

固定污染源废气 颗粒物的测定 便携式振荡天平法

Stationary source emission—Determination of mass concentration of particulate matter—Portable tapered element oscillating microbalance method

2022 - 09 - 06 发布

2022 - 10 - 06 实施

目 次

前 言.....	ii
1 范围.....	1
2 规范性引用文件.....	1
3 术语和定义.....	1
4 方法原理.....	2
5 干扰和消除.....	2
6 试剂和材料.....	2
7 仪器和设备.....	2
8 采样和测定步骤.....	4
9 颗粒物浓度计算和表示.....	4
10 准确度.....	5
11 质量保证和质量控制.....	5
附录 A （资料性） 烟尘（颗粒物）现场检测原始记录.....	6

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由江苏省生态环境厅提出并归口。

本文件起草单位：江苏省环境监测中心、江苏省苏力环境科技有限责任公司、江苏省南京环境监测中心。

本文件主要起草人：武超、闻欣、侯鹏、王克气、刘倩倩、汪琦、杨广利、宋瑞利、单凯、司蔚、黄娟、唐梦涵、谢馨、武中林、李子军、赵本柱、李钰、姚诚、吴鑫宇、梁良、谢锋、沙亚东、王红勇、丁剑、匡正山。

固定污染源废气 颗粒物的测定 便携式振荡天平法

1 范围

本文件规定了利用便携式振荡天平测定固定污染源废气中颗粒物的方法。

本文件适用于燃煤、燃气、燃生物质锅炉以及水泥窑炉、水泥磨机、钢铁烧结废气中颗粒物的测定。

本文件适用于水分含量低于20%，浓度不大于100 mg/m³的废气中颗粒物的测定。当颗粒物测定结果大于100 mg/m³时表达为“>100 mg/m³”。

当采样体积为66.6 L时，本文件的方法检出限为0.4 mg/m³。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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

HJ/T 48—1999 烟尘采样器技术条件

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—2007 固定源废气监测技术规范

HJ 656—2013 环境空气颗粒物（PM_{2.5}）手工监测方法（重量法）技术规范

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

振荡天平 tapered element oscillating microbalance（TEOM）

通过质量传感器中锥形振荡管测量前后的振荡频率变化，得出待测物质质量的测量装置。

3.2

标准状态下干废气 dry waste gas of standard condition

温度为273.15 K，压力为101325 Pa条件下不含水分的废气。

注：除非另有说明，本文件所指体积和浓度均为标准状态下干废气体积和浓度。

3.3

最小质量增量 minimum mass of increment

振荡天平频率计数电路能准确测量的振荡管频率最小变化量所对应的质量增量。

4 方法原理

本文件采用烟道外过滤的方法，将采样管由采样孔插入烟道中，利用等速采样原理抽取一定量含颗粒物的废气，根据振荡天平现场测量采样滤膜上所捕集到的颗粒物质量和同时抽取的废气体积，计算出废气中颗粒物浓度。

5 干扰和消除

待测废气中的水分会影响测定结果。采样前将采样枪加热至110°C再进入烟道，全程伴热测量，消除水分对测定结果的影响。

6 试验材料

6.1 采样滤膜

采样滤膜应为双层结构，直径为20 mm±1 mm。最大期望流速下，对于直径为0.3 μm的标准粒子，采样滤膜的捕集率应大于99.5%；对于直径为0.6 μm的标准粒子，采样滤膜的捕集率应大于99.9%。

6.2 标准滤膜

标准滤膜材质为聚醚醚酮，厚度0.5 mm±0.1 mm。选择振荡天平最大称量范围上限值的30%~70%作为标准滤膜称量值的取值范围。

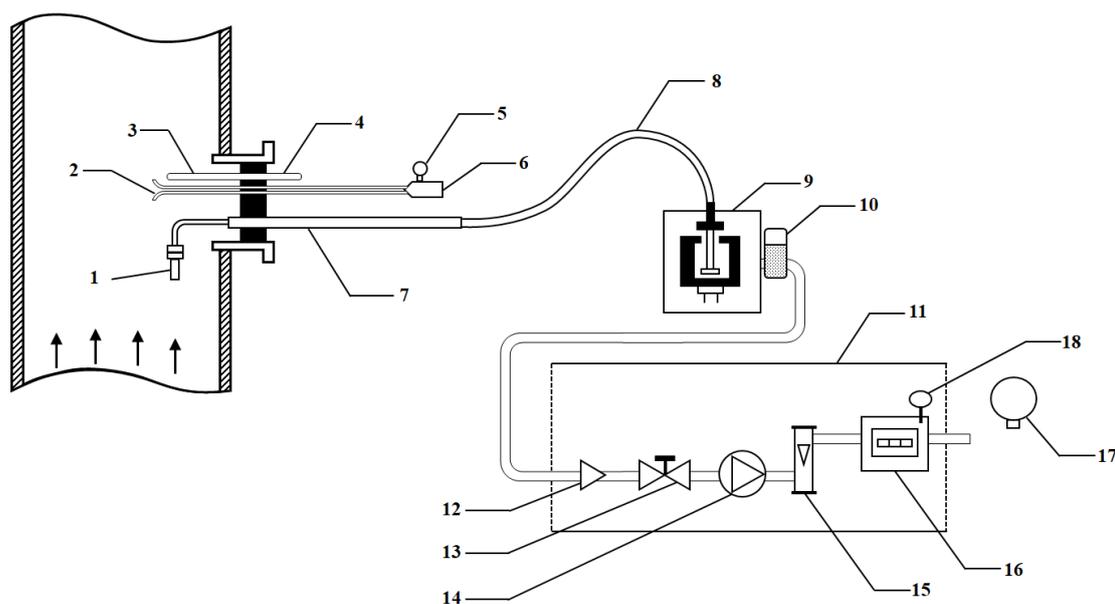
6.3 滤膜保存盒

用于存放采样滤膜和标准滤膜的滤膜桶或滤膜盒，应使用对测量结果无影响的惰性材料制造，应对滤膜不粘连。

7 仪器和设备

7.1 仪器结构和组成

便携式振荡天平颗粒物测定仪（简称测定仪）由采样装置、测定装置及辅助装置组成。采样装置由采样嘴、皮托管、温度探头、温度测量、静压测量、压差测量、加热采样管、加热软管组成。测定装置为振荡天平单元。辅助装置包括冷却、干燥单元、等速采样单元、大气压力计以及连接管线。测定仪结构示意见图1。



1-采样嘴；2-皮托管；3-温度探头；4-温度测量；5-静压测量；6-压差测量；7-加热采样管；8-加热软管；9-振荡天平单元；10—冷却、干燥单元；11-等速采样单元；12-截止阀；13-调节阀；14-泵；15-流量计；16-体积流量计；17-大气压力计；18-温度、压力测量

图1 便携式振荡天平颗粒物测定仪结构示意图

7.2 性能要求

7.2.1 采样装置

7.2.1.1 采样嘴应符合 GB/T 16157 中采样嘴装置的要求。

7.2.1.2 皮托管、静压测量与压差测量应符合 GB/T 16157 中废气压力、流速测定装置的要求。

7.2.1.3 温度探头应符合 GB/T 16157 中废气温度测定装置的要求。

7.2.1.4 加热采样管应由耐腐蚀、耐热材料制造，采样管应配有接地线。采样管应有足够的强度和长度，并有刻度标志，应选择具备加热功能的采样管，加热及保温温度应不低于 110 °C。

7.2.1.5 采样管部件孔径的任何变化均应平滑过渡。

7.2.1.6 加热软管加热温度应 ≥ 75 °C。

7.2.2 测定装置

振荡天平单元应满足下列要求：

- 量程：0 mg-2000 mg；
- 最小质量增量：0.1 mg；
- 相对误差：小于 $\pm 5\%$ ；
- 称量温度： ≥ 75 °C（具有加热、保温功能）；
- 具有抗静电功能；
- 具有抗振动功能。

7.2.3 辅助装置

等速采样单元，应满足 HJ/T 48—1999 中 6.3.4.8 关于等速跟踪的要求。

8 采样和测定步骤

8.1 采样位置和采样点

采样位置和采样点应符合 GB/T 16157 中关于采样位置和采样点的规定。采样孔内径应不小于 80 mm。

8.2 测定前准备

8.2.1 将标准滤膜放在恒温恒湿设备中平衡至少 24 h 后进行称量。平衡条件为：温度应控制在 15 °C~30 °C 任意一点，控温精度 ±1 °C；湿度应控制在 50% RH ±5% RH。用十万分之一天平连续称量 7 次，取均值作为标准滤膜称量值，30 min 内完成。标准滤膜应密封保存。

8.2.2 采样前，根据采样平面的基本情况和监测要求，确定现场的采样时间。

8.2.3 按照 HJ/T 48 流量准确度的要求对颗粒采样装置瞬时流量准确度、累计流量准确度进行校准。

8.2.4 确定现场工况、采样点位和采样孔、采样平台、工作电源、照明及安全措施等应符合监测要求。

8.2.5 准备监测所需其他仪器、安全设备及记录表格等。

8.3 样品采集与测定

8.3.1 根据现场实际测量的烟道尺寸，按 8.1 要求选择采样平面，确定采样点数目。

8.3.2 记录现场基本情况，清理采样孔处积灰。

8.3.3 将仪器置于测量位置，安放平稳，进行开机自检，测定仪自检结束后进行仪器校验。取出采样滤膜，待数据稳定后仪器归零，安装标准滤膜，仪器振荡天平开始称重，待数据稳定后记录仪器显示值。计算现场仪器振荡天平标准滤膜测定值与标准滤膜称量值的相对误差，相对误差应在 ±5% 以内，否则测试结果无效。

8.3.4 安装采样滤膜，正确连接测定仪。

8.3.5 检查系统是否漏气，检漏应符合 GB/T 16157 中系统现场检漏的要求。

8.3.6 采样管达到设定伴热温度后开始采样，采样步骤参见 GB/T 16157 中采样步骤的要求，采样过程中进入采样嘴的吸气速度与测点处气流速度的相对误差应小于 10%。

8.3.7 采样过程中测定装置同步对采集的颗粒物进行称量，测定时间应不少于 45 min，记录测定仪显示值及相关参数，现场记录宜按照附录 A 填写。

8.3.8 测定完成后，将采样管从烟道内取出并保持采样管伴热，启动抽气泵，用清洁空气对采样系统进行清洗。

8.3.9 排气参数按照 GB/T 16157 相关规定测定。

9 颗粒物浓度计算和表示

9.1 结果计算

颗粒物浓度按公式（1）计算：

$$C_{nd} = \frac{m}{V_{nd}} \times 10^6 \dots\dots\dots(1)$$

式中：

C_{nd} —颗粒物浓度，mg/m³；

m —样品所得颗粒物的增重, g;
 V_{nd} —标准状态下干废气体积, L。

9.2 结果表示

颗粒物的浓度计算结果保留到小数点后一位。

10 准确度

10.1 精密度

6家实验室分别对3种质量水平2.0 mg、10.0 mg、40.0 mg的砝码进行6次重复测定,
 ——实验室内相对标准偏差分别为8.21%~11.48%、3.75%~5.78%、0.51%~1.28%;
 ——实验室间相对标准偏差分别为16.02%、11.45%、4.79%。

6家实验室分别对同一稳定烟气进行6次重复测试,测试结果表明烟道平均浓度为15.9 mg/m³,
 ——实验室间标准偏差为2.1 mg/m³;
 ——实验室间相对标准偏差为13.1%。

10.2 正确度

6家实验室分别对3种质量水平2.0 mg、10.0 mg、40.0 mg的砝码进行6次重复测定,
 ——相对误差分别为-10.00%~40.00%、-6.38%~18.03%、-1.25%~10.00%;
 ——相对误差的最终值分别为15.83%±37.10%、3.91%±21.02%、3.12%±9.88%。

11 质量保证和质量控制

11.1 现场采样的质量保证措施应符合 HJ/T 397—2007 中 13.3.2 的要求。

11.2 组合式采样管皮托管系数应半年校正 1 次。当发现皮托管变形或损坏时不能使用。

11.3 标准滤膜使用 3 个月后,按 8.2.1 要求对标准滤膜进行称量值验证,验证值与标准滤膜称量值相对误差应在±2%以内,否则应重新测定标准滤膜称量值。

附录 A
(资料性)
烟尘(颗粒物)现场检测原始记录

项目名称: _____ 监测日期: _____

检测性质: _____ 设备名称: _____ 处理设施: _____

检测依据: _____

烟尘仪器/资产编号:				烟气仪器/资产编号:					
其它仪器/资产编号:				烟道形状与尺寸(m):					
烟道截面积(m ²):				排气筒高度(m):					
采样嘴直径(mm):				测点位置及编号:					
气象参数		环境温度(°C):		环境湿度(%):		风速(m/s):		大气压(Pa):	
性能验证		测定前				测定后			
名称	称量值(mg)	测定值(mg)	相对误差(%)		测定值(mg)	相对误差(%)			
标准滤膜									
项目/频次	一	二	三	四	五	六	七	八	九
采样时间段									
平均烟气温度(°C)									
平均动压(Pa)									
平均静压(kPa)									
烟气流速(m/s)									
烟气湿度(%)									
标态气量(m ³ /h)									
采样体积(m ³)									
标况采样体积(m ³)									
颗粒物重量(mg)									
颗粒物浓度(mg/m ³)									
含氧量(%)									
备注									

采样人: _____

复核者: _____

审核者: _____