



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 104359717 B

(45)授权公告日 2017.05.17

(21)申请号 201410654413.1

G01N 5/04(2006.01)

(22)申请日 2014.11.17

G01N 15/06(2006.01)

(65)同一申请的已公布的文献号

审查员 曾武

申请公布号 CN 104359717 A

(43)申请公布日 2015.02.18

(73)专利权人 上海明华电力技术工程有限公司

地址 200437 上海市虹口区邯郸路171号9

号楼801室

专利权人 上海电力股份有限公司

(72)发明人 陶雷行 陆骏超 岳春妹 陈睿

(74)专利代理机构 上海科盛知识产权代理有限公司

公司 31225

代理人 蒋亮珠

(51)Int.Cl.

G01N 1/14(2006.01)

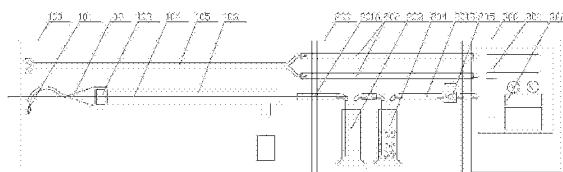
权利要求书2页 说明书9页 附图1页

(54)发明名称

一种污染源湿度饱和烟气中低浓度颗粒物  
采样测试装置及方法

(57)摘要

本发明涉及一种污染源湿度饱和烟气中低浓度颗粒物采样测试装置及方法,该装置包括依次连接的颗粒物采样探管(100)、烟气干燥除湿单元(200)、大流量自动采样仪(300)。该测试方法明确了采样测试步骤与质量保证措施。该测试方法适用于烟气温处于水露点区间、湿度饱和并含有液态水滴的、颗粒物浓度低于 $10\text{mg}/\text{m}^3$ (标准状态干烟气)的测量。与现有技术相比,本发明具有测试准确、操作简便等优点。



1. 一种采用污染源湿度饱和烟气中低浓度颗粒物采样测试装置进行的污染源湿度饱和烟气中低浓度颗粒物采样测试方法,所述的装置包括依次连接的颗粒物采样探管(100)、烟气干燥除湿单元(200)、大流量自动采样仪(300):

所述的颗粒物采样探管(100)包括等速采样嘴(101)、前置采样过滤器(102)、采样管(104)、皮托管(105)及采样探管加热系统(106),所述的等速采样嘴(101)通过前置采样过滤器(102)连接采样管(104),该前置采样过滤器(102)与采样管(104)置于采样探管加热系统(106)内,所述前置采样过滤器(102)的后端内置滤膜持盒(103);

所述的烟气干燥除湿单元(200)包括采样软管(201)、压力传递软管(202)、缓冲罐(203)、干燥罐(204)、采样逆止阀(205),所述的采样管(104)通过采样软管(201)依次连接缓冲罐(203)、干燥罐(204)、采样逆止阀(205),然后连接至大流量自动采样仪(300);所述的压力传递软管(202)一端连接皮托管(105)另一端连接大流量自动采样仪(300);

所述的大流量自动采样仪(300)包括自动采样控制器(301)、大流量采样泵(302),大流量采样泵(302)的电源与控制线连接到自动采样控制器(301),其特征在于:所述的测试方法包括以下步骤:

(1) 精确称量滤膜的重量,并安装两张滤膜于滤膜持盒(103)中,其中一张滤膜不参与烟气采样作为空白滤膜,设定采样探管加热系统(106)的加热温度,对颗粒物采样探管(100)进行预热;

(2) 将颗粒物采样探管(100)伸入烟道测孔,放在需要测量的第一个测点上,接通大流量自动采样仪(300),设定到动压自动跟踪采样模式,根据设定的持续采样时间以及采样点总数,以等时间采样原则,设定每个采样点的采样持续时间;

(3) 开启大流量自动采样仪(300),大流量采样泵(302)将烟气从等速采样嘴(101)吸入,依次经过前置采样过滤器(102)、采样管(104)、采样软管(201)、缓冲罐(203)、干燥罐(204)、采样逆止阀(205)后进入大流量自动采样仪(300);自动采样控制器(301)根据测点烟气动压的测量结果自动调节采样流量,保持等速采样,完成第一点采样后,将采样探管移至第二点位置进行采样,逐点移动探管,直至采样完成;

(4) 取出采样后的滤膜以及空白滤膜,并精确称量滤膜重量,计算采样滤膜的增重量,以及空白滤膜的质量变化;

(5) 用内置高纯水的洗瓶洗涤等速采样嘴(101)与前置采样过滤器(102)前端弯管,洗涤水收集到称量瓶中,计算称量瓶的增重量以及称量瓶环境空白,从而得出颗粒物浓度= $(\text{滤膜增重}-\text{滤膜空白}+\text{称量瓶增重}-\text{称量瓶环境空白})/\text{标准状态干烟气采样体积}$ 。

2. 根据权利要求1所述的一种污染源湿度饱和烟气中低浓度颗粒物采样测试方法,其特征在于,所述的等速采样嘴(101)与前置采样过滤器(102)的前端采用螺纹连接,等速采样嘴(101)可更换。

3. 根据权利要求1所述的一种污染源湿度饱和烟气中低浓度颗粒物采样测试方法,其特征在于,所述的前置采样过滤器(102)的前端为弯管,后端内置滤膜持盒(103),该滤膜持盒(103)内设有直径为40mm的滤膜。

4. 根据权利要求1所述的一种污染源湿度饱和烟气中低浓度颗粒物采样测试方法,其特征在于,所述的前置采样过滤器(102)外及采样管(104)外包覆采样探管加热系统(106),该采样探管加热系统(106)设有温度控制器,控制加热温度高达300℃。

5. 根据权利要求1所述的一种污染源湿度饱和烟气中低浓度颗粒物采样测试方法,其特征在于,所述的采样管(104)根据烟道尺寸制作成不同长度,保证烟道测量断面的测点布置。

6. 根据权利要求1所述的一种污染源湿度饱和烟气中低浓度颗粒物采样测试方法,其特征在于,所述的皮托管(105)为S型,两根管呈靠背状设置,其长度与颗粒物采样探管(100)的长度相匹配,皮托管(105)与采样探管100一体化安装,或者可脱卸式安装;两根皮托管(105)分别与两根压力传递软管(202)连接。

7. 根据权利要求1所述的一种污染源湿度饱和烟气中低浓度颗粒物采样测试方法,其特征在于,所述的采样软管(201)分为二段,前段采样软管(201A)与缓冲罐(203)、干燥罐(204)及后段采样软管(201B)前后串联,干燥罐(204)出口用后段采样软管(201B)连接到大流量自动采样仪(300)的吸气口,吸气口前设置采样逆止阀(205)。

8. 根据权利要求1所述的一种污染源湿度饱和烟气中低浓度颗粒物采样测试方法,其特征在于,所述的采样软管(201)与压力传递软管(202)长度保持一致;所述的缓冲罐(203)空置或内置双氧水,起缓冲与截留烟气携带液态水或起缓冲、截留烟气携带液态水与洗涤酸性气体的作用,所述的干燥罐(204)内置变色硅胶吸收烟气残余湿度,使吸入大流量自动采样仪(300)的烟气呈干燥状态,两根压力传递软管(202)连接到大流量自动采样仪(300)的动压传递口,将烟气动压传递给大流量自动采样仪(300)。

9. 权利要求1所述的污染源湿度饱和烟气中低浓度颗粒物采样测试方法,其特征在于,所述的滤膜采用玻璃纤维滤膜或石英纤维滤膜,对 $0.3\mu\text{m}$ 标准粒子的截留效率 $\geq 99\%$ ;

所述的称量瓶采用硼硅玻璃制或石英玻璃制 $\Phi 60\text{mm}\times h30\text{mm}$ 的称量瓶;

所述的等速采样嘴(101)的流量范围为 $60\text{L}/\text{min}\sim 110\text{L}/\text{min}$ ,所述的大流量采样泵(302)的抽吸负压为 $-6\text{kPa}$ 。

## 一种污染源湿度饱和烟气中低浓度颗粒物采样测试装置及方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及一种低浓度颗粒物测定方法,且特别涉及一种燃煤电厂烟气湿度饱和状态下的低浓度颗粒物的测定方法。

### 背景技术

[0002] 电力环境保护烟气污染控制对象主要是颗粒物、二氧化硫与氮氧化物。典型烟气污染物控制技术路线着重于脱硝、除尘与脱硫。经过烟气脱硫后,脱硫出口烟气温度低至水露点(约50℃),湿度饱和,并夹杂着液态水,颗粒物浓度通常为 $20\text{mg}/\text{m}^3$  (标准状态干烟气)。为了实现超净排放,低低温电除尘或湿式电除尘等技术的运用,使烟气颗粒物浓度更低至 $10\text{mg}/\text{m}^3$  (标准状态干烟气)以下。随之带来了污染物浓度的检测问题,如果仍沿用传统测量方法,受烟气中各种因素影响,测量结果将带入较大的测量误差(测量不确定度)而无法反映实际情况。

[0003] 常规烟气中颗粒物测量标准(如GB16157-1996)规定了烟气温度在(70~80)℃以上(均明显高于水露点温度约50℃)、湿度适当的不含液态水的烟气环境中颗粒物的测量程序,且测量浓度通常大于 $50\text{mg}/\text{m}^3$  (标准状态干烟气),测量不确定度通常为5%~10%。

[0004] 脱硫出口烟气的低温、湿度饱和、含液态水与颗粒物浓度偏低等不良因素都影响到测量精度。常规测量方法采用重量法,通过无碱玻璃纤维制作的、粒径大于 $0.3\mu\text{m}$ 的捕集效率很高的滤筒过滤烟气采集颗粒物,通过滤筒增重与烟气采集体积的比计算单位体积颗粒物质量来测量烟气颗粒物浓度。在测量过程中存在如下问题:1. 由于高湿烟气的液态水被截留在滤筒内,在水露点温度区间水分无法蒸发而集聚在滤层内,造成烟气过滤阻力升高,滤筒受力增加,同时因滤层含水,滤层内压实的纤维粘接能力降低,在持续抽气过程中易于穿透,使测量无效;2. 烟气中液态水聚集了大量微细颗粒物,使烟气中颗粒物分布不均匀度大幅增加,烟道内置结构件(加强筋、支架等)加剧了不均匀程度,当测量中采集到液滴将使测量值偏高,测量误差偏大;3. 由于烟气中颗粒物浓度很低,必须延长采样时间、增加采样体积,使滤筒称量中采用万分之一天平能远离检出限,以保证称量的误差控制在可接受的范围内。但是因为烟气湿度很大,极大的影响到滤筒持续采样时间,无法实现大体积采样。综上,采用常规测量方法不适用于高湿低温的烟气环境,无法测量低浓度颗粒物。

### 发明内容

[0005] 本发明的目的就是为了解决上述现有技术存在的缺陷而提供一种测试准确、操作简便的污染源湿度饱和烟气中低浓度颗粒物采样测试方法。

[0006] 本发明的目的可以通过以下技术方案来实现:一种污染源湿度饱和烟气中低浓度颗粒物采样测试装置,其特征在于,该装置包括依次连接的颗粒物采样探管、烟气干燥除湿单元、大流量自动采样仪:

[0007] 所述的颗粒物采样探管包括等速采样嘴、前置采样过滤器、采样管、皮托管及采样探管加热系统,所述的等速采样嘴通过前置采样过滤器连接采样管,该前置采样过滤器与

采样管置于采样探管加热系统内；

[0008] 所述的烟气干燥除湿单元包括采样软管、压力传递软管、缓冲罐、干燥罐、采样逆止阀,所述的采样管通过采样软管依次连接缓冲罐、干燥罐、采样逆止阀,然后连接至大流量自动采样仪;所述的压力传递软管一端连接皮托管另一端连接大流量自动采样仪;

[0009] 所述的大流量自动采样仪包括自动采样控制器、大流量采样泵,大流量采样泵的电源与控制线连接到自动采样控制器。

[0010] 所述的等速采样嘴与前置采样过滤器的前端采用螺纹连接,等速采样嘴可更换;

[0011] 所述的前置采样过滤器的前端为弯管,后端内置滤膜持盒,该滤膜持盒内可安装直径为40mm的滤膜。

[0012] 所述的前置采样过滤器外及采样管外包覆采样探管加热系统,该采样探管加热系统设有温度控制器,控制加热温度高达300℃。

[0013] 所述的采样管根据烟道尺寸制作成不同长度,保证烟道测量断面的测点布置。

[0014] 所述的皮托管采用S型,两根管呈靠背状设置,其长度与颗粒物采样探管的长度相匹配,皮托管与采样探管一体化安装,或者可脱卸式安装;两根皮托管分别与两根压力传递软管连接。

[0015] 所述的采样软管分为二段,前段采样软管与缓冲罐、干燥罐及后段采样软管前后串联,干燥罐出口用后段采样软管连接到大流量自动采样仪的吸气口,吸气口前设置采样逆止阀。

[0016] 所述的采样软管与压力传递软管长度保持一致;所述的缓冲罐空置或内置双氧水,起缓冲与截留烟气携带液态水或起缓冲、截留烟气携带液态水与洗涤酸性气体的作用,所述的干燥罐内置变色硅胶吸收烟气残余湿度,使吸入大流量自动采样仪的烟气呈干燥状态,两根压力传递软管连接到大流量自动采样仪的动压传递口,将烟气动压传递给大流量自动采样仪。

[0017] 一种采用所述装置进行污染源湿度饱和烟气中低浓度颗粒物采样测试方法,其特征在于,该方法包括以下步骤:

[0018] (1) 精确称量滤膜的重量,并安装两种滤膜于滤膜持盒中,其中一张滤膜不参与取样作为空白滤膜,设定采样探管加热系统的加热温度,对颗粒物采样探管进行预热;

[0019] (2) 将颗粒物采样探管伸入烟道测孔,放在需要测量的第一个测点上,接通大流量自动采样仪,设定到动压自动跟踪采样模式,根据设定的持续采样时间以及采样点总数,以等时间采样原则,设定每个采样点的采样持续时间;

[0020] (3) 开启大流量自动采样仪,大流量采样泵将烟气从等速采样嘴吸入,依次经过前置采样过滤器、采样管、采样软管、缓冲罐、干燥罐、采样逆止阀后进入大流量自动采样仪;自动采样控制器根据测点烟气动压的测量结果自动调节采样流量,保持等速采样,完成第一点采样后,将采样探管移至第二点位置进行采样,逐点移动探管,直至采样完成;

[0021] (4) 取出采样后的滤膜以及空白滤膜,并精确称量滤膜重量,计算采样滤膜的增重量,以及空白滤膜的质量变化;

[0022] (5) 用内置高纯水的洗瓶洗涤等速采样嘴与采样过滤器前端弯管,洗涤水收集到称量瓶中,计算称量瓶的增重量以及称量瓶环境空白,从而得出颗粒物浓度=(滤膜增重-滤膜空白+称量瓶增重-称量瓶环境空白)/标准状态干烟气采样体积。

[0023] 所述的滤膜采用玻璃纤维滤膜或石英纤维滤膜,对 $0.3\mu\text{m}$ 标准粒子的截留效率 $\geq 99\%$ ;

[0024] 所述的称量瓶采用硼硅玻璃制或石英玻璃制 $\Phi 60\text{mm}\times h30\text{mm}$ 的称量瓶;

[0025] 所述的等速采样嘴的流量范围为 $60\text{L}/\text{min}\sim 110\text{L}/\text{min}$ ,所述的大流量采样泵的抽吸负压为 $-6\text{kPa}$ 。

[0026] 本发明研发了适用于烟气温度处于水露点区间、湿度饱和并含有液态水滴的、颗粒物浓度低于 $10\text{mg}/\text{m}^3$  (标准状态干烟气)的测量方法。

[0027] 本发明适用于烟气温度处于水露点区间、湿度饱和并含有液态水滴的、颗粒物浓度较低的烟道内置式加热探管、滤膜过滤、配置大体积采样泵的烟气颗粒物采样系统。

[0028] 本发明编制了适用于烟气温度处于水露点区间、湿度饱和并含有液态水滴的、颗粒物浓度低于 $10\text{mg}/\text{m}^3$  (标准状态干烟气)的、涉及从采样仪器/系统准备、采样前后滤膜称量与修正、颗粒物全部采集等全过程的颗粒物测量质量控制程序/步骤。

[0029] 与现有技术相比,本发明制定了固定污染源湿度饱和和低温烟气中低浓度颗粒物测量方法。与已有的颗粒物测量标准GB16157-1996《固定污染源排气中颗粒物测定与气态污染物采样方法》相比,在保证相同的测量精度情况下,在湿度饱和和低温低浓度颗粒物测量方面采取了诸多措施,从消除或避免了饱和湿气影响,建立完善了低浓度称量及修正体系,实施全过程质量控制提高测量不确定度等措施,建立了切实可行的测量方法。与已有的ISO 12141:2002 Stationary source emissions -Determination of mass concentration of particulate matter (dust) at low concentrations-Manual gravimetric method相比,在适应湿度饱和和低温烟气方面采取了特定措施,建立了可行的采样系统。在称量体系方面避开了十万分之一天平的使用,通过加强称量值修正与大体积采样的方法,降低了称量门槛,使本测量方法更具有可实施性,便于各种常规检测单位使用。

## 附图说明

[0030] 图1为本发明装置的示意图。

## 具体实施方式

[0031] 下面结合附图和具体实施例对本发明进行详细说明。

[0032] 实施例1

[0033] 如图1所示,一种污染源湿度饱和烟气中低浓度颗粒物采样测试装置,适用于烟气温度处于水露点区间、湿度饱和并含有液态水滴的、颗粒物浓度低于 $10\text{mg}/\text{m}^3$  (标准状态干烟气)的采样,该装置包括依次连接的颗粒物采样探管100、烟气干燥除湿单元200、大流量自动采样仪300:

[0034] 所述的颗粒物采样探管100包括等速采样嘴101、前置采样过滤器102、采样管104、皮托管105及采样探管加热系统106,所述的等速采样嘴101通过前置采样过滤器102连接采样管104,该前置采样过滤器与采样管104置于采样探管加热系统106内;所述的等速采样嘴101与前置采样过滤器102的前端采用螺纹连接,等速采样嘴101可更换;所述的采样过滤器102的前端为弯管,符合GB16157标准的技术规范要求。后端内置滤膜持盒103,该滤膜持盒103内可安装直径为 $40\text{mm}$ 的滤膜。所述的采样过滤器102外及后置采样管104外包覆采样探

管加热系统106,该采样探管加热系统106设有温度控制器,控制加热温度高达300℃,保持滤膜在采样期间始终处于干燥状态。等速采样嘴101可更换,以保持颗粒物的等速采样。采用大流量采样仪能尽可能多的采集烟气,缩短采用时间,增加颗粒物采集量,在低浓度颗粒物测定中非常重要。所述的采样管104根据烟道尺寸制作成不同长度,保证烟道测量断面的测点布置(通常在1.0~4.0米)。所述的皮托管105采用S型,两根管呈靠背状设置,其长度与颗粒物采样探管100的长度相匹配,皮托管105制作符合GB16157标准的技术要求,皮托管105与采样探管100一体化安装,或者可脱卸式安装;两根皮托管105分别与两根压力传递软管202连接。

[0035] 所述的烟气干燥除湿单元200包括采样软管201、压力传递软管202、缓冲罐203、干燥罐204、采样逆止阀205,所述的采样管104通过采样软管201依次连接缓冲罐203、干燥罐204、采样逆止阀205,然后连接至大流量自动采样仪300;所述的压力传递软管202一端连接皮托管105另一端连接大流量自动采样仪300;所述的采样软管201分为二段,前段采样软管201A与缓冲罐203、干燥罐204及后段采样软管201B前后串联,干燥罐204出口用后段采样软管201B连接到大流量自动采样仪300的吸气口,吸气口前设置采样逆止阀205。所述的采样软管201与压力传递软管202长度保持一致;所述的缓冲罐203空置或内置双氧水,起缓冲与截留烟气携带液态水或起缓冲、截留烟气携带液态水与洗涤酸性气体的作用,所述的干燥罐204内置变色硅胶吸收烟气残余湿度,使吸入大流量自动采样仪300的烟气呈干燥状态,两根压力传递软管202连接到大流量自动采样仪300的动压传递口,将烟气动压传递给大流量自动采样仪300。

[0036] 所述的大流量自动采样仪300包括自动采样控制器301、大流量采样泵302,大流量采样泵302的电源与控制线连接到自动采样控制器301。自动采样控制器301具有根据感知的烟气动压、输入的烟温与湿度等参数自动调节抽气流量以保证等速采样(即流入采样嘴的烟气速度与烟道内采样嘴所在点位的流速相同)的功能,也具有设定流量下的定流量采样功能,具备较好的人机交互界面。

[0037] 大流量采样泵302最大持续采样流量能大于110L/min,抽吸负压为-6kPa。采样过程中,大流量自动采样仪300可自动记录测量期间的计前压力、计前温度、瞬时流量与累计采样体积,自动计算标准状态干烟气采样体积。

[0038] 采用上述装置进行采样实验,具体步骤如下:

[0039] 1 准备

[0040] 1.1 采样滤膜与称量瓶准备

[0041] (1) 从滤膜盒中取出适量滤膜,逐张检查滤膜完好。

[0042] (2) 准备放置滤膜用的自封袋,自封袋外用记号笔做好标记。

[0043] (3) 按照称量程序准备天平,要求天平感量为0.0001g,分别用0.5g与25g标准砝码校准天平,记录偏差,分别作为滤膜称量值与玻璃称量瓶称量值的修正系数。

[0044] (4) 将滤膜放至已编号的清洗净的表面皿上,再分摊在瓷盘上。烘箱设定到105℃,启动升温至设定点,放入瓷盘干燥2小时,干燥完成后瓷盘(滤膜)从烘箱中取出,用玻璃干燥器快速移入恒温恒湿箱,恒温恒湿箱参数控制在:温度25℃±1℃、相对湿度50%±5%。冷却至设定温度(25℃,约30min,记录冷却时间)。

[0045] (5) 逐张将滤膜放回玻璃干燥器,移至天平室,从干燥器中取出,放置到秤盘上称

量,记录取出时间,称量读数稳定后记录称量值及读数时间,再放回原表面皿,放回玻璃干燥器,按此程序依次称量完成。

[0046] (6) 将盛有滤膜的表面皿再入烘箱干燥30min,取出后冷却至设定温度(保持与第一次冷却时间相同,如30min),再次进行称量并记录。如果二次称量值偏差低于0.4mg,以最低的一次称量值为滤膜空白质量。如果偏差不符合要求,再次干燥30min,再次称量,直至符合要求。

[0047] (7) 已称量滤膜放入已准备的自封袋内。拿取自封袋时应注意已标记的顺序,按从小到大的顺序依次放置并记录为滤膜编号。

[0048] (8) 准备  $\phi 60\text{mm} \times h 30\text{mm}$  的称量瓶(根据采样量配置相应数量+2),编号、洗净。放入已升温至105℃的烘箱内干燥2小时。取出后如滤膜相同的称量程序,恒重、依次称量完成。

[0049] (9) 将称量后的已放入自封袋的滤膜与称量瓶统一放入滤膜盒,以备带入测量现场使用。

[0050] (10) 滤膜称量值用滤膜修正系数校准至“真值”。玻璃称量瓶称量值用称量瓶修正系数校准至“真值”。

#### [0051] 1.2 采样系统/仪器准备

[0052] (1) 分别准备采样探管100、烟气采样除湿干燥单元200与大流量自动采样仪300。

[0053] (2) 准备采样探管100:检查各组件齐备并完好,可脱卸的皮托管105平行安装到采样探管上,连接电源,加热系统温控器设定在270℃,对加热系统进行预加热,观察加热温度是否达到设定点、温度稳定且温控器运行正常。

[0054] (3) 准备烟气干燥除湿单元200:检查各组件齐备并完好。将前段采样软管201A、二根压力传递软管202用尼龙扎带束缚在一起。按顺序依次连接前段采样软管201A、缓冲罐203、干燥罐204、后段采样软管201B和采样逆止阀205,各连接处应气密良好。

[0055] (4) 准备大流量自动采样仪。检查自动采样控制器301与大流量采样泵302状态完好。连接自动采样器301与大流量采样泵302,然后接通电源,开机设定虚拟的采样参数,分别设定在动压自动跟踪采样模式、定流量采样模式,分别测试大流量自动采样仪300运转是否正常。

[0056] (5) 依次连接采样探管100、烟气除湿干燥单元200与大流量自动采样仪300。接通电源,自动采样仪300开机设定在定流量采用模式,设定采样流量为80l/min,运行。检查整个采样系统的气密性,当颗粒物采样探管100的等速采样嘴101被人为封闭后,采样流量应降低至5L/min以下,说明气密良好,否则检查各接口的密封,更换或调整气密不良处,再此作测试,直至达到要求。

[0057] (6) 取下前置采样过滤器102、滤膜持盒103,用超声波清洗器与高纯水清洗干净,放入已升温至105℃的烘箱内干燥2小时。取出冷却至室温,备用。

[0058] (7) 准备高纯水放入洗瓶,备用。

#### [0059] 2 采样程序

##### [0060] 2.1 采样前测试

[0061] (1) 将上述准备的采样系统/仪器、滤膜等测量必要设备带至测量现场。

[0062] (2) 测量现场的烟道已按照GB16157标准的技术要求开设了测孔。按照标准规定的



测点布置方式进行测点设定。

[0063] (3) 在干燥罐204中加入适量变色硅胶(约2/3高度)。按照附图1方式连接采样探管100、烟气除湿干燥单元200与大流量自动采样仪300,保证气密良好。

[0064] (4) 采用市售重量法烟气湿度测试仪测量烟气含湿量,测量数据输入大流量自动采样仪300。

[0065] (5) 采用大流量自动采样仪300配套铠装热电偶,采用GB16157标准规定的方法测量烟气温度,测量数据输入大流量自动采样仪300。

[0066] (6) 采用大流量自动采样仪300配套采样探管100与烟气除湿干燥单元200预测烟道内各采样点烟气动压及范围,根据动压测量值选定尺寸适当的采样嘴,并将采样嘴101安装到前置采样过滤器102的弯管前端。使用的采样嘴应使采样流量处于60L/min~110L/min范围内。

[0067] 2.2 正式采样

[0068] (1) 从自封袋中取出滤膜,放入采样过滤器102中的滤膜持盒103内,旋紧前置采样过滤器102。放置滤膜时应注意滤膜的毛面一侧迎向烟气。在采样原始记录纸上记录所用滤膜的自封袋编号/标识。

[0069] (2) 从自封袋取出另一张滤膜,放在滤膜持盒内,作为空白修正的滤膜。

[0070] (3) 接通采样探管加热系统106的电源,设定温控器至设定温度(如设定在270℃)。开启并预热至设定点。

[0071] (4) 将采样探管伸入烟道测孔,放在需要测量的第一个测点上。采样仪300开启前,采样嘴应背对烟气流动方向。接通采样仪,设定到动压自动跟踪采样模式,并将滤膜编号记入采样仪300。

[0072] (5) 根据设定的持续采样时间以及采样点总数,以等时间采样原则,设定每个采样点的采样持续时间。如预计采样时间60min,共计24个测点,则设每点采样2.5min,总计采样时间60min。

[0073] (6) 采样准备完毕,开启采样仪300进行颗粒物采样。在采样仪启动前,转动采样探管100将采样嘴101迎向烟气流动方向。采样中,采样仪300根据测点烟气动压的测量结果自动调节采样流量,保持等速采样。完成第一点采样后,将采样探管移至第二点位置进行采样。逐点移动探管,直至采样完成。在更换采样测孔时,采样仪应暂停抽气,等采样嘴再次放置在规定位置后再行启动。在采样仪暂停期间,采样逆止阀205呈关闭状态。

[0074] (7) 在烟道内逐点采样完成后,取出探管100,打开采样过滤器102,打开滤膜持盒103,用不锈钢镊子取出滤膜,放入原自封袋内,密封。如果有滤膜残留在滤膜持盒内,应用镊子把残留物全部放入自封袋。

[0075] (8) 将滤膜持盒内作空白的滤膜放回到原自封袋内,密封。

[0076] (9) 每次采样使用一张滤膜作空白,一批采样共使用二张滤膜作为空白样品。

[0077] (10) 用洗瓶(内置高纯水)洗涤采样嘴101与过滤器102前端弯管,洗涤水收集到称量瓶中,盖紧密封,水平放置。洗涤次数要求在4次以上。

[0078] (11) 在自动采样仪300上操作以保存已采集的数据。

[0079] (12) 至此完成一次采样。

[0080] (13) 如此按照2.2提示的工作,重复采样三次。

[0081] 2.3 采样结束现场工作

[0082] (1) 全部采样完成后,依次切断采样探管100加热系统106的电源。分解采样探管100的各组件、除湿干燥单元200的各组件以及自动采样仪300。

[0083] (2) 将自动采样仪300切换至数据输出模式,调取已保存的数据组,读取并记录数据到原始记录纸上。

[0084] (3) 将采样后的滤膜与作空白修正的滤膜(已装入自封袋内)放入滤膜盒。

[0085] (4) 仪器、设备放置原位。测孔恢复原状。

[0086] (5) 清理测量现场,保持周边环境整洁,恢复原状。

[0087] 3 采样后颗粒物采集量称量

[0088] (1) 按照称量程序准备天平。要求天平感量为0.0001g。分别用0.5g与25g标准砝码校准天平,记录偏差,分别作为滤膜称量值与玻璃称量瓶称量值的修正系数。

[0089] (2) 将采样后滤膜及空白滤膜从自封袋内取出,分别放置在已编号的清洗净的玻璃表面皿上,再放入瓷盘上。记录自封袋编号与表面皿编号的对应关系。

[0090] (3) 烘箱调整温度至105℃,升温至设定点。滤膜带玻璃表面皿一起放入烘箱干燥2小时。

[0091] (4) 2小时后瓷盘从烘箱中取出,将滤膜带玻璃表面皿一起快速放入玻璃干燥器,移至恒温恒湿箱(参数设定与采样前一致),冷却至设定温度(冷却时间与采样前保持一致)。

[0092] (5) 根据滤膜编号,事先查阅采样前滤膜的称量时间。

[0093] (6) 将滤膜带表面皿从恒温恒湿箱放入玻璃干燥器,移至天平室。按照已查阅的称量时间,逐张将滤膜从干燥器中取出(记录取出时间),放置到秤盘上称量,等读数稳定后记录称量值及读数时间,再放回原表面皿,依次称量完成。

[0094] (7) 将滤膜带表面皿再入烘箱干燥30min,取出后冷却至室温(操作程序如前,冷却时间与采样前保持一致),再次进行称量并记录。如果二次称量值偏差低于0.4mg,以最低的一次称量值为采样后滤膜的质量。如果不符合要求,再次干燥,直至符合偏差要求。

[0095] (8) 采用相同冷却-称量程序,恒重空白滤膜。

[0096] (9) 玻璃称量瓶在105℃烘箱内水分蒸发直至干燥。采用相同冷却-称量程序,对瓶体(不含瓶盖)进行称量,并完成恒重。

[0097] (10) 采用相同冷却-称量程序,恒重空白称量瓶。

[0098] (11) 滤膜称量值用滤膜修正系数校准至“真值”。玻璃称量瓶称量值用称量瓶修正系数校准至“真值”。

[0099] 4 数据处理与计算

[0100] (1) 根据采样前、后称取的相同编号滤膜质量(经修正后的“真值”),计算滤膜增重,作为滤膜采集的颗粒物质量。

[0101] (2) 同理计算空白滤膜的质量变化,取二张空白滤膜的质量变化的平均值作为滤膜环境空白的修正系数。

[0102] (3) 根据采样前、后称取的相同编号称量瓶质量(经修正后的“真值”),计算称量瓶增重,作为采样中沉积在采样嘴与过滤器前端弯管内的颗粒物质量。

[0103] (4) 同理计算空白称量瓶的质量变化,取二个空白称量瓶质量变化的平均值作为

称量瓶环境空白的修正系数。

[0104] (5) 根据原始记录中滤膜、称量瓶与采样参数的对应关系,计算单位体积颗粒物浓度:

[0105] (6) 颗粒物浓度 = (滤膜增重 - 滤膜空白 + 称量瓶增重 - 称量瓶环境空白) / 标准状态于烟气采样体积

[0106] 其中:颗粒物浓度,  $\text{mg}/\text{m}^3$ ; 滤膜、称量瓶增重,  $\text{mg}$ ; 标准状态干烟气采样体积,  $\text{m}^3$

[0107] (7) 取三次采样颗粒物浓度的平均值作为该烟道颗粒物浓度。

[0108] 5. 测量全过程质量控制

[0109] 为控制检测质量,保证测量数据的准确度,采取的全过程质量控制措施如下:

[0110] (1) 滤膜精选:滤膜采用玻璃纤维滤膜或石英纤维滤膜,新购滤膜检查品质证书,要求对  $0.3\mu\text{m}$  标准粒子的截留效率  $\geq 99\%$ 。新滤膜目视检查,膜面纹理细腻、均匀,无针眼等瑕疵为合格品。新滤膜预先在  $180^\circ\text{C}$  高温烘烤2小时,然后以冷却-称量程序在  $180^\circ\text{C}$ 、干燥30min的参数恒重滤膜。如果3次后滤膜仍持续减重,将降等,不能作为低浓度颗粒物采样之用。选用高温恒重(偏差低于  $0.4\text{mg}$ )的滤膜作为合格品配用。

[0111] (2) 称量瓶精选:采用硼硅玻璃制或石英玻璃制  $\phi 60\text{mm} \times h 30\text{mm}$  的称量瓶。检查称量瓶无气泡、瓶口与瓶盖磨砂密封严密。合格品洗涤干净(用洗液与高纯水),在瓶体与瓶盖上编号标记。合格的称量瓶因选用质量相近的组成一批,备用。尽可能选用瓶体质量低的称量瓶。

[0112] (3) 称量系统:采用经检定合格的万分之一、称量精度  $0.0001\text{g}$  的天平。天平处于温/湿度可控的、按天平技术要求管理的环境内。称量期间环境温度约  $25^\circ\text{C}$ ,环境相对湿度约  $50\%$ 。

[0113] (4) 超纯水:选用电阻率不低于  $18.2\text{M}\Omega \cdot \text{cm}$ ,TOC浓度不高于30ppb的纯水。

[0114] (5) 称量修正:采用接近称量物质量的经校准的标准砝码在每次称量中对天平进行校准,对称量值进行修正得到称量“真值”,以降低误差影响。在此选用  $0.5\text{g}$  与  $25\text{g}$  标准砝码为标准进行校准。标准砝码按照标准物质程序进行管理。

[0115] (6) 相同程序称量:从滤膜盒中取出适量滤膜。逐张检查滤膜完好。准备放置滤膜用的自封袋,自封袋外用记号笔做好标记。称量  $0.5\text{g}$  与  $25\text{g}$  标准砝码,取得滤膜称量值与玻璃称量瓶称量值的修正系数。将滤膜放至已编号的清洗净的表面皿上,再分摊在瓷盘上。烘箱设定到  $105^\circ\text{C}$ ,启动升温至设定点。放入瓷盘干燥2小时。干燥完成后瓷盘(滤膜)从烘箱中取出,用玻璃干燥器快速移入恒温恒湿箱。恒温恒湿箱参数控制在:温度  $25^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$ 、相对湿度  $50\% \pm 5\%$ 。冷却至设定温度(约  $25^\circ\text{C}$ ,冷却30min,记录冷却时间)。逐张将滤膜放回玻璃干燥器,移至天平室。从干燥器中取出,放置到秤盘上称量,记录取出时间。称量读数稳定后记录称量值及读数时间,再放回原表面皿,放回玻璃干燥器。按此程序依次称量完成。将盛有滤膜的表面皿再入烘箱干燥30min,取出后冷却至设定温度(保持与第一次冷却时间相同,如30min),再次进行称量并记录。如果二次称量值偏差低于  $0.4\text{mg}$ ,以最低的一次称量值为滤膜空白质量。如果偏差不符合要求,再次干燥30min,再次称量,直至符合要求。采样后按称量程序干燥并称量。采样前后称量程序与称量时间保持一致。称量瓶也按此称量程序执行。滤膜与称量瓶的空白修正系数也按此程序执行。

[0116] (7) 小批量称量原则:试验前小批量按称量程序进行称量(不超过10份),当日使

用。

[0117] (8) 空白系数修正。取2份滤膜、2份称量瓶,在采样期间,除了不用于采样以外,所有过程都与采样滤筒一样流转,以其质量变化作为空白误差进行修正。

[0118] (9) 采样系统计量:采用如图1采样系统,由采样探管100、烟气除湿干燥单元200与大流量自动采样仪300组成。其中采用探管可加热至300℃,采样后滤膜干燥。采样中提供的加热温度应高于250℃。大流量自动采样仪300经检定合格,并处于日常质量监控范畴内,保持抽气流量、累计流量、计前温度、计前压力、动压测量值、静压测量值、烟温测量值等参数在允许的偏差内。动压自动跟踪灵敏。

[0119] (10) 大流量采样:采用大流量采样方式,增加采样体积、减少采样时间。大流量采样根据现有仪器状况及配套控制系统,流量范围定在60L/min~110L/min。采用体积不低于3m<sup>3</sup>,通常3~5m<sup>3</sup>。颗粒物采集量不低于5mg。

[0120] (11) 网格布点等速采样原则:采用网格法布点、皮托管平行等速采样法。配套采样系统具备动压跟踪自动等速采样的功能。

[0121] (12) 颗粒物全程收集:收集沉积在滤膜的颗粒物,同时收集自采样嘴至滤膜所有采样管内壁沉积的颗粒物。采样嘴与采样弯管沉积物采用超纯水洗涤并收集在称量瓶中。以滤膜采集颗粒物与采样弯管沉积颗粒物组成一个颗粒物样品,实现颗粒物的全程收集。为避免采样探管前端采样管道陈旧沉积物影响,对采样嘴及采样弯管预先超声波清洗并干燥。

[0122] (13) 按此采样系统,执行全过程质量控制措施,在湿度饱和和低温烟气中开展低浓度颗粒物采样,其测量偏差低于10%,测量不确定度约15% (k=2)。

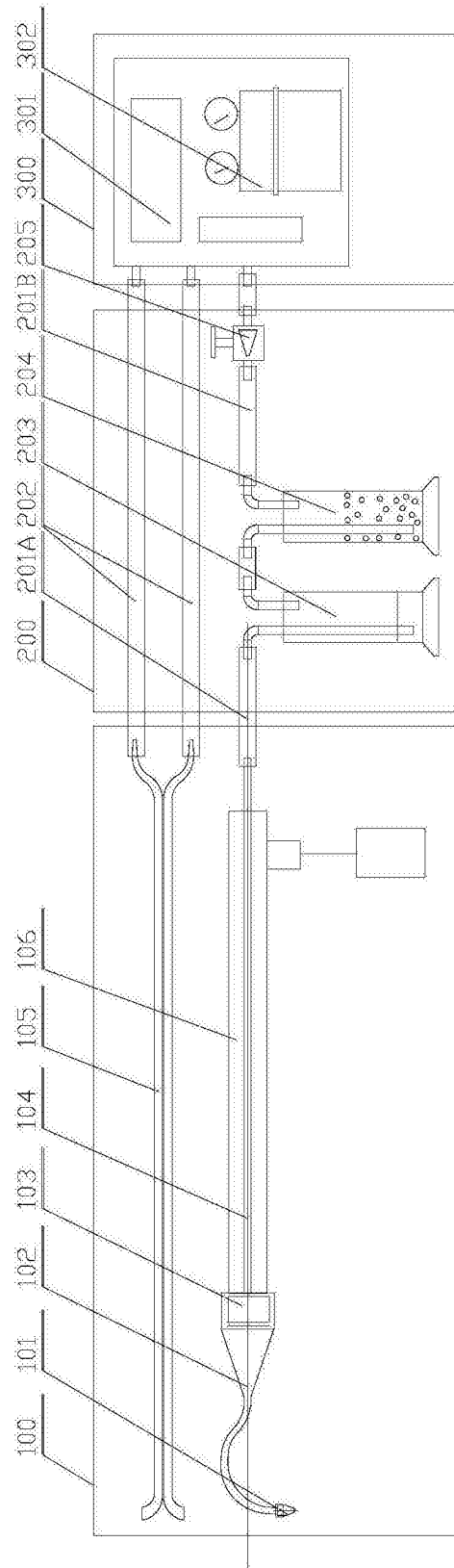


图1