

中华人民共和国国家环境保护标准

HJ 690-2014

固定污染源废气 苯可溶物的测定 索氏提取—重量法

Stationary source emission — Determination of benzene soluble

particulate matter — Soxhlet extraction gravimetric 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。

2014-2-7发布

2014-4-15实施

环 境 保 护 部 发布

目 次

| | |
|-------------------|----|
| 前 言 | II |
| 1 适用范围 | 1 |
| 2 规范性引用文件 | 1 |
| 3 术语与定义 | 1 |
| 4 方法原理 | 1 |
| 5 试剂和材料 | 1 |
| 6 仪器和设备 | 1 |
| 7 样品 | 2 |
| 8 分析步骤 | 2 |
| 9 结果计算与表示 | 4 |
| 10 精密度 | 4 |
| 11 质量保证和质量控制..... | 4 |
| 12 废物处理 | 4 |
| 13 注意事项 | 4 |

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苯可溶物的测定方法，制定本标准。

本标准规定了测定固定污染源废气中苯可溶物的索氏提取—重量法。

本标准首次发布。

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：山西省环境监测中心站。

本标准验证单位：太原市环境监测中心站、大同市环境监测站、临汾市环境监测站、运城市环境监测站、晋中市环境监测站、清徐县环境监测站

本标准环境保护部 2014 年 2 月 7 日批准。

本标准自 2014 年 4 月 15 日起实施。

本标准由环境保护部解释。

固定污染源废气 苯可溶物的测定 索氏提取—重量法

警告：试验中所用的有机试剂苯为易燃易爆易挥发的致癌化学品，操作过程应在通风条件良好的通风橱中进行。操作者应按规定要求佩带防护器具，避免吸入或接触皮肤和衣物，严防明火。提取液必须合理安全处置。

1 适用范围

本标准规定了固定污染源废气中苯可溶物测定的索氏提取—重量法。

本标准适用于焦炉炉顶无组织排放的颗粒物中苯可溶物的测定。其他固定污染源苯可溶物的测定可参照本标准。

当采样体积为 24m^3 时，方法检出限为 $0.02\text{mg}/\text{m}^3$ 。

2 规范性引用文件

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

GB16171 炼焦化学工业污染物排放标准

3 术语与定义

苯可溶物 Benzene-Soluble Particulate Matter

指颗粒物中能够被苯溶剂萃取的多环芳烃及其它组分。

4 方法原理

在采样泵的动力作用下，使一定体积的空气或废气通过已恒重的玻璃纤维滤膜，将颗粒物截留在滤膜上。将采样后的滤膜称重后置于索氏提取器中，用苯作溶剂进行提取，提取后的滤膜经挥发烘干后恒重，根据提取前、后滤膜重量之差及采样体积，可计算出苯可溶物的浓度。

5 试剂和材料

5.1 苯，分析纯。

5.2 慢速定量滤纸，直径 90mm，用于分析过程中衬托保护样品滤膜。

5.3 超细玻璃纤维滤膜，直径90mm，滤膜对 $0.3\mu\text{m}$ 标准粒子的截留效率不低于99%。滤膜使用前，不重叠平放在马弗炉中约 400°C 灼烧1h，冷却后按7.3和8.1处理至恒重(W_0)放在光滑洁净的纸袋内，然后贮于盒内备用。采样前的滤膜不能弯曲和折叠。

6 仪器和设备

6.1 中流量采样器(配备无罩、无分级采样头)：量程 $90\sim 120\text{L}/\text{min}$ ，流量误差 $\leq 5\%$ 。

6.2 平衡室：内装变色硅胶的玻璃干燥器，置于天平室。

6.3 分析天平：检定分度值 0.01mg 。

6.4 索氏提取器：用于提取样品滤膜上颗粒物中的苯可溶物，容积 100ml。

- 6.5 马弗炉：控温范围 250℃~1000℃，有温度值显示。
- 6.6 恒温水浴锅：单排，温度可调控。
- 6.7 鼓风干燥箱。
- 6.8 滤膜贮存纸袋及贮存盒。

7 样品

7.1 样品采集

7.1.1 样品的采集应按照 GB16171 中 5.3.3 的相关规定在正常生产状况时进行，连续采样 4h 于一张滤膜上。

7.1.2 样品的点位布置、采集频次应符合 GB16171 中 5.3.3 的相关规定。点位布置示意图见图 1，采样器入口距离基础面应有 1.5m 以上的相对高度。

7.1.3 开始采样前，将滤膜用镊子从纸袋中取出，“毛面”向上装在采样头上，记录采样点编号、日期、时间。

7.1.4 启动采样器，将流量调节在 100L/min，采样开始 5min 后、采样中间、采样结束前 5min，各记录一次流量和大气压力、温度及气象参数。

7.1.5 采样期间经常观察流量，因污染物浓度高导致采样流量下降超过 5%时，可在 4 小时内分段采样，记录各段采样时间和流量，合并计算平均浓度。

7.1.6 采样结束，关闭采样器，记录采样时间，用镊子小心取下滤膜，使尘面向内对叠两次，放回原纸袋并贮于盒内，送回实验室分析。

7.1.7 现场空白：将 5.3 准备的滤膜运输到采样现场，随机抽取将滤膜安装在采样头上，不抽取空气或废气，立即从采样头上取下装入原纸袋中，与样品滤膜相同处理。

7.2 样品保存

采样后的滤膜如不能及时送回实验室或及时分析，则须用锡箔纸包好，放回原纸袋并贮于盒内，在 4℃ 条件下密闭冷藏保存，14d 内完成提取。

7.3 试样的制备

将采样后的滤膜与标准滤膜、现场空白滤膜、实验室空白滤膜(从 5.3 中备用的滤膜随机抽取)一起放入平衡室内平衡 24h 成为分析试样。

8 分析步骤

8.1 采样后称重

试样从平衡室中取出置于天平上称重，记录重量 W_1 及天平室的温度与湿度。天平室温度应维持在 18~35℃ 之间，相对湿度应小于 50%。在同一平衡条件下，再次平衡 1 小时后称重，

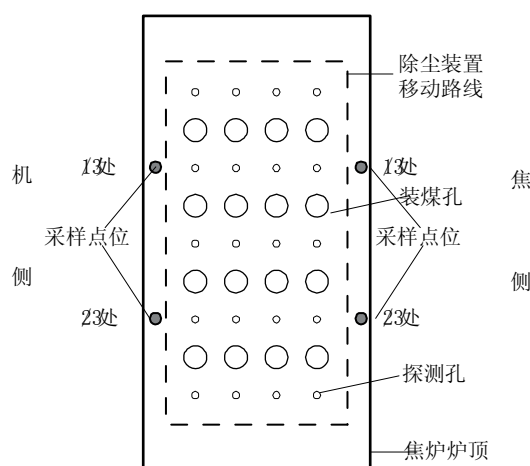


图 1 焦炉采样点布置示意图

两次重量之差应小于0.25mg。

8.2 样品的提取

(1) 称重后的滤膜按照图2所示方法折叠好,小心放入洁净干燥的索氏提取器的提取管中(滤膜不要堵塞回流管并低于虹吸管)。为避免在提取时颗粒物漏进萃取剂中,并使颗粒物与萃取剂更有效的接触,应将滤膜置于按图2所示方法折叠的慢速定量滤纸内,一同放入索氏提取器的抽提筒中进行提取。为避免在提取时滤膜或滤纸的中央破裂,每次折叠时,切勿在折纹近集中点处对折纹重压。

折叠滤纸的方法见图2:先把滤纸折成半圆形,再对折成圆形的四分之一,展开如图2-(a)。再以1对4折出5,3对4折出6,1对6折出7,3对5折出8,如图2-(b);然后以3对6折出9,1对5折出10,如图2-(c),然后把1和10、10和5、5和7、.....9和3间各反向折叠,如图2-(d)。把滤纸打开在1和3的地方方向向内折叠一个小叠面,最后做成如图2-(e)的折叠滤纸。

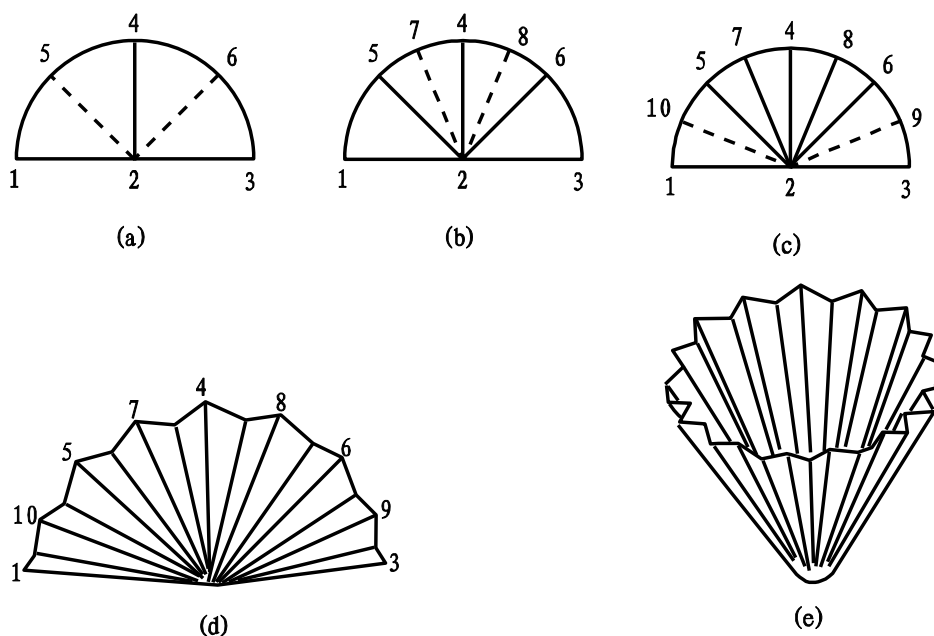


图2 折叠滤纸的方法

(2) 抽提筒上下部分分别与冷凝管和接受瓶连接好,置于恒温水浴装置中,接通冷却水,加入60mL苯,于95℃恒温水浴中(要求水面以没过接受瓶为宜),加热回流,从第一次满流开始计时,抽提4h(图3)。

(3) 停止加热,冷却后,取出滤膜和慢速定量滤纸,将滤膜放在干净的滤纸上,自然挥发1h后放入鼓风干燥箱中,于85℃使苯再挥发2h后,放入平衡室中。

8.3 提取后称重

提取后的滤膜在平衡室与提取前相同条件下平衡24h,取出置于天平上称重,称量至满足恒重要求,记录重量 W_2 及天平室温度与湿度。

9 结果计算与表示

苯可溶物浓度按下式计算：

$$C(\text{mg}/\text{m}^3) = 10^6 \times (W_1 - W_2) / V_0$$

$$V_0 = V_t \times \frac{P \times 273}{101.325 \times (273 + t)}$$

式中：

C——苯可溶物浓度， mg/m^3 ；

W_1 ——采样后滤膜重量，g；

W_2 ——提取后滤膜重量，g；

V_0 ——标准状态（101.325kPa，273K）下的采样体积，L；

V_t ——采样体积，L；

P——采样时的大气压力，Pa；

t——采样时的平均温度， $^{\circ}\text{C}$ 。

计算结果的小数点后位数与方法的检出限对齐。

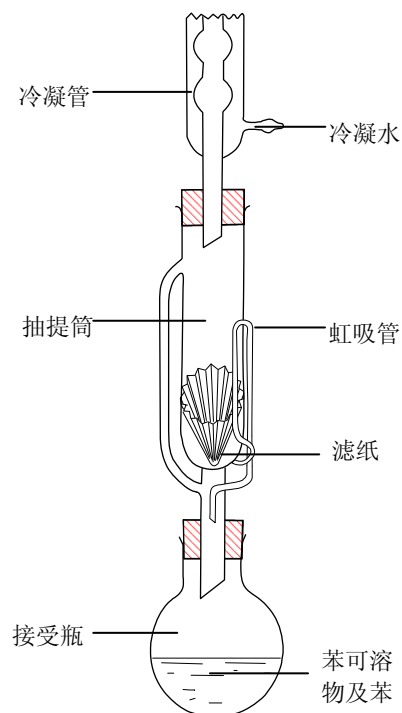


图3 索氏提取器提取苯可溶物装置

10 精密度

7个实验室对苯可溶物含量在0.00036g~0.01019g的42个实际样品进行了比对测定，实验室内相对标准偏差为0.46%~13%；对苯可溶物含量在0.00126g~0.01286g的24个实际样品进行了比对测定，实验室间相对标准偏差为3.3%~20%。

11 质量保证和质量控制

11.1 每张滤膜使用前须在光源下认真检查有无针孔、折裂、不均匀、颗粒物或其他缺陷。

11.2 采样过程中应保持准确而恒定的采样流量。采样器每次使用前需进行流量校准，流量示值校准误差应小于5%。

11.3 采样前后应使用同一台天平称量滤膜；提取前后滤膜称量时，环境及操作尽量保持一致，以减少称量误差。

11.4 经常检查提取回流过程，每小时回流次数不低于8次。

11.5 每批样品至少进行1份现场空白和1份实验室空白测定，现场空白采样前后、实验室空白提取前后称量值之差均须在 $\pm 0.5\text{mg}$ 范围内。

12 废物处理

滤膜提取后产生的废液集中收集，委托有资质的单位处置。

13 注意事项

13.1 采样后取滤膜时应特别注意有无滤膜屑留在采样夹内，须将留在采样夹内的滤膜屑取出，一并收集。

13.2 样品滤膜称重后按照图2所示方式折叠好后，放在相同方法折叠好的慢速定量滤纸内，用长的镊子夹住滤纸整个外部送入(或取出)索氏提取器抽提筒，避免滤膜破损、颗粒物漏出而造成分析误差。

13.3 十万分之一天平在称量前保持至少60分钟的预热时间以获得稳定的工作状态，确保称量结果的准确。
