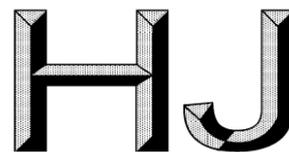


附件 2



中华人民共和国国家环境保护标准

HJ □□□-20□□

固定污染源废气 油烟和油雾的测定 红外分光光度法

Stationary source emission—Determination of oil fume and oil
mist—Infrareds spectrophotometric method

(征求意见稿)

201□-□□-□□发布

201□-□□-□□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 术语和定义.....	1
4 方法原理.....	1
5 试剂和材料.....	2
6 仪器和设备.....	3
7 样品.....	3
8 分析步骤.....	4
9 结果计算与表示.....	5
10 精密度和准确度.....	5
11 质量保证和质量控制.....	6
12 废物处理.....	6
13 注意事项.....	6
附录 A（规范性附录）校正系数检验标准溶液的配制与测定	7

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》，保护环境，保障人体健康，规范固定污染源废气中油烟和油雾的测定方法，制定本标准。

本标准规定了测定固定污染源废气中油烟和油雾的红外分光光度法。

本标准的附录A为资料性附录。

本标准首次发布。

本标准由生态环境部生态环境监测司、法规与标准司组织制订。

本标准起草单位：大连市环境监测中心。

本标准验证单位：辽宁省环境监测实验中心、长春市环境监测中心站、吉林市环境监测站、鞍山市环境监测中心站、黑龙江省环境监测中心站和营口市环境监测中心站。

本标准生态环境部20□□年□□月□□日批准。

本标准自20□□年□□月□□日起实施。

本标准由生态环境部解释。

固定污染源废气 油烟和油雾的测定 红外分光光度法

警告：实验中所使用的萃取溶剂对人体健康有害，操作过程应在通风橱中进行，并按规定要求佩戴防护器具，避免接触皮肤和衣物。

1 适用范围

本标准规定了测定固定污染源废气中油烟和油雾的红外分光光度法。

本标准适用于固定污染源废气中油烟和油雾的测定。

当采样体积为 125 L（标干体积），萃取液体积为 25 ml 时，本方法油烟和油雾的检出限为 0.2 mg/m³，测定下限为 0.8 mg/m³。

2 规范性引用文件

本标准引用了下列文件或其中的条款。凡是不注日期的引用文件，其有效版本适用于本标准。

GB 18483 饮食业油烟排放标准

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 48 烟尘采样器技术条件

HJ/T 397 固定源废气监测技术规范

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

油烟 Oil fume

指食物烹饪、加工过程中挥发的油脂、有机质及其加热分解或裂解产物。

3.2

油雾 Oil mist

指工业生产过程（如机械加工、金属材料热处理等工艺）中挥发产生的矿物油及其加热分解或裂解产物。

4 方法原理

固定污染源废气中的油烟和油雾经滤筒吸附后，用四氯乙烯超声萃取，萃取液用红外分光光度法测定。油烟和油雾含量由波数分别为 2930 cm⁻¹（CH₂ 基团中 C—H 键的伸缩振动）、2960 cm⁻¹（CH₃ 基团中 C—H 键的伸缩振动）和 3030 cm⁻¹（芳香环中 C—H 键的伸缩振动）谱带处的吸光度 A_{2930} 、 A_{2960} 和 A_{3030} 进行计算。

5 试剂和材料

除非另有说明，分析时均使用符合国家标准分析纯试剂。

5.1 正十六烷。

5.2 异辛烷。

5.3 苯。

5.4 四氯乙烯。

用 4 cm 比色皿，空气池做参比，在波数 2930 cm^{-1} 、2960 cm^{-1} 和 3030 cm^{-1} 处吸光度应分别小于 0.34、0.07 和 0.00。

5.5 无水硫酸钠。

在 500 $^{\circ}\text{C}$ 下加热 4 h，冷却后装入磨口玻璃瓶中，置于干燥器内保存。

5.6 正十六烷标准贮备液： $\rho \approx 1 \times 10^4 \text{ mg/L}$ 。

将 100 ml 空容量瓶称重（准确至 1 mg），然后滴入约 1 g 正十六烷（5.1），再次称重（准确至 1 mg），加四氯乙烯（5.4）定容，混匀，计算正十六烷标准贮备液准确浓度。

5.7 正十六烷标准使用液： $\rho = 1.00 \times 10^3 \text{ mg/L}$ 。

移取适量的正十六烷标准贮备液（5.6）于 100 ml 容量瓶中，用四氯乙烯（5.4）定容，混匀。

5.8 异辛烷标准贮备液： $\rho \approx 1 \times 10^4 \text{ mg/L}$ 。

将 100 ml 空容量瓶称重（准确至 1 mg），然后滴入约 1 g 异辛烷（5.2），再次称重（准确至 1 mg），加四氯乙烯（5.4）定容，混匀，计算异辛烷标准贮备液准确浓度。

5.9 异辛烷标准使用液： $\rho = 1.00 \times 10^3 \text{ mg/L}$ 。

移取适量的异辛烷标准贮备液（5.8）于 100 ml 容量瓶中，用四氯乙烯（5.4）定容，混匀。

5.10 苯标准贮备液： $\rho \approx 1 \times 10^4 \text{ mg/L}$ 。

将 100 ml 空容量瓶称重（准确至 1 mg），然后滴入约 1 g 苯（5.3），再次称重（准确至 1 mg），加四氯乙烯（5.4）定容，混匀，计算苯标准贮备液准确浓度。

5.11 苯标准使用液： $\rho = 1.00 \times 10^3 \text{ mg/L}$ 。

移取适量的苯标准贮备液（5.10）于 100 ml 容量瓶中，用四氯乙烯（5.4）定容，混匀。

注：可直接购买市售有证标准溶液。

5.12 金属采样滤筒及聚四氟乙烯套筒。

金属滤筒：油烟和油雾采集效率 $\geq 80\%$ ，金属滤筒材质：316 不锈钢，内部充填毛面玻璃微珠或 316 不锈钢纤维。滤筒清洗后用无油清洁空气吹干置于套筒内保存。

5.13 玻璃纤维滤筒。

$\Phi 28 \times 70 \text{ mm}$ ，对粒径 0.5 μm 粒子捕集效率不低于 99.9%，失重 $\leq 0.2\%$ 。经 400 $^{\circ}\text{C}$ 灼烧 1 h，冷却后进行检查，未变形或破碎的玻璃纤维滤筒放入带盖聚四氟乙烯柱形套筒密封待用。

6 仪器和设备

6.1 红外测油仪。

配有 4 cm 带盖石英比色皿，仪器扫描范围：3400 cm^{-1} 至 2400 cm^{-1} 。

6.2 烟尘测试仪。

符合 HJ/T 48 的要求。

6.3 玻璃纤维滤筒采样管。

符合 HJ/T 48 的要求。

6.4 金属滤筒采样管。

尺寸符合金属滤筒的要求。

6.5 一般实验室常用仪器和设备。

7 样品

7.1 样品采集

7.1.1 采样点位和时间

按照 GB 18483、GB/T 16157、HJ/T 397 和其他相关标准要求进行。

7.1.2 采样步骤

7.1.2.1 按照 GB/T 16157 的要求，测定烟气流量，确定采样嘴直径。

7.1.2.2 选择合适的采样器，安装采样嘴及滤筒。采集油雾时选择玻璃纤维滤筒采样管（6.3）或金属滤筒采样管（6.4），采集油烟时选择金属滤筒采样管（6.4）。

7.1.2.3 将采样管放入烟道中间位置，采样 10 min。

7.1.2.4 采样后将采集滤筒放入聚四氟乙烯套筒内。

7.2 样品的保存

样品采集后应尽快测定。样品若不能在 24 h 内测定，可冷藏（ $\leq 4\text{ }^{\circ}\text{C}$ ）保存 7 d。

7.3 试样的制备

7.3.1 饮食业油烟的试样制备

在采样后的套筒中加入四氯乙烯溶剂 12 ml，旋紧套筒盖，将套筒置于超声波清洗器，超声清洗 10 min，萃取液转移至 25 ml 比色管，再加入 6 ml 四氯乙烯超声清洗 5 min，将萃取液转移至上述 25 ml 比色管。用少许四氯乙烯清洗滤筒及聚四氟乙烯套筒二次，清洗液一并转移至上述 25 ml 比色管，加入四氯乙烯至刻度标线，密封待测。

7.3.2 工业油雾的试样制备

7.3.2.1 如采用纤维滤筒采样，将采样后的滤筒剪碎后置于 50 ml 烧杯中，用 25 ml 四氯乙烯在超声波清洗器中超声萃取 10 min，萃取液转移至 25 ml 比色管，密封待测。

7.3.2.2 如采用金属滤筒采样，参照 7.3.1 饮食业油烟的试样制备方法。

7.4 空白试样的制备

用空白滤筒，按照试样的制备步骤（7.3）制备空白试样。

8 分析步骤

8.1 校准

分别量取 2.00 ml 正十六烷标准使用液（5.7）、2.00 ml 异辛烷标准使用液（5.9）和 10.00 ml 苯标准使用液（5.11）于 3 个 100 ml 容量瓶中，用四氯乙烯定容至标线，混匀。正十六烷、异辛烷和苯标准溶液的浓度分别为 20.0 mg/L、20.0 mg/L 和 100 mg/L。用四氯乙烯（5.4）做参比溶液，使用 4 cm 比色皿，分别测定正十六烷、异辛烷和苯标准溶液在 2930 cm⁻¹、2960 cm⁻¹ 和 3030 cm⁻¹ 处的吸光度 A_{2930} 、 A_{2960} 和 A_{3030} 。代入公式（1）求解后，可分别得到相应的校正系数 X 、 Y 、 Z 和 F ，输入仪器进行校准。

$$\rho = X \times A_{2930} + Y \times A_{2960} + Z \left(A_{3030} - \frac{A_{2930}}{F} \right) \quad (1)$$

式中： ρ ——四氯乙烯中目标物的含量（mg/L）；

A_{2930} 、 A_{2960} 和 A_{3030} ——各对应波数下测得的吸光度；

X 、 Y 、 Z ——与各种 C-H 键吸光度相对应的系数；

F ——脂肪烃对芳香烃影响的校正因子，即正十六烷在 2930 cm⁻¹ 与 3030 cm⁻¹ 处的吸光度之比。

对于正十六烷和异辛烷，由于其芳香烃含量为零，即 $A_{3030} - \frac{A_{2930}}{F} = 0$ ，则有：

$$F = \frac{A_{2930}(H)}{A_{3030}(H)} \quad (2)$$

$$\rho(H) = X \times A_{2930}(H) + Y \times A_{2960}(H) \quad (3)$$

$$\rho(I) = X \times A_{2930}(I) + Y \times A_{2960}(I) \quad (4)$$

由公式（2）可得 F 值，由公式（3）和（4）可得 X 和 Y 值。

对于苯，则有：

$$\rho(B) = X \times A_{2930}(B) + Y \times A_{2960}(B) + Z \left[A_{3030}(B) - \frac{A_{2930}(B)}{F} \right] \quad (5)$$

由公式（5）可得 Z 值。

式中： $\rho(H)$ ——正十六烷标准溶液的浓度，mg/L；

$\rho(I)$ ——异辛烷标准溶液的浓度，mg/L；

$\rho(B)$ ——苯标准溶液的浓度，mg/L；

$A_{2930}(H)$ 、 $A_{2960}(H)$ 、 $A_{3030}(H)$ ——各对应波数下测得正十六烷标准溶液的吸光度；
 $A_{2930}(I)$ 、 $A_{2960}(I)$ 、 $A_{3030}(I)$ ——各对应波数下测得异辛烷标准溶液的吸光度；
 $A_{2930}(B)$ 、 $A_{2960}(B)$ 、 $A_{3030}(B)$ ——各对应波数下测得苯标准溶液的吸光度。

注：红外分光光度计出厂时如果设定了校正系数，不必每次测定校正系数，当校正系数检验不合格时需重新测定校正系数。

8.2 试样测定

将制备好的试样置入 4 cm 石英比色皿中，盖上比色皿盖，以四氯乙烯（5.4）为参比，于 2930 cm^{-1} 、2960 cm^{-1} 和 3030 cm^{-1} 处测定其吸光度 A_{2930} 、 A_{2960} 和 A_{3030} ，按照公式（1）计算油烟或油雾浓度。

8.3 空白试验

按照 8.2 步骤测定空白试样，结果应小于检出限。

9 结果计算与表示

9.1 油烟和油雾的浓度

读取 2930 cm^{-1} 、2960 cm^{-1} 和 3030 cm^{-1} 处吸光度，按照 8.1 中确定的 X 、 Y 、 Z 和 F 校正系数根据公式（1）计算样品滤筒萃取液的质量浓度 ρ_1 。

9.2 排放浓度计算

固定污染源废气中油烟或油雾的排放浓度 $\rho_{\#}$ (mg/m^3) 按照公式（6）进行计算：

$$\rho_{\#} = \frac{\rho_1 \times V_1}{V_{nd}} \quad (6)$$

式中： $\rho_{\#}$ ——油烟或油雾的排放浓度， mg/m^3 ；

ρ_1 ——样品滤筒萃取液的质量浓度， mg/L ；

V_1 ——萃取液体积， ml ；

V_{nd} ——标准状态下干烟气采样体积， L ；其计算方法参照 GB/T 16157。

9.3 结果表示

当测定结果小于 100 mg/m^3 时，测定结果保留到小数点后 1 位；当测定结果大于等于 100 mg/m^3 时，测定结果保留三位有效数字。

10 精密度和准确度

10.1 精密度

6 家实验室对浓度为 0.4 mg/m^3 、2.0 mg/m^3 和 18.0 mg/m^3 三个统一实际油烟样品进行测定，实验室内相对标准偏差分别为 3.8 %~11.3 %、1.6 %~2.6 % 和 0.9 %~1.6 %；实验室间相对标准偏差分别为 11.1 %、5.8 % 和 3.1 %；重复性限分别为 0.1 mg/m^3 、0.2 mg/m^3 和 0.7

mg/m³；再现性限分别为 0.2 mg/m³、0.4 mg/m³ 和 1.0 mg/m³。

6 家实验室对浓度为 0.4 mg/m³、2.0 mg/m³ 和 18.0 mg/m³ 三个统一实际油雾样品进行测定，实验室内相对标准偏差分别为 3.8 %~7.7 %、1.7 %~2.9 % 和 2.6 %~4.6 %；实验室间相对标准偏差分别为 1.0 %、3.4 % 和 2.4 %；重复性限分别为 0.1 mg/m³、0.2 mg/m³ 和 1.7 mg/m³；再现性限分别为 0.4 mg/m³、0.2 mg/m³ 和 1.9 mg/m³。

10.2 准确度

6 家实验室分别对浓度约为 1.0 mg/m³、4.0 mg/m³ 和 10.0 mg/m³ 的油烟和油雾统一实际样品进行加标测定，油烟加标回收率分别为：88.2 %~119 %，96.7 %~105 %，83.2 %~93.6 %，加标回收率最终值分别为：(103±20.4) %，(102±5.8) %，(86.9±7.6) %；油雾加标回收率分别为：85.2 %~90.1 %，87.3 %~95.1 %，82.9 %~91.2 %；加标回收率最终值分别为：(87.9±4.0) %，(90.2±5.6) %，(86.4±5.6) %。

11 质量保证和质量控制

11.1 空白试验的测定值应小于方法检出限。

11.2 每批样品均应按附录 A 配制的标准溶液进行校正系数的检验。如果测定值与配制值的相对误差在±10 %以内，则校正系数可采用。否则需查找原因，重新测定校正系数并校准仪器，或者重新配制检验校正系数用的标准溶液。

12 废物处理

实验中产生的所有废物（包括检测后的残液）应置于容器中密闭保存，委托有资质的单位回收处理。

13 注意事项

13.1 配制标准溶液、试样和空白的四氯乙烯宜使用同一批四氯乙烯。使用不同批次四氯乙烯时，如果校正系数检验测定值与标准值的相对误差超过 10 %，需重新配制标准贮备液和使用液。

13.2 新购置金属滤筒可能油含量较高，需用溶剂多次洗涤，或用洗涤剂洗涤，或 400 °C 灼烧 1 h，测值低于方法检出限后方可使用。

附录 A
(规范性附录)

校正系数检验标准溶液的配制与测定

A. 1 试剂

A. 1.1 油烟标准油。

在 500 ml 双颈蒸馏瓶中加入 300 ml 花生油，侧口插入量程为 500 °C 的温度计，在 120 °C 温度下敞口加热 30 min，然后在上口安装空气冷凝管，升温至 300 °C，回流 2 h，即得标准油，放冷后取适量放入带聚四氟乙烯衬垫螺旋盖的 500 ml 样品瓶中。

A. 1.2 油烟标准油贮备液： $\rho \approx 1 \times 10^4$ mg/L。

将 100 ml 空容量瓶称重（准确至 1 mg），然后滴入约 1 g 油烟标准油（A.1.1），再次称重（准确至 1 mg），加四氯乙烯（5.4）至标线，混匀，计算油烟标准油贮备液准确浓度。

A. 1.3 油烟标准油使用液： $\rho = 100$ mg/L。

移取适量的油烟标准油贮备液（A.1.2）于 250 ml 容量瓶中，用四氯乙烯（5.4）稀释至标线。

A. 1.4 油雾标准油。

分别用刻度移液管吸取正十六烷（5.1）6.5 ml、异辛烷（5.2）2.5 ml 和苯（5.3）1.0 ml 移入 10 ml 容量瓶，立即塞紧混匀。

A. 1.5 油雾标准油贮备液： $\rho \approx 1 \times 10^4$ mg/L。

将 100 ml 空容量瓶称重（准确至 1 mg），然后滴入约 1 g 油雾标准油（A.1.4），再次称重（准确至 1 mg），加四氯乙烯（5.4）至标线，混匀，计算油雾标准油贮备液准确浓度。

A. 1.6 油雾标准油使用液： $\rho = 100$ mg/L。

移取适量的油雾标准油贮备液（A.1.5）于 250 ml 容量瓶中，用四氯乙烯（5.4）定容。

注：可直接购买市售有证油烟、油雾标准溶液。

A. 2 测定

分别量取 2.00 ml、5.00 ml、20.0 ml 和 50.0 ml 的油烟标准油使用液（A.1.3）或油雾标准油使用液（A.1.6）于 100 ml 容量瓶中，用四氯乙烯（5.4）定容，混匀，油烟或油雾标准溶液的浓度分别为 2.00 mg/L、5.00 mg/L、20.0 mg/L 和 50.0 mg/L。

用四氯乙烯（5.4）做参比溶液，使用 4 cm 比色皿，于 2930 cm^{-1} 、2960 cm^{-1} 和 3030 cm^{-1} 处分别测量 2.00 mg/L、5.00 mg/L、20.0 mg/L、50.0 mg/L 和 100 mg/L 油烟或油雾标准溶液的吸光度 A_{2930} 、 A_{2960} 和 A_{3030} ，按照公式（1）计算测定浓度。