布

2018 - 03 - 01 实施

北京市质量技术监督局 发布

目 次

前言 II

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义 2

4 测定项目确定 2

5 分析方法选择 2

6 采样技术要求 2

7 安全防护要求 4

8 样品的运输和保存 4

9 结果计算与表示 5

10 质量保证与质量控制 6

附录 A （资料性附录） 固定污染源废气 非甲烷总烃或总烃的分析方法 6

附录 B （资料性附录） 固定污染源废气 特征有机污染物的分析方法 8

前 言

本标准依据GB/T 1.1-2009给出的规则起草。

本标准由北京市环境保护局提出并归口。

本标准由北京市环境保护局组织实施。

本标准起草单位：北京市环境保护监测中心、北京市环境保护科学研究院。

固定污染源废气挥发性有机物监测技术规范

警告：挥发性有机物属易燃物质，其中部分属有毒有害物质，监测全过程应注意安全。在有防爆保护安全要求的危险场所监测时，应根据危险场所分类选用符合要求的现场监测电气设备，现场操作应符合安全要求。

1 范围

本标准规定了固定污染源废气中挥发性有机物监测过程中的项目确定原则、分析方法选择、采样技术要求、安全防护、样品运输与保存、结果计算与表示、质量保证和质量控制要求等技术内容。

本标准适用于固定污染源排放废气中挥发性有机物的监测。

本标准不适用于泄漏和敞开液面排放挥发性有机物的监测。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是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 3836.1 设备 通用要求

GB 3836.14 危险场所分类

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 14676 空气质量 三甲胺的测定 气相色谱法

GB/T 14678 空气质量 硫化氢、甲硫醇、甲硫醚和二硫化硫的测定 气相色谱法

GB/T 15516 空气质量 甲醛的测定 乙酰丙酮分光光度法

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 32 固定污染源排气中酚类化合物的测定 4-氨基安替比林分光光度法

HJ/T 33 固定污染源排气中甲醇的测定 气相色谱法

HJ/T 34 固定污染源排气中氯乙烯的测定 气相色谱法

HJ/T 35 固定污染源排气中乙醛的测定 气相色谱法

HJ/T 36 固定污染源排气中丙烯醛的测定 气相色谱法

HJ/T 37 固定污染源排气中丙烯腈的测定 气相色谱法

HJ/T 38 固定污染源排气中非甲烷总烃的测定 气相色谱法

HJ/T 39 固定污染源排气中氯苯类的测定 气相色谱法

HJ/T 55 大气污染物无组织排放监测技术导则

HJ/T 373 固定污染源监测质量保证与质量控制技术规范（试行）

HJ/T 397 固定源废气监测技术规范

HJ 583 环境空气 苯系物的测定 固体吸附/热脱附-气相色谱法

HJ 584 环境空气 苯系物的测定 活性炭吸附/二硫化碳解析-气相色谱法

HJ 604 环境空气 总烃的测定-气相色谱法

HJ 638 环境空气 酚类化合物的测定 高效液相色谱法

HJ 644 环境空气 挥发性有机物的测定 吸附管采样-热脱附/气相色谱-质谱法

HJ 645 环境空气 挥发性卤代烃的测定 活性炭吸附-二硫化碳解吸/气相色谱法

- HJ 683 环境空气 醛、酮类化合物的测定 高效液相色谱法
HJ 732 固定污染源废气 挥发性有机物的采样 气袋法
HJ 734 固定污染源废气 挥发性有机物的测定 固定相吸附-热脱附/气相色谱-质谱法
HJ 759 环境空气 挥发性有机物的测定 罐采样 气相色谱-质谱法
DB11/ 1195 固定污染源监测点位设置技术规范
DB11/T 1367 固定污染源废气 甲烷/总烃/非甲烷总烃的测定 便携式氢火焰离子化检测器法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

非甲烷总烃 non-methane hydrocarbons

在选用检测方法规定的条件下，对氢火焰离子化检测器有响应的除甲烷外的有机化合物的总和（以碳计）。

3.2

标准状态 standard state

指温度为273K，压力为101.3kPa时的状态，简称“标态”，本标准中的大气污染物排放浓度均指标准状态下干基浓度。

4 测定项目确定

测定项目应根据固定污染源所属行业，依据国家标准、行业标准和地方标准中规定的污染物指标选择确定，环境影响评价文件及其批复、排污许可证等相关管理规定中明确要求的污染物项目也应作为测定项目。

5 分析方法选择

5.1 测定项目分析方法选择原则

挥发性有机物测定项目的分析方法应优先选用污染物排放标准中规定的标准方法。若适用性满足要求，新发布的国家、行业或地方标准方法也可选用。具体要求如下：

- a) 非甲烷总烃或总烃的分析方法参见附录 A，宜优先选择现场直接测定方法。
- b) 特征有机污染物的分析方法参见附录 B。尚无国家、行业和地方标准分析方法的有机污染物项目，经实验室证实或确认后，检测机构可采用由国际标准化组织（简称 ISO）、地区或其他国家的标准方法。

6 采样技术要求

6.1 有组织排放

6.1.1 采样点位布设

6.1.1.1 有组织废气排放源的采样点位布设,符合 GB/T 16157 和 HJ/T 397 的规定。采样管线应为不锈钢、石英玻璃、聚四氟乙烯等低吸附材料,并尽可能短。

6.1.1.2 有组织废气排气筒的采样口(监测孔)和采样平台设置应符合 GB/T 16157、DB11/1195 的规定要求。

6.1.2 采样频次及时段

6.1.2.1 排放源连续排放时间大于 1h 的,应在排放时段内连续恒流采样,采样流量为 0.2 L/min~0.6 L/min,累计采样时间一般应不少于 45 min,气袋采气量应不小于 10L;或 1h 内以等时间间隔恒流或瞬时采集 3 个~4 个样品,其测试平均值作为小时浓度。

6.1.2.2 间歇性排放源,其排放时间小于 1h 的,应在排放时间段内恒流采样,采样流量为 0.2 L/min~0.6 L/min;当排放时间不足 20 分钟时,采样时间与间歇生产启停时间相同,应连续采集 2 个~4 个排放过程,气袋采气量不小于 10 升;或在排放时段内采集 3 个~4 个样品,计算其平均值作为小时浓度。

6.1.2.3 对于储罐类排放采样,应在其加注、输送操作时段内采样;在测试挥发性有机物处理效率时,应避免在装置或设备启停等不稳定工况条件下采样。

6.1.3 采样容器要求

6.1.3.1 使用气袋采样应按 HJ 732 规定执行。

6.1.3.2 使用吸附管采样应按分析标准方法中规定的采样方法执行,并符合 HJ/T 397 的质量控制要求。

6.1.3.3 使用吸附管、采样罐、真空瓶或注射器采样时,应按照分析标准方法中规定的采样方法执行,并符合 HJ/T 397 的质量控制要求。

6.1.3.4 采样枪、过滤器、连接管、气袋、采样罐和注射器等可重复使用器材,在使用后应尽快用空气吹扫 2 次~3 次,再用高纯氮气吹扫 2 次~3 次,经吹扫清洗后的连接管、气袋和注射器等器具应保存在密封袋或箱内避免污染。在使用前抽检 10% 的气袋、采样罐等可重复使用器材,其待测组分含量应不大于分析方法测定下限,抽检合格方可使用。

6.1.4 样气采集

6.1.4.1 若排放废气温度与车间或环境温度差不超过 10℃,采样枪可不用加热;否则采样枪需加热(有防爆安全要求除外),手工采样枪前端的颗粒物过滤器应为陶瓷或不锈钢材质等材料,过滤器、采样枪、采样管线加热温度应比废气温度高 10℃,但最高不宜超过 160℃。

6.1.4.2 使用气袋法采样操作应按照 HJ 732 中的规定执行,采集样气量应不大于气袋容量的 80%。使用气袋在高温、高湿、高浓度排放口采集样品时,分析测试前应将样品气袋避光加热并保持 5 分钟,待样品混合均匀后再快速取样分析,气袋加热温度应比废气排放温度或露点温度高 10℃,但最高不宜超过 120℃。分析标准方法中另有规定的,按相关要求执行。

6.1.4.3 废气中湿度对监测结果存在影响时,应按 GB/T 16157 的要求在采样枪后增加一个脱水装置,然后再连接采样袋,脱水装置中的冷凝水应与样品气同步分析,冷凝水中的有机物含量应合并计入样品气浓度。

6.1.4.4 特征有机污染物的采样、采气量应按照其方法标准规定执行,方法中未明确规定的,验证后可用气袋采样后测定,验证方法按 HJ 732 中规定执行。

6.2 无组织排放

6.2.1 采样点位布设

6.2.1.1 厂界无组织排放采样点布设按 HJ/T 55 规定执行。地方排放标准中另有规定的，按相关要求执行。

6.2.1.2 排放挥发性有机物的生产工序或设施在带有集气系统的密闭工作间内的，无组织排放采样点设置在密闭工作间外 1 米，不低于 1.5 米高度处，监控点的数量不少于 3 个，并选取浓度最大值。

6.2.1.3 排放挥发性有机物的生产工序或设施未在密闭工作间内的，无组织排放采样点设置在生产设备外 1 米，不低于 1.5 米高度处，监控点的数量不少于 3 个，并选取浓度最大值。

6.2.2 采样频次及时段

6.2.2.1 排放源连续排放时间大于 1h 的，应在生产工况、排放状况比较稳定的情况下，使用采样罐或气袋采样时，恒流采样时间一般应不少于 45 分钟，气袋采气量应不小于 10 升；或者在 1h 内以等时间间隔采集 3 个~4 个样品，其平均值作为小时平均浓度。

6.2.2.2 间歇性排放源，应在排放时间段内恒流采样，连续采集 2 个~4 个间歇生产过程，气袋采气量不小于 10 升；或在排放时段内采集 3 个~4 个样品，计算其平均值作为小时浓度。

6.2.3 采样容器要求

6.2.3.1 无组织排放采样应优先使用采样罐，罐体积不少于 6 升，采样罐的清洗、采样、真空度检查、流量控制器安装与气密性检查按 HJ 759 的规定执行。

6.2.3.2 使用吸附管采集低浓度挥发性有机物时，采样体积应不低于相关标准中方法检出限的采样体积。

7 安全防护要求

7.1 采样或监测现场区域为符合 GB 3836.14 规定的危险场所，应根据危险场所分类选择现场采样、监测用电气设备的类型，选用设备的级别和组别应按 GB3836.1 规定执行；不具备防爆电气设备或安全测试条件的，应使用注射器、采样罐等非电气设备类方法采样，样品送回实验室分析。

7.2 采样或监测现场区域的危险分类或防爆保护要求未明确的，应按照 GB 3836.1 的规定，宜使用本质安全型（ia 或 ib 类）监测设备开展采样或监测工作。

7.3 污染源单位应向现场监测或采样人员详细说明处理设施及采样点位附近可能产生的安全问题，必要时应进行现场安全生产培训。

7.4 现场监测或采样时应严格执行现场安全生产规定，若监测点位区域为有防爆要求、或存在有毒有害气体的危险场所，污染源企业应为监测人员提供相关报警仪，并安排安全员负责现场指导安全工作，确保采样操作和仪器使用符合相关安全要求。

7.5 现场监测或采样人员应正确使用各类个人安全防护用品，做好安全防护工作。宜在监测点位或采样口的上风向进行采样或监测。

8 样品运输和保存

- 8.1 现场采样样品必须逐件与样品登记表、样品标签和采样记录进行核对，防止丢失和混淆，核对无误后分类装箱。运输过程中应采取措施防止样品的损坏、受热和粘污。
- 8.2 采集的气袋样品应避光保存。样品应及时送到实验室，宜在采样后 8h 内完成分析，最长不超过 24h。
- 8.3 用吸附管采样后，立即用密封帽将采样管两端密封，4℃避光保存，在 7 日内完成样品分析。
- 8.4 用采样罐采集的样品，在常温下保存，采样后及时分析，在 20 天内完成样品分析。
- 8.5 用注射器采集的样品，立即用内衬聚四氟乙烯的橡皮帽密封，避光保存，应在采样后 8h 内完成分析。
- 8.6 冷链运输的样品应在实验室内恢复至常温或加热后再行测定。

9 结果计算与表示

- 9.1 挥发性有机物污染物的排放浓度应折算为干基标准状态，有关计算按 GB/T 16157 的规定执行。
- 9.2 结果的计算与报出数据的有效数字按 GB/T 8170 及相关标准的规定执行。
- 9.3 挥发性有机物污染物排放浓度应按照污染物排放标准中的浓度限值计算基准进行换算。
 - 9.3.1 非甲烷总烃或总烃的浓度计算基准有以碳计、以甲烷计或以丙烷计等，以甲烷计、丙烷计浓度换算为以碳计的计算公式见公式（1）~（4）：

$$\rho_C = \gamma_{CH_4} \rho_{CH_4} \dots\dots\dots (1)$$

$$\rho_C = \gamma_{C_3H_8} \rho_{C_3H_8} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

ρ_C ——以碳计的非甲烷总烃浓度，（mg/m³）；

γ_{CH_4} ——以甲烷计转换为以碳计的换算系数；

$\gamma_{C_3H_8}$ ——以丙烷计转换为以碳计的换算系数；

ρ_{CH_4} ——以甲烷计的非甲烷总烃浓度，（mg/m³）；

$\rho_{C_3H_8}$ ——以丙烷计的非甲烷总烃浓度，（mg/m³）。

$$\gamma_{CH_4} = \frac{M_C}{M_{CH_4}} \dots\dots\dots (3)$$

$$\gamma_{\text{C}_3\text{H}_8} = \frac{M_{\text{C}}}{M_{\text{C}_3\text{H}_8}} \dots\dots\dots (4)$$

式中：

M_{C} ——碳的分子量；

M_{CH_4} ——甲烷的分子量；

$M_{\text{C}_3\text{H}_8}$ ——丙烷的分子量。

9.3.2 以甲烷计或以丙烷计浓度换算为以碳计浓度的换算系数表见表 1，换算系数保留 3 位有效数字。

表1 换算系数表

名称	γ_{CH_4}	$\gamma_{\text{C}_3\text{H}_8}$
换算系数	0.749	0.272

10 质量保证与质量控制

10.1 挥发性有机物监测的质量保证与质量控制应按照 HJ/T 373、HJ/T 397 及其它相关标准规定执行。

10.2 气袋法采样前应严格检查采样系统的密封性，泄漏检测按 GB/T 16157、HJ 732 的规定执行。

10.3 现场监测时，应对仪器校准情况进行记录。

10.4 采样前应对采样流量计进行校验，其相对误差应不大于 5%；采样流量波动应不大于 10%。

10.5 使用吸附管采样时，可用现场快速检测方法或设备估测排放浓度，估算采样体积，确保穿透率小于 10%，否则应重新采样。分析方法中另有规定的按相关要求执行。

10.6 每批样品均需建立校准曲线，相关系数应大于 0.995，校准曲线应选择 3 个～5 个浓度点(不包括空白)。每 24h 分析一次校准曲线中间浓度点或者次高点，其测定结果与初始浓度值相对偏差应小于等于 30%，否则应查找原因或重新绘制标准曲线。分析方法中另有规定的按相关要求执行。

10.7 测定挥发性有机物的特征污染物时，每 10 个样品或每批次（少于 10 个样品）至少分析一个实验室平行样品，平行样品的相对偏差应小于 30%，分析方法另有规定的按相关要求执行。

10.8 每批样品至少有一个全程序空白样品，目标污染物含量应不大于分析方法测定下限，否则应重新采样；每批样品分析前至少分析一次实验室空白，空白分析结果应小于方法检出限。分析方法另有规定的按相关要求执行。

10.9 送实验室的样品应及时分析，应在规定的期限内完成；留样样品应按测定项目标准监测方法规定的要求保存。

附 录 A
(资料性附录)
固定污染源废气 非甲烷总烃或总烃的分析方法

A.1 固定污染源废气 非甲烷总烃或总烃的分析方法见表A.1。

表A.1 固定污染源废气 非甲烷总烃或总烃的分析方法

排放类型	综合项目	监测方法	标准号
有组织/ 无组织	非甲烷总烃 或总烃	固定污染源废气 挥发性有机物的采样 气袋法	HJ 732
		固定污染源排气中非甲烷总烃的测定 气相色谱法	HJ/T 38
		固定污染源废气 甲烷/总烃/非甲烷总烃的测定 便携式氢火焰离子化检测器法	DB11/T 1367
		环境空气 总烃的测定 气相色谱法	HJ 604
注：本标准实施之日后，国家或北京市再行发布的适用的空气和废气非甲烷总烃或总烃分析方法同等选用。			

附 录 B

(资料性附录)

固定污染源废气 特征有机污染物的分析方法

B.1 固定污染源废气 特征有机污染物的分析方法见表B.1。

表B.1 固定污染源废气 特征有机污染物的分析方法

排放类型	特征污染物	标准名称	标准号
有组织	丙烯等 61 种	固定污染源废气 挥发性有机物的采样 气袋法	HJ 732
	丙酮等 24 种	固定污染源废气 挥发性有机物的测定 固相吸附-热脱附 /气相色谱-质谱法	HJ 734
	酚类	固定污染源排气中酚类化合物的测定 4-氨基安替比林分光光度法	HJ/T 32
	甲醇	固定污染源排气中甲醇的测定 气相色谱法	HJ/T 33
	氯乙烯	固定污染源排气中氯乙烯的测定 气相色谱法	HJ/T 34
	乙醛	固定污染源排气中乙醛的测定 气相色谱法	HJ/T 35
	丙烯醛	固定污染源排气中丙烯醛的测定 气相色谱法	HJ/T 36
	丙烯腈	固定污染源排气中丙烯腈的测定 气相色谱法	HJ/T 37
	氯苯类	固定污染源排气中氯苯类的测定 气相色谱法	HJ/T 39
无组织	丙烯等67种	环境空气 挥发性有机物的测定罐采样 气相色谱-质谱法	HJ 759
	1,1-二氯乙烯等 34种	环境空气 挥发性有机物的测定 吸附管采样-热脱附/气相色谱- 质谱法	HJ 644
	挥发性卤代烃	环境空气 挥发性卤代烃的测定 活性炭吸附-二硫化碳解吸/ 气相色谱法	HJ 645
	苯系物	环境空气 苯系物的测定 活性炭吸附/二硫化碳解吸-气相色谱法	HJ 584
	苯系物	环境空气 苯系物的测定 固体吸附/热脱附-气相色谱法	HJ 583
	酚类化合物	环境空气 酚类化合物的测定 高效液相色谱法	HJ 638
	醛、酮类化合物	环境空气 醛、酮类化合物的测定 高效液相色谱法	HJ 683
有组织/ 无组织	甲醛	空气质量 甲醛的测定 乙酰丙酮分光光度法	GB/T 15516
	甲硫醇、甲硫醚 和二甲二硫	空气质量 硫化氢、甲硫醇、甲硫醚和二甲二硫的测定 气相色谱法	GB/T 14678
	三甲胺	空气质量 三甲胺的测定 气相色谱法	GB/T 14676
注：本标准实施之日后，国家或北京市再行发布的适用的空气和废气有机污染物分析方法同等选用。			