

中华人民共和国国家环境保护标准

HJ□□□-201□

固定污染源废气 低浓度颗粒物测定 重量法

Stationary source emission-Particulate matter at low
concentration-Manual gravimetric method

(征求意见稿)

201□-□□-□□发布

201□-□□-□□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 术语和定义	1
4 方法原理	3
5 试剂和材料	3
6 仪器和设备	3
7 样品	6
8 分析步骤	6
9 结果计算与表示	7
10 精密度与准确度	8
11 质量保证和质量控制	8
附录 A（规范性目录） 采样平台要求	10

前 言

为贯彻《中华人民共和国环境保护法》、《中华人民共和国大气污染防治法》，规范固定污染源废气中低浓度颗粒物的测定方法，制定本标准。

本标准规定了测定固定污染源废气中的低浓度颗粒物的重量法。

本标准为首次发布。

本标准的附录 A 为规范性附录。

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：中国环境监测总站、北京市环境保护监测中心、河北省环境监测中心站、湖北省环境监测中心站。

本标准验证单位：青岛崂山应用技术研究所、青岛容广电子有限公司、上海敏有环境检测技术有限公司。

本标准环境保护部 201□年□□月□□日批准。

本标准自 201□年□□月□□日起实施。

本标准由环境保护部解释。

固定污染源废气 低浓度颗粒物测定 重量法

1 适用范围

本标准规定了固定污染源排放低浓度颗粒物烟道内过滤采集的方法、样品整体称重方式和计算程序。

本标准适用于各类燃煤、燃油、燃汽锅炉、工业窑炉以及其它固定污染源废气中浓度低于 50 mg/m^3 （标干浓度）的颗粒物的测定。当其实际排放浓度在 50 mg/m^3 - 200 mg/m^3 （标干浓度）时，本方法与GB 16157 标准方法同时适用，当其实际排放浓度大于 200 mg/m^3 （标干浓度）时，应采用GB 16157 标准方法。

当标干采样体积为 1 m^3 时，本标准最大方法检出限为 1.0 mg/m^3 （标干浓度）。

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。凡是不注日期的引用文件，其有效版本适用于本标准。

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 76	固定污染源烟气排放连续监测系统技术要求及检测方法（试行）
HJ/T 373	固定污染源监测质量保证与质量控制技术规范
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 颗粒物 particulate matter

燃料和其他物质在燃烧、合成、分解以及各种物料在机械处理中所产生的悬浮于排放气体中的固体和液体颗粒状物质。

3.2 等速采样 isokinetic sampling

将采样嘴平面正对测点处的气流，采样嘴的吸气速度与测点处气流速度相等（其相对误差应在 10%以内）的采样方法（见图 1）。

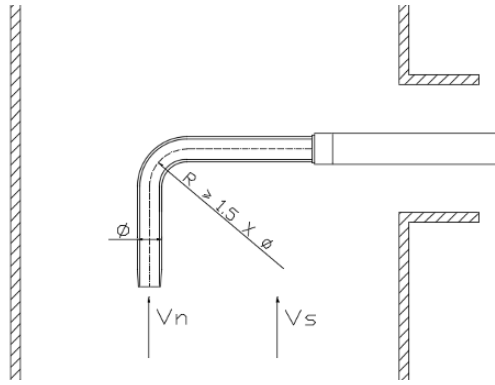


图 1 等速采样 ($v_n=v_s$, 其中 v_n 为采样嘴的吸气速度, v_s 为测点处气流速度)

3.3 烟道内过滤 in-stack filtration

在烟道或烟囱内对颗粒物进行等速采样, 并将颗粒物截留在位于烟道或烟囱内的低浓度采样头上的方法。(见图 2)

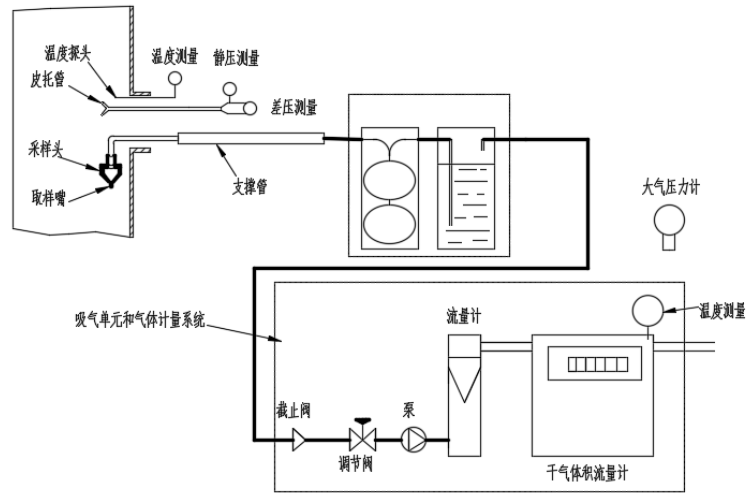


图 2 烟道内过滤采样装置示意图

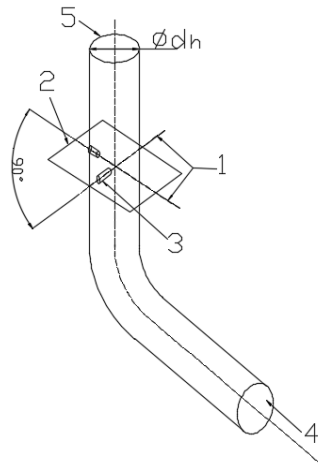
3.4 当量直径 D equivalent diameter

烟道或烟囱横截面特征尺寸, 如下式:

$$D = \frac{4 \times \text{取样平面面积}}{\text{取样平面周长}} \quad (1)$$

3.5 采样平面 sampling plane

指采样点正交于烟道或烟囱中心线的平面 (圆形烟道示例见图 3)。



1-采样线；2-采样平面；3-采样孔（法兰）；4-流动方向；5-烟道顶端

图 3 圆形烟道示意图

3.6 测量系列 measurement series

在相同采样工况下，污染处理设施保持稳定运行的条件下，在同一采样平面内进行的一系列测量。

3.7 全程空白 overall blank

采样过程中，抽气泵处于关闭状态下，采样嘴背对废气气流方向，其它操作与采样操作完全相同而获得的样品。

4 方法原理

本方法采用烟道内过滤的方法，使用包含滤膜的低浓度采样头，将烟尘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的含尘气体，根据采样头上所捕集到的颗粒物量和同时抽取的气体体积，计算出废气中颗粒物浓度。

5 试剂和材料

丙酮 (CH_3COCH_3)， $\rho=0.788 \text{ g/ml}$ 。

6 仪器和设备

6.1 废气中水份含量的测定装置

6.1.1 冷凝法和重量法

冷凝法和重量法设备可参照 GB/T 16157 中 5.2.4 的要求选用设备和测量方法。

6.1.2 仪器法

仪器法测湿设备通常由采样单元、湿度分析单元和数据处理与记录等单元构成，应具备湿度校准功能。

测量步骤可参照 HJ/T 76 中附录 D 执行。

6.2 废气中温度、压力、流速的测定装置

应符合 HJ/T 48 中第 4 条的规定。

6.3 废气中颗粒物的采样装置

颗粒物采样装置由组合式采样管、冷却和干燥系统、吸气单元和气体计量系统以及连接管线组成。除组合式采样管中由含有滤膜的采样头及采样头固定装置代替滤筒及滤筒采样管外，采样装置其余均应符合 HJ/T 48 中 6.3 部分的要求。

本标准列举了一种常见的颗粒物采样管和采样头的结构，其他结构的采样管和采样头在满足相关仪器检测标准的情况下，也可以使用。

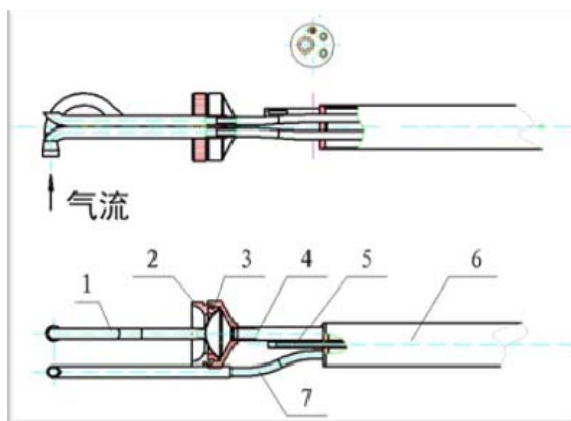
6.3.1 采样管

采样管是低浓度采样头、抽气泵和流量计量的连接管件，应由耐腐蚀、耐热材料制造，如不锈钢、钛、石英或玻璃等。采样管应有足够的强度和长度，并有刻度标志，以便在合适的点位上采样。组合式采样管示例图见图 4。

采样头由采样头固定装置上部装入，使用采样头压盖旋紧固定，当烟温超过 260 °C 时，应采用金属密封垫圈。

为保证在湿度较高、烟温较低的情况下正常采样，可选择具备加热采样头固定装置功能的采样管，但加热温度不应超过 100 °C。为避免静电对采样器的影响，采样器应配有接地线。

采样管部件孔径的任何变化均应平滑过渡，避免突变。



1-采样头；2-采样头压盖；3-密封垫圈；4-抽气管；5-测温元件；6-保护套管；7-S 型皮托管

图 4 组合式采样管示例图

6.3.2 采样头

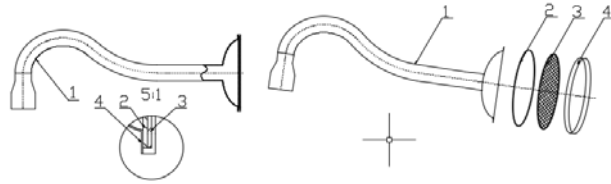
采样头由前弯管（含采样嘴）、滤膜、不锈钢托网、密封铝圈组成，前弯管后的直管长度应不小于 30 mm，采样嘴的弯管半径大于等于内径 1.5 倍，滤膜直径为 (47 ± 0.25) mm，前弯管、滤膜及不锈钢托网通过密封铝圈装配在一起。采样头上应有唯一编号，以保证采样的顺利记录。采样头的前弯管表面应平滑，连接点应尽可能少，内表面应方便清洁。每个采样头在运输和存储过程中应单独存储，避免污染。

采样头在装配好后，整体应密封良好。采样头结构见图 5。

6.3.3 滤膜

a) 最大期望流速下，对于直径为 $0.3 \mu\text{m}$ 的标准粒子，滤膜的捕集效率应大于 99.5%，对于直径为 $0.6 \mu\text{m}$ 的标准粒子，滤膜的捕集效率应大于 99.9%。

b) 滤膜的材质不应吸收或与样气中的气态化合物发生化学反应，在最大的采样温度下应保持热稳定。



1-前弯管；2-滤膜 ($\phi 47$)；3-不锈钢托网 ($\phi 47$)；4-密封铝圈

图 5 低浓度采样装置结构图与低浓度采样装置结构展开

6.3.4 采样嘴

应准备足够数量的有不同直径采样嘴的采样头，以确保在较宽的流速范围内（5 m/s 至 30 m/s）等速跟踪采样。采样嘴入口倒角应不大于 45° 。采样嘴入口边缘厚度不大于 0.2 mm，入口直径 d 偏差应不大于 $\pm 0.1 \text{ mm}$ ，如图 6。

为避免采样嘴顶端气流的湍动，应满足以下要求：

a) 采样嘴的设计应避免造成采样嘴附近气流的湍动。图 6 给出了五种经证实的采样嘴设计；

b) 采样嘴应有恒定的内径，采样嘴最小长度应为采样嘴内径，或至少为 10 mm（取两者数值大的一个）；

c) 距离采样嘴顶端 50 mm 以内，采样设备部件外径的任何变化均应以锥形平滑过渡；

d) 采样嘴上游不得有任何零部件；

e) 采样嘴下游或一侧允许有其它零部件，但应避免零部件对采样口的气流产生扰动。

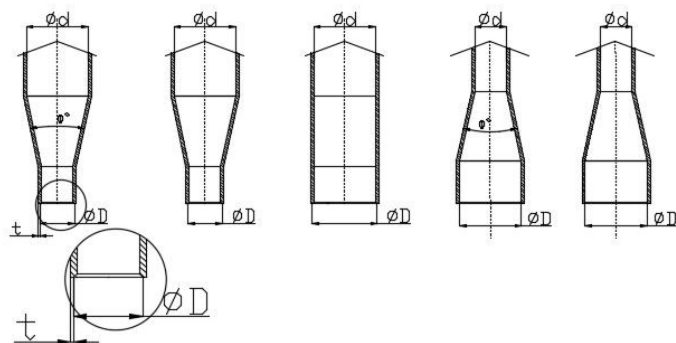


图 6 采样嘴尺寸要求

注 1：采样嘴要求：t 小于 0.2 mm， $\phi \leq 45^\circ$

6.4 分析称重设备

6.4.1 烘箱、马弗炉。指定温度下温度波动应控制在 $\pm 5^\circ\text{C}$ 内。

6.4.2 恒温恒湿天平室。温度控制（15~30）℃任意一点，控温精度±1℃，相对湿度应控制在（50±5）%RH 范围内。

6.4.3 电子天平。分辨率为 0.01 mg，当称量误差和样品增重满足称量要求时，也可使用分辨率为 0.1 mg 的天平。天平量程应与被称重部件的质量相符。

6.4.4 温度计。测量天平室环境温度。

6.4.5 湿度计。测量天平室环境相对湿度。

6.4.6 镊子。

7 样品

采样位置和采样点的要求见 GB/T 16157 中第 4 部分，并应考虑烟道内支架、钢梁等对气流的影响。对采样平台要求请见附录 A。

采样孔内径应不小于 80 mm，建议选用 90-120 mm 内径的采样孔。

现场采样应采集平行样，现场平行样应于烟道或烟囱对称位置分别同时采样。

8 分析步骤

8.1 采样前的处理及称量

8.1.1 采样前处理

采样前，前弯管、密封铝箔和不锈钢托网应使用去离子水进行超声波清洗，清洗 5 min 后用去离子水冲洗干净，以去除可能吸附其上的颗粒。

将上述部件放置在烘箱内干燥，干燥温度 105-110 ℃，烘干至少 1 h。

玻璃纤维滤膜或石英滤膜应在马弗炉中烘焙 1 h，烘焙温度为 180 ℃或大于烟温 20℃（取两者较高的温度）。

冷却后，将滤膜和不锈钢托网用密封铝圈同前弯管封装在一起，放入恒温恒湿室平衡至少 24 h。

8.1.2 采样前称量

选定已平衡好的采样头，在恒温恒湿室内用天平称重，每个样品称量 3 次，每次称量间隔应大于一分钟，三次称量结果间最大偏差应在 0.20 mg 以内。记录称量结果，以 3 次称量的平均值作为称量结果。

8.2 现场测定步骤

8.2.1 采样准备

8.2.1.1 采样前，应根据采样平面的基本情况和监测要求，确定现场的测量序列、采样时间和采样嘴直径。每个样品的标干采样体积不小于 1 m³，且采样时间不小于 30 min。

8.2.1.2 根据需要采集的样品数量准备采样头。将称量好的采样头采样嘴用堵套塞好后装进防静电密封袋或密封盒内，放入样品箱。

8.2.1.3 检查采样器是否处于检定有效期内，对采样器瞬时流量准确度、累计流量准确度按照 HJ/T 48 中 9.3.8.3 部分进行校准。对于组合式采样管皮托管系数，应保证每半年校准一次，

在条件许可的情况下，建议每次采样前对皮托管系数进行校准，当皮托管外形发生明显变化时，应及时检查校准。

8.2.1.4 确定现场工况、采样点位和采样孔、采样平台、工作电源、照明及安全设施符合监测要求。

8.2.1.5 准备监测所需采样仪器、安全设备及记录表格等。

8.2.1.6 对采样器气密性进行检查，气密性检查应按 GB/T 16157 中 5.2.2.3 中 c 部分进行。

8.2.2 采样程序

8.2.2.1 根据现场实际测量的烟道尺寸，按第 7 部分要求选择采样点数目和采样平面。

8.2.2.2 记录现场基本情况，并清理采样孔处的积灰。

8.2.2.3 将采样头装入组合式采样枪，固定，记录编号。

8.2.2.4 对采样系统进行检漏，方法见 GB/T 16157 中 5.2.2.3 中 c 部分。

8.2.2.5 开始采样，采样步骤参照 GB/T 16157 中 8.4.4 c~m 部分，或按照相应仪器操作方法使用微电脑平行自动采样，采样过程跟踪率要求达到 1.0 ± 0.1 。

8.2.2.6 结束采样后，将采样头取下，将采样嘴用堵套塞好，将采样头放入防静电的盒或密封袋内，放入样品箱。

8.2.3 全程空白

不开启抽气泵，采样嘴背对烟道气流方向，采样管在烟道中放置时间和实际采样时间相同，其它操作如运输、储存、实验室的控制和称重程序均应与正常样品相同。全程空白应在每次测试系列过程中进行一次，并保证至少一天一次。

8.3 采样后的处理及称量

8.3.1 采样后处理

将采样后的采样头运回实验室后，用蘸有丙酮的脱脂棉对采样头外表面进行擦拭清洗，清洗过程应在通风橱中进行。清洗后，在烘箱内干燥采样头，干燥温度为 $105-110\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，时间 1 h。待采样头干燥冷却后放入恒温恒湿天平室平衡至少 24 h。应保证采样前后的恒温恒湿室平衡条件不变。

8.3.2 采样后称量

同 8.1.2 部分。

9 结果计算与表示

9.1 颗粒物浓度的计算

颗粒物浓度按式 (10-1) 计算：

$$C = \frac{(m_1 + m_2)}{(V_{nd1} + V_{nd2})} \times 10^6 \quad (2)$$

式中：C —— 颗粒物浓度， mg/m^3 ；

m_1 ， m_2 —— 两平行样分别所得颗粒物量，g；

V_{nd1} ， V_{nd2} —— 两平行样分别对应的标准状态下干采样体积，L。

9.2 平行样采样浓度偏差计算及要求

平行样采样浓度偏差计算见(10-2)

$$RSD = \frac{(C_1 - C_2)}{(C_1 + C_2)} \quad (3)$$

式中 RSD ——相对标准偏差, %;

C_1, C_2 ——两平行样对应采集的颗粒物浓度, mg/m^3 。

平行样采样浓度最小相对标准偏差应满足以下要求:

- a) 当 $C > 10 \text{ mg}/\text{m}^3$ 时, RSD 小于 10%;
- b) 当 $1 < C \leq 10 \text{ mg}/\text{m}^3$, 最小 RSD 应在 25%—10% 之间按浓度线性计算得出, 即:

$$RSD = 25 - \frac{5}{3}(C - 1) \quad (4)$$

- c) 当 $C = 1 \text{ mg}/\text{m}^3$ 时, RSD 应小于 25%;
- d) 当 $C < 1 \text{ mg}/\text{m}^3$ 时, 最小 RSD 不作要求。

10 精密度与准确度

10.1 方法检出限

4 家实验室检出限分别为 $0.2 \text{ mg}/\text{m}^3$ 、 $0.3 \text{ mg}/\text{m}^3$ 、 $0.4 \text{ mg}/\text{m}^3$ 和 $0.6 \text{ mg}/\text{m}^3$ 。

10.2 方法精密度

1 家实验室选取燃煤电厂不同类型烟气各三个浓度水平进行精密度测试, 在有烟气再热系统(GGH)燃煤电厂, 废气中颗粒物三个浓度水平的测定结果分别为 $0.22-0.37 \text{ mg}/\text{m}^3$ 、 $4.04-4.66 \text{ mg}/\text{m}^3$ 和 $6.08-8.22 \text{ mg}/\text{m}^3$, 相对标准偏差在 5.3%-16.3% 之间; 在无GGH燃煤电厂, 废气中颗粒物三个浓度水平的测定结果分别为 $1.32-1.56 \text{ mg}/\text{m}^3$ 、 $4.97-6.35 \text{ mg}/\text{m}^3$ 和 $8.97-10.38 \text{ mg}/\text{m}^3$, 相对标准偏差在 6.4%-8.4% 之间。

6 家实验室对某电厂废气中的颗粒物进行了同步测定, 测定结果为 $2.0-3.5 \text{ mg}/\text{m}^3$, 实验室间相对标准偏差为 12.5%。

11 质量保证和质量控制

11.1 仪器与设备

11.1.1 仪器设备的检定和校准应符合 HJ/T 373 中 5.2.1 部分要求。

11.1.2 仪器设备的运行和维护应符合 HJ/T 373 中 5.2.2 部分要求。

11.2 称量质量控制

11.2.1 天平的校准

在采样前、采样后称重时, 必须进行天平校准。

11.2.2 称量的质量控制

- a) 采样前、采样后平衡及称量时, 应保证环境温度和环境湿度条件一致。

- b) 保证同一称量部件在采样前后称量使用同一天平及同一个操作人
- c) 当同一采样头三次称量中任意两次的质量差大于 0.2 mg 时，可将相应采样头再平衡 24 h 后称量，如果第二次平衡后称量仍有任意两次的质量差大于 0.2 mg，则此样品作废。

11.3 采样时质量控制

11.3.1 现场采样的质量保证措施应符合HJ/T 397中13.3部分要求。

11.3.2 装好采样装置后应进行气密性检查，检查方法见 GB 16157 中 5.2.2.3 部分。

11.3.3 采样时应满足以下条件，否则颗粒物浓度的测定结果无效。

- a) 校准和检漏应满足相关标准规范的要求。
- b) 任何低于全程空白增重的样品均无效。全程空白增重除以对应测量序列的平均体积不应超过排放限值的 10%，样品增重应不低于全程空白增重的 5 倍，全程空白的失重应小于 0.2 mg。
- c) 平行样浓度偏差应符合 9.2 的要求，否则样品无效。

附录 A
(规范性目录)
采样平台要求

从安全角度考虑,颗粒物采样应提供永久性或临时性采样平台。采样平台满足如下要求:

A.1 采样平台

a) 为保障监测人员安全及方便操作,保障验收监测工作顺利进行,涉及高处作业的采样孔或采样位置在 GB/T 16157 中对采样平台要求的基础上,同时配套建设采样平台。

b) 平台面积应不小于 10 m^2 ,并设有 1.2 m 高以上的护栏,采样孔距平台面约为 $1.2\text{--}1.3\text{ m}$ 。采样平台应在监测点的正下方,采样平台的承重应不小于 200 kg/m^2 ,平台地面采用厚度不得小于 4 mm 的花纹钢板或钢板网(孔径小于 $10\text{ mm}\times 20\text{ mm}$),安装不低于 100 mm 的脚部档板,护栏扶手所能承受水平方向垂直施加的载荷不小于 500 N/m ,护栏应符合标准 GB 4053.3 要求。采样平台及护栏应能保证采样枪垂直进入采样孔。

c) 若采样位置或断面有多个采样孔,应适当延长平台的长度,每增加一个采样孔,至少延长 1 m 长度。平台的宽度(平台外侧到烟道壁的距离)应为直径或当量直径的 $1/3$,但最小宽度应不低于 1.5 m 。

d) 采样平台附近有造成人体机械伤害、灼烫、腐蚀、触电等致伤的危险源时,应在平台相应位置设置防护罩或防护屏。

f) 采样平台应设置一个低压配电箱,内设漏电保护器、2个 16 A 插座,2个 10 A 插座,为监测设备提供所需电力。

A.2 爬梯

a) 当采样平台的坠落高度不超过 2 m 时,可使用固定式钢直梯到达采样平台,因携带监测设备需要,爬梯高度不得超过 2 m ,并符合标准 GB 4053.1要求。

b) 当采样平台的坠落高度超过 2 m 时,依据 GB/T 16157中4.2.3的要求,当采样点设在烟囱上时,应设计安全的接近方式(如分段爬梯与平台结合的方式或升降梯)。操作平台与地面之间须设计并安装固定式钢制斜梯、之字梯、转梯到达采样平台,设计和安装应符合标准 GB 4053.2和其他相关标准要求。

c) 当采样点位位于烟囱上且高度超过 40 m 时,建议安装自动升降梯。