**方法证实报告**

方法名称： HJ836-2017固定污染源废气 低浓度颗粒物的 测定重量法

责任科室：

项目负责人：

报告编写人：

报告审核人：

报告日期： 2017 年 4 月 17 日

# 方法名称及适用范围

HJ836-2017固定污染源废气 低浓度颗粒物的 测定重量法测定

此标准适用于各类燃煤、燃油、燃气锅炉、工业窑炉、固定式燃气轮机以及其他固定污染源废气中颗粒物的测定。

此标准适用于低浓度颗粒物的测定，当测定结果大于50mg/m3时，表述为“>50 mg/m3”。

当采样体积为1 m3时，此方法的检出限为1.0mg/ m3。

# 实验室基本情况

表 1参加方法确认的人员

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 姓名 | 性别 | 年龄 | 职务或职称 | 所学专业 | 从事相关分析工作年限 |
|  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |

 以上人员均持有《HJ836-2017固定污染源废气 低浓度颗粒物的 测定重量法测定》上岗证书，熟悉方法原理，并经过了《HJ836-2017固定污染源废气 低浓度颗粒物的测定重量法测定》技术培训。`详见附件一（人员相关培训资料）

表2 使用仪器设备情况表

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 仪器名称 | 规格型号 | 仪器出厂编号 | 性能状况 | 环境条件 |
| 自动烟尘（气）测试仪 |  |  | 良好 |  |
| 自动烟尘（气）测试仪 |  |  |  |  |
| 自动称量系统 |  |  | 良好 |  |
| 烘箱 |  |  | 良好 |  |
| 马弗炉 |  |  | 良好 |  |
| 温湿度计 |  |  |  |  |
| 温度计 |  |  |  |  |

 以上仪器均经过XXX计量院检定校准，相关参数均符合《HJ836-2017固定污染源废气 低浓度颗粒物的 测定重量法测定》中对仪器的要求。详见附件二（仪器相关检定校准证书）

# 实验试剂及耗材

3.1丙酮

干残留量≤10mg/L,ρ(CH3COCH3)=0.788g/ml。

3.2滤膜

 滤膜直径为（47±0.25）mm，应满足如下要求

1. 最大期望流速下，对于直径为0.3μm的标准粒子，滤膜的捕集效率应大于99.5%。对于直径为0.6μm的标准粒子，滤膜的捕集效率应大于99.9%。
2. 选择石英材质或聚四氟乙烯材质滤膜（二选一），滤膜材质不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，并避免质量损失。

# 样品采集

* 1. 采样前处理

4.1.1采样前，在去离子水介质中用超声波清洗前弯管、密封圈和不锈钢拖网，清洗5min后再用去离子水冲洗干净，已去除各部件上可能吸附的颗粒物。

4.1.2将上述部件放置在烘箱内烘烤，烘烤温度105-110℃，烘干至少1h。

4.1.3石英材料滤膜应烘焙1h，烘焙温度为180℃或大于烟温20℃（取两者高的温度）。

4.1.4 冷却后，将滤膜和不锈钢网拖用密封铝圈同前弯管封装在一起，放入恒温恒湿设备平衡至少24h。

* 1. 采样前称量

选用已按照4.1处理平衡的采样头，在恒温恒湿设备内用天平称重，每个样品称量 2 次，每次称量间隔应大于 1h，2 次称量结果间最大偏差应在 0.20mg 以内。记录称量结果， 以 2 次称量的平均值作为称量结果。当同一采样头 2 次称量中的质量差大于 0.20 mg 时，可将相应采样头再平衡至少 24h 后称量；如果第二次平衡后称量的质量同上次称量的质量差仍大于 0.20 mg，可将相应采样头再平衡至少 24h 后称量；如果第三次平衡后称量的质量同上次称量的质量差仍大于 0.20 mg，在确认平衡称量仪器和操作正确后，此样品作废。

* 1. 样品采集
		1. 采样前，应根据采样平面的基本情况和监测要求，确定现场的测量系列、采样时间和 采样嘴直径。
		2. 根据需要采集的样品数量准备采样头。将按 4.2 称量好的采样头采样嘴用聚四氟乙烯材质堵套塞好后装进防静电密封袋或密封盒内，放入样品箱。

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准确度、累计流量准确度进行校准。对于组合式采样管皮托管系数，应保证每半年校准一次，当皮托管外形发生明 显变化时，应及时检查校准或更换。

* + 1. 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。
		2. 准备监测所需采样仪器、安全设备及记录表格等
		3. 根据现场实际测量的烟道尺寸，确定采样点数目。
		4. 记录现场基本情况，并清理采样孔处的积灰。
		5. 将采样头装入组合式采样管，固定，记录采样头编号。
		6. 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
		7. 开始采样，采样步骤参见 GB/T 16157 中采样步骤的要求，或按照相应仪器操作方法使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， 相对误差小于 10%。当烟气中水分影响采样正常进行时，应开启采样管上采样头固定装置的加热功能。加热应保证采样顺利进行，温度不应超过 110 ℃。
		8. 结束采样后，取下采样头，用聚四氟乙烯材质堵套塞好采样嘴，将采样头放入防静电的盒或密封袋内，再放入样品箱。
		9. 采集全程序空白。采样过程中，采样嘴应背对废气气流方向，采样管在烟道中放置时 间和移动方式与实际采样相同。全程序空白应在每次测量系列过程中进行一次，并保证至少一天一次。为防止在采集全程序空白过程中空气或废气进入采样系统，必须断开采样管与采样器主机的连接，密封采样管末端接口
		10. 采集同步双样时，每个样品均应采集同步双样，同步双样的采集应符合HJ836-2017固定污染源废气 低浓度颗粒物的测定重量法附录 A的要求
	1. 采样后处理

将按4.3采样后的采样头运回实验室后，用蘸有丙酮的石英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，在烘箱内烘烤采样头，烘烤温度为 105-110 ℃，时间 1h。待采样头干燥冷却后放入恒温恒湿设备平衡至少 24h。应保证采样前后的恒温恒湿设备平衡条件不变。

* 1. 采样后称量

将按 4.4处理平衡后的采样头，在恒温恒湿设备内用天平称重，称重步骤和要求同 8.2.2。采样前后采样头重量之差，即为所取的颗粒物量。

应对称重后的采样头进行检查，检查是否存在滤膜破损或其他异常情况，若存在异常情 况，则样品无效。

* 1. 结果计算与表示

4.6.1颗粒物浓度按式计算：

式中： *Cnd* ——颗粒物浓度，mg/m3；

*m* ——样品所得颗粒物量，g；

*Vnd* ——标准状态下干采气体积，L。

4.6.2结果表示

颗粒物的浓度计算结果保留到小数点后一位。

# 实验性能指标的确定

5.1方法检出限：

由于颗粒物目前没有标准物质可以进行溯源，本单位对XXXXX锅炉废气进行测试，测试期间，保证工况尽量稳定验证，结果如下：相关记录详见附件三

方法精密度

|  |  |
| --- | --- |
| 平行号 | 样品 |
| 平行1 | 平行2 |
| 测定结果（mg/m3） | 1 | 1.54 | 6.35 |
| 2 | 1.51 | 4.97 |
| 3 | 1.34 | 6.05 |
| 4 | 1.47 | 5.45 |
| 5 | 1.56 | 5.67 |
| 6 | 1.32 | 5.70 |
| 平均值（mg/m3） | 1.46 | 5.70 |
| 标准偏差Si（mg/m3） | 0.10 | 0.48 |
| 相对标准偏差RSDi（%） | 8.0 | 8.4 |

#  实际样品的测定

依据上述方法，对两家锅炉进行了检测，结果见下表。两家锅炉的检测结果如下。相关记录详见附件四

实际样品方法精密度数据表

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 名称 | 1mg/m3 | 2mg/m3 | 3mg/m3 | 4mg/m3 | 5mg/m3 | 6mg/m3 | 均值mg/m3 | 标准偏差mg/m3 | RSD% |
| Xx | 3.1 | 3.0 | 2.7 | 2.9 | 3.5 | 3.1 | 3.0 |   |  |
| Xx | 2.4 | 2.7 | 2.7 | 2.6 | 3.0 | 2.4 | 2.7 |   |   |

# 方法证实结论

实验室对HJ836-2017固定污染源废气 低浓度颗粒物的 测定重量法测定，实验室内相对标准偏差分别为3.2%、1.3%和0.7%，测量准确度分别为103.6%、99.9%和102.2%。对锅炉实际样品进行测定，两个地点的锅炉样品相对标准偏差在2.7%和0.8%。经本实验室验证，该方法的检出限、精密度和准确度满足该方法要求，本单位技术能力水平可达到HJ836-2017固定污染源废气 低浓度颗粒物的 测定重量法标准方法所要求的性能指标。