

DB13

河 北 省 地 方 标 准

DB13/T 2589—2017

工业排放油烟浓度测定方法
红外分光光度法

Determination method of industrial emitted oil fume concentration

infrared spectrophotometry

2017-11-22 发布

2017-12-22 实施

河北省质量技术监督局 发布

前　　言

本标准按照GB/T 1.1-2009给出的规则起草。

本标准由河北省质量技术监督局提出。

本标准起草单位：河北省环保产品质量监督检验院、国家环保产品质量监督检验中心。

本标准主要起草人：赵启超、雷婧、吕晓飞、杨轶捷、李小英、肖军、耿晓红、陈畅、朱浩然。

工业排放油烟浓度测定方法 红外分光光度法

警告：四氯化碳对人体有害，使用时，应视实验环境佩戴防护器具，避免吸入或接触皮肤和眼睛。

1 范围

本标准规定了工业排放油烟的采样及浓度测定方法。

本标准适用于工业生产中固定污染源排放的油雾和油烟（不包括饮食业油烟）浓度的测定。

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/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

GB 18483 饮食业油烟排放标准（试行）

HJ/T 62 饮食业油烟净化设备技术要求及检测技术规范（试行）

HJ 397 固定源废气监测技术规范

HJ 637 水质 石油类和动植物油类的测定 红外分光光度法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

工业排放油烟 industrial emitted oil fume

工业企业生产过程中排放的（非饮食业用途使用油类），能够被四氯化碳萃取，且在波数为 2930cm^{-1} 、 2960cm^{-1} 、 3030cm^{-1} 全部或部分谱带处有特征吸收的物质。

3.2

标准状态 standard conditions

指温度为 273 K ，压力为 101325 Pa 时的状态。本标准规定的浓度标准值均为标准状态下的干烟气数值。

[GB 18483-2001 定义3.1]

3.3

等速采样 isokinetic sampling

将采样嘴平面正对测点处的气流，使进入有采集嘴的气流速度与测定点的排气流速度相等。

[HJ 397-2007 定义3.6]

4 方法原理

用等速采样法抽取油烟排气筒内的气体，将油烟吸附在油烟雾采集头内。将收集了油烟的采集滤芯置于带盖的聚四氟乙烯清洗杯内，回实验室后用萃取剂做溶剂进行超声清洗后，移入比色管中定容，用有机相过滤器过滤后，用红外分光光度法测定油烟的含量。

油烟的含量由波数分别为 2930cm^{-1} （ CH_2 基团中C—H键的伸缩振动）、 2960cm^{-1} （ CH_3 基团中C—H键的伸缩振动）、 3030cm^{-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。

[GB 18483—2001 附录A.1 原理]

5 试剂和材料

5.1 萃取剂（四氯化碳）：一般情况下，使用符合国家标准的光谱纯试剂便能满足要求。

5.2 石油类标准油：可直接购买市售有证标准溶液。

6 仪器和设备

6.1 红外分光光度计：能在 3400cm^{-1} 至 2400cm^{-1} 之间吸光值进行扫描操作，配有 1cm 和 4cm 带盖石英比色皿，并且与试验中所用萃取液配套使用。

6.2 超声清洗器。

6.3 容量瓶： 100mL 、 50mL 、 25mL 。

6.4 比色管： 25mL 。

6.5 过滤器具：一次性注射器，一次性针头式过滤器（有机相，孔径 $0.22\mu\text{m}$ ）。

6.6 油烟采样器（包括主机、等速采样管、滤筒和带盖聚四氟乙烯清洗杯等），其采样系统技术指标应符合GB/T 16157的规定，应使用油烟采样专用的采样管。

7 样品

7.1 样品的采集

7.1.1 采样位置和采样点

采样位置应优先选择在垂直管段。应避开烟道弯头和断面急剧变化部位，导致流速不稳造成数据波动太大。采样位置应设置在距弯头、变径管下游方向不小于3倍直径，和距上述部位上游方向不小于1.5倍直径处，对矩形烟道，其当量直径 $D=2AB/(A+B)$ ，式中A、B为边长。

采样点当排气管截面积小于 0.5m^2 时，只测一个点，取动压中位值处；超过上述截面积时，则按GB/T 16157有关规定进行。

7.1.2 采样时间和频次

采样时间应在油烟排放单位正常作业期间，采样次数为连续采样5次，每次 10 min （采样时间根据预判排放浓度适当缩短或延长）。

7.1.3 采样工况

样品采集应在油烟排放单位正常工作时（工况 $\geq 75\%$ ）进行。

7.1.4 采样步骤

参照GB/T 16157的烟尘等速采样步骤进行。

- a) 采样前，先检查系统的气密性；
- b) 按要求测量烟气温湿度、大气压和排气筒直径；测量烟气动、静压条件参数；
- c) 确定等速采样流量及采样嘴直径；
- d) 安装采样嘴和滤筒。装滤筒时需小心将滤筒直接从聚四氟乙烯清洗杯中倒入采样头内，特别注意不要污染滤筒表面；
- e) 将采样管放入烟道内，封闭采样孔；
- f) 设置采样时间，开始采样；
- g) 记录或打印采样前后累计采样体积、采样流量、表头负压、温度及采样时间，记录滤筒编号。

7.2 样品的保存

收集了油烟的滤筒应立即转入聚四氟乙烯清洗杯中，盖紧杯盖；样品若不能在24h内测定，可保存在冰箱的冷藏室中（ $\leq 4^{\circ}\text{C}$ ）保存7d。

7.3 分析结果处理

五次采样分析结果之间，其中任何一个数据与最大值比较，若该数据小于最大值的四分之一，则该数据为无效值，不能参与平均值计算。数据经取舍后，至少有三个数据参与平均值计算。若数据之间不符合上述条件，则需重新采样。

8 测定步骤

8.1 试验条件

8.1.1 滤筒在清洗完后，应置于通风无尘处晾干。

8.1.2 采样前后均保证没有其他带油渍的物品污染滤筒。

8.1.3 注射器和有机相过滤器应与所用溶液均不会发生反应，且保证不带入其他任何可能污染溶液的物质。

8.2 试验步骤

8.2.1 在存放有采样后滤筒的聚四氟乙烯清洗杯中，加入12mL萃取剂，盖好清洗杯盖。

8.2.2 将清洗杯置于超声仪中，超声清洗10分钟，把清洗液转移至25mL比色管中。

8.2.3 在清洗杯中加入6mL四氯化碳超声清洗5min，把清洗液同样转移到上述25mL比色管中。

8.2.4 用少许萃取剂清洗滤筒及聚四氟乙烯清洗杯两次，一并转移至上述25mL比色管中，加入萃取剂稀释至刻度标线，即得到样品原液A。

8.2.5 红外分光光度法测定：测定前先预热红外分光光度计1h以上，调节好零点与满度，固定某一组校正系数（校正系数的测定和选取应符合HJ 637的相关要求），准备测试。

8.2.6 用一次性注射器吸取样品原液A，装配上有机相过滤器后进行过滤，得到澄清透明的样品溶液B。立即将样品溶液B置于4cm比色皿中并盖上皿盖，即可进行红外分光试验测定油含量。考虑原液的静置。

注：红外分光光度计出厂时如果设定了校正系数，可以直接进行校正系数的检验。

9 结果计算

9.1 油烟排放浓度计算公式见式(1)：

式中：

$c_{\text{测}} = \text{油烟排放浓度} (\text{mg}/\text{m}^3)$

C_B = 样品溶液 B 油烟浓度 (mg/L) :

V = 滤筒清洗液稀释定容体积 (mL) :

V_0 = 标准状态下干烟气采样体积 (m^3)，其计算方法参照GB/T 16157。

9.2 油烟净化（去除）效率计算

工业油烟净化设备应按照HJ/T 62中采样口设置要求，在设备前后烟道上设置采样口，依据本标准第7、8章中方法进行油烟浓度测定，按照公式（2）计算油烟净化（去除）效率。

$$P = \frac{C_{\text{前}} \times Q_{\text{前}} - C_{\text{后}} \times Q_{\text{后}}}{C_{\text{总}} \times O_{\text{总}}} \times 100\% \quad \dots \dots \dots \quad (2)$$

式中：

P —油烟净化(去除)效率(%)：

$c_{\text{前}}$ 、 $c_{\text{后}}$ — 处理设备前、后油烟浓度 (mg/m^3)；

$Q_{\text{前}}$ 、 $Q_{\text{后}}$ — 处理设备前、后的标况下风量 (m^3/h)。

10 质量保证和质量控制

10.1 所涉及仪器应在溯源有效期内。

10.2 更换萃取剂批次后，应对红外分光光度计进行零点和满度的校准。