

DB37

山 东 省 地 方 标 准

DB37/T 3785—2019

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

2019-12-24 发布

2020-01-24 实施

山东省市场监督管理局 发布

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 试剂和材料	2
6 仪器和设备	2
7 采样和测定	3
8 结果计算与表示	4
9 精密度和准确度	4
10 质量保证和质量控制	5
11 注意事项	5

前 言

本标准按照GB/T 1.1—2009给出的规则起草。

本标准由山东省生态环境厅提出并组织实施。

本标准由山东省环保标准化技术委员会归口。

本标准起草单位：山东省生态环境监测中心、山东省计量科学研究院、青岛明华电子仪器有限公司。

本标准主要起草人：周成、潘齐、郭波、王婷、高文彪、丁君、徐标、丛吉明、高捷、田红兵。

固定污染源废气 低浓度颗粒物的测定 β 射线法

1 范围

本标准规定了测定固定污染源废气中低浓度颗粒物的 β 射线法。

本标准适用于固定污染源废气中低浓度颗粒物 ($\leq 50 \text{ mg/m}^3$) 的测定, 当测定结果大于 50 mg/m^3 时, 表述为 “ $> 50 \text{ mg/m}^3$ ”。

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

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

HJ/T 48 烟尘采样器技术条件

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

DB37/T 3535 固定污染源废气监测点位设置技术规范

3 术语和定义

HJ 836界定的以及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

将具有加热功能的颗粒物组合式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颗粒物的废气, 采用烟道外过滤的方式, 颗粒物被截留在滤膜上。用 β 射线照射滤膜, 根据采样前后单位面积的滤膜上 β 射线衰减量得出滤膜上捕集的颗粒物质量和同时抽取的废气体积, 计算出颗粒物的浓度。 β 射线衰减量与颗粒物的质量遵循以下吸收定律:

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

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 ——单位面积颗粒物质量, 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

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

步骤2: 颗粒物截留后滤膜的测定

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

合并式(2)和(3)得:

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

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 试剂和材料

5.1 滤膜

选择玻璃纤维、石英等材质滤膜(包括滤带)。滤膜材质不应吸收或与废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;对于直径为 $0.3 \mu\text{m}$ 的标准粒子,滤膜的捕集效率应 $>99.5\%$,对于直径为 $0.6 \mu\text{m}$ 的标准粒子,滤膜的捕集效率应 $>99.9\%$ 。

5.2 标准膜片

由惰性材料(如聚碳酸酯等)制成,应避光存放;使用前应检查膜片是否存在破损等情况。

6 仪器和设备

6.1 废气中水份含量的测定装置

废气中水份含量测定装置应符合HJ 836中废气中水份含量测定装置的要求。

6.2 废气温度、压力、流速的测定装置

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

6.3 β 射线颗粒物测定仪

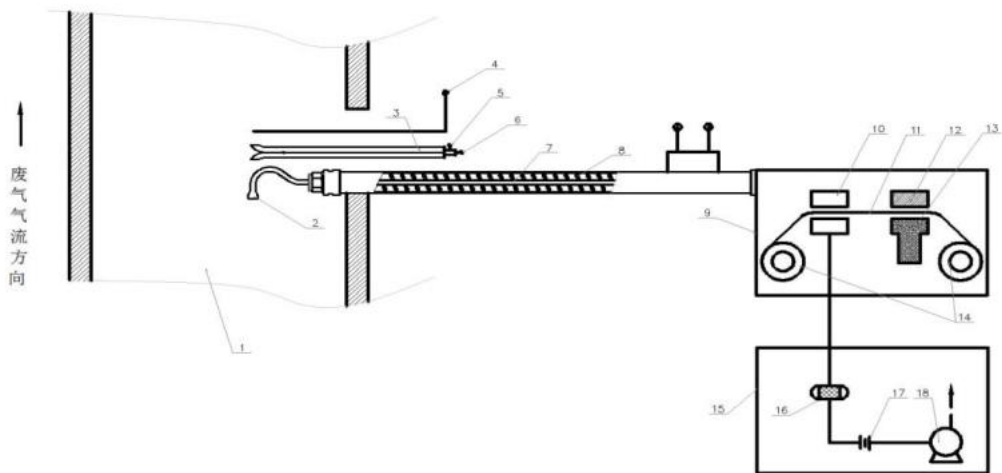
6.3.1 采样装置

颗粒物采样装置由组合式采样管、冷却和干燥系统、流量计和抽气泵单元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。

采样管应采用耐腐蚀、耐热材料制造，并具备全程加热功能，加热温度在 $130\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 10\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。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，避免突变。采样嘴应符合HJ 836中采样嘴的要求。为避免静电对采样装置的影响，采样装置应配有接地线。

6.3.2 分析测量装置

分析测量装置主要由 ^{14}C 等射线源、 β 射线探测器、滤膜传送控制装置、滤膜加热装置（加热温度为 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ ）等组成。不同类型 β 射线分析测量装置组成可以不同，本标准列举了一种烟道外过滤颗粒物采样及分析测量装置示意图，详见图1。



- 1.排气筒, 2.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.滤膜压紧装置, 11.滤膜, 12. β 射线源, 13. β 射线探测器,
14.滤膜传送控制装置, 15.抽气装置, 16.冷却和干燥装置, 17.流量计, 18.抽气泵。

图1 烟道外过滤颗粒物采样及分析测量装置示意图

7 采样和测定

7.1 采样位置和采样点

采样位置和采样点的设置应符合GB/T 16157、HJ/T 397、DB37/T 3535等有关规定。

7.2 采样准备

7.2.1 检查滤膜是否存在破损或其他异常情况。

- 7.2.2 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。对于组合式采样管皮托管系数,应每年校准一次;当皮托管外形发生明显变化时,应及时维护校准或更换。
- 7.2.3 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。
- 7.2.4 准备监测所需其他仪器设备、防护设备及原始记录等。

7.3 样品采集和测定

- 7.3.1 根据现场实际测量的烟道尺寸,按 7.1 要求选择监测断面,确定采样点数目。
- 7.3.2 记录现场基本情况,清理采样孔处积灰。
- 7.3.3 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。
- 7.3.4 测试前应使用标准膜片对仪器进行检查,检查结果与标准膜片的标称值误差应在±5%范围内。
- 7.3.5 按照仪器说明书操作要求设置采样管及滤膜加热装置的加热温度。
- 7.3.6 待加热温度达到设定值并稳定后,按照仪器说明书操作要求对空白滤膜β射线透过量进行测量。
- 7.3.7 开始采样,采样步骤参见 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,采样过程中进入采样嘴的吸气速度与测点处气流速度应基本相等,相对误差小于 10%。采样全程应保证采样管温度及滤膜加热装置温度在要求的范围内。
- 7.3.8 采样结束后,对截留颗粒物后的滤膜β射线透过量进行测量。
- 7.3.9 根据采样前后β射线穿过滤膜的衰减量得出滤膜上截留的颗粒物质量,结合本次标干采样体积,计算得出颗粒物浓度。

8 结果计算与表示

8.1 结果计算

颗粒物浓度按式(6)计算:

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

式中:

- ρ ——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。

8.2 结果表示

颗粒物的浓度计算结果保留到小数点后一位。

9 精密度和准确度

6家验证实验室对浓度水平为3 mg/m³、25 mg/m³、40 mg/m³的颗粒物浓度尘源进行测定:
 实验室内相对标准偏差分别为: 6.0%~11.4%, 4.2%~9.3%, 2.8%~7.7%;
 实验室间相对标准偏差分别为: 4.6%、2.7%、1.6%;
 重复性限分别为: 0.8 mg/m³、4.4 mg/m³、5.7 mg/m³;
 再现性限分别为: 0.8 mg/m³、4.5 mg/m³、5.7 mg/m³。

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。燃煤锅炉烟气中颗粒物浓度为 $0.3\text{ mg/m}^3\sim 0.8\text{ mg/m}^3$ 、平均值 0.6 mg/m^3 ；钢铁厂烧结机机头烟气中颗粒物浓度为 $7.7\text{ mg/m}^3\sim 13.6\text{ mg/m}^3$ ，平均颗粒物浓度为 10.3 mg/m^3 ；某焦化厂焦炉烟气中颗粒物浓度为 $17.9\text{ mg/m}^3\sim 37.2\text{ mg/m}^3$ ，平均颗粒物浓度为 27.0 mg/m^3 。

实验室内相对标准偏差分别为： $6.5\%\sim 22.0\%$ 、 $8.1\%\sim 14.8\%$ 、 $13.1\%\sim 21.0\%$ ；

实验室间相对标准偏差分别为： 12.6% 、 2.4% 、 7.6% ；

重复性限分别为： 0.2 mg/m^3 、 3.7 mg/m^3 、 12.9 mg/m^3 ；

再现性限分别为： 0.3 mg/m^3 、 3.7 mg/m^3 、 16.9 mg/m^3 。

9.1 准确度

6家验证实验室对浓度水平为 3 mg/m^3 ， 25 mg/m^3 ， 40 mg/m^3 的颗粒物尘源进行了测定：

相对误差分别为： $-4.0\%\sim -7.1\%$ 、 $-3.9\%\sim 4.1\%$ 、 $-1.4\%\sim 3.4\%$ ；

相对误差的最终值分别为： $2.9\pm 9.5\%$ 、 $0.8\pm 5.9\%$ 、 $1.5\pm 3.2\%$ 。

10 质量保证和质量控制

10.1 现场采样的质量保证措施应符合 HJ/T 397 中现场采样质量保证措施的要求。

10.2 在现场条件允许的前提下，尽可能选取入口直径大的采样嘴。

10.3 样品采集时应保证每个样品的增重不小于 1 mg ，或标干采样体积不小于 1 m^3 。

10.4 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；测试前后 β 射线穿过滤膜的能量衰减量不应超过总量的 75% 。

11 注意事项

11.1 应定期检查标准膜片，如发现膜片表面附有灰尘等，应用无水乙醇清洗膜片表面；如膜片表面出现破损、变色等，应及时更换标准膜片。

11.2 应根据使用频率定期用洁净气体对采样管进行反吹，每月不低于一次。
