

ICS 01.040.13

CCS Z 25

DB 63

青 海 省 地 方 标 准

DB63/T 1873—2020

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

2020-12-09 发布

2021-01-01 实施

青海省市场监督管理局 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 干扰与消除 | 2 |
| 6 试剂和材料 | 2 |
| 7 仪器和设备 | 2 |
| 8 样品 | 3 |
| 9 结果计算与表示 | 4 |
| 10 精密度和准确度 | 4 |
| 11 质量控制和质量保证 | 4 |
| 12 注意事项 | 5 |

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。

本文件由青海省生态环境厅提出并归口。

本文件起草单位：青海省生态环境监测中心。

本文件参与单位：青岛明华电子仪器有限公司，青岛明德环保仪器有限公司。

本文件主要起草人：窦筱艳、钟丹丹、白进林、强建宁、王雅雯、陈珂、柳春辉、孙文、李正科、李红红、高海鹏、徐珣、甘晓霞、周明星、姜虹、白鸽、殷雅琪、刘益凤、李德安、丁万生。

本文件由青海省生态环境厅监督实施。

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、试剂和材料、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。

本标准适用于颗粒物浓度 $\leq 50 \text{ mg/m}^3$ 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 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 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标准。

3.1

β 射线

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

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。

5 干扰与消除

烟道内湿度较大时，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产生干扰，因而需采用全程加热方法予以消除。

6 试剂和材料

6.1 标准膜片

由聚碳酸酯等惰性材料制成，应避光存放。用精度为 0.01 mg 的天平称量确定质量。

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化合物发生化学反应，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 μm 的标准粒子，滤膜的捕集效率应大于 99.5%，对于直径为 0.6 μm 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。

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

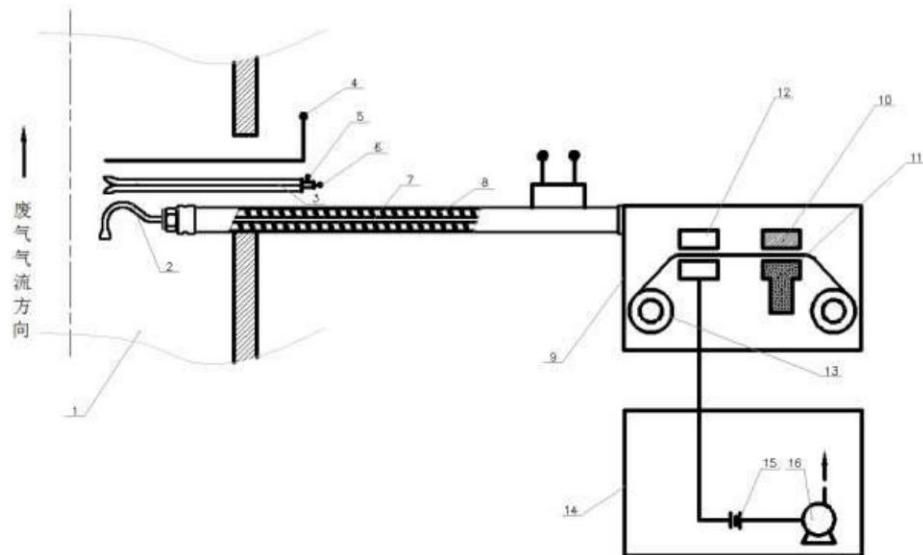
7.3.1.1 颗粒物采样装置由组合式采样管、冷却和干燥系统、抽气泵单元和气体计量系统以及连接管线等组成。除组合式采样管由烟道外过滤的滤膜及固定装置代替烟道内过滤的滤筒及滤筒采样管外，采样装置其余均应符合 HJ/T 48 中采样装置的要求。

7.3.1.2 采样管应采用钛合金等耐腐蚀、耐热材料制造，应具有一定的强度和长度，并有刻度标志，以便在不同的采样点上采样。采样管应具备全程加热功能，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¹⁴C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。不同类型 β 射线分析测量装置组成可能不同，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。



注：1-排气筒；2-前弯管及采样嘴；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-光电倍增管；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，并安装在固定位置。

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。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。

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±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（1）计算：

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

式中：

C_{nd} ——颗粒物浓度, mg/m^3 ;

m ——滤膜上捕集的颗粒物量, 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/m^3 时，表述为“ $>50 \text{ mg/m}^3$ ”。

10 精密度和准确度

10.1 精密度

10.1.1 六家验证实验室对3个不同浓度(3 mg/m^3 、 15 mg/m^3 、 30 mg/m^3)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: 3.7%~7.2%, 0.5%~1.2%, 1.5%~3.3%。

实验室间相对标准偏差分别为：2.6%、0.5%、1.3%。

重复性限分别为: 0.6 mg/m^3 、 0.4 mg/m^3 、 2.1 mg/m^3 。

再现性限分别为: 0.6 mg/m^3 、 0.5 mg/m^3 、 2.1 mg/m^3 。

10.1.2 六家验证实验室对某钢铁厂烧结机尾除尘出口、某镍铁厂熔炼炉出口、某电厂脱硫出口排放烟气中颗粒物浓度进行测定，测定结果范围分别为 $0.8 \text{ mg/m}^3 \sim 1.1 \text{ mg/m}^3$ 、 $9.7 \text{ mg/m}^3 \sim 13.3 \text{ mg/m}^3$ 、 $16.3 \text{ mg/m}^3 \sim 23.5 \text{ mg/m}^3$ 。

实验室内相对标准偏差分别为：15.5%~23.6%，14.0%~20.6%，11.0%~16.8%。

实验室间相对标准偏差分别为: 0.2%、2.0%、3.0%。

重复性限分别为: 0.6 mg/m^3 、 5.8 mg/m^3 、 8.6 mg/m^3 。

再现性限分别为: 0.6 mg/m^3 、 6.6 mg/m^3 、 11.0 mg/m^3 。

10.2 准确度

6家验证实验室对3个不同浓度(3 mg/m^3 、 15 mg/m^3 、 30 mg/m^3)的标准尘源进行测定。

相对误差分别为: $6.7\% \sim 12.2\%$, $0.8\% \sim 2.2\%$, $-1.3\% \sim 2.4\%$ 。

11 质量控制和质量保证

- 11.1 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。
- 11.2 样品采集时应保证每个样品的采样体积不小于 1 m³ 或颗粒物质量不小于 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。
- 11.4 每次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 $\pm 5\%$ 范围内。否则，应及时对仪器进行校准维护。

12 注意事项

应定期检查标准膜片、如发现膜片表面有灰尘等，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。
