

固定污染源废气 低浓度颗粒物的测定 β 射线法

Stationary source emission—Determination of mass concentration of
particulate matter at low concentration—Beta-ray method

地方标准信息服务平台

2021-09-26 发布

2021-10-26 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 1

5 干扰与消除 2

6 材料 2

7 仪器和设备 3

8 样品 4

9 结果计算与表示 5

10 准确度 5

11 质量控制和质量保证 6

12 注意事项 6

地方标准信息服务平台

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。

本文件由内蒙古自治区生态环境厅提出并归口。

本文件起草单位：内蒙古自治区环境监测总站。

本文件主要起草人：田永莉、白雪椿、程学慧、董杰、王克玲、韩见弘、许海珍、王芳、石艳菊、雷军、张荣、吴八一、马笑君、马燕、贾国庆、刘涛、孙向田、邢恩东、赵建伟。

地方标准信息服务平台

固定污染源废气 低浓度颗粒物的测定 β 射线法

1 范围

本文件规定了采用 β 射线法测定固定污染源废气中低浓度颗粒物的方法原理、材料、仪器和设备、分析步骤、结果计算与表示、质量控制和质量保证等技术内容。

本文件适用于颗粒物浓度小于等于 50 mg/m^3 的各类燃煤、燃油、燃气锅炉、工业窑炉及其它固定污染源废气中颗粒物的测定。

当采样体积为 1 m^3 （标干体积）时，本标准的方法检出限为 0.2 mg/m^3 。

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 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 固定源废气监测技术规范

HJ 836 固定污染源废气 低浓度颗粒物的测定 重量法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

β 射线 beta-ray

放射性元素核衰变过程中发出的电子流。

注： β 射线源可以使用 ^{14}C 等放射源。

3.2

烟道外过滤 out-stack filtration

在烟道内对颗粒物进行等速采样，并将颗粒物截留在位于烟道外的过滤介质上的方法。

4 方法原理

利用等速采样原理抽取一定量的含颗粒物气体，利用置于烟道外部的滤膜捕集颗粒物，用 β 射线分别照射采样前和采样后的滤膜。 β 射线通过物质时会产生能量衰减，能量衰减量与物质的质量成一定比

例关系，从而计算出捕集颗粒物的质量，通过颗粒物的质量和抽取的气体体积，计算出废气中颗粒物浓度。 β 射线衰减量与颗粒物的质量遵循以下吸收定律：

$$N = N_0 \times e^{-km} \dots\dots\dots(1)$$

式中：

N —— 单位时间内通过滤膜的 β 射线量；

N_0 —— 单位时间内发射的 β 射线量；

K —— 单位质量吸收系数， cm^2/mg ；

m —— 单位面积颗粒物量， mg/cm^2 。

颗粒物质量经如下方法测得：

步骤1：空白滤膜的测定

$$N_1 = N_0 \times e^{-km_0} \dots\dots\dots(2)$$

步骤2：颗粒物截留后滤膜的测定

$$N_2 = N_0 \times e^{-k(m_0 + \Delta m)} \dots\dots\dots(3)$$

合并式(2)和(3)得：

$$N_1 = N_2 \times e^{k\Delta m} \dots\dots\dots(4)$$

或

$$\Delta m = \frac{1}{k} \ln \frac{N_1}{N_2} \dots\dots\dots(5)$$

式中：

N_1 —— 单位时间内通过空白滤膜的 β 射线量；

N_2 —— 单位时间内通过颗粒物截留后滤膜的 β 射线量；

m_0 —— 单位面积空白滤膜的本底颗粒物质量， mg/cm^2 ；

Δm —— 单位面积滤膜上截留的颗粒物质量， mg/cm^2 。

5 干扰与消除

烟道内排气中水分含量较大时，废气中凝结水容易在滤膜表面沉积，对本测定方法的颗粒物质量的测定会产生干扰，需采用具有全程加热功能的采样管予以消除。

6 材料

6.1 标准膜片

由聚碳酸酯等惰性材料制成，应避光存放。使用前应检查标准膜片是否破损等情况。

6.2 滤膜

6.2.1 选择玻璃纤维、石英等材质滤膜。滤膜不应吸收或与废气中的气态物质发生化学反应，在最大的采样温度下应保持热稳定。

6.2.2 对于直径为 $0.3\text{ }\mu\text{m}$ 的标准粒子，滤膜的捕集效率应大于 99.5%，对于直径为 $0.6\text{ }\mu\text{m}$ 的标准粒子，滤膜的捕集效率应大于99.9%。。

7 仪器和设备

7.1 废气中水分含量的测定装置

废气中水分含量测定装置应符合HJ 836中废气中水分含量测定装置的要求。

7.2 废气温度、压力、流速的测定装置

废气温度、压力、流速测定装置应符合GB/T 16157中废气温度、压力和流速测定装置的要求。

7.3 β 射线颗粒物测定仪

7.3.1 采样装置的构成

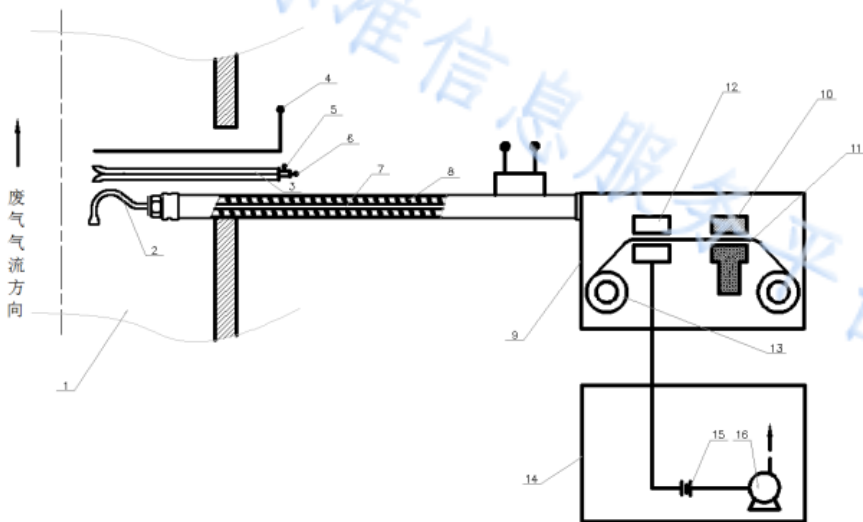
7.3.1.1 颗粒物采样装置由组合式采样管、冷却和干燥系统、抽气泵单元和气体计量系统以及连接管线等组成。除组合式采样管由烟道外过滤的滤膜及固定装置代替烟道内过滤的滤筒及滤筒采样管外，采样装置其余均应符合 HJ/T 48 中采样装置的要求。

7.3.1.2 采样管应采用钛合金等耐腐蚀、耐热材料制造，并具备全程加热功能，加热温度在 $120^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$ 。采样管前端应采用弯管方式，并保证采样嘴与采样管整体呈 90° 角，前弯管表面应平滑，连接点应尽可能少。为避免静电对采样装置的影响，采样装置应配有接地线。

7.3.1.3 采样嘴应符合 HJ 836 中采样嘴的要求。

7.3.2 分析测量装置的构成

分析测量装置主要由 ^{14}C 等射线源、 β 射线探测器（包括盖革计数管、光电倍增管、比例计数管等）、滤膜传送控制装置、滤膜加热装置（加热温度为 $105 \pm 5^{\circ}\text{C}$ ）等组成。图1中列举了烟道外过滤颗粒物分析测量装置组成示意图，不同类型 β 射线分析测量组成可能不同。



标引序号说明:

- 1-排气筒;
- 2-前弯管和采样嘴;
- 3-皮托管;
- 4-温度测量;
- 5-静压测量;
- 6-差压测量;
- 7-采样管;
- 8-加热保温套管;
- 9-分析测量装置;
- 10-射线源;
- 11-β射线探测器;
- 12-滤膜压紧装置;
- 13-滤膜;
- 14-抽气装置;
- 15-流量计;
- 16-抽气泵

图1 烟道外过滤颗粒物采样测量装置示意图

8 样品

8.1 采样位置和采样点

采样位置和采样点应符合GB/T 16157、HJ/T 397等中有关规定。

8.2 采样准备

- 8.2.1 检查滤膜是否存在破损或其他异常情况。
- 8.2.2 按照 HJ/T 48 中流量准确度的要求对颗粒物采样装置瞬时流量和累计流量准确度进行校准。
- 8.2.3 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。
- 8.2.4 准备监测所需其他仪器设备、防护设备及原始记录等。

8.3 样品的采集和测定

- 8.3.1 根据现场实际测量的烟道尺寸,按 8.1 要求选择监测断面,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 检查采样系统是否漏气,检漏应符合 GB/T 16157 中系统现场检漏的要求。
- 8.3.4 按照仪器说明书要求设置采样管及滤膜加热装置的加热温度,仪器加热并达到稳定。
- 8.3.5 开始采样,采样步骤按照 GB/T 16157 中采样步骤的要求,或按照仪器的操作方法采用微电脑平行自动采样,采样过程中采样嘴的吸气速度与测点处的气流速度应基本相等,相对误差应控制在 $\pm 10\%$

范围内。

8.3.6 采样结束后，仪器自动测量并计算颗粒物浓度。

9 结果计算与表示

9.1 结果计算

颗粒物浓度按公式（6）计算：

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

式中：

- C_{nd} ——标准状态下干烟气中颗粒物浓度，mg/m³；
- m ——滤膜上捕集的颗粒物质量，g；
- V_{nd} ——标准状态下干采气体积，L。

9.2 结果表示

颗粒物的浓度结果应保留到小数点后一位，当结果大于50 mg/m³时，表述为“>50 mg/m³”。

10 准确度

10.1 精密度

10.1.1 6家验证实验室对3个不同浓度（3 mg/m³、25 mg/m³、40 mg/m³）的标准尘源进行测定，平行测定6次：

- 实验室内相对标准偏差分别为：4.7 %~7.0 %，1.4 %~6.4 %，2.7 %~4.4 %；
- 实验室间相对标准偏差分别为：4.2 %、4.5 %、2.8 %；
- 重复性限分别为：0.48 mg/m³、2.79 mg/m³、4.21 mg/m³；
- 再现性限分别为：0.56 mg/m³、3.98 mg/m³、4.96 mg/m³。

10.1.2 6家验证实验室对某发电厂燃煤锅炉、某钢铁厂烧结机、某焦化厂焦炉排放烟气中颗粒物浓度进行测定，测定结果范围分别为 11.1 mg/m³~12.5 mg/m³、24.0 mg/m³~28.2 mg/m³、3.5 mg/m³~4.9 mg/m³：

- 实验室内相对标准偏差分别为：3.9 %~7.2 %，1.7 %~4.9 %，5.5 %~9.9 %；
- 实验室间相对标准偏差分别为：8.2 %、2.4 %、1.7 %；
- 重复性限分别为：0.92 mg/m³、1.7 mg/m³、2.35 mg/m³；
- 再现性限分别为：1.35 mg/m³、1.74 mg/m³、2.47 mg/m³。

10.2 正确度

6家验证实验室对3个不同浓度（3 mg/m³、25 mg/m³、40 mg/m³）的标准尘源进行测定：

- 相对误差分别为-7.8 %~2.7 %、-8.8 %~3.5 %、-4.4 %~0 %；

——相对误差的最终值分别为 $-2.1 \pm 4.0\%$ 、 $-3.8 \pm 4.4\%$ 、 $-1.7 \pm 1.7\%$ 。

11 质量控制和质量保证

11.1 烟气温度、压力、水分含量、含氧量等参数的现场监测应符合 HJ/T 397、HJ/T 373 中质量保证措施的要求。对于组合式采样管皮托管系数，应保证每年校准一次；当皮托管外形发生明显变化时，应及时检查校准或更换。

11.2 样品采集时应保证每个样品的标准状态下干烟气采样体积不小于 1 m^3 或颗粒物质量增重不小于 1 mg 。

11.3 应保证采样后截留在滤膜上的颗粒物全部在 β 射线的照射范围之内，采样后截留在滤膜上的颗粒物斑点面积应不大于放射源和探测器在发送与接收射线时的有效面积。

12 注意事项

12.1 应定期检查标准膜片；如膜片表面出现破损、变色等，应及时更换标准膜片。

12.2 应根据使用频率定期使用清洁气体对采样管进行反吹。

地方标准信息服务平台