《固定污染源废气 颗粒物的测定 重量法》

Determination of Mass Concentration of Particulate Matter Emitted from Stationary Sources: Manual Gravimetric Method

（征求意见稿）

编制说明

标准编制组

二〇一七年五月

目录

[1 标准基本情况 1](#_Toc483898351)

[1.1任务来源 1](#_Toc483898352)

[1.2 起草单位 1](#_Toc483898353)

[2标准制定的必要性 1](#_Toc483898354)

[2.1大气环境颗粒物的来源及其危害 1](#_Toc483898355)

[2.2 相关环保标准和环保工作的需要 2](#_Toc483898356)

[2.3 现有废气治理净化工艺带来的新问题 4](#_Toc483898357)

[2.4 现行环境监测分析方法标准的实施情况和存在的问题 6](#_Toc483898358)

[2.5标准制定的意义 6](#_Toc483898359)

[3 国内外相关监测方法研究 7](#_Toc483898360)

[3.1 主要国家、地区及国际组织相关标准研究 7](#_Toc483898361)

[3.2 国内相关标准研究 9](#_Toc483898362)

[3.3 与本方法标准关系 9](#_Toc483898363)

[4 标准制订的工作过程及技术路线 10](#_Toc483898364)

[4.1 工作过程 10](#_Toc483898365)

[4.2标准制订的技术路线 11](#_Toc483898366)

[5标准编制原则与依据 12](#_Toc483898367)

[6 方法研究报告 13](#_Toc483898368)

[6.1 方法研究的目标 13](#_Toc483898369)

[6.2 规范性引用文件 15](#_Toc483898370)

[6.3 术语和定义 15](#_Toc483898371)

[6.4 测定方法概述 15](#_Toc483898372)

[6.5 仪器和设备 16](#_Toc483898373)

[6.6试剂和材料 17](#_Toc483898374)

[6.7采样位置和采样点 17](#_Toc483898375)

[6.8颗粒物监测准备 18](#_Toc483898376)

[6.9采样步骤 19](#_Toc483898377)

[6.10 样品分析程序 19](#_Toc483898378)

[6.11监测结果的计算与表示 20](#_Toc483898379)

[6.12 精密度与准确度 21](#_Toc483898380)

[6.13 质量控制和质量保证 22](#_Toc483898381)

[6.14 注意事项 22](#_Toc483898382)

[7 方法验证 23](#_Toc483898383)

[7.1 方法验证方案 23](#_Toc483898384)

[7.2 方法验证过程 24](#_Toc483898385)

[7.3方法验证结论 24](#_Toc483898386)

[8方法验证报告 24](#_Toc483898387)

[9重大意见分歧的处理依据和结果 24](#_Toc483898388)

[10国际或国外标准的引用 24](#_Toc483898389)

[11作为强制性标准的建议及理由 25](#_Toc483898390)

[12强制性标准实施的风险点、风险程度、风险防控措施和预案 25](#_Toc483898391)

[13贯彻标准的措施建议 25](#_Toc483898392)

[14相关标准及参考文献 25](#_Toc483898393)

[附件1：方法验证方案 27](#_Toc483898394)

[附件2：方法验证报告 31](#_Toc483898395)

# 1 标准基本情况

# 1.1任务来源

为深入贯彻落实《北京市大气污染防治条例》和北京市委市政府关于强化环境保护，改善空气质量，保障民众健康的要求，适应全市经济发展和环境保护工作的需要，加强对污染源颗粒物排放的有效监管，保障污染源颗粒物监测工作的顺利开展，北京市环保局组织北京市环境保护监测中心开展了《固定污染源废气 颗粒物的测定 重量法》项目预研究工作。2017年2月，北京市质监局将本标准列入2017年北京市地方标准制修订项目计划，项目编号为20171035。

# 1.2 起草单位

北京市环境保护监测中心为本标准制修订的编制承担单位，负责标准起草工作。参加标准起草的人员主要为：胡月琪、颜旭、邬晓东、何明、孔川、郭建辉、李萌、姜涛、张中平、马立光、张虎、王琛、冯亚君、张勇、王京伟、刘伟、刘辉、罗小林、许超。

# 2标准制定的必要性

# 2.1大气环境颗粒物的来源及其危害

颗粒物或尘(Particulate Matter, Dust)，是指在采样条件下，以任何形状、结构或密度分散于气相中的固态物质。颗粒物分为一次颗粒物和二次颗粒物。一次颗粒物是由[天然污染源](http://baike.sogou.com/lemma/ShowInnerLink.htm?lemmaId=70877556)和[人为污染源](http://baike.sogou.com/lemma/ShowInnerLink.htm?lemmaId=74488231)释放到大气中直接造成污染的颗粒物，二次颗粒物是由大气中某些污染气体组分（如[二氧化硫](http://baike.sogou.com/lemma/ShowInnerLink.htm?lemmaId=582152&ss_c=ssc.citiao.link)、[氮氧化物](http://baike.sogou.com/lemma/ShowInnerLink.htm?lemmaId=554816)、[碳氢化合物](http://baike.sogou.com/lemma/ShowInnerLink.htm?lemmaId=4546219&ss_c=ssc.citiao.link)等）之间，或这些组分与大气中的正常组分（如氧气）之间通过[光化学](http://baike.sogou.com/lemma/ShowInnerLink.htm?lemmaId=273075&ss_c=ssc.citiao.link)[氧化反应](http://baike.sogou.com/lemma/ShowInnerLink.htm?lemmaId=391656&ss_c=ssc.citiao.link)、[催化氧化](http://baike.sogou.com/lemma/ShowInnerLink.htm?lemmaId=397394)反应或其他化学反应转化生成的颗粒物。固定源排放的颗粒物属于一次颗粒物，它是指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态颗粒状物质。从2013年北京市PM2.5的源解析数据中不难看出，燃煤和工业生产产生的PM2.5分别占据22.4%和18.1%的份额。由此可以得出，固定源排放的颗粒物以40.5%成为北京地区PM2.5的形成因素之一。

城市中的细颗粒物绝大多数来自燃烧和工业生产等人为污染，颗粒物由于比表面积大，吸附能力强，是大气中各种反应的良好场所。尤其是可吸入颗粒物特别是粒径小于2.5μm以下的部分，可直接达到人类肺部进入肺泡，并可能进入血液通往全身，颗粒物富集大量有毒重金属和有害有机物，并且粘附细菌和病毒。颗粒物作为水汽凝结核的作用和降水对它的冲刷作用均可以使颗粒物进入降水和云水中，对酸雨的形成也有非常重要的影响。细颗粒物也因其重要组成部分水溶性离子的吸湿性而易增加大气散射、降低大气能见度等对气候造成显著影响。

随着近年来北京市以大气环境首要污染物PM2.5为特征的区域性复合型污染日益严重，大气环境污染问题已引起公众的空前关注。空气中的PM2.5及其中的有毒有害物质，如重金属和PAHs等对人体呼吸系统、心血管系统、免疫系统等产生损伤作用，给人体健康带来巨大的危害和致病风险。

# 2.2 相关环保标准和环保工作的需要

（1）在我国现行相关行业控制标准中，固定污染源颗粒物的排放监测是我国节能减排重点控制的污染物指标。

我国现行有关行业固定污染源排放标准中规定的颗粒物排放浓度限值均低于100mg/m3。《火电厂大气污染物排放标准》GB13223-2011、《锅炉大气污染物排放标准》GB13271-2014、《炼焦化学工业污染物排放标准》GB16171-2012、《水泥厂大气污染物排放标准》GB4915-2013、《火葬场大气排放标准》GB13801-2015、《石油炼制工业污染物排放标准》GB31570-2015、《石油化学工业污染物排放标准》GB31571-2015、《合成树脂工业污染物排放标准》GB31572-2015、《无机化学工业污染物排放标准》（GB31573-2015）、《再生铜、铝、铅、锌工业污染物排放标准》（GB31574-2015）以及《锡、锑、汞工业污染物排放标准》（GB30770-2014）等都对颗粒物的标准限值作了明确的规定。我国主要国家标准中颗粒物排放限值情况见表1：

表1 我国固定污染源排放标准中颗粒物限值概况

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 标准名称 | 标准编号 | 排放限值 |
| 《火电厂大气污染物排放标准》 | GB13223-2011 | 燃气为5mg/m3；燃煤燃油重点地区为20mg/m3，其他地区为30mg/m3 |
| 《锅炉大气污染物排放标准》 | GB13271-2014 | 燃气为20mg/m3；燃煤燃油重点地区为30mg/m3，其他地区:50/30mg/m3 |
| 《炼焦化学工业污染物排放标准》 | GB16171-2012 | 不同地区不同工序执行15-100mg/m3 |
| 《水泥厂大气污染物排放标准》 | GB4915-2013 | 按不同生产过程及不同生产设备要求不同10-30mg/m3 |
| 《火葬场大气污染物排放标准》 | GB13801-2015 | 80(Ⅰ)/30 (Ⅱ)mg/m3（2017年7月1日），其他工艺80mg/m3 |
| 《石油炼制工业污染物排放标准》 | GB31570-2015 | 工艺加热炉20 mg/m3、催化裂化催化剂再生烟气50 mg/m3 |
| 《石油化学工业污染物排放标准》 | GB31571-2015 | 工艺加热炉20mg/m3 |
| 《炼钢工业大气污染物排放标准》 | GB28664-2012 | 按不同生产过程及不同生产设备要求不同15-100mg/m3 |
| 《炼铁工业大气污染物排放标准》 | GB28663-2012 | 按不同生产过程及不同生产设备要求不同10-50mg/m3 |
| 《生活垃圾焚烧污染控制标准》 | GB18485-2014 | 1小时均值30mg/m3；24小时均值20mg/m3 |
| 《锡、锑、汞工业污染物排放标准》 | GB30770-2014 | 分不同采选、冶炼、烟气制酸及其他环节10-120mg/m3 |

相关国家排放标准限值介于5-120mg/m3，且颗粒物均为可过滤颗粒物，均不包括可凝聚颗粒物。

（2）北京市地方排放标准强化了固定污染源颗粒物的排放监管，大大加严了颗粒物排放限值标准

近年来，北京市以细颗粒物PM2.5为首要污染物的大气复合型污染形势日趋严峻，尤其秋冬季频繁出现区域性灰霾天气，甚至数次出现持续时间长达10余天的灰霾天，给广大民众的生活和健康带来了较大的不利影响，从而引起了社会各界的广泛关注。

2010年以来，北京市先后新颁布的地方排放标准《固定式燃气轮机大气污染物排放标准》（DB11/847-2011）、《锅炉大气污染物排放标准》（DB11/139-2015）以及《大气污染物综合排放标准》DB11/501-2017等相关标准中规定的颗粒物允许排放限值均低于60mg·m-3，且颗粒物也均为可过滤颗粒物，不包括可凝聚颗粒物。相关标准推动了北京市相关排污单位采取了一系列高效除尘装置，特别是燃煤锅炉排污单位普遍采用布袋除尘和/或静电除尘+湿法除尘脱硫脱硝等高效净化装置或进行“煤改气”改造，以期达标排放，从而有助于相关政策措施的推进与实施。北京市地方排放标准对固定源颗粒物排放限值概况见表2：

表2 北京市固定污染源地方排放标准中颗粒物限值概况

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 标准名称 | 标准编号 | 排放限值 |
| 《固定式燃气轮机大气污染物排放标准》 | DB11/847-2011 | 5mg/m3 |
| 《锅炉大气污染物排放标准》 | DB11/139-2015 | 2017年4月1日前5～30mg/m3；2017年4月1日后5mg/m3 |
| 《固定式内燃机大气污染物排放标准》 | DB11/1056-2013 | 5mg/m3 |
| 《水泥厂大气污染物排放标准》 | DB11/1054-2013 | 按不同生产过程及不同生产设备要求不同10-20mg/m3 |
| 《火葬场大气污染物排放标准》 | DB11/1203-2015 | 80(Ⅰ)/30 (Ⅱ)mg/m3（2016年7月1日），其他工艺60mg/m3 |
| 《危险废物焚烧大气污染物排放标准》 | DB11/503-2007 | 30mg/m3 |
| 《炼油与石油化学工业大气污染物排放标准》 | DB11/447--2015 | 工艺加热炉50(Ⅰ)/20 (Ⅱ)mg/m3、催化裂化催化剂再生烟气50(Ⅰ)/30(Ⅱ)mg/m3；特殊工艺20～30mg/m3。（2017年1月1日） |
| 《大气污染物综合排放标准》 | DB11/501-2017 | 20～30(Ⅰ)/10 (Ⅱ)mg/m3（2018年1月1日） |
| 《生活垃圾焚烧大气污染排放标准》 | DB11/502-2007 | 30mg/m3 |

北京市相关地方排放标准限值均低于60mg·m-3，且颗粒物指标均为可过滤颗粒物，也不包括可凝聚颗粒物。

（3）随着社会经济的发展和环境保护的要求，颗粒物减排形势需要制定科学合理的颗粒物监测方法标准。

北京市政府在2015年5月份发布《北京市进一步促进能源清洁高效安全发展的实施意见》明确提出在未来5年，北京将减掉四成燃煤消耗。即到2020年，北京市能源消费总量要控制在8800万吨标准煤左右，其中优质能源比重要提高到92%左右，煤炭消费总量要控制在900万吨以内；与此同时《北京市2013～2017年清洁空气行动计划》要求，北京全市要在五年内压减燃煤1300万吨。北京市已先后关停了大唐高井燃煤电厂、北京京能燃煤电厂和国华燃煤电厂，按计划华能电厂燃煤机组也于2017年供暖结束后关停。环保部公布的《环境空气细颗粒物污染防治技术政策》（征求意见稿）明确提出，要通过控制工业污染源以减少PM2.5排放。

固定污染源颗粒物的排放水平正在大幅度降低，生产也向清洁化发展。在2015年中央政府工作报告中，明确提出“推进燃煤电厂低浓度排放改造”，低浓度排放要求中对颗粒物的排放要求是不高于10mg/m3，目前，众多省份均已确定燃煤电厂超低排放环保改造要求进度，大多数省份规定超低排放改造后，颗粒物排放不得高于10mg/m3，某些省份甚至规定不得高于5 mg/m3。因此本标准的制定将满足对现有固定污染源颗粒物低浓度排放及低浓度排放中可凝聚颗粒物比重上升对监测技术的新要求和环境管理的需要，并满足颗粒物超低排放环保改造后实际监测监管的需要。

（4）颗粒物监测方法标准体系补充和完善的需要

在工业生产中，随着袋式除尘器的普及，越来越多的生产企业已经可以做到颗粒物的低排放。国内一些大型企业采用高效静电除尘+袋式除尘复合处理工艺后甚至可以做到超低排放或洁净排放。同时，清洁能源的使用将使颗粒物排放的水平产生质的飞越。这也使得当下颗粒物监测方法的局限性越来越凸显。

北京市已经逐步实施清洁能源取代高耗能、高污染能源，随着时间的推移，燃气或者燃油锅炉取代燃煤锅炉是个必然趋势。目前我国一直沿用1996年发布的《固定污染源排气中颗粒物测定与气态污染物采样方法》（GB/T 16157-1996），该采样方法对于采集固定污染源所排放的低浓度颗粒物并不适用，主要原因如下：（1）玻璃纤维滤筒或滤膜在采样前后的烘干、称量过程中容易造成损失从而影响测定结果（2）采样嘴内部易吸附微量颗粒物，给测定结果造成误差（3）现有测试方法一般适用于颗粒物质量浓度高于50mg/m3，测定低于50mg/m3的颗粒物时误差较大。

在测量方法更新上，中国环境监测总站正在起草《固定污染源低浓度颗粒物测定方法-重量法》，解决了GB/T 16157-1996针对低浓度颗粒物排放的测定问题，但也忽视了可凝聚颗粒物的问题。在北京市环境保护工作逐步推进的大环境下，面对北京市颗粒物监测工作的实际需求，解决低浓度颗粒物排放中可凝聚颗粒物监测采样技术，探索一条便捷、可靠、准确的监测方法具有十分重要的实际意义。

# 2.3 现有废气治理净化工艺带来的新问题

（1）湿法脱硫除尘设施及其它湿式净化工艺的使用，增加了烟气中水雾及其中的水溶性物质的排放，是环境PM2.5的重要来源。

通过近年来北京市环境保护监测中心环境空气PM2.5组分研究表明，空气中PM2.5主要成分为有机物（OM）、硝酸盐（NO3-）、硫酸盐（SO42-）、地壳元素和铵盐（NH4+）等，分别占PM2.5质量浓度的26%、17%、16%、12%和11%。另外空气中PM2.5质量浓度中水分浓度占10-20%，其中结晶水占8-15%。

北京市新颁布的相关地方排放标准中规定的颗粒物允许排放限值均低于30mg·m-3，部分标准限值规定为5mg·m-3，推动了北京市相关排污单位采取了一系列高效除尘装置，特别是燃煤锅炉排污单位普遍采用布袋除尘和/或静电除尘+湿法除尘脱硫脱硝等高效净化装置或进行“煤改气”改造，以期达标排放，从而有助于相关政策措施的推进与实施。湿法脱硫除尘设施的使用，在控制SO2和NOx的排放以减少二次颗粒物的生成潜力，同时会降低一次颗粒物的排放，但烟气脱硫和脱硝也会增加废气中的水分及其水溶性PM2.5的排放，并对细颗粒物的化学组成、粒径分布及其生成与去除机制等产生影响。

（2）CPM在高温高湿低浓度FPM排放水平下的比重相当显著，占颗粒物总质量的20～80%。目前国内固定源颗粒物超低排放情况往往忽视了粒径更小、在大气中稳定时间更长的CPM的排放，且CPM排入大气环境基本上就是PM2.5。

近年来，北京市燃煤锅炉烟气主要采用湿法脱硫除尘系统，在有效降低烟气中SO2排放的同时，也降低了颗粒物的排放水平，其排放的废气中可过滤颗粒物和SO2等污染物明显减少。但在日常颗粒物采样过程中，尤其当烟气湿度较大时，肉眼可见的传统意义上的可过滤颗粒物很少，而在采样枪后收集的冷凝水中得到的穿透滤筒后各种可溶性物质的总质量可占颗粒物总质量的20～80%。烟气中大量体积极小的气态有机或无机物在空气中稀释、降温数秒后凝结成为液态或固态，并通过凝聚、碰撞合并生成可凝聚颗粒物（CPM）。CPM是环境空气中PM2.5和气溶胶物质的重要前体物，也是特定气象条件下雾霾形成的重要成分。PM2.5在大气环境中稳定存在时间长，输送距离远，影响范围广，不易通过干沉降去除，对人类的生产生活产生广泛的影响。这类可穿透物质对燃煤锅炉的颗粒物排放水平具有至关重要的影响，不容忽视。图1为实测的不同净化工艺不同类型锅炉颗粒物排放实测情况。

图1 锅炉烟气中颗粒物排放浓度实测结果

# 2.4 现行环境监测分析方法标准的实施情况和存在的问题

国家现行及其制定中的颗粒物监测方法标准中，对于废气中排放的CPM监测未涉及。

我国现有固定污染源排气中颗粒物监测方法参照《固定污染源排气中颗粒物测定与气态污染物采样方法》（GB/T 16157—1996），该方法仅适用于颗粒物质量浓度高于50mg/m3，测定低于50mg/m3的颗粒物时误差较大；即将发布的国标《固定污染源废气 低浓度颗粒物的测定 重量法》均只能采集到可过滤颗粒物，而不能采集到随高湿烟气排出的可凝结颗粒物，但其对颗粒物排放水平具有至关重要的影响，从而严重低估了固定源排放到大气环境中颗粒物的实际排放水平，并导致采集到的颗粒物化学成分与实际释放到大气中的颗粒物成分差别很大。

随着大气固定污染源颗粒物允许排放限值越来越低，颗粒物手工采样重量法逐渐暴露出不能准确测量、不适应测定低浓度颗粒物以及不能采集高温高湿烟气中的CPM。因此，研究固定污染源低浓度颗粒物废气排放且高温高湿烟气中CPM的采样及分析技术非常重要。

# 2.5标准制定的意义

本项目的实施，拟研究建立在固定污染源高温高湿烟气下颗粒物排放的测定，制定切实可行的颗粒物测定方法，以测定和评估高温高湿烟气中包括水溶性颗粒物等（即CPM）总颗粒物的含量，特别是在较低颗粒物排放水平时，高温高湿烟气中CPM占总颗粒物的比重较大，从而可以准确评估污染源排放的颗粒物水平。

本项目采集的颗粒物包含可过滤颗粒物和可凝结颗粒物，可真实全面反映污染企业的颗粒物排放水平，促进企业采取有效措施脱水除雾等技术措施，有效减少可凝聚颗粒物等微细颗粒物的排放，并为相关管理部门进行环境空气颗粒物来源解析和制定相应污染物控制政策提供技术支撑。在标准制定上，与起草中的《固定污染源低浓度颗粒物测定方法-重量法》及国内外相关标准相结合，采用滤膜代替滤筒的称重方法实现对低浓度颗粒物的测量，使用大体积采样方法，采用整体称重法（滤膜）克服了采样装置前段沉积颗粒物无法回收、取样造成玻纤损失带来的较大误差的问题。

在北京市环境保护工作逐步推进的大环境下，探索一条便捷、可靠、准确的监测方法具有十分重要的实际意义，以满足北京市低浓度且高温高湿烟气中颗粒物监测的实际需求，克服现有的颗粒物测定方法国家标准GB/T16157-1996以及制定中的国标《固定污染源废气 低浓度颗粒物的测定 重量法》对低浓度且高温高湿烟气中颗粒物测定的局限性。

# 3 国内外相关监测方法研究

# 3.1 主要国家、地区及国际组织相关标准研究

标准编制组在检索国际标准化组织（ISO）、美国国家标准协会（ANSI）、美国环境保护署（EPA）、欧盟（EU）等有关固定污染源废气中颗粒物的测定方法，颗粒物的采样及监测方法主要是手工称重法。

（1）国外关于固定源颗粒物的监测方法标准主要有：EPA Method 5，EPA Method 17，EPA Method 201/201A，EPA Method 202，均是基于源环境的颗粒物直接采样方法。

国内外相关烟气颗粒物监测方法对比见表3。

表3 国内外烟气颗粒物监测采样技术对比表

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 颗粒物采样方法 | FPM采样位置 | 是否加热 | 透过滤筒后烟气处理 | | 其他说明 |
| GB/T16157-1996 | 在烟道内采样 | 不加热 | 不处理 | | 湿度大时易造成干扰 |
| EPA Method 5 | 在烟道外采样 | 采样枪及滤筒全程加热 | 不处理 | | 湿度大时不易受影响 |
| EPA Method 17 | 在烟道内采样 | 不加热 | 透过滤筒后污染物于冰浴中用超纯水吸收 | |  |
| EPA Method 201/201A | 在烟道内采样 | 不加热 | 透过滤筒后污染物于冰浴中用超纯水吸收 | | 在捕集FPM前可增加PM10 或PM2.5切割器 |
| EPA Method 202 | 可按EPA Method 5或17或201/201A | 加热或不加热 | 透过滤筒后先用冷凝器冷却后采集CPM-F | CPM膜后于冰浴中用超纯水吸收 | 在捕集FPM前可增加PM10 或PM2.5切割器 |

按照不同的具体采样标准方法的相关要求，颗粒物捕集装置可以是在烟道内，也可以是在烟道外。对于固定燃烧源高温高湿烟气，为了防止水汽在采样管路内冷凝，还应当对采样管路进行加热保温，以避免水汽凝结对颗粒物采样造成干扰。但一般认为，颗粒物直接采样方法针对固定源高温高湿烟气采集到的一次可过滤颗粒物，其化学成分与实际释放到大气中的颗粒物成分差别很大，并大大低估了固定源排放到大气环境中颗粒物的量。

然而对于颗粒物排放水平日益接近超净排放的固定源，其烟气中颗粒物主要以细颗粒物为主，粗颗粒物比重大幅降低，同时固定源烟气采用湿法脱硫，烟气含湿量较高。烟温对颗粒物及其中的水溶性离子的形态分布具有显著影响，烟温较高时颗粒物中大部分水溶性离子以气态形式存在，从而不易被滤膜捕集，可见固定源颗粒物直接采样方法应用于此类源中进行颗粒物采样，采集的颗粒物样品的代表性明显偏低。

EPA Method 202在采集一次可过滤颗粒物后，再通过将烟气冷凝生成的一次可过滤的可凝聚颗粒物用颗粒物捕集装置采集，烟气冷却过程中形成的冷凝水中的溶解性总固体均作为可凝聚颗粒物的一部分进行处理与分析。

（2）国外适用于固定源低浓度颗粒物采样的监测方法标准有：ISO 12141-2002， EPA method 5I，ANSI/ASTM D6331-98(Reapproved 2005)等，主要有：

1)ISO12141-2002:Stationary source emissions—Determination of mass concentration of particulate matter(dust) at low concentrations—Manual gravimetric method.固定源排放——在低浓度时颗粒物（粉尘）的质量浓度测定——重量法

2）ANSI/ASTM D 6331-98 (Re-approved 2005):Test method for determination of mass concentration of particulate matter from stationary sources at low concentrations(Manual gravimetric method).在低浓度下测定固定源排放的颗粒物浓度的试验方法（重量法）

3）USEPA method 5I ：Determination of low level particulate matter emissions from Stationary Sources.固定污染源排放中低浓度颗粒物测定

4）BS EN 13284-1:2002:Determination of low range mass concentration of dust-Part1: Manual gravimetric method.低浓度颗粒物的测定—第一部分：手工称重法

5）JIS Z 8808-1995 ：Methods of measuring dust concentration in flue gas.废气中尘浓度的测量方法

相关标准得主要技术要点总结如下：测量颗粒物浓度小于50mg/m3；通常使用大体积采样技术、提高采样速率或延长采样时间；整个测试过程尽可能只使用1个滤膜累积采样；并回收、称重滤膜上游采集设备上堆积的颗粒物，或通过对采样头整体称重方式，获得测试结果。国外固定源低浓度颗粒物监测方法主要技术内容见表4

表4 国外固定源低浓度颗粒物监测方法主要技术内容

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 方法编号 | 测量范围 | 采样介质 | 称重 | 采样 | 清洗 | 备注 |
| ISO12141 | 5-50 mg/m3 | ＜50mm滤膜 | 整体称重/分体称重：回收、称重滤膜上游采集设备上堆积的颗粒物干燥器冷却干燥后称量 | 烟道内过滤/烟道外过滤 | 清洗除滤膜外所有称重部件：180℃或高于烟温20℃（取两值高者）/160℃（后）烘干至少1h干燥器中冷却。 | 大体积采样：提高采样速率/延长采样时间 |
| USEPA 5I | ＜50mg/m3 | 47mm滤膜 | 带滤膜的过滤器/整体称重/分体称重：〈35g干燥器冷却干燥后称量 | 烟道内过滤/烟道外过滤 | 105℃至少两小时，干燥。 | 双路采样，对平行样的RSD进行了要求。 |
| ANSI/ASTMD6331 -98 (Re-approved 2005) | ＜50mg/m3 | 47mm滤膜 | 回收、称重滤膜上游采集设备上堆积的颗粒物 | 烟道内过滤/烟道外过滤 | 105℃至少两小时，干燥。 | 1个滤膜累积采样；大体积采样：提高采样速率 |
| BS EN 13284-1:2002: | ＜50mg/m3 | 47mm滤膜 | 回收、称重滤膜上游采集设备上堆积的颗粒物 | 烟道内过滤/烟道外过滤 | 回收非称量部分的颗粒物 | 大体积采样：提高采样速率/延长采样时间 |
| JIS 8808 | 每1cm2增重0.5mg | ＞30mm滤膜 | 圆形滤膜及支撑部件 | 烟道内过滤/烟道外过滤 | 回收非称量部分的颗粒物 | 烟道外采样时需加热采样部件 |

# 3.2 国内相关标准研究

我国固定污染源颗粒物监测的有关标准有GB/T16157-1996《固定污染源排气中颗粒物测定与气态污染物采样方法》，GB9079-1988《工业炉窑烟尘测试方法》、GB5468-1991《锅炉烟尘测试方法》、HJ/T 76-2007《固定污染源烟气排放监测系统技术要求及检测方法》。

1. GB/T16157-1996规定的颗粒物采样原理是按等速采样原则从烟道中抽取一定体积的含颗粒物烟气，依据滤筒捕集的颗粒物的量与抽取的体积，计算烟气中颗粒物浓度。
2. GB9079-1988适用于工业炉窑出口烟尘初始浓度及排放浓度的监测，方法原理引用GB/T16157-1996监测颗粒物方法，。

（3）GB5468-1991适用于锅炉烟尘排放浓度的测定，方法依据引用GB/T16157-1996等速采样测定颗粒物浓度方法。

（4）HJ/T 76-2007规定了烟尘颗粒物CEMS手工比方法采用GB/T16157-1996的方法。

综上所述，国内固定污染源颗粒物监测标准方法均将GB/T16157-1996作为测量固定源颗粒物浓度的基础方法依据，而制定中的国标《固定污染源废气 低浓度颗粒物的测定 重量法》则是建立固定源低浓度颗粒物测定的手工方法，解决了我国固定源低浓度颗粒物监测技术方面的空白。

本项目拟定标准将弥补北京市固定源颗粒物低浓度排放且高温高湿烟气中可凝聚颗粒物监测技术的不足与局限，对补充我国固定源颗粒物测定的标准及技术规范具有重要意义。

# 3.3 与本方法标准关系

本标准在技术路线上主要依据国标GB/T16157与制定中的国标《固定污染源废气 低浓度颗粒物的测定 重量法》关于颗粒物的定义，等速采样方法原理等，结合ISO12141、USEPA method 5I等国外标准中关于固定源低浓度颗粒物测定方法中滤膜过滤-整体称重方法、大体积采样技术、单张滤膜累积采样原则，并参考我国现行固定源颗粒物的监测技术规范了采样和称量的程序。在标准制定过程中同时参考EPA method 202对CPM的定义，并结合我国监测工作实际对CPM采样方法进行了规定，并规定了样品检出限、称量误差、适应范围以及样品处理及其颗粒物恒重平衡方式等技术要求。

# 4 标准制订的工作过程及技术路线

# 4.1 工作过程

本项目下达后，北京市环境保护监测中心成立了标准编制组。标准编制组针对北京地区颗粒物排放污染源的调查、根据相关排放标准涵盖的污染源进行了筛选确定，同时选择典型固定源企业调研污染排放现状、污染防治技术和防治水平，结合对国内外固定污染源颗粒物测定方法标准和经验及相关研究成果进行深入探讨与研究，并组织召开了多次专家研讨会，对《固定污染源废气 颗粒物的测定 重量法》框架及标准内容进行研讨，在此基础上形成目前的标准草案及其编制说明。

2015年11月，北京市环境保护监测中心向北京市环保局递交了课题申请书、签署合同。

2016年1月，北京市环境保护监测中心组织课题参加人员召开项目启动会。成立标准编制组。小组成员以现场监测人员为主，从事多年废气监测工作。

2016年2月，北京市环境保护监测中心制定了课题实施方案大纲，组织课题参加人员研讨并确定课题技术路线，制定了详细的标准编制计划与任务分工。

2016年3月-5月，调研国内外相关资料（包括ISO、EPA、JIS、EN以及国内的标准），认真研究固相关标准方法，并分析其优缺点，明晰本项目研究细节与工作目标。

2016年6月-7月，课题组组织对仪器进行调研与交流，了解当前国内外相关测试仪器设备的技术现状。

2016年8月-10月，对国内外《固定污染源废气 颗粒物的测定 重量法》的标准内容、固定污染源排放的相关法律、法规和政策进行研究与分析；收集汇总了国内外关于固定污染源颗粒物测定的文献资料，包括工作原理，采样装置，采样程序，质量控制，结果计算及方法性能等；对国内外固定污染源颗粒物采样设备的工作原理、测试方法、可行性及应用情况进行分析调研。在此基础上针对相关测试分析方法比较研究与分析，参考其他相关标准，确定标准的适用范围，并制定相应的技术路线。

在此基础上，标准编制组多次召开标准的技术论证会，通过充分研究、分析、质询与讨论，初步确定本标准技术路线、适用范围、滤膜平衡条件与质量控制措施等，对标准的主要内容及编制标准的技术路线可行性统一了认识和意见。

经过大量文献调研和基础实验，初步确定了标准方法的各项特性参数，编制完成了方法标准草案，并组织课题组中期汇报。

2016年11-12月，编制组根据对调研资料的综合分析，对《固定污染源废气 颗粒物的测定 重量法》框架及标准内容进行讨论，并开展实验研究工作、组织6家实验室进行了方法验证试验，在此基础上完成了标准草案和编制说明。

2017年1-2月，补充实验，利用确定的相关技术路线，组织补充测试，包括监测方法的检出限测试方法的精密度分析。

2017年3-4月，数据整理，报告撰写。

2017年4-5月，编写标准文本及编制说明征求意见稿。

2017年7月，标准征求意见。

# 4.2标准制订的技术路线

通过对国内有关固定污染源颗粒物测定及采样方法标准，国内烟尘测试其他相关标准以及固定污染源烟尘采样器的行业标准，国外低浓度颗粒物的测定方法标准，国外可凝聚颗粒物测定的相关规定，固定污染源烟尘颗粒物采样设备生产企业的企业标准、技术特点、实际使用情况以及用户意见与需求、征求仪器厂商代表意见等的充分调研、分析，结合验证试验，制定标准文本和编制说明。

本标准研究的技术路线如下：



图2 标准制定技术路线

# 5标准编制原则与依据

本次标准制定，本着科学性、先进性和可操作性为原则，在原《固定污染源排气中颗粒物测定与气态污染物采样方法》（GB/T16157-1996）基础上，按照《国家环境保护标准制修订工作管理办法》和《环境监测分析方法制修订技术导则》HJ168-2010的有关要求，即参考了国外最新的标准、方法、技术要求和相关文献，又考虑国内现有监测机构监测能力和实际情况，同时参考ISO、美国等的相关标准，在我国现有标准、规定和各监测站的实际要求的基础上，结合我国实际情况和当前世界的科学技术水平，不断深入研究和完善，修订本标准，并满足了以下要求内容：

1. 方法的检出限、测定范围、测定内容、基本要求、测定原理等满足相关环境保护标准和环保工作的要求；
2. 方法具有可实施性、准确可靠，适于相关领域有关环保工作的监测要求。
3. 方法切合实际情况，为北京市环境监测、环境管理服务。
4. 方法具有普遍适用性，功能完整性，易于推广使用。

# 6 方法研究报告

# 6.1 方法研究的目标

本标准研究制定适合固定污染源高温高湿废气中颗粒物测定的重量法，包括颗粒物的采样、测定及计算等。

本标准所称颗粒物系指总颗粒物，包括可过滤颗粒物和可凝聚颗粒物的总称。

经过方法验证和实验研究，本标准明确了测定方法的检出限、精密度、仪器设备配置参数等，满足环境监测的相关要求。

本标准适用范围为“本标准适用于固定污染源排放的废气温度≥30℃且烟气含湿量≥4.0%时，各种锅炉、工业窑炉以及其它固定污染源高温高湿废气中颗粒物的测定。以及可过滤颗粒物排放浓度低于50mg/m3（标干浓度）的固定污染源废气中总颗粒物的测定。”

方法检出限由实验室设备性能及现场工况决定，当标干采样体积为1m3时，方法检出限为1.0mg/m3（标干浓度）。

本标准适用于固定污染源排放的废气温度≥30℃且烟气含湿量≥4.0%时，各种锅炉、工业窑炉以及其它固定污染源高温高湿废气中颗粒物的测定。当固定污染源排放的废气温度接近环境温度（≤30℃）或烟气含湿量低于4.0%时，废气中颗粒物以可过滤颗粒物为主，颗粒物的测定应按照GB/T16157及制定中的《固定污染源废气 低浓度颗粒物的测定 重量法》相关规定执行。

当固定污染源可过滤颗粒物排放浓度超过50mg/m3（标干浓度），颗粒物的测定应按照GB/T16157及制定中的《固定污染源废气 低浓度颗粒物的测定 重量法》相关规定执行。

（1）本标准规定了固定源颗粒物测定的浓度范围为：可过滤颗粒物排放浓度不超过50mg/m3（标干浓度）

固定源颗粒物排放日趋低浓度化，特别是在北京市湿法净化工艺后，FPM排放浓度普遍低于50mg/m3（标干浓度）（见图1）），FPM排放浓度较高时，大颗粒物对细小的CPM具有较强的吸附凝聚作用，CPM的相对比重显著减少，因此本标准研究的颗粒物测定是在低浓度FPM排放的基础上的总颗粒物的测定。

制定中的国标《固定污染源废气 低浓度颗粒物的测定 重量法》规定的颗粒物浓度范围为低于50mg/m3（标干浓度）以及国外ISO12141和USEPA 5I等标准中对于低浓度颗粒物的测量范围的要求均为低于50mg/m3。国标《固定源废气监测技术规范》（HJ/T 397-2007）的13.2.2条款中要求在低浓度颗粒物范围内使用ISO12141进行采样，故本标准规定的适用于FPM排放浓度低于50mg/m3。

最近环保部标准研究所对GB/T 16157—1996提出了修改单，内容为：

增加“1.3 在测定固定污染源排气中颗粒物浓度时，浓度小于或等于20 mg/m3时，适用《固定污染源废气 低浓度颗粒物测定 重量法》（HJ □□□）；排放浓度大于20 mg/m3且不超过50 mg/m3时，本标准与HJ □□□同时适用。采用本标准测定颗粒物浓度小于或等于20 mg/m3时，测定结果表述为‘≤20 mg/m3’。”。

上述修改单内容解决了“低浓度颗粒物标准”在国家大气污染物排放标准中的引用问题，并与“低浓度颗粒物标准”适用范围的衔接，相关修改也不影响本标准的应用和实施。

（2）固定源废气排放温度的选择：

固定污染源排放的废气温度接近环境温度，废气排放至大气环境后较少凝聚形成CPM，一般接近环境温度的废气温度均指30℃，EPA method 202标准中明确：如果烟气排放温度大于30℃，并且必须同时监测排入大气中颗粒物中的FPM和CPM；反之如果烟气排放温度小于30℃，这个方法则不需要监测总的颗粒物，而只需监测FPM。故本标准亦明确固定污染源排放的废气温度接近环境温度（≤30℃）时，废气中颗粒物以FPM为主，并视FPM排放浓度的高低，颗粒物测定适用于GB/T16157或制定中的国标《固定污染源废气 低浓度颗粒物的测定 重量法》。

（3）固定源废气含湿量的选择

固定源废气中CPM主要以CPM-D为主，CPM-F排放量一般占总颗粒物的比重在0.1%～2%之间（见图1），因此在低FPM排放浓度下，废气含湿量对CPM（CPM-D）的排放起决定作用。

最低含湿量以废气排放温度接近环境温度（30℃）时，废气中的水汽饱和状态下的含湿量。

我们知道：1个大气压（101.325kPa），温度30℃时，空气中的饱和水蒸气压力为4.24kPa，则可计算出空气中的含湿量为：

因此本标准明确固定污染源排放的废气含湿量低于4.0%时，颗粒物的测定按照GB/T16157的相关规定执行，只需采集FPM。

（4）方法检出限

组织6家实验室，以标准规定程序连续测量7次，以3.143倍标准偏差计算方法检出限，对1家燃气轮机组烟气颗粒物进行方法检出限实验，6家实验室测定的检出限分别为0.7mg/m3、0.8mg/m3、1.0mg/m3、0.8mg/m3、0.8mg/m3和0.9mg/m3。因此本方法检出限应为1.0 mg/m3，本标准规定方法检出限与即将发布的国标《固定污染源废气 低浓度颗粒物的测定 重量法》要求一致，即：标干采样体积为1m3时，方法检出限为1.0mg/m3（标干浓度）。

# 6.2 规范性引用文件

本标准共引用《固定污染源排气中颗粒物测定与气态污染物采样方法》（GB/T 16157-1996）、《烟尘采样器技术条件》（HJ/T 48-1999）、《固定污染源监测质量保证与质量控制技术规范》（HJ/T 373-2007）、《固定源废气监测技术规范》（HJ/T 397-2007）、《固定污染源监测点位设置技术规范》DB11/1195-2015五项标准。

# 6.3 术语和定义

本标准共规定了5条术语，其中“颗粒物”、“等速采样”、“标准状态下的干排气”定义与GB16157中的相应内容相同，“颗粒物”定义内容引自我国颗粒物监测与采样的基础标准GB16157的2.1条款，“等速采样”内容取自GB16157中的8.2.1部分、HJ/T397中的3.6条款和HJ/T48中的3.2部分；“标准状态下的干排气”定义引自GB/T16157中的2.3条款、HJ/T397中的3.7条款。“可过滤颗粒物”与“可凝聚颗粒物”定义内容分别参考EPA method 202中的3.1条款、3.4条款内容。

# 6.4 测定方法概述

简述本方法基本原理，强调采取等速采样与多点采样的基本原则。

本标准原理内容综合了GB16157中8.2.1部分及EPA method 202中2.0部分内容。“利用等速采样原理，将一定量的含尘烟气在抽气泵的作用下在烟道内通过滤膜捕集一次可过滤颗粒物，透过滤膜后的烟气经过加热至120℃的采样枪后，进入烟气冷凝器快速冷却至烟温<30℃，烟气中的无机或有机蒸汽通过直接冷凝或凝聚、碰并反应生成的可过滤的可凝聚颗粒物再被颗粒物捕集装置捕集，最后烟气经干燥器后由抽气泵排出。烟气冷凝过程中产生的冷凝水用收集瓶收集。

固定污染源废气中的颗粒物包括可过滤颗粒物和可凝聚颗粒物，而可凝聚颗粒物又包含可过滤的可凝聚颗粒物(CPM-F)和烟气冷凝过程中产生的冷凝水中的溶解性总固体(CPM-D)。根据采集到的颗粒物的质量和所抽取的标干气体量，计算出排气中颗粒物的排放浓度。”

本标准确定的采样原则内容引自HJ/T397中的7.3条款

# 6.5 仪器和设备

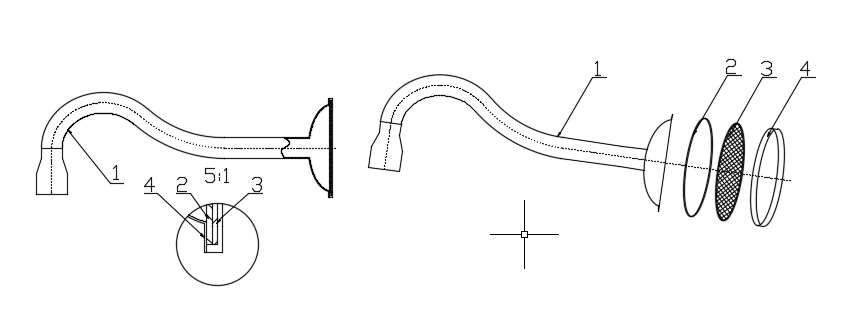
本标准规定的固定污染源废气中颗粒物采样装置由组合加热采样枪、烟气冷凝与缓冲器、循环水制冷与动力控制系统、捕集可过滤的可凝聚颗粒物的滤膜夹、烟气干燥器、S型皮托管平行测速装置、烟气流量计量与调节装置和抽气泵及连接管线组成。标准采样原理示意图见图3。

1-FPM滤膜夹；2-加热采样枪；3-热电偶温度计；4-CPM-F滤膜夹；5-烟气干燥器；6-流量传感器；7-流量调节装置；8-抽气泵；9-S型皮托管平行测速装置；10-烟气冷凝与缓冲器；11-冷凝水收集瓶；12-循环水制冷与动力控制系统

图3固定污染源颗粒物采样装置示意图

6.5.1组合加热采样枪

由普通型采样枪和与之平行放置的S型皮托管、热电偶温度计固定在一起组成。

本标准规定的采样头为整体称重的低浓度采样头，即采样嘴、前弯管和滤膜夹上半部分制成一个整体，见图4，与即将发布的国标《固定污染源废气 低浓度颗粒物的测定 重量法》要求一致。低浓度采样头可与滤膜、不锈钢托网和密封铝圈封装为一个整体，并在封装好后，采样头整体质量要求不超过20mg，且密封良好。ISO12141要求采样头整体重量不超过35g，我国相关厂家研制的同类采样头也不超过20mg。

1-采样头；2-滤膜；3-不锈钢托网；4-密封铝圈

图4低浓度采样头整体封装示意图

为防止蒸汽在管路中冷凝，普通型采样枪在FPM颗粒物捕集装置后至烟气冷凝器前全程伴热，伴热温度最高可到180℃，且采样枪需具有接地功能，以避免静电对采样器的影响。

本标准定义的颗粒物包括悬浮于废气中的液态与固态物质，因此对颗粒物捕集装置（包括捕集CPM-F的滤膜夹）不需加热，以防影响FPM的成分变化及其形态改变。

普通型采样枪其他部分的技术要求及S型皮托管、热电偶温度计的技术要求应当符合GB/T16157和HJ/T 48中的相关规定。

6.5.2烟气冷凝器与缓冲瓶

烟气冷凝与缓冲器应由耐腐蚀性、无反应性、无分解性的稳定材质制成，总体积不少于1.5L，烟气冷凝器可将烟气温度快速冷却至<30℃。

6.5.3 S型皮托管平行测速装置、烟气流量计量与调节装置和抽气泵

S型皮托管平行测速装置、烟气流量计量与调节装置和抽气泵的技术要求应符合GB/T16157、HJ/T48、HJ/T397的相关规定。

6.5.4 循环水制冷与动力控制系统和烟气干燥器

分别为烟气冷凝器的循环水提供动力与制冷作用和进一步脱除烟气水分，保护抽气泵。

6.5.5其他设备

其他设备包括通风橱（使用丙酮清洗时使用）、分析天平（0.01g和0.01mg）、烘箱（马弗炉）、干燥器、玻璃器皿（收集或蒸干冷凝水）、热电偶温度计（±3℃）、大气压力计（0.1kPa）、镊子等及其相关性能应满足要求。

# 6.6试剂和材料

本标准主要涉及的主要试剂与材料主要有三种：

捕集颗粒物用的滤膜：石英或玻璃纤维制成，直径为47±0.25mm，对0.3μm的标准粒子的捕集效率应不低于99%。相关要求与规定一致

二次去离子水：电导率<0.5µS/cm的二次去离子水，并经0.45µm微孔滤膜过滤。

清洗用的丙酮与正己烷：分析纯，用于清洁采样后采样头的外表面。

滤膜捕集效率符合ISO12141中6.2.5部分要求和，且和我国环境空气颗粒物测定的相关标准要求相同，并选取国内外主流材质滤膜。本标准使用的滤膜与我国环境空气颗粒物测定（HJ618-2011）的使用的滤膜要求统一。

# 6.7采样位置和采样点

采样位置和采样点要求基本要求在相关标准中均有明确要求，本标准直接进行引用：

采样位置的选择应符合GB/T16157和HJ/T397中的相关规定。

采样孔和采样点的设置应符合GB/T16157、HJ/T397和DB11/1195中的有关规定。

监测平台设置的技术要求应符合DB11/1195中的相关规定。

# 6.8颗粒物监测准备

6.8.1采样枪与玻璃器皿的准备

本标准明确开展监测工作前应将采样枪、采样头与玻璃器皿进行清洗、烘干后备用，与EPA method 202 标准中8.4相关要求：于300℃烘箱内烘烤6h后，于干燥器内冷却至室温。本标准规定为清洗后于300℃烘箱内烘烤1h后，于干燥器内冷却至室温，并与后面滤膜的准备方式要求一致。

称量冷凝水收集瓶初重，以最终确定收集的冷凝水的质量，可修正废气中含湿量，精确到0.01g。EPA method 202 标准要求精确到0.5g，本标准与GB/T16157中5.2.2要求一致。

6.8.2滤膜的准备

本标准要求将经检查无针孔及其他缺陷的滤膜置于300℃马弗炉中烘烤1h后，置于干燥器内冷却备用。旨在称重前去除滤膜本身的一些有机物质，尤其是玻纤滤膜在制作中会使用树脂类粘合剂，在烟道采样时可能会受热损失，避免测试误差。ISO12141中8.2部分的相关规定，将滤膜置于180℃或高于烟温20℃烘干至少1h，干燥器中冷却。本标准采用300℃马弗炉中烘烤1h，基本上满足国内固定污染源烟温排放要求，且符合滤膜材质要求（玻纤500℃，石英1000℃）。

采样头按图4进行封装，与滤膜一同进行称重至恒重。为适应低浓度颗粒物采样要求，经试验验证比较，FPM采样采用低浓度采样头整体称重方式，也与ISO12141和USEPA method 5I及即将发布的国标《固定污染源废气 低浓度颗粒物的测定 重量法》要求一致方法要求一致。表5为整体称重与分体称重试验比较结果。显然分体称重结果损失明显，主要原因：采样装置在拆卸过程中容易造成滤膜纤维损失，影响称重结果；分体称重需要清洗回收采样嘴及前弯管内壁沉积的颗粒物，易引入干扰因素。

表5 整体称重与分体称重结果比较

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 类别 | | 第一组 | 第二组 | 第三组 | 第四组 | 平均值 |
| 颗粒物样品 | 整体增重（g） | 0.00139 | 0.00214 | 0.00112 | 0.00108 |  |
| 分体增重（g） | 0.00072 | 0.00082 | 0.00084 | 0.0007 |  |
| 分体/整体比例 | 51.8% | 38.3% | 75.0% | 64.8% | 57.4% |

GB/T16157、ISO12141、EPA method5I及EPAmethod202均要求使用干燥器冷却干燥后称量，恒重要求均规定称量偏差应在0.5mg以内或误差1%以内，分析天平为万分之一天平。本标准使用天平为十万分子一天平，恒重条件为干燥器冷却干燥，对恒重条件与即将发布的国标《固定污染源废气 低浓度颗粒物的测定 重量法》要求一致，规定为0.2mg。

6.8.3蒸发皿或烧饼的准备

主要要求清洗后的称重及其恒重要求与滤膜一致。

6.8.4 采样系统的气密性检查

捡漏要求同GB/T16157中5.2.2.3的c中有关规定。

# 6.9采样步骤

6.9.1采样前准备

本标准要求采样前进行工况监控、连接采样设备、清理采样孔、设备预热及气密性检查等，基本要求与GB16157基本一致。

6.9.2排气参数的测定

相关规定与GB16157的要求一致。

6.9.3样品的采集

颗粒物样品的采集使用微电脑平行采样器采样，样品等速跟踪率要求同《固定污染源监测质量保证与质量控制技术规范》（HJ/T 373-2007）。在整体遵循GB/T16157采样原理与采集原则基础上，需随时关注、调整、观察和记录烟气冷凝器出口烟气温度，使冷凝器出口烟温≤30℃，并保持烟气温度在20～30℃之间。采样嘴的选择应使采样时采气流量以20～30L/min为宜，以保证烟气中水分的冷凝和CPM的生成反应时间。

本标准要求每组样品标干采气体积不少于1m3，且采样时间不少于45min。即符合我国相关排放标准小时均值报出要求，又与ISO12141、EPA method 5I等国外低浓度颗粒物监测标准中普遍提倡的大体积、单一滤膜采样原则一致，以增加颗粒物的收集量，降低测量误差。

其他监测要求与国标GB/T16157的要求一致。

# 6.10 样品分析程序

国内外相关标准对样品处理程序要求略有不同，均是要求先烘干：GB/T161657要求于105-110℃烘干至少1h，ISO12141要求105℃烘干至少两小时、USEPA 5I要求180℃或高于烟温20℃烘干至少1h。烘干之后均置于干燥器内平衡。本标准为减少采集的样品中挥发性组分的损失，对滤膜样品直接置于干燥器内干燥平衡24h，再称量至恒重；对于冷凝水样品则置于烘箱内105℃蒸至近干，再置于干燥器内冷却平衡24h，直至称量至恒重。且与采样前的平衡处理条件一致。

6.10.1滤膜的分析

本标准获得的样品包括FPM样品与CPM-F滤膜样品，FPM样品采用整体称重方式，故需用蘸有丙酮的脱脂棉对采样后采样头外表面进行擦拭清洗，清洗过程应在通风橱中进行。

之后FPM采样头样品和CPM-F滤膜样品置于干燥器内干燥至少24h，再称重至恒重。本标准为避免采集的颗粒物样品中的有机及其他低温成分在烘干过程中损失，颗粒物平衡在干燥器内平衡24h，不进行烘干。

图5为滤芯中水分置于干燥器内干燥实验结果。结果表明：滤膜或滤芯含水量≤100mg时，3小时完成了干燥脱水；含水量≤200mg时，4.5小时基本完成了干燥脱水。本标准规定滤膜样品FPM采样头样品和CPM-F滤膜样品置于干燥器内干燥24h，基本可以去除颗粒物中的水分，而减少挥发组分的损失。

图5 滤膜/芯含水量干燥实验

6.10.2冷凝水样品的分析

本标准还获得冷凝水样品，先需称量收集的冷凝水质量，用于测量、校准或核对废气中的含湿量。CPM-D为冷凝水中的可溶性物质，按照《水和废水监测分析方法》（第四版增补版）中水中溶解性总固体的监测方法，于烘箱内105℃蒸至近干。《水和废水监测分析方法》（第四版增补版）表明水中TDS分析方法基本保留其中结晶水及有机物质挥发损失甚少。故可避免CPM-D样品的挥发损失，造成实际排放对环境PM2.5贡献结果偏低。本标准冷凝水中CPM-D的干燥处理同滤膜的干燥处理，置于干燥器内干燥至少24h，再称重至恒重。

# 6.11监测结果的计算与表示

本标准按照冷凝法给出了烟气含湿量的计算公式，可对含湿量进行校准：



本标准所指颗粒物包括FPM、CPM-F和CPM-D，其浓度计算公式为：

**

颗粒物排放速率公式与GB/T16157一致：



本标准计算结果保留至小数点后一位，

# 6.12 精密度与准确度

由于颗粒物在烟道内分布不均匀和易受运行工况、排气速度、净化设施运行状况、净化物质的投加量等相关因素影响，同一个废气排气筒在不同时间、不同工况下测试结果差异较大，且无标准物质，本标准方法检出限、精密度试验主要在颗粒物排放较洁净且运行工况比较稳定的燃气电厂进行。

6.12.1方法检出限

选取6家实验室，对1家燃气轮机组烟气颗粒物进行方法检出限实验，6家实验室测定的检出限分别为0.7mg/m3、0.8mg/m3、1.0mg/m3、0.8mg/m3、0.8mg/m3和0.9mg/m3。

6.12.2方法精密度

由于颗粒物目前没有标准物质可以进行溯源，因此本标准由1家实验室选取3家不同颗粒物排放浓度水平的燃气轮机组或燃煤供暖锅炉烟气进行方法精密度和实验室内相对标准偏差的验证，试验期间，工况尽量稳定，结果见表6：

表6 方法精密度实验

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 平行号 | | 样品浓度(mg/m3) | | |
| 浓度1 | 浓度2 | 浓度3 |
| 测定结果（mg/m3） | 1 | 2.71 | 19.76 | 37.44 |
| 2 | 2.44 | 23.95 | 24.27 |
| 3 | 2.36 | 18.03 | 32.11 |
| 4 | 2.56 | 16.84 | 40.52 |
| 5 | 2.34 | 19.52 | 38.71 |
| 6 | 2.08 | 21.53 | 47.64 |
| 平均值（mg/m3） | | 2.42 | 19.93 | 36.78 |
| 标准偏差Si（mg/m3） | | 0.21 | 2.53 | 7.93 |
| 相对标准偏差RSDi（%） | | 8.9 | 12.7 | 21.6 |

3个不同浓度水平的废气中颗粒物浓度测定结果分别为2.1-2.7 mg/m3、16.8-24.0 mg/m3和24.3-47.4 mg/m3，实验室内相对标准偏差为8.9-21.6%。

本标准为验证实验室间偏差，选择废气中颗粒物排放较洁净，工况相对稳定的燃气轮机组进行验证试验。选取6家实验室，对1家燃气轮机组烟气颗粒物进行验证实验，实验期间工况要求稳定，实验结果见表7：

表7 实验室间偏差

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 实验室编号 |  | Si | RSDi |
| 1 | 2.45 | 0.22 | 9.0 |
| 2 | 1.98 | 0.26 | 12.9 |
| 3 | 3.31 | 0.32 | 9.6 |
| 4 | 3.77 | 0.26 | 6.8 |
| 5 | 2.76 | 0.27 | 9.7 |
| 6 | 2.58 | 0.29 | 11.1 |
| L | 6 | | |
| （mg/m3） | 2.81 | | |
|  | 0.64 | | |
|  | 22.8% | | |
| 重复性限r | 0.76 | | |
| 再现性限R | 8.72 | | |

6家实验室对1家燃气轮机组烟气颗粒物进行验证实验，测定结果为2.0-3.8 mg/m3，实验室内相对标准偏差分别为6.8%～12.9%，实验室间相对标准偏差为22.8%，重复性限为0.76mg/m3，再现性限为8.72mg/m3。

# 6.13 质量控制和质量保证

本标准在质量控制和质量保证中的基本要求主要来自于《固定污染源监测质量保证与质量控制技术规范》（HJ/T 373-2007)、《固定源废气监测技术规范》（HJ/T397-2007）以及GB16157、HJ/T 48中的相关规定，并结合监测实际，提高监测质量与结果准确性而着重列举的主要内容。

采样由2名持证人员进行；设备依法检定合格有效，并定期核查与自校；称量应使用同一台分析天平，并消除静电影响；采样系统气密性合格方可使用；采样过程满足颗粒物等速采样原则的要求，采样过程跟踪率应在1.0±0.1以内；采样时采样嘴应正对气流方向，其偏差不得超过10度。

# 6.14 注意事项

本标准针对颗粒物采样中易出现疏忽与安全方面的问题，着重进行了列示。

采样前应及时清除采样孔的积灰；采气流量控制在30L/min，以保证烟气充分降温冷凝及烟气中可凝聚颗粒物的生成反应；采样枪加热系统应工作正常；注意玻璃器皿使用安全。

# 7 方法验证

# 7.1 方法验证方案

参与方法验证的实验室有：北京市环境保护监测中心、通州区环境保护监测站、房山区环境保护监测站、延庆区环境保护监测站、北京华测北方检测技术有限公司、北京市理化分析测试中心。参加方法验证的实验人员均符合HJ373规定，并具有相应的操作水平和实验室经验，实验设备符合方法要求。

依据《环境监测 分析方法标准修订技术导则》（HJ 168-2010）的原则，结合固定污染源颗粒物监测实际情况，先后组织6家有资质的实验室进行验证。验证工作主要内容包括检出限、方法精密度以及整体称重分体称重比较实验。

（1）方法检出限的测定：本标准选择燃气电厂废气中颗粒物排放较洁净，工况相对稳定的燃气轮机组进行验证试验。以标准规定程序每个验证实验室连续进行测量7次，分别计算其标准偏差S，计算检出限MDL=S×3.143。最终的方法检出限为各验证实验室所得数据的最高值。

（2）精密度和准确度的验证：由于固定污染源的工况无法始终保持稳定，污染源颗粒物浓度波动较大、试验场地的限制以及测试时间较长、被测试污染源配合限制等因素，无法在被测试单位开展长时间的验证试验，所以不同烟气类型不同浓度颗粒物的方法精密度和实验室内相对标准偏差的验证由北京市环境保护监测中心进行，针对3种不同烟气类型不同浓度颗粒物的固定源废气进行测试。实验室间相对标准偏差由6家验证实验室选择燃气电厂废气中颗粒物排放较洁净，工况相对稳定的燃气轮机组进行验证试验和现场进行测试验证。实验室间误差验证试验由北京市环境保护监测中心、通州区环境保护监测站、房山区环境保护监测站、延庆区环境保护监测站、北京华测北方检测技术有限公司、北京市理化分析测试中心六家实验室完成。

由于颗粒物目前没有标准物质可以进行溯源或对实际样品进行价标分析，本标准无法进行方法准确度的验证。

方法验证方案见附件1。

# 7.2 方法验证过程

筛选有资质的验证单位，向验证单位提供方法验证草案、方法验证作业指导书、标准草案。验证单位按照方法草案准备试验用品，在规定时间内完成验证试验并编制了方法验证报告及反馈了验证过程中的问题和解决办法等内容。

# 7.3方法验证结论

7.3.1方法检出限：

6家实验室测定的检出限分别为0.7mg/m3、0.8mg/m3、1.0mg/m3、0.8mg/m3、0.8mg/m3和0.9mg/m3。均未超过本标准列举的检出限最高值1.0mg/m3。

7.3.2方法精密度：

1家实验室选取3家不同颗粒物排放浓度水平的燃气轮机组和燃煤供暖锅炉烟气进行方法精密度，3个不同浓度水平的废气中颗粒物浓度测定结果分别为2.1-2.7 mg/m3、16.8-24.0 mg/m3和24.3-47.4 mg/m3，实验室内相对标准偏差为8.9-21.6%。

6家实验室对1家燃气轮机组烟气颗粒物进行验证实验，测定结果为2.0-3.8mg/m3，实验室内相对标准偏差分别为6.8%～12.9%，实验室间相对标准偏差为22.8%，重复性限为0.8mg/m3，再现性限为8.7mg/m3。

# 8方法验证报告

6家实验室的方法验证报告见附件2。

# 9重大意见分歧的处理依据和结果

# 10国际或国外标准的引用

本标准是为配合国家或地方相关排放标准的实施而制定的，标准制定中充分参考了国内外相关标准。包括国际标准化组织《固定源排放——在低浓度时颗粒物（粉尘）的质量浓度测定——重量法》ISO12141、美国《干冲击瓶法测定固定源可凝聚颗粒物的排放》EPA Method 202、《固定污染源排放中低浓度颗粒物测定》EPA Method 5I等，以及我国《固定污染源排气中颗粒物测定与气态污染物采样方法》GB/T16157-1996、《固定污染源监测质量保证与质量控制技术规范》HJ/T 373-2007、《固定污染源监测点位设置技术规范》DB11/1195-2015、《山东省固定污染源废气 低浓度颗粒物的测定 重量法》DB37/T 2537-2014等标准。

# 11作为强制性标准的建议及理由

本标准为推荐性标准。

# 12强制性标准实施的风险点、风险程度、风险防控措施和预案

无。

# 13贯彻标准的措施建议

为保证本标准的有效实施，建议政府部门制定相应的监管办法，加大对固定污染源颗粒物排放的监管力度，同时加强对排污单位、检测机构等部门标准的宣贯培训。

# 14相关标准及参考文献

[1] USEPA. Method 202-Dry Impinger Method for Determining Condensable Particulate Emissions from Stationary Sources

[2] USEPA. Method 5-Determination of Particulate Matter Emissions From Stationary Sources

[3] USEPA. Method 17-Determination of Particulate Matter Emissions From Stationary Sources

[4] USEPA. Method 201A-Determination of PM10 And PM2.5 Emissions From Stationary Sources（Constant Sampling Rate Procedure）

[5] ISO12141-2002 Stationary Source Emissions-Determination of Mass Concentration of Particulate Matter (Dust) at Low Concentrations-Manual Gravimetric Method

[6] USEPA. Method 5I-Determination of Low Level Particulate Matter Emissions from Stationary Sources

[7] 《固定污染源排气中颗粒物和气态污染物采样方法》GB/T 16157-1996

[8] 《烟尘采样器技术条件》HJ/T 48-1999

[9] 《固定源废气监测技术规范》HJ/T397-2007

[10] 《固定污染源监测质量保证与质量控制技术规范（试行）》HJ/T 373-2007

[11] 《固定污染源监测点位设置技术规范》DB11/1195 -2015

[12] 《水和废水监测分析方法》（第四版增补版）

[13] 《烟尘烟气测试实用技术》

[14]《山东省固定污染源废气 低浓度颗粒物的测定 重量法》DB37/T 2537-2014

# 附件1：方法验证方案

**《固定污染源废气 颗粒物的测定 重量法》**

**方法验证方案**

按照《环境监测分析方法标准制修订技术导则》（HJ168-2010）的要求，本方法标准邀请6家以上有资质的实验室进行验证，提供相应的《方法验证报告》。《方法验证报告》需填报实验室基本情况、方法检出限及测定下限、方法精密度、准确度等测试数据。

**1 实验室基本情况**

实验室基本情况信息，即根据实验室自身情况填写《参加验证的人员情况登记表》（表1-1）、《使用仪器情况登记表》（表1-2 ）、《使用试剂及溶剂登记表》（表1-3）。

表0‑1参加验证的人员情况登记表

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 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 |
|  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |

表0‑2使用仪器情况登记表

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 仪器名称 | 规格型号 | 仪器出厂编号 | 性能状况（计量/校准状态、量程、灵敏度等） | 备注 |
|  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |

表0‑3使用试剂及溶剂登记表

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 名称 | 生产厂家、规格 | 纯化处理方法 | 备注 |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |

**2方法检出限的确定**

在洁净室内以干净空气进行作为空白样品实验，按照方法要求验证试验，选取的采样流量为25L/min，采样时间为45min。重复7次空白试验，计算7次平行测定的标准偏差。按照公式（1.1）计算方法检出限。

（1.1）

式中：MDL——方法检出限；

n——样品的平行测定次数；

t——自由度为-1，置信度为99%时分布；

S——n次平行测定的标准偏差。

其中，当自由度为n-1，置信度为99%时的t值可参考表0-4取值：

表0-4 t值表

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 平行测定次数（） | 自由度 (-1) |  |
| 7 | 6 | 3.143 |
| 8 | 7 | 2.998 |
| 9 | 8 | 2.896 |
| 10 | 9 | 2.821 |
| 11 | 10 | 2.764 |
| 16 | 15 | 2.602 |
| 21 | 20 | 2.528 |

**3方法精密度**

由于固定污染源的工况无法始终保持稳定，污染源颗粒物浓度波动较大、试验场地的限制以及测试时间较长、被测试污染源配合限制等因素，无法在被测试单位开展长时间的验证试验，所以不同烟气类型不同浓度颗粒物的方法精密度和实验室内相对标准偏差的验证由北京市环境保护监测中心进行，针对3种不同烟气类型不同浓度颗粒物的固定源废气进行测试验证。

实验室间相对标准偏差、重复性限r和再现性限R由6家验证实验室选取了某个浓度水平的固定源废气现场进行测试和验证。

验证实验室对某一颗粒物浓度水平的固定源废气进行采样实验，在第个实验室内进行次平行测定，实验室内相对标准偏差按如下公式进行计算：







式中： ——第个实验室内对某一浓度水平样品进行的第次测试结果；

—— 第个实验室对某一浓度水平样品测试的平均值；

—— 第个实验室对某一浓度水平样品测试的标准偏差；

——第个实验室对某一浓度水平样品测试的相对标准偏差。

**4方法准确度**

由于颗粒物目前没有标准物质可以进行溯源或对实际样品进行价标分析，本标准无法进行方法准确度的验证。

**5验证数据填报**

各验证实验室将实验室基本情况、方法检出限及测定下限、方法精密度等测试数据填入如表1-5~表1-7。

**5.1方法检出限测试数据**

表0‑5方法检出限测试数据表

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 平行样品编号 | | 样品浓度(mg/m3) | | | 备注 |
| FPM | CPM | TPM |
| 测定结果 | 1 |  |  |  |  |
| 2 |  |  |  |  |
| 3 |  |  |  |  |
| 4 |  |  |  |  |
| 5 |  |  |  |  |
| 6 |  |  |  |  |
| 7 |  |  |  |  |
| 平均值（mg/m3） | |  | | |  |
| 标准偏差（mg/m3） | |  | | |  |
| t值 | |  | | |  |
| 检出限（mg/m3） | |  | | |  |

**5.2方法精密度测试数据**

表0‑6 精密度测试数据表

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 平行样品编号 | | 样品浓度(mg/m3) | | | 备注 |
| FPM | CPM | TPM |
| 测定结果 | 1 |  |  |  |  |
| 2 |  |  |  |  |
| 3 |  |  |  |  |
| 4 |  |  |  |  |
| 5 |  |  |  |  |
| 6 |  |  |  |  |
| 平均值（mg/m3） | |  | | |  |
| 标准偏差（mg/m3） | |  | | |  |
| 相对标准偏差（%） | |  | | |  |

# 附件2：方法验证报告

**方法验证报告**

方法名称：固定污染源废气 颗粒物的测定 重量法

项目主编单位：北京市环境保护监测中心

验证单位：北京市环境保护监测中心

项目负责人及职称：胡月琪高级工程师

通讯地址：北京市海淀区车公庄西路14号

报告编写人及职称：颜旭工程师

报告日期： 2017年5月17日

1原始测试数据

1.1实验室基本情况

表1‑1参加验证的人员情况登记表

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 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 |
| 胡月琪 | 男 | 46 | 高工 | 环境规划与管理 | 24 |
| 颜旭 | 女 | 30 | 工程师 | 环境工程 | 3 |

表1‑2使用仪器情况登记表

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 仪器名称 | 规格型号 | 性能状况（计量/校准状态、量程、灵敏度等） | 备注 |
| 烟尘测试仪 | 崂应3012H | 检定 | 正常 |
| 烟气冷凝器及冷凝水循环系统 | 意大利Tecora公司MCSR | 自检 | 正常 |
| 分析天平 | 瑞士MX5型 | 检定 | 正常 |

表1‑3使用试剂及溶剂登记表

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 名称 | 生产厂家、规格 | 纯化处理方法 | 备注 |
| 丙酮 | 美国J．T．Baker：色谱纯99.8% |  |  |
| 玻璃纤维滤膜 | 山东武城消防器材厂 |  |  |

1.2方法检出限测试数据

表1‑4方法检出限测试数据表

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 平行样品编号 | | 样品浓度(mg/m3) | | | 备注 |
| FPM | CPM | TPM |
| 测定结果 | 1 | 0.28 | 2.43 | 2.71 |  |
| 2 | 0.04 | 2.40 | 2.44 |  |
| 3 | 0.06 | 2.30 | 2.36 |  |
| 4 | 0.09 | 2.47 | 2.56 |  |
| 5 | 0.02 | 2.32 | 2.34 |  |
| 6 | 0.01 | 2.07 | 2.08 |  |
| 7 | 0.20 | 2.49 | 2.69 |  |
| 平均值（mg/m3） | | 2.45 | | |  |
| 标准偏差（mg/m3） | | 0.22 | | |  |
| t值 | | 3.143 | | |  |
| 检出限（mg/m3） | | 0.7 | | |  |

1.3方法精密度测试数据

表1‑5-1精密度测试数据表

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 平行号 | | 样品浓度(mg/m3) | | | | | | | | | 备注 |
| 浓度1 | | | 浓度2 | | | 浓度3 | | |
| FPM | CPM | TPM | FPM | CPM | TPM | FPM | CPM | TPM |  |
| 测定结果 | 1 | 0.28 | 2.43 | 2.71 | 16.71 | 3.05 | 19.76 | 31.21 | 6.23 | 37.44 |  |
| 2 | 0.04 | 2.40 | 2.44 | 19.98 | 3.99 | 23.95 | 16.21 | 8.07 | 24.27 |  |
| 3 | 0.06 | 2.30 | 2.36 | 14.27 | 3.78 | 18.03 | 23.47 | 8.64 | 32.11 |  |
| 4 | 0.09 | 2.47 | 2.56 | 14.74 | 2.11 | 16.84 | 35.23 | 5.29 | 40.52 |  |
| 5 | 0.02 | 2.32 | 2.34 | 15.97 | 3.55 | 19.52 | 32.60 | 6.10 | 38.71 |  |
| 6 | 0.01 | 2.07 | 2.08 | 19.73 | 1.81 | 21.53 | 37.00 | 10.64 | 47.64 |  |
| 平均值i（mg/m3） | | 2.42 | | | 19.93 | | | 36.78 | | |  |
| 标准偏差（mg/m3） | | 0.21 | | | 2.53 | | | 7.93 | | |  |
| 相对标准偏差（%） | | 8.9 | | | 12.7 | | | 21.6 | | |  |

表1‑5-2精密度测试数据表

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 平行样品编号 | | 样品浓度(mg/m3) | | | 备注 |
| FPM | CPM | TPM |
| 测定结果 | 1 | 0.28 | 2.43 | 2.71 |  |
| 2 | 0.04 | 2.40 | 2.44 |  |
| 3 | 0.06 | 2.30 | 2.36 |  |
| 4 | 0.09 | 2.47 | 2.56 |  |
| 5 | 0.02 | 2.32 | 2.34 |  |
| 6 | 0.01 | 2.07 | 2.08 |  |
| 7 | 0.20 | 2.49 | 2.69 |  |
| 平均值（mg/m3） | | 2.45 | | |  |
| 标准偏差（mg/m3） | | 0.22 | | |  |
| 相对标准偏差（%） | | 9.0 | | |  |

1.4其他需要说明的问题

**方法验证报告**

方法名称：固定污染源废气 颗粒物的测定 重量法

项目主编单位：北京市环境保护监测中心

验证单位：通州区环境保护监测站

项目负责人及职称：胡月琪高级工程师

通讯地址：北京市通州区运河西大街248号

报告编写人及职称：张勇工程师

报告日期： 2017年5月17日

1原始测试数据

1.1实验室基本情况

表1‑1参加验证的人员情况登记表

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 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 |
| 张勇 | 男 | 47 | 工程师 | 环境管理 | 26 |
| 罗小林 | 男 | 32 | 工程师 | 能源动力与资源工程 | 3 |

表1‑2使用仪器情况登记表

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 仪器名称 | 规格型号 | 性能状况（计量/校准状态、量程、灵敏度等） | 备注 |
| 烟尘测试仪 | 崂应3012H | 检定 | 正常 |
| 烟气冷凝器及冷凝水循环系统 | 意大利Tecora公司MCSR | 自检 | 正常 |
| 分析天平 | 瑞士MX5型 | 检定 | 正常 |

表1‑3使用试剂及溶剂登记表

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 名称 | 生产厂家、规格 | 纯化处理方法 | 备注 |
| 丙酮 | 美国J．T．Baker：色谱纯99.8% |  |  |
| 玻璃纤维滤膜 | 山东武城消防器材厂 |  |  |

1.2方法检出限测试数据

表1‑4方法检出限测试数据表

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 平行样品编号 | | 样品浓度(mg/m3) | | | 备注 |
| FPM | CPM | TPM |
| 测定结果 | 1 | 0.08 | 1.61 | 1.68 |  |
| 2 | 0.00 | 1.87 | 1.87 |  |
| 3 | 0.03 | 2.32 | 2.35 |  |
| 4 | 0.02 | 2.11 | 2.13 |  |
| 5 | 0.06 | 2.06 | 2.12 |  |
| 6 | 0.02 | 2.05 | 2.07 |  |
| 7 | 0.01 | 1.64 | 1.66 |  |
| 平均值（mg/m3） | | 1.98 | | |  |
| 标准偏差（mg/m3） | | 0.26 | | |  |
| t值 | | 3.143 | | |  |
| 检出限（mg/m3） | | 0.8 | | |  |

1.3方法精密度测试数据

表1‑5精密度测试数据表

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 平行样品编号 | | 样品浓度(mg/m3) | | | 备注 |
| FPM | CPM | TPM |
| 测定结果 | 1 | 0.08 | 1.61 | 1.68 |  |
| 2 | 0.00 | 1.87 | 1.87 |  |
| 3 | 0.03 | 2.32 | 2.35 |  |
| 4 | 0.02 | 2.11 | 2.13 |  |
| 5 | 0.06 | 2.06 | 2.12 |  |
| 6 | 0.02 | 2.05 | 2.07 |  |
| 7 | 0.01 | 1.64 | 1.66 |  |
| 平均值（mg/m3） | | 1.98 | | |  |
| 标准偏差（mg/m3） | | 0.26 | | |  |
| 相对标准偏差（%） | | 12.9 | | |  |

1.4其他需要说明的问题

**方法验证报告**

方法名称：固定污染源废气 颗粒物的测定 重量法

项目主编单位：北京市环境保护监测中心

验证单位：房山区环境保护监测站

项目负责人及职称：胡月琪高级工程师

通讯地址：北京市房山区燕房路48号

报告编写人及职称：刘辉高级工程师

报告日期： 2017年5月17日

1原始测试数据

1.1实验室基本情况

表1‑1参加验证的人员情况登记表

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 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 |
| 刘伟 | 男 | 46 | 站长 | 环境工程 | 21 |
| 刘辉 | 男 | 38 | 高工 | 环境工程 | 13 |

表1‑2使用仪器情况登记表

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 仪器名称 | 规格型号 | 性能状况（计量/校准状态、量程、灵敏度等） | 备注 |
| 烟尘测试仪 | 崂应3012H | 检定 | 正常 |
| 烟气冷凝器及冷凝水循环系统 | 意大利Tecora公司MCSR | 自检 | 正常 |
| 分析天平 | 瑞士MX5型 | 检定 | 正常 |

表1‑3使用试剂及溶剂登记表

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 名称 | 生产厂家、规格 | 纯化处理方法 | 备注 |
| 丙酮 | 美国J．T．Baker：色谱纯99.8% |  |  |
| 玻璃纤维滤膜 | 山东武城消防器材厂 |  |  |

1.2方法检出限测试数据

表1‑4方法检出限测试数据表

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 平行样品编号 | | 样品浓度(mg/m3) | | | 备注 |
| FPM | CPM | TPM |
| 测定结果 | 1 | 0.13 | 3.56 | 3.69 |  |
| 2 | 0.02 | 3.34 | 3.36 |  |
| 3 | 0.02 | 2.87 | 2.89 |  |
| 4 | 0.01 | 3.13 | 3.14 |  |
| 5 | 0.21 | 3.56 | 3.77 |  |
| 6 | 0.02 | 3.14 | 3.16 |  |
| 7 | 0.02 | 3.15 | 3.17 |  |
| 平均值（mg/m3） | | 3.31 | | |  |
| 标准偏差（mg/m3） | | 0.32 | | |  |
| t值 | | 3.143 | | |  |
| 检出限（mg/m3） | | 1.0 | | |  |

1.3方法精密度测试数据

表1‑5精密度测试数据表

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 平行样品编号 | | 样品浓度(mg/m3) | | | 备注 |
| FPM | CPM | TPM |
| 测定结果 | 1 | 0.13 | 3.56 | 3.69 |  |
| 2 | 0.02 | 3.34 | 3.36 |  |
| 3 | 0.02 | 2.87 | 2.89 |  |
| 4 | 0.01 | 3.13 | 3.14 |  |
| 5 | 0.21 | 3.56 | 3.77 |  |
| 6 | 0.02 | 3.14 | 3.16 |  |
| 7 | 0.02 | 3.15 | 3.17 |  |
| 平均值（mg/m3） | | 3.31 | | |  |
| 标准偏差（mg/m3） | | 0.32 | | |  |
| 相对标准偏差（%） | | 9.6 | | |  |

1.4其他需要说明的问题

**方法验证报告**

方法名称：固定污染源废气 颗粒物的测定 重量法

项目主编单位：北京市环境保护监测中心

验证单位：延庆区环境保护监测站

项目负责人及职称：胡月琪高级工程师

通讯地址：北京市延庆区延庆镇香苑街4号

报告编写人及职称：王京伟工程师

报告日期： 2017年5月17日

1原始测试数据

1.1实验室基本情况

表1‑1参加验证的人员情况登记表

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 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 |
| 王京伟 | 男 | 32 | 工程师 | 环境监测 | 12 |
| 许超 | 男 | 27 | 助理工程师 | 环境工程 | 3 |

表1‑2使用仪器情况登记表

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 仪器名称 | 规格型号 | 性能状况（计量/校准状态、量程、灵敏度等） | 备注 |
| 烟尘测试仪 | 崂应3012H | 检定 | 正常 |
| 烟气冷凝器及冷凝水循环系统 | 意大利Tecora公司MCSR | 自检 | 正常 |
| 分析天平 | 瑞士MX5型 | 检定 | 正常 |

表1‑3使用试剂及溶剂登记表

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 名称 | 生产厂家、规格 | 纯化处理方法 | 备注 |
| 丙酮 | 美国J．T．Baker：色谱纯99.8% |  |  |
| 玻璃纤维滤膜 | 山东武城消防器材厂 |  |  |

1.2方法检出限测试数据

表1‑4方法检出限测试数据表

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 平行样品编号 | | 样品浓度(mg/m3) | | | 备注 |
| FPM | CPM | TPM |
| 测定结果 | 1 | 0.03 | 3.28 | 3.31 |  |
| 2 | 0.04 | 4.01 | 4.05 |  |
| 3 | 0.01 | 3.72 | 3.73 |  |
| 4 | 0.02 | 3.72 | 3.74 |  |
| 5 | 0.10 | 3.54 | 3.64 |  |
| 6 | 0.01 | 4.00 | 4.01 |  |
| 7 | 0.03 | 3.90 | 3.93 |  |
| 平均值（mg/m3） | | 3.77 | | |  |
| 标准偏差（mg/m3） | | 0.26 | | |  |
| t值 | | 3.143 | | |  |
| 检出限（mg/m3） | | 0.8 | | |  |

1.3方法精密度测试数据

表1‑5精密度测试数据表

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 平行样品编号 | | 样品浓度(mg/m3) | | | 备注 |
| FPM | CPM | TPM |
| 测定结果 | 1 | 0.03 | 3.28 | 3.31 |  |
| 2 | 0.04 | 4.01 | 4.05 |  |
| 3 | 0.01 | 3.72 | 3.73 |  |
| 4 | 0.02 | 3.72 | 3.74 |  |
| 5 | 0.10 | 3.54 | 3.64 |  |
| 6 | 0.01 | 4.00 | 4.01 |  |
| 7 | 0.03 | 3.90 | 3.93 |  |
| 平均值（mg/m3） | | 3.77 | | |  |
| 标准偏差（mg/m3） | | 0.26 | | |  |
| 相对标准偏差（%） | | 6.8 | | |  |

1.4其他需要说明的问题

**方法验证报告**

方法名称：固定污染源废气 颗粒物的测定 重量法

项目主编单位：北京市环境保护监测中心

验证单位：北京华测北方检测技术有限公司

项目负责人及职称：胡月琪高级工程师

通讯地址：北京经济技术开发区科创十四街99号21幢

报告编写人及职称：吴航航工程师

报告日期： 2017年5月17日

1原始测试数据

1.1实验室基本情况

表1‑1参加验证的人员情况登记表

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 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 |
| 文唤成 | 男 | 39 | 工程师 | 环境工程 | 13 |
| 吴航航 | 男 | 33 | 工程师 | 环境工程 | 7 |

表1‑2使用仪器情况登记表

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 仪器名称 | 规格型号 | 性能状况（计量/校准状态、量程、灵敏度等） | 备注 |
| 烟尘测试仪 | 崂应3012H | 检定 | 正常 |
| 烟气冷凝器及冷凝水循环系统 | 意大利Tecora公司MCSR | 自检 | 正常 |
| 分析天平 | 瑞士MX5型 | 检定 | 正常 |

表1‑3使用试剂及溶剂登记表

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 名称 | 生产厂家、规格 | 纯化处理方法 | 备注 |
| 丙酮 | 美国J．T．Baker：色谱纯99.8% |  |  |
| 玻璃纤维滤膜 | 山东武城消防器材厂 |  |  |

1.2方法检出限测试数据

表1‑4方法检出限测试数据表

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 平行样品编号 | | 样品浓度(mg/m3) | | | 备注 |
| FPM | CPM | TPM |
| 测定结果 | 1 | 0.10 | 2.98 | 3.08 |  |
| 2 | 0.06 | 2.46 | 2.52 |  |
| 3 | 0.06 | 2.34 | 2.40 |  |
| 4 | 0.09 | 2.67 | 2.76 |  |
| 5 | 0.27 | 2.52 | 2.79 |  |
| 6 | 0.35 | 2.78 | 3.13 |  |
| 7 | 0.30 | 2.37 | 2.67 |  |
| 平均值（mg/m3） | | 2.76 | | |  |
| 标准偏差（mg/m3） | | 0.27 | | |  |
| t值 | | 3.143 | | |  |
| 检出限（mg/m3） | | 0.8 | | |  |

1.3方法精密度测试数据

表1‑5精密度测试数据表

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 平行样品编号 | | 样品浓度(mg/m3) | | | 备注 |
| FPM | CPM | TPM |
| 测定结果 | 1 | 0.10 | 2.98 | 3.08 |  |
| 2 | 0.06 | 2.46 | 2.52 |  |
| 3 | 0.06 | 2.34 | 2.40 |  |
| 4 | 0.09 | 2.67 | 2.76 |  |
| 5 | 0.27 | 2.52 | 2.79 |  |
| 6 | 0.35 | 2.78 | 3.13 |  |
| 7 | 0.30 | 2.37 | 2.67 |  |
| 平均值（mg/m3） | | 2.76 | | |  |
| 标准偏差（mg/m3） | | 0.27 | | |  |
| 相对标准偏差（%） | | 9.7 | | |  |

1.4其他需要说明的问题

**方法验证报告**

方法名称：固定污染源废气 颗粒物的测定 重量法

项目主编单位：北京市环境保护监测中心

验证单位：北京理化分析测试中心

项目负责人及职称：胡月琪高级工程师

通讯地址：北京市海淀区西三环北路27号

报告编写人及职称：魏炜工程师

报告日期： 2017年5月17日

1原始测试数据

1.1实验室基本情况

表1‑1参加验证的人员情况登记表

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 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 |
| 邵鹏 | 男 | 37 | 副研究员 | 环境科学 | 12 |
| 魏炜 | 男 | 31 | 工程师 | 环境科学 | 8 |

表1‑2使用仪器情况登记表

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 仪器名称 | 规格型号 | 性能状况（计量/校准状态、量程、灵敏度等） | 备注 |
| 烟尘测试仪 | 崂应3012H | 检定 | 正常 |
| 烟气冷凝器及冷凝水循环系统 | 意大利Tecora公司MCSR | 自检 | 正常 |
| 分析天平 | 瑞士MX5型 | 检定 | 正常 |

表1‑3使用试剂及溶剂登记表

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 名称 | 生产厂家、规格 | 纯化处理方法 | 备注 |
| 丙酮 | 美国J．T．Baker：色谱纯99.8% |  |  |
| 玻璃纤维滤膜 | 山东武城消防器材厂 |  |  |

1.2方法检出限测试数据

表1‑4方法检出限测试数据表

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 平行样品编号 | | 样品浓度(mg/m3) | | | 备注 |
| FPM | CPM | TPM |
| 测定结果 | 1 | 0.07 | 2.28 | 2.35 |  |
| 2 | 0.14 | 2.62 | 2.76 |  |
| 3 | 0.01 | 2.45 | 2.46 |  |
| 4 | 0.04 | 2.91 | 2.95 |  |
| 5 | 0.06 | 2.74 | 2.80 |  |
| 6 | 0.25 | 2.36 | 2.61 |  |
| 7 | 0.19 | 1.94 | 2.13 |  |
| 平均值（mg/m3） | | 2.58 | | |  |
| 标准偏差（mg/m3） | | 0.29 | | |  |
| t值 | | 3.143 | | |  |
| 检出限（mg/m3） | | 0.9 | | |  |

1.3方法精密度测试数据

表1‑5精密度测试数据表

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 平行样品编号 | | 样品浓度(mg/m3) | | | 备注 |
| FPM | CPM | TPM |
| 测定结果 | 1 | 0.07 | 2.28 | 2.35 |  |
| 2 | 0.14 | 2.62 | 2.76 |  |
| 3 | 0.01 | 2.45 | 2.46 |  |
| 4 | 0.04 | 2.91 | 2.95 |  |
| 5 | 0.06 | 2.74 | 2.80 |  |
| 6 | 0.25 | 2.36 | 2.61 |  |
| 7 | 0.19 | 1.94 | 2.13 |  |
| 平均值（mg/m3） | | 2.58 | | |  |
| 标准偏差（mg/m3） | | 0.29 | | |  |
| 相对标准偏差（%） | | 11.1 | | |  |

1.4其他需要说明的问题