

中华人民共和国国家环境保护标准

HJ 732-2014

固定污染源废气 挥发性有机物的采样 气袋法

Emission from stationary sources-Sampling of volatile organic compounds-Bags method

(发布稿)

本电子版为发布稿。请以中国环境科学出版社出版的正式标准文本为准。

2014-12-31 发布

2015-02-01 实施

环境保护部 % 发布

目 次

前言	. ii
1 适用范围	
2 设备和材料	
3 方法原理	
4 设备和材料	
5 采样	
5.1 采样位置、采样频次和采样时间	
5.2 采样系统的安装	
5.3 采样步骤	.3
5.4 样品的保存和运输	
5.5 样品的分析	.3
6 质量保证和质量控制	.4
附录 A(资料性附录) 部分 VOCs 气体样品在三种氟聚合物薄膜采样气袋中保存实验结果	. 5

前言

为贯彻《环境保护法》和《大气污染防治法》,保护环境,保障人体健康,制定本标准。 本标准规定了采用氟聚合物薄膜气袋对固定污染源废气中挥发性有机物进行采样的方法。 本标准为首次发布。

本标准附录 A 为资料性附录。

本标准由环境保护部科技标准司组织制订。

本标准主要起草单位: 上海市环境监测中心、同济大学、中国环境监测总站。

本标准 2014 年 12 月 31 日环境保护部批准。

本标准自 2015 年 02 月 01 日起实施。

本标准由环境保护部解释。

固定污染源废气 挥发性有机物的采样 气袋法

1. 适用范围

本标准规定了使用聚氟乙烯 (PVF) 等氟聚合物薄膜气袋手工采集温度低于150℃的固定污染源 废气中挥发性有机物 (VOCs) 的方法。

本标准适用于固定污染源废气中非甲烷总烃和部分 VOCs 的采样,适用于本方法的 VOCs 包括经实验验证可在所用的材质类型气袋中稳定保存的化合物。三种氟聚合物薄膜材质气袋保存 61 种 VOCs 的性能指标参见附录 A。

2. 规范性引用文件

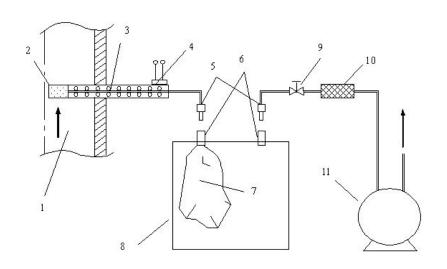
本标准内容引用了下列文件中的条款。凡是不注明日期的引用文件,其有效版本适用于本标准。 HJ/T 397 固定源废气监测技术规范

3. 方法原理

使用真空箱、抽气泵等设备将经固定污染源排气筒排放的废气直接采集并保存到化学惰性优良的氟聚合物薄膜气袋中。

4. 设备和材料

4.1 气袋采样系统



1—排气管道; 2—玻璃棉过滤头; 3—Teflon 连接管; 4—加热采样管; 5—快速接头阳头; 6—快速接头阴头; 7—采样气袋; 8—真空箱; 9—阀门; 10—活性碳过滤器; 11—抽气泵。

图 1 气袋采样系统

4.1.1 玻璃棉过滤头

加装在采样管前端,填装实验用清洁玻璃棉,过滤排气中颗粒物的装置。

4.1.2 采样管

有加热功能,内壁应为不锈钢或内衬聚四氟乙烯材料(Teflon)或石英玻璃的采样管。

4.1.3 Teflon 连接管

足够长度的聚四氟乙烯材料(Teflon)管。

4.1.4 采样气袋

低吸附性和低气体渗透率,不释放干扰物质,经实验验证所监测的目标 VOCs 在气袋中能稳定保存的氟聚合物薄膜气袋。61 种 VOCs 在三种氟聚合物材质气袋内保存性能见附录 A 中的实验验证结果,供选择气袋材质的参考依据。具可接上采样管的聚四氟乙烯(Teflon)材质的接头,该接头同时也是一个可开启和关闭的阀门装置。采样气袋的容积至少 1 L,根据分析方法所需的最少样品体积来选择采样气袋的容积规格。采样前应观察气袋外观,检查是否有破裂损坏等可能漏气的情况,如发现则弃用。

4.1.5 真空箱

透明或有观察孔,具备足够强度的有机玻璃或不锈钢材质的密封容器,真空箱上盖可开启,盖底四边有密封条。

4.1.6 阀门

控制和开关采样气流。

4.1.7 活性炭过滤器

中间充填活性炭,两端以玻璃棉填塞。

4.1.8 抽气泵

至少提供 0.1~1 L/min 流量的隔膜泵或其它类型的泵,抽气能力应能克服烟道及采样系统阻力。如果采样现场有防爆安全要求,抽气泵须具有经过防爆安全认证的防爆功能。

4.2 样品保存容器

具有避光保温功能的容器。

4.3 样品加热箱

能够将气袋样品加热达到 120℃(±5℃)的加热容器。

5. 采样

5.1 采样位置、采样频次和采样时间

采样位置、采样频次和采样时间的选择和有关操作执行 HJ/T 397 的相关规定。

5.2 采样系统的安装

5.2.1 按图 1 所示连接安装采样系统。

5.2.2 泄漏检查

系统连接好后,应对采样系统进行气密性检查。取下玻璃棉过滤头(4.1.1),堵住采样管(4.1.2)前端,用一个三通将真空压力表安装于调节阀门前的管路上,再通过快速接头(或其它方式)跳开真空箱直接连接到 Teflon 连接管;开启抽气泵(4.1.8)抽气,使真空压力表读数达到13 kPa,关闭调节阀;如真空压力表在1 min 内下降不超过0.15 kPa,则视为系统不漏气。如发现漏气应进行分段检查,找出漏点,及时解决。

5.3 采样步骤

- 5.3.1 采样前将气袋直接连到抽气泵,将气袋中的气体抽去后装入真空箱,并关闭密封真空箱。
- 5.3.2 将加热采样管伸入采样孔内,进气口位置应尽量靠近排放管道中心位置,如果排气筒内废气温度高于环境温度,则开启加热采样管电源,将采样管加热到 120℃(±5℃)。
- 5.3.3 将调节阀门前的管道通过快速接头(或其它方式)直接连接到 Teflon 连接管,跳开真空箱连接,然后开启抽气泵持续抽气一段时间,将采样管内的气体置换成排气管道内的气体,然后断开连接(如果不使用图 1 中所示的自封型的快速接头连接方式,则需采取其它方式使断开后 Teflon 采样管末端封闭)。
- 5. 3. 4 迅速将 Teflon 采样管连接到真空箱接入气袋的接口,将调节阀门前的管路连接到真空箱的另一接口,气路连接如图 2 (a) 所示,开始采样。观察真空箱内的气袋,当气袋内采样体积达到气袋最大容积的 80%左右时采样结束,关闭抽气泵。将 Teflon 连接管从真空箱接口上断开(如果不使用断开后自动封闭的快速接头连接方式,则需采取其它方式使断开后 Teflon 连接管末端和真空箱接口封闭)。

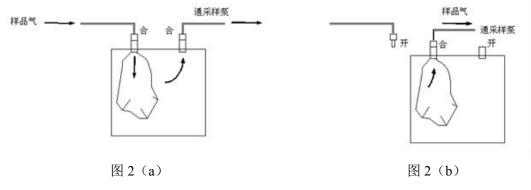


图 2 采样和排气气路连接示意图

- 5.3.5 将抽气泵直接接上真空箱连接采样袋的接口端,气路连接如图 2 (b) 所示,打开抽气泵将气袋中的样品气体排净。
- 5.3.6 重复以上5.3.4 和5.3.5 步骤3次,使样品气体老化气袋内表面,降低气袋内表面吸附导致的

样品损失干扰。

- 5.3.7 恢复采样气路连接,如下图 2 (a) 所示,当气袋内采样体积达到气袋最大容积的 80%左右,采样结束,关闭抽气泵及气袋上的阀门,取下气袋,贴上注明样品编号的标签。
- 5.3.8 测定并记录排气管道内废气温度、废气流量和含湿量等,操作步骤执行 HJ/T 397 的相关规定。
- 5. 3. 9 记录样品编号、样品采样时的工况条件、环境温度、大气压力、采样时间等信息,其它相关记录执行 HJ/T 397 的相关规定。

5.4样品的保存和运输

采样结束后气袋样品立即放入避光保温的容器(4.2)内保存,直至样品分析前取出。

5.5 样品的分析

气袋样品须及时进行分析,一般在采样后 8 小时以内进样分析。如果需要延长样品保存时间,可参考附录 A 来确定,或进行实验确认含目标 VOCs 的标准气体在所用材质类型气袋中不同保存时间的回收率。

在样品分析之前须观察样品气袋内壁,如果有液滴凝结现象,则应将气袋放入加热箱中,确认加热液滴凝结现象消除后,迅速取出气袋取样分析。

6. 质量保证和质量控制

- 6.1 样品采集应优先使用新气袋。如需重复使用采样气袋,必须在采样前进行空白实验。在已经使用过的气袋中注入除烃零空气后密封,室温下放置一段时间,放置时间不少于实际监测时样品保存时间,然后使用与样品分析相同的操作步骤测定目标 VOCs 浓度,如果浓度均低于方法检出限,可继续使用该气袋,抽空袋内气体后保存;否则必须弃用。
- 6.2 如果目标 VOCs 或气袋材质未包括在附录 A 中,则应对目标 VOCs 在气袋中的保存性能按附录 A.1 中的方法进行实验验证确认,并将验证报告附于监测报告。
- 6.3 采样管进气口位置应尽量靠近排放管道中心位置,采样管长度应尽可能短。

附录 A

(资料性附录)

部分 VOCs 气体样品在三种氟聚合物薄膜采样气袋中的保存实验结果

A. 1 气态 VOCs 样品在气袋中保存回收率测试方法

将接近实际样品浓度的标准气体注入未使用过的抽空的气袋,使用相同的分析方法分别测定气袋内的目标 VOCs 的初始浓度和在常温条件下存放不同时间后的浓度,按如下公式(1)计算回收率。

$$P_i = \frac{C_i}{C_{0i}} \times 100 \tag{1}$$

式中: Pi——标准气体样品回收率,;

 C_i ——标准气体在测试气袋中常温保存一段时间后的浓度, mg/m^3 ;

 C_{0i} ——标准气体在测试气袋中的初始浓度, mg/m^3 。

A. 2 61 种 VOCs 气体样品在三种氟聚合物薄膜采样气袋中的保存实验结果

表 A.1 61 种 VOCs 气体样品 1,2 在气袋中保存 8 小时和 24 小时后的回收率

11、24、子435		8 小时后回收率(%)			24 小时后回收率 (%)		
化学文摘 号	化合物名称	聚氟乙烯	聚全氟乙丙	共聚偏氟乙烯	聚氟乙烯	聚全氟乙丙	共聚偏氟乙烯
		(PVF)	烯 (FEP)	(S-PVDF)	(PVF)	烯 (FEP)	(S-PVDF)
115-07-1	丙烯	99.1	99.0	86.5	97.0	90.4	78.4
75-71-8	二氯二氟甲烷	90.4	85.2	73.0	78.7	78.1	72.6
74-87-3	氯甲烷	98.3	96.9	87.9	97.0	90.0	84.4
76-14-2	二氯四氟乙烷	94.5	92.6	78.1	86.3	85.1	76.8
75-01-4	氯乙烯	99.4	97.5	81.8	92.6	85.4	79.6
106-99-0	1,3-丁二烯	92.1	94.6	83.5	92.2	85.4	79.8
74-83-9	溴甲烷	87.8	84.7	79.2	77.2	75.3	71.0
75-00-3	氯乙烷	88.7	89.3	88.1	87.7	85.1	80.8
67-64-1	丙酮	88.7	96.7	84.0	81.5	75.5	65.6
75-69-4	三氯氟甲烷	82.4	77.2	73.3	70.8	71.0	68.2
67-63-0	异丙醇	89.1	79.2	85.5	77.5	86.2	72.8
75-35-4	1,1-二氯乙烯	87.7	82.7	79.0	74.1	73.1	71.8
75-15-0	二硫化碳	98.7	76.8	88.5	87.1	74.9	82.0
75-9-2	二氯甲烷	90.8	75.2	81.1	74.1	74.0	68.2
76-13-1	三氯三氟乙烷	85.4	80.4	86.6	92.4	93.6	88.4
156-60-5	逆-1,2-二氯乙烯	95.1	90.7	89.2	81.3	73.2	76.3
75-34-3	1,1-二氯乙烷	98.6	96.7	92.2	86.1	87.9	81.2
1634-04-4	甲基特二丁醚	97.3	98.2	90.0	82.4	84.3	72.1
108-05-4	乙酸乙烯酯	95.4	96.5	90.4	81.6	76.0	68.0
78-93-3	甲基乙基酮	96.6	95.6	96.8	85.7	82.2	69.6
156-59-2	顺-1,2-二氯乙烯	96.2	93.7	90.8	80.9	81.1	76.8
110-54-3	正己烷	95.3	93.1	97.7	95.9	92.8	89.9
67-66-3	氯仿	95.8	91.5	87.3	79.8	80.2	76.9
141-78-6	乙酸乙酯	95.2	94.9	95.5	83.6	78.5	75.0

化学文摘 号		8 小时后回收率(%)			24 小时后回收率(%)		
	化合物名称	聚氟乙烯	聚全氟乙丙	共聚偏氟乙烯	聚氟乙烯	聚全氟乙丙	共聚偏氟乙烯
	, = , , .	(PVF)	烯 (FEP)	(S-PVDF)	(PVF)	烯 (FEP)	(S-PVDF)
109-99-9	四氢呋喃	99.2	64.5	96.0	97.0	86.3	88.7
107-06-2	1,2-二氯乙烷	87.0	87.5	79.9	72.1	73.0	67.0
71-55-6	1,1,1-三氯乙烷	93.4	90.4	85.7	78.8	79.8	75.4
71-43-2	苯	99.5	99.9	97.8	89.2	86.3	81.7
56-23-5	四氯化碳	93.6	90.5	86.3	79.3	79.2	75.9
110-82-7	环己烷	94.6	98.1	96.5	94.6	96.8	91.9
78-87-5	1,2-二氯丙烷	95.1	96.0	98.5	89.4	87.9	80.4
75-27-4	溴二氯甲烷	92.9	91.7	86.4	76.5	76.9	74.3
79-01-6	三氯乙烯	95.2	94.9	96.1	87.0	76.0	84.3
123-91-1	1,4-二恶烷	95.6	99.4	72.6	80.7	97.2	75.6
142-82-5	庚烷	93.7	94.0	94.9	100.0	91.1	96.9
10061-01-5	顺-1,3-二氯丙烯	93.8	99.1	90.8	76.2	75.7	71.6
108-10-1	甲基异丁基酮	98.8	99.0	84.3	81.7	79.3	72.2
10061-02-6	逆-1,3-二氯丙烯	87.7	95.6	84.4	64.0	68.0	62.9
79-00-5	1,1,2-三氯乙烷	96.5	99.5	94.1	79.9	80.1	77.5
108-88-3	甲苯	94.6	68.0	97.7	81.6	76.0	75.3
626-93-7	甲基丁基酮	99.9	97.1	85.7	78.6	70.6	67.6
124-48-1	二溴氯甲烷	92.3	98.1	90.5	75.1	77.1	72.6
540-49-8	1,2-二溴乙烷	92.7	98.2	92.1	70.3	73.2	69.4
127-18-4	四氯乙烯	98.4	90.5	92.7	82.5	64.3	80.9
108-90-7	氯苯	90.9	94.4	91.8	63.3	61.4	67.5
100-41-4	乙苯	94.3	95.0	95.2	66.1	63.5	67.5
106-42-3	间,对-二甲苯	92.6	91.7	91.4	62.9	58.3	65.2
75-25-2	溴仿	88.2	98.5	88.1	59.0	70.2	64.1
100-42-5	苯乙烯	90.1	93.9	94.5	53.7	57.3	62.4
79-34-5	1,1,2,2-四氯乙烷	93.9	97.8	90.0	65.2	71.1	66.4
95-47-6	邻-二甲苯	95.4	91.5	93.4	62.6	61.4	66.1
622-96-8	4-乙基甲苯	90.1	85.8	91.2	57.7	49.8	63.9
108-67-8	1,3,5-三甲苯	91.8	88.2	89.6	58.7	54.7	65.7
95-63-6	1,2,4-三甲苯	87.7	82.6	89.2	53.6	48.6	62.5
541-73-1	1,3-二氯苯	80.3	73.5	86.8	44.8	38.3	58.0
106-46-7	1,4-二氯苯	80.3	73.5	86.8	44.8	38.3	58.0
95-50-1	1,2-二氯苯	77.8	76.6	82.4	42.9	40.8	54.3
120-82-1	1,2,4-三氯苯	60.8	47.6	72.1	22.8	19.5	39.0
87-68-3	六氯-1,3-丁二烯	77.0	66.8	60.9	42.9	43.3	55.6
107-13-1	丙烯腈	>91.23	/	/	82.3	/	/

注: 1. 不含丙烯腈的 60 种 VOCs 混合气体,各化合物浓度为 1.0 μmol/mol;

^{2.} 丙烯腈气体浓度为 41.9 μmol/mol。;

^{3.} 为丙烯腈标准气体在 PVF 气袋中保存 12 小时后的回收率。