《环境空气 颗粒物来源解析 颗粒物滤膜自动称量技术规范(二次征求意见稿)》 编制说明

《环境空气 颗粒物来源解析 颗粒物滤膜自动称量技术规范》 标准编制组 2024 年 10 月 项目名称:环境空气 颗粒物来源解析 颗粒物滤膜自动称量技术规范 项目统一编号:

项目承担单位:中国环境监测总站 、辽宁省生态环境监测中心标准编制组主要成员:张霖琳、祖彪、王超、于宁、陈烨、刘枢、张青新、薛荔栋、朱红霞、陈宗娇、袁懋、刘方

环境标准研究所技术管理负责人:

大气环境司项目负责人:

目 录

1	项目背景	1
	1.1 任务来源	1
	1.2 工作过程	1
2	标准制订的必要性分析	3
3	国内外相关方法研究	6
	3.1 主要国家、地区及国际组织相关分析方法研究	6
	3.2 国内相关分析方法研究	6
	3.3 滤膜自动称量系统及在我国的使用情况	6
4	标准制订的基本原则和技术路线	10
	4.1 标准制定的基本原则	10
	4.2 标准制定的技术路线	10
5	研究报告	11
	5.1 适用范围	11
	5.2 规范性引用文件	11
	5.3 术语和定义	11
	5.4 设备和材料	11
	5.5 称量过程	12
	5.6 自动称量系统校准和期间核查	17
	5.7 质量保证与质量控制	17
	5.8 注意事项	20
	5.9 标准适用性研究	20
	5.10 参考文献	26
6	标准实施建议	28

《环境空气 颗粒物来源解析 颗粒物滤膜自动称量技术规范(二次 征求意见稿)》编制说明

1 项目背景

1.1 任务来源

为促进环境空气颗粒物来源解析(以下简称"源解析")研究工作的业务化,促进各地科学、规范地开展源解析研究工作,受生态环境部大气司委托,中国环境监测总站承担"大气颗粒物源解析监测技术体系构建及业务化技术支持"项目,组织开展环境空气颗粒物来源解析"颗粒物滤膜自动称量技术规范"的研究,编制相应的技术规范文本和编制说明。

2018年9月17日,鉴于源解析工作标准化和规范化的迫切需求,大气司提出"关于将《颗粒物滤膜自动称量技术规范》等4项技术规范和方法纳入国家环保标准制修订项目的建议",得到部领导的批准,同意通过走绿色通道将本技术规范转化为标准规范。

1.2 工作过程

接到任务后,中国环境监测总站牵头成立了标准编制组,由中国环境监测总站和辽宁省生态环境监测中心相关技术人员组成。编制期间,查阅国内外相关的标准方法和技术规范,调研自动称量技术的进展、在用的不同品牌自动称量仪器的性能水平以及该技术在全国各地源解析工作中实际采用的情况等,对收集的资料进行整理和汇总,编写了初稿。

2018年4月20日,标准编制组在北京召开技术研讨会,生态环境部大气司和监测司相关负责人参会,编制组报告了研究内容、技术路线、技术手段等内容。与会专家进行技术研讨,提出修改意见,形成会议纪要。

2018年5月—8月,根据专家意见,标准编制组进一步梳理标准技术难点和疑点问题,继续开展自动称量关键环节、关键参数等技术研究,优化确定了仪器设备和材料、滤膜、称量过程、自动称量系统技术参数、系统校准和核查以及质控等相关要求,并结合各地的实际应用经验,进行了适用性研究,对技术文件进行完善,形成标准的征求意见稿。

2018 年 8 月 21 日,标准编制组在北京召开专家研讨会,邀请来自中国环境科学研究院、中国科学院青藏高原研究所、北京市环境保护科学研究院、上海市环境监测中心、济南市环境监测中心站、广州市环境监测中心站等 6 家单位的专家参会。与会专家认真听取了包括本标准在内共计 4 个标准编制组的汇报,审阅了相关材料并进行质询和讨论,统一形成了以下意见:

- (1)项目组在充分调研国内外源解析相关监测方法研究进展的基础上,针对存在技术难点和疑点问题进行研究,编写了《开放源扬尘颗粒物采样技术规范(试行)》等 4 项技术文件,内容完整,格式规范,可为我国源解析工作的业务化提供重要支持。
 - (2) 鉴于当前源解析业务化的迫切需求,建议尽快修改完善后上报生态环境部。

- (3) 主要修改意见如下:
- 1)明确开放源扬尘颗粒物采样技术规范的适用范围;明确城市扬尘定义,与其他扬尘进行区分;细化扬尘的采样及质控要求。
- 2)细化颗粒物质量浓度的测定自动称重法技术规范中天平选择、温湿度、称重间隔时间等条件,与最新标准保持一致;仪器检定和校准分开,单独成节;修改方法原理。
- 3)明确颗粒物中左旋葡聚糖、甘露聚糖和半乳聚糖的测定离子色谱法衍生化气相色谱 质谱法的适用范围等。

本标准重点针对上述"第(3)条2)"专家意见,会后认真组织修改完善,形成了征求意见稿。

2018 年 9 月 17 日,为了满足源解析工作标准化和规范化的迫切需求,本技术文件被生态环境部批准转化为标准规范。

2018 年 11 月 14 日,生态环境部环境标准研究所讨论了标准文本及编制说明,标准征求意见稿提出修改意见。标准编制组根据意见对标准文本和编制说明进行详细修改,将修改后的征求意见稿报送至生态环境部。

2019 年 4 月 16 日,生态环境部办公厅发布《关于征求〈开放源扬尘颗粒物采样技术规范(试行)(征求意见稿)〉等 4 项标准意见的函》(环办标征函[2019]12 号),向地方有关部门、科研机构、高等院校、有关企业及其他单位、生态环境部有关业务司局征求意见,并通过生态环境部政府网站公开向社会征求意见。截至 2019 年 5 月 23 日共收到 40 家单位的回函。标准编制组在收到回函后对回复意见进行了汇总、处理,根据意见进行了修改,对重要的技术性修改建议或意见进行了认真考虑,部分意见给予采纳,未采纳的在征求意见汇总表中给予说明和解释。在此基础上形成了国家环境保护标准送审稿和编制说明送审稿,并提交给环境标准研究所。

2019年12月5日,生态环境部大气司主持召开了国家环境保护标准送审稿技术审查会, 监测司、环境标准研究所参会。专家审查委员会听取了标准主编单位关于标准送审稿的主要 技术内容、编制工作过程、征求意见及对征集意见的处理情况的汇报,经质询、讨论,通过 该标准的审议,通过了送审稿的审议,同时提出了修改意见和建议。

2019 年 12 月 5 日至 2019 年 12 月 25 日,标准编制组根据专家意见,分别进行了修改 完善,并于 2019 年 12 月提交给生态环境部环境标准研究所。

2020年1月20日,标准编制组将报批稿报送生态环境部大气司。

2024年4月~7月,按照生态环境部大气司要求,根据颗粒物来源解析技术及标准进展,标准编制组进一步修改完善报批稿。

2024年10月,大气司组织召开司务会,编制组根据意见对标准进行了再次修改完善,

形成了《环境空气 颗粒物来源解析 颗粒物滤膜自动称量技术规范(二次征求意见稿)》, 拟再次征求意见。

2 标准制订的必要性分析

随着城市化、工业化、区域经济一体化进程的加快,我国部分地区在二三十年内集中爆发了发达国家需经历上百年的各类环境污染问题,尤其以近年来我国部分城市群持续出现以颗粒物为特征污染物的大范围灰霾天气为典型代表,对人民群众健康和社会经济发展造成不利影响。为此,我国新修订的《环境空气质量标准》(GB 3095—2012)[1]通过降低 PM₁₀质量浓度的限值,新增 PM_{2.5} 质量浓度限值,来提高环境空气颗粒物污染的控制要求。为进一步加强大气污染防治工作,改善环境空气质量,2013 年 9 月 10 日,国务院印发了《大气污染防治行动计划》(国发[2013]37 号),设定了全国地级及以上城市 PM₁₀、重点区域和北京市 PM_{2.5} 具体防治要求,为各级政府开展大气污染防治工作明确了量化的目标要求。为完成大气污染防治的具体目标,满足人民群众对清洁空气的迫切需求,就需要采取更有针对性更加有效的大气污染防治措施,降低各类污染源的排放量,改善环境空气质量。十年来,全国空气质量显著改善。2023 年,74 城市 PM_{2.5} 浓度下降 54%,重污染天数减少 83%;京津冀、长三角、珠三角 PM_{2.5} 浓度分别下降 63%、51%、51%。北京市 PM_{2.5} 浓度从 89.5 微克/立方米下降至 32 微克/立方米,重污染天数从 58 天减少至 8 天。2023 年,全国生态环境保护大会要求,将降低 PM_{2.5} 浓度作为大气污染防治的主线,持续打好蓝天保卫战。

我国环境空气颗粒物污染具有污染范围大、污染程度深、多种污染类型并存、污染来源复杂等特点,这给大气颗粒物防治工作带来了极大的挑战。大气颗粒物防治工作首先需要开展环境空气颗粒物来源解析工作,弄清颗粒物污染的来源问题,因地制宜地提出大气污染防治措施。环境空气颗粒物来源解析(简称"源解析")是基于环境受体(即环境空气)和污染源的颗粒物化学组成信息,利用源解析模型对不同类型的颗粒物排放源类进行定性识别并定量解析其对颗粒物贡献的技术方法。环境空气颗粒物来源解析工作是科学、有效开展大气污染防治工作的基础和前提,是制定环境空气质量达标规划和重污染天气应急预案的重要依据,是开展大气污染防治措施效果评估的重要手段。2014年,原环境保护部发布《关于开展第一阶段大气颗粒物来源解析研究工作的通知》(环办[2014]7号),全国相应的省市级环保部门陆续组织完成源解析工作,有力支撑了当地的大气颗粒物防治工作。

由于大气颗粒物污染防治的艰巨性和长期性,持续推动源解析工作的业务化和常态化开展是颗粒物污染防治工作中的重点工作之一,成为生态环境监测体系与监测能力建设的重要发展方向。2018年6月27日,《打赢蓝天保卫战三年行动计划》(国发〔2018〕22号〕要求常态化开展重点区域和城市源排放清单编制、源解析等工作,形成污染动态溯源的基础能力。《关于推进生态环境监测体系与监测能力现代化的若干意见》(环办函〔2020〕9号)要求"提升环境污染溯源解析与风险监控能力"。《生态环境监测规划纲要〔2020-2035年〕》要求

到 2025 年,"针对突出环境问题或重点区域的污染溯源解析、热点监控网络加速形成"。

根据《环境空气颗粒物来源解析技术路线(试行)》(环办函(2015)191号),颗粒物来源解析技术方法主要包括现场采样-实验室分析-受体模型法(简称"受体模型法")、现场调查-统计分析-源清单法(简称"源清单法")、污染源监测-模拟分析-源模型法(简称"源模型法")等。各颗粒物来源解析技术方法的适用性见表 1。现阶段各地采用的源解析技术方法主要为现场采样-实验室化学分析-受体模型法,即基于手工监测的受体模型源解析方法,其他源解析方法往往作为配合或辅助方法,以进一步解决细化源类、二次颗粒物的一次排放、区域传输的问题。

表 1	主要环境空气粿	顶粒物来源解析技术方法的]适用性

技术方法	优势和局限性	必备条件	可达目标
	方法简单、易操作,定	收集统计基准年研究区	得到排放源清单及重点
源清单法	性或半定量识别有组织	域各污染源污染物排放	排放区域和重点排放源
	污染源	量	的污染物排放量
			定量解析本地和区域各
	定量识别污染的本地和 区域来源,可预测,解 析源强未知的源类尤其 是颗粒物开放源贡献困	 建立与源模型要求相适	类源的贡献;针对具有
		建立与碳模型安水相超	可靠排放源清单的点
源模型法		' '''' ' ' ' ' ' ' ' ' ' ' ' ' ' ' '	源,定量给出贡献值与
		辨率的排放源清单、气	分担率;对于面源和线
	难	象要素场 	源,定量解析各源类的
			贡献
	可有为网络工力源号		定量解析各污染源类,
	可有效解析开放源贡献;定量解析污染源类,	 采集颗粒物样品,分析	尤其是源强难以确定的
受体模型法		71021012111 1211111111111111111111111111	各颗粒物开放源类的贡
	不依赖详细的源强信息	颗粒物化学组成 	献值与分担率,识别主
	和气象场;不可预测 		要排放源类的来向

虽然各地通过开展源解析工作,积累了不少经验,但是从各城市开展颗粒物源解析工作的现状看,源解析工作尚处于业务化初级阶段,离完全的业务化运行还有一定的差距。源解析技术标准方法体系是源解析业务化的基础之一,可以为科学规范地开展源解析研究工作提供重要支持,推动源解析工作的业务化。基于手工监测的受体模型源解析方法包括基本情况调查、污染源和环境空气质量调查、污染源和环境空气颗粒物监测、环境受体成分库和颗粒物排放源成分谱库的构建和分析、模型计算、综合解析评估等技术内容(见图 1)。目前,生态环境部通过颁布标准和下发技术文件,初步形成了一套围绕广泛应用的基于手工监测的受体模型解析法源解析标准体系,可满足源解析工作的基本需求。为进一步满足源解析业务化需求,提高源解析结果的精准度和可比性,源解析标准体系仍需要不断完善,为我国源解析业务化提供支持。目前亟需开展以下几个方面的源解析标准制订工作:①各类颗粒物排放源(包括固定源、移动源和开放源)的采样方法;②具有特定示踪作用的颗粒物有机组分(比如左旋葡聚糖、正构烷烃等)、二次反应相关的颗粒物有机组分监测方法;③实验室颗粒物

自动分析方法(包括颗粒物自动称重、化学组分自动分析等)。滤膜称量是颗粒物源解析中最基础的工作,滤膜称量的准确性直接决定了颗粒物浓度的计算、后续各组分的分析、模型的计算以及最终的来源判定等,采用传统的手工称量方式消耗大量的人力和时间,工作效率低下,无法满足源解析工作的迫切需求。因此,为进一步规范在全国监测系统中逐渐普及的滤膜自动称重设备,节省时间、解放人力、提高效率、降低手工操作各环节的风险,需要建立滤膜自动称重技术规范,完善源解析监测技术方法体系,来推动源解析工作的业务化。

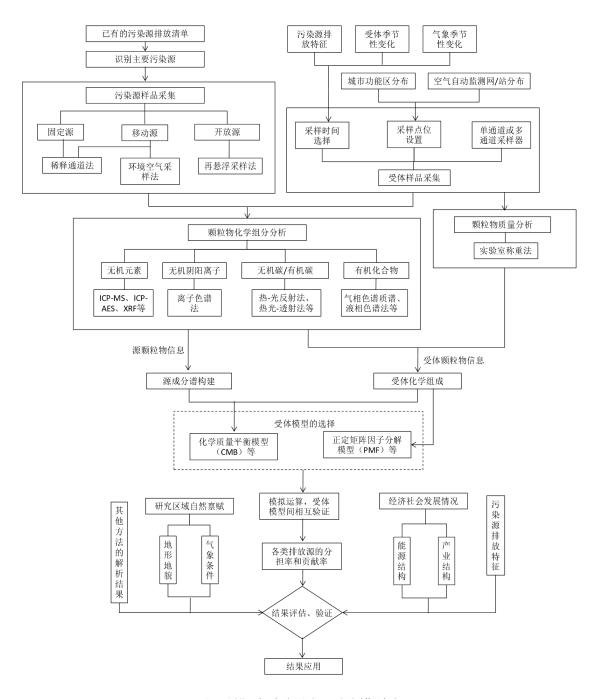


图 1 现场采样-实验室分析-受体模型法

3 国内外相关方法研究

3.1 主要国家、地区及国际组织相关分析方法研究

目前美国 EPA、欧盟、日本等在开展 PM_{2.5} 的监测中,已形成一套相对完整的仪器设备检测、现场性能评估的技术规范、质量保证和质量控制标准,并且已经被广泛运用。在国外的同类标准中,美国 EPA 制定标准的时间最早,日本和欧盟制定标准主要是参考美国 EPA 标准。

美国 EPA 标准大气细粒子 PM_{2.5}测定参比方法 Appendix L to Part 50—Reference Method for the Determination of Fine Particulate Matter as PM_{2.5} in the Atmosphere^[7]、美国 EPA 标准环境空气质量监测参比方法和等效方法 Ambient air monitoring reference and equivalent methods^[8]、美国 EPA 环境空气质量监测标准 AMBIENT AIR QUALITY SURVEILLANCE^[9]、对 PM_{2.5} 采样器,监测过程中质量控制和质量保证提出了技术要求,EPA 颁布的 Quality Assurance Guidance Document Method Compendium 有关于 PM_{2.5} 质量浓度称量的标准操作规程,即 PM_{2.5} Mass Weighing Laboratory Standard Operating Procedures for the Performance Evaluation Program; Department of Environmental Quality 有关于特定采样器采集的颗粒物重量法的标准操作规定,及 Gravimetric Analysis of Particulate Collected with R&P Partisol Samplers and Met One SASS Samplers。欧洲标准 EN 12341:2014^[16]已经取代 EN 12341:1998和 EN 14901:2005,更新了欧盟环境空气中 PM_{2.5}和 PM₁₀监测方法、不确定度、质量保证和控制程序。日本关于 PM_{2.5}的标准有 JIS Z8814^[14]。

3.2 国内相关分析方法研究

国内关于 PM_{2.5} 的标准有《环境空气质量标准》(GB 3095—2012)、《环境空气 PM₁₀和 PM_{2.5} 的测定 重量法》(HJ 618—2011)^[3]、《环境空气颗粒物 PM_{2.5} 手工监测方法(重量法)技术规范》(HJ 656—2013)^[4]和《环境空气颗粒物(PM₁₀和 PM_{2.5})采样器技术要求及检测方法》(HJ 93—2013)^[5],关于 PM₁₀ 的标准还有《环境空气质量监测规范(试行)》(国家环保总局公告 2007 年第 4 号)《环境空气质量自动监测技术规范》(HJ/T 193—2005)和《环境空气质量手工监测技术规范》(HJ/T 194—2005)^[2],上述标准虽然有涉及 PM_{2.5} 手工监测技术规范,但仅限于对滤膜的手工称量,还没有滤膜自动称量。在国外的同类标准中,美国的 EPA 认证标准的时间最早,日本和欧盟的标准主要是参考美国 EPA 标准,技术要求与检测方法略有删减,但也均为手工监测和手工称量滤膜的方法。本技术规定中的技术要求主要参考我国的《环境空气颗粒物 PM_{2.5} 手工监测方法(重量法)技术规范》(HJ 656—2013)等标准方法。

3.3 滤膜自动称量系统及在我国的使用情况

滤膜自动称量系统能对采集环境空气中颗粒物的滤膜进行自动称量,并且能对称量数据 进行储存和处理分析。作为滤膜自动称量系统具有以下特征:

对于温湿度能够进行测量和调节,自动称量过程需在恒温恒湿舱内进行;

- ▶ 对于滤膜具有批量称量的功能;
- ▶ 能够对滤膜进行无重复性编码管理(如果自动称量系统本身拥有对滤膜自动进行编码的功能,可提高选择滤膜厂家及品质的自主性);
- ▶ 能够识别滤膜的编码;
- 根据不同的称量要求,可以配备十万分之一或百万分之一的天平,检定分度值不超过 0.1 mg 或 10 μg, 天平其他技术性能应符合《电子天平检定规程》(JJG 1036—2008)^[12] 的规定。
- > 实验室配备的自动称量系统本身拥有对于称量数据的存储和处理分析能力;
- ➤ 实验室配备的自动称量系统拥有良好的运送滤膜的机械性能,可根据使用者的要快速选取任意位置上的滤膜进行称量;
- ▶ 称量系统需具有有效的抗震和系统去静电设计;
- ▶ 滤膜称量前需进行有效的滤膜除静电过程;

编写组调研了国内环境监测系统和科研单位目前使用的几种主要品牌的自动称量系统,相关的技术参数具体情况见下表。无论何种品牌的自动称量系统,均具有良好的密闭性,具有恒温恒湿调节功能,使滤膜在每次称量前进行恒定的温度湿度平衡,平衡后的滤膜通过滤膜运输装置送至称量天平,继而进行自动批量称量,称量结果通过相应管理软件进行数据储存和分析管理,能够实现滤膜上采集到的颗粒物质量计算的自动化。

表 2 我国主要品牌的自动称量系统一览表

品牌	Comde Derenda	MTL	微智兆	青岛容广	Mettler Toledo	丹东百特	
型号	AWS-1R AH500		CR-4	RG-AWS	F-A747	RT-AWS	
国内销售 方式	康姆德润达测量技术有限公 司	代理商或贸易商		青岛容广电子技术有限 公司	通过其他公司代理	丹东百特科技有限公司	
尺寸(长 x 宽 x 高 1620mm × 900mm × 2325mm mm)		940mm×661mm×762m m	1420mm×750mm×1980mm	800mm×700mm×650mm	0mm×700mm×650mm 1690mm×1030mm×1860m m		
重量	600 kg	不详	400 kg	不详	290 kg	450kg	
最大处理 量	750 张(47mm)	800 张(47mm)	252 张(47mm)/100 张 (90mm)	300 张(47mm)	80 张(47mm)	300 张/ (90mm) 20 张 (47mm)	
滤膜尺寸	47mm/ 90mm/ 47mm 超低排放 采样勾	47mm	47mm/ 90mm/ 47mm 超低 排放采样勾	47mm/90mm/3 号烟尘滤 筒	47mm	47mm/ 90mm/ 47mm 超 低排放采样头	
滤膜调取 能力	任意位置任意滤膜	从下向上依次抽取,不 能随机	任意位置	任意位置	任意位置任意滤膜	任意位置	
滤膜编码 方式	RFID 自动读写,称量资料写 入对应滤膜 RFID 编号	无,需使用印有二维码 的 MTL 专用滤膜	二维码、条形码或采用 RFID 编码识别技术	条形码(人工设置编码 方式)	在称量设备滤膜放置位置 和滤膜盒上贴条形码	二维码、条形码或 采用 RFID 编码识别技 术	
滤膜编码 位置	内置 RFID 芯片的滤膜托环中	MTL 专用滤膜正反面, 采集颗粒物区域内	滤膜托芯片	滤膜配上带条形码编码 的环(滤膜边缘具有与 滤膜紧密结合的 2~3mm 非采样区可识别环)	滤膜上部	内置 RFID 芯片的滤膜 托或滤膜表面上	
滤膜识别	内置 RFID 扫码器,自动识别 RFID 编号,称量资料自动写	读取 MTL 专用滤膜上 的二维码	读取滤膜上的二维码、条形 码或滤膜托上的 RFID 编码	通过扫描仪自动读取带 有条形码的滤膜编号	条形码阅读器,需使用扫 码枪识别称量设备中滤膜	自动识别 RFID 编号, 自动识别滤膜上的编码	

品牌	Comde Derenda	MTL	微智兆	青岛容广	Mettler Toledo	丹东百特
	入对应的滤膜 RFID 编号				放置位置的二维码和滤膜 盒上的二维码才能对应	
滤膜识别 相容性	任意品牌和材质	MTL 公司生产的专业 滤膜	任意品牌和材质	任意品牌和材质	任意品牌和材质滤膜	任意品牌和材质
天平品牌	赛多利斯(可根据使用者进行 配置)	梅特勒	可根据用户进行配置	电子天平(可选置)	标配梅特勒托利多	梅特勒和赛多利斯都可 以
天平精度	标配 0.001mg(选配 0.0001mg),稳定时间≤6s	标配 0.001mg	称量精度: 0.01mg/0.1mg, 称量范围: 111g/220g; 称量精度: 0.001mg/0.01mg, 称量范 围: 11g/22g	标配 0.001mg(可选配)	标配 0.001mg,稳定时间 16s	标配 0.001mg,选配 0.0001mg
防震等級	基础防震 Level 3	不详	四级基础隔震,隔震和多层 防震基础部件	不详	不详	4 级防震
除静电方式	电离子吹扫,安全高效	法拉蒂笼加針 210(針 210是一種有毒放射性物質,仅在允許的國家 提供)	U 型去静电装置三面去静 电离子	离子风去静电	无	电离子吹扫,安全高效
国内用户	中国环境监测总站、中国环境科学研究院、山西省环境监测中心站、山东省环保厅监控中心、福建省环境监测中心站、北京市环保监测中心、湖北省环境监测中心、湖北省环境监测中心等	浙江省环境监测中心、 四川省环境监测中心、 北京市环境监测站、中 国环境监测总站等	中国环境监测总站、复旦大 学等	中国环境监测总站、山 东省计量科学研究院、 杭州市环境监测站、淄 博市环境监测站、青岛 市环境监测站等	上海市环境监测站等	中国气象局、中国计量 院、辽宁省环境监测实 验中心、沈阳市环境监 测中心、福州市环境监 测中心、呼和浩特市环 境监测中心、河北省疾 控中心等

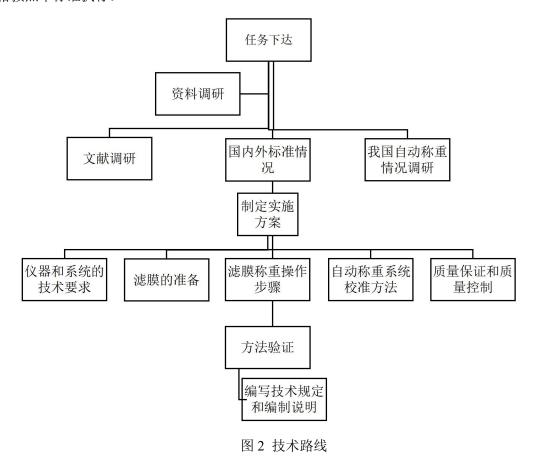
4 标准制订的基本原则和技术路线

4.1 标准制定的基本原则

本技术规定的编写,本着科学性、先进性和可操作性的原则,以《环境空气颗粒物(PM₁₀和PM_{2.5})采样器技术要求及检测方法》(HJ 93—2013)、《环境空气 PM₁₀和 PM_{2.5}的测定 重量法》(HJ 618—2011)和《环境空气颗粒物(PM_{2.5})手工监测方法(重量法)技术规范》(HJ 656—2013)等相关标准为依据,同时参考美国、欧盟、日本的相关标准以及国内现有的环境空气质量监测系统的相关标准,主要针对环境受体和开放源再悬浮获得的 PM_{2.5}和 PM₁₀滤膜样品,基于重量法将颗粒物自动称量技术规范化。

4.2 标准制定的技术路线

当采用手工监测的方法,使用采样器对颗粒物进行采样后,需要对采样前后的滤膜进行称量,得出环境空气中颗粒物的重量,以计算颗粒物的质量浓度。本技术规定制定的目的是对自动称量系统建立规范的技术要求、标准操作程序和检测方法,规范自动称量系统中称量的操作与过程,提高自动称量系统的称量精度,并尽可能的减小各种外部因素对于称量过程的影响。为规范我国颗粒物手工监测中,采用重量法对滤膜进行自动称量的规范,提高称量效率和称量质量、保证数据有效性,更好地为大气环境污染防治和管理服务。各级环境监测站及其他环境监测机构工作人员及相关企业严格按照本标准执行。



5 研究报告

5.1 适用范围

本技术规定采用自动称量系统对手工监测方法采集到的滤膜进行称量,适用于环境空气、废气中的颗粒物和开放源样品经再悬浮得到的颗粒物(主要针对 PM_{10} 和 $PM_{2.5}$)采用重量法测定其质量浓度的监测活动,基于 HJ 656—2013 和 HJ 618—2011 的重量法原理进行研究和制定,并提出了采用自动称量法称量滤膜作为补充。

《环境空气颗粒物 PM_{2.5} 手工监测方法(重量法)技术规范》(HJ 656—2013)适用于手工监测方法(重量法)对环境空气颗粒物(PM_{2.5})进行监测的活动。

《环境空气 PM_{10} 和 $PM_{2.5}$ 的测定 重量法》(HJ $618—2011)的适用范围是:"本标准规定了测定环境中 <math>PM_{10}$ 和 $PM_{2.5}$ 的重要法。本标准适用于环境空气中 PM_{10} 和 $PM_{2.5}$ 浓度的手工测定。本标准的检出限是 0.010 mg/m³(以感量 0.1 mg 分析天平,样品负载量为 1.0 mg,采集 108 m³ 空气样品计)。"

《环境空气质量手工监测技术规范》(HJ/T 194—2005)的适用范围是:"本标准规定了环境空气质量手工监测的技术要求,适用于各级环境监测站及其它环境监测机构采用手工监测方法对环境空气质量进行监测的活动。"。

美国 EPA 标准大气细粒子 PM_{2.5} 测定参比方法 Appendix L to Part 50—Reference Method for the Determination of Fine Particulate Matter as PM_{2.5} in the Atmosphere^[10]附录 L 中规定 PM_{2.5} 的检测限是 2 μg/m³,以 24 h 采样 24 m³(小流量采样)计算。

欧洲标准 EN 12341:2014 针对环境空气采样中 PM_{10} 或者 $PM_{2.5}$ 质量浓度的适用范围是 PM_{10} 为 $(1\sim150)~\mu g/m^3$, $PM_{2.5}$ 为 $(1\sim120)~\mu g/m^3$ 。(注:根据滤膜情况,可以提高到 $200~\mu g/m^3$)

5.2 规范性引用文件

本标准引用了下列文件或其中的条款。凡是注明日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本标准。凡是未注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本标准。

HJ 93 环境空气颗粒物 (PM₁₀和 PM_{2.5}) 采样器技术要求及检测方法

HJ 618 环境空气 PM₁₀和 PM_{2.5}的测定 重量法

HJ 656 环境空气颗粒物 (PM_{2.5}) 手工监测方法 (重量法) 技术规范

JJG 1036 电子天平检定规程

在本技术规范中的适用范围、术语和定义、设备和材料、称量等部分,引用了以上标准。

5.3 术语和定义

本规范 3.1"检定分度值"术语定义参考了《电子天平检定规程》(JJG 1036—2008)[15]中的规定。

5.4 设备和材料

本技术规范中 4.1 自动称量系统的基本配置,综合了目前国内在用的主要品牌仪器的配置,能够满足基本自动称量的要求而设定。颗粒物滤膜自称称量系统应配备软件控制系统、称量天平、恒

温恒湿系统、减震装置、电荷平衡装置、滤膜存储装置、滤膜输送装置等。

本技术规范中 4.1.2 对称量天平的要求,参考了 HJ 656—2013 标准中 5.8 要求分析天平为检定分度值不超过 0.1 mg,以及《电子天平检定规程》(JJG 1036—2008)[$^{[15]}$ 和《电子天平》(GB/T 26497—2001) $^{[17]}$ 中的指标,检定分度值要求为 0.1 mg 或 0.01 mg。4.1.3 对恒温恒湿的要求,参考了 HJ 656-2013 标准中 5.9 恒温恒湿设备的要求,考虑到自动称量系统是一个相对密闭的、精密的仪器,因此在温度变化范围上根据 HJ 656 标准将控制范围缩小,且经调研市售仪器均能达到温度控制。该恒温恒湿箱的要求也符合美国 EPA 标准大气细粒子 $PM_{2.5}$ 测定参比方法《Part 50—Reference Method for the Determination of Fine Particulate Matter as $PM_{2.5}$ in the Atmosphere》 $^{[7]}$ 。4.1.8 空气洁净装置对仓内的循环空气实现实时净化处理,以保证仓内空气的洁净度达到 7 级(万级),参考了 EN 12341: 2014 的相关规定 $^{[16]}$ 。

本技术规范 4.2 对于滤膜的要求,参见 HJ 656—2013 附录 C,即采集 PM_{2.5} 的滤膜对 0.3 μ m 标准粒子的截留效率不低于 99.7%,采集 PM₁₀ 的滤膜对 0.3 μ m 标准粒子的截留效率不低于 99%滤膜的其他技术指标要求。美国 EPA 标准大气细粒子 PM_{2.5} 测定参比方法的附录 L《Appendix L to Part 50—Reference Method for the Determination of Fine Particulate Matter as PM_{2.5} in the Atmosphere》和日本标准 JIS Z8814 中对滤膜要求是,对 0.3 μ m 标准粒子的截留效率不低于 99%。欧洲标准 EN 12341:2014 中规定滤膜对对 0.3 μ m 标准粒子的截留效率不低于 99.5%;《环境空气质量手工监测技术规范》(HJ/T 194—2005)中 4.1.3.1 条规定,用于 PM₁₀ 采样的滤膜对 0.3 μ m 标准粒子的截留效率不低于 99%;《环境空气总悬浮颗粒物的测定 重量法》(GB/T 15432—1995)[18]中 3.7 条对总悬浮颗粒物的截留效率是不低于 99%;基于以上情况,选用对滤膜要求最为严格的 99.7%这一指标。此外,"称量石英等用于分析有机组分的滤膜,使用前需至于马弗炉中 500 ℃灼烧 4 h,以去除有机物",参考了《环境空气颗粒物源解析监测技术方法指南(试行)》(环办函[2014]1132 号)的相关要求。

本技术规范中 4.3 滤膜保存盒的要求,参考了标准 HJ 656—2013 中 5.7 滤膜保存盒的要求。4.4 镊子的要求,参考《环境空气颗粒物来源解析监测技术方法指南》(试行)》(总站分析字[2017] 451 号)的相关内容。4.5 砝码、4.6 湿度计和 4.7 干湿度计的要求,参考了《电子天平检定规程》(JJG 1036)中的相关内容和规定。

5.5 称量过程

参考 EN 12341: 2014《Ambient air - Standard gravimetric measurement method for the determination of the PM_{10} or $PM_{2.5}$ mass concentration of suspended particulate matter》。

(1) 自动称量系统

天平的安装和操作均在自动称量箱内,且分辨率 \leq 10 μ g; 天平应在置信区间 95%上校准不确定 度 \leq 25 μ g,范围在 0 \sim 200 mg 之间。

装置参考规范"自动称量箱",是一个合适的箱体,温度和湿度进行连续监测,要求见表 2。表

中第7条所列的参数应进行记录,因此应提供所有参数在最小时间间隔内均值。

自动称量箱在日常工作前应进行常规检查。本规范描述了规范方法中应用的自动称量系统。指标见表 3。

编号 工作特性 要求 1 自动称量箱温度 每小时平均值为 19℃ 到 21℃ 2 自动称量箱相对湿度 (50±5) %RH 温度测量传感器不确定度 3 ≤0.2°C (95%置信区间) 相对湿度测量传感器不确定度 ≤3RH 4 (95%置信区间) 天平分辨率 5 ≤10 μg 6 天平校准不确定度(95%置信区间) ≤25 μg, 范围 (0~2000) mg 以下参数需要进行记录, 以证明其满足如 操作参数的记录 上要求: 自动称量箱温度测量结果 7 自动称量箱的相对湿度测量结果

表 3 自动称量系统性能参数

(2) 滤膜储存周期

滤膜应采用镊子(不锈钢或者 PTFE 镀膜)操作。注意: 当采用 PTFE 镀膜的镊子,纤维滤膜可能会产生静电。储存周期应保持尽量短,表 4 给出了最大储存周期。

滤膜	最大储存周期			
称量后的空白滤膜	2个月(在自动称量箱和采样器中总的储存时间)或			
你里口U工口~~	者更长,如果空白滤膜保持在说明范围内			
采样后滤膜和采样器中的空白滤膜	1 个月			
称量前在自动称量箱中采样后	1个月			
滤膜和空白滤膜	1.172			

表 4 滤膜储存周期

如不能及时平衡、称量,应将滤膜放置在 4℃以下密封冷藏保存。若测定颗粒物质量浓度,滤膜最长保存不超过 30 d;若测定颗粒物化学组分,参考相关组分的标准分析方法中滤膜保存时间。

(3) 称量过程

1) 启动自动称量系统

本技术规定相关内容为启动自动称量系统:接通电源并开启软件控制系统、恒温恒湿系统及其 他必要的外部系统,系统预热至少 2 h; 预热结束后,将检查合格的滤膜放入滤膜存储装置,设置 系统工作参数,包括:端口设置、称量滤膜数量设置、参考滤膜称量偏差范围设置、称量次数设置、滤膜编码设置(如果有)、称量结果偏差设置、电荷平衡时间、称量过程间隔时间、静电消除时间及其他必要设置等。值得注意的是,在滤膜储存装置中,为保证每张滤膜温湿平衡,滤膜与滤膜之间不应叠加放置或有任何接触。

2) 滤膜编码

本技术规定 5.3 为滤膜编码,分为自动称量系统自动识别编码和手工编码两种方式,编码作为滤膜的唯一编号与称量结果及相关参数逐一对应被储存在数据库中。

3) 恒温恒湿条件设置

本技术规定 5.4 参考 HJ 656,考虑到自动称量系统具有较好的密闭性和天平称量的精确性,在标准的基础上对温度的限值更加严格,即滤膜在自动称重系统内平衡 24~48 h 后进行称量。平衡条件为:温度(20±1)℃;湿度(50±5)%RH;恒温恒湿空间内温湿度均匀分布。

4) 电荷平衡时间设置

本技术规定 5.5 电荷平衡时间为 $1\sim30$ s 范围内任意时间,通常不低于 5 s,聚四氟乙烯、聚丙烯等有机滤膜可适当延长电荷平衡时间。

5) 称量步骤

滤膜平衡结束后,天平已经回零且稳定,开始称量,主要包括以下步骤:

- a)如果使用滤膜自动识别编码功能,滤膜由输送系统将滤膜输送至滤膜扫码识别单元,读取编码,输送系统从样品储存装置上取出样品的同时,天平自动归零;如果不使用该功能,直接进行下一步。
 - b)输送装置将滤膜输送至电荷平衡装置,对滤膜上可能存在的静电荷进行中和。
- c) 电荷平衡结束后,输送系统将滤膜输送至称量天平处,关闭防风罩,使称量传感器和滤膜与外界隔离;天平开始称重,待天平示数稳定后,该张滤膜的重量值将显示控制电脑的显示屏上。
 - d) 滤膜输送装置将滤膜送回在滤膜储存装置的原始位置, 天平自动归零,等待称重下一滤膜。
- e)两次称量时间间隔为至少1h。若一轮称量时间已超过间隔时间,则直接进行第二轮称量。 当两次称量全部结束后,控制系统显示两次称量的滤膜编码和重量表。经过两次称量的滤膜,其重量为第一、二次称量的平均值。
- f) 当时用大流量采样器时,同一滤膜两次称量质量之差应小于 0.4 mg; 当使用中流量或小流量 采样器时,同一滤膜两次称量质量之差应小于 0.04 mg,两次称量结果平均值为滤膜称重值。当两 次称量之差超出以上范围时,可将相应滤膜再平衡至少 24 h 后重新称量两次,若两次称量偏差仍超 过以上范围,则该滤膜作废。参考 HJ 656-2013 和 HJ 1263—2022 中相关规定。

采样前,应对所有的滤膜进行唯一标识,在温度为 19~21°C,湿度为(50 ± 5)%RH 的天平室中平衡 24~48 h,进行第一次称量,结果为 $m_{e,1}$,然后每隔 1 h 进行一次称量,结果为 $m_{e,2}$ 。

两次测量结果的差值应满足如下要求:

 $|m_{\rm e,1} - m_{\rm es,2}| \leq 40 \, \mu \rm g$

如果条件不满足,滤膜应废弃。

平衡后的两次滤膜质量差≥40 µg,如上的程序应提前在一个相对高湿度的环境(在 19~21℃的饱和水蒸气中)中平衡≥3 周。相同尺寸和材质的用作采样的两个空白滤膜中间最小的保持在自动称量箱中作为自动称量箱空白。

采样后滤膜应在自动称量箱内进行 24~48 h 的平衡,进行首次称量,记录结果 $m_{s,1}$,然后每隔 lh 进行一次称量,记录结果 $m_{s,2}$ 。

两次测量结果的质量差应满足以下要求:

 $|m_{\rm s.1} - m_{\rm s.2}| \leq 40 \, \mu \rm g$

如果上述条件不满足,再次平衡后称量仍不满足结果则认为无效。

6) 数据存储及输出

称量数据文件可长期存储在称量系统数据库中,数据可通过 EXCEL 或 WORD 文件格式输出,数据至少包括以下内容:滤膜材质、滤膜编码、每次称量的时间、滤膜质量、计算出的颗粒物最终质量、每张滤膜称量时的温度和湿度以及备注信息(采样点位信息,滤膜情况、称量人员等)。

(4) 称量前后滤膜的保存

本技术规定 5.8 中的表述为:将已称量的空白滤膜放置滤膜盒中,采样前运送至采样点。采样后,滤膜接尘面朝上放在滤膜盒中,运输过程中避免滤膜盒倾侧和剧烈颠簸,低温运送至自动称量实验室,尽快放至自动称量系统中平衡、称量。如不能及时平衡、称量,应将滤膜放置在 4℃以下密封冷藏保存。若测定颗粒物质量浓度,滤膜最长保存不超过 30 d;若测定颗粒物化学组分,参考相关组分的标准分析方法中滤膜保存时间。

其中,若测定颗粒物质量浓度,滤膜最长保存不超过30d,参考了HJ656-2013中的要求。测定不同的化学组分,如无机元素、可溶性离子、多环芳烃等相关标准对保存时间的要求各不相同,滤膜称量后的保存时间建议参考相应的标准。

HJ 656-2013 中"6.2.4 样品保存: 样品采集完成后, 滤膜应尽快平衡称量; 如不能及时平衡称量, 应将滤膜放置在 4° C条件下密闭冷藏保存,最常不超过 30 d"。《Appendix L to Part 50—Reference Method for the Determination of Fine Particulate Matter as $PM_{2.5}$ in the Atmosphere》标准 2011 年 7 月 1 日最新版本(7–1–11 Edition)第 8.3.6 节中注明"从取样器取出后,含有 $PM_{2.5}$ 样品的滤膜应尽快运输到滤膜调节环境中,理想情况是在 24 h 内到达调节环境进行调节和后续称重。在从采样器取出滤膜和开始调节之间的过程中,滤膜运输和储存的条件应满足尽可能凉爽、持续保护、且不要暴露在超过 25°C 的温度下,以保护样品的完整性并最大限度地减少挥发性成分的损失。有关完成采样后

称重的时间限制,请参阅本附录第 8.3.6 节。有关样品运输到调节和称重实验室的其他指导,请参见本附录第 13.0 节中的参考文献 2"。其中,参考文献 2 为"Quality Assurance Guidance Document 2.12. Monitoring PM_{2.5} in Ambient Air Using Designated Reference or Class I Equivalent Methods. U.S. EPA, National Exposure Research Laboratory. Research Triangle Park, NC, November 1988 or later edition",这里提到的"质量保证指南 2.12 于 2016 年 1 月更新了最新版本,并在其 10.7 章节中对采样后的滤膜保存章程做了详细规定,其相关内容如下:

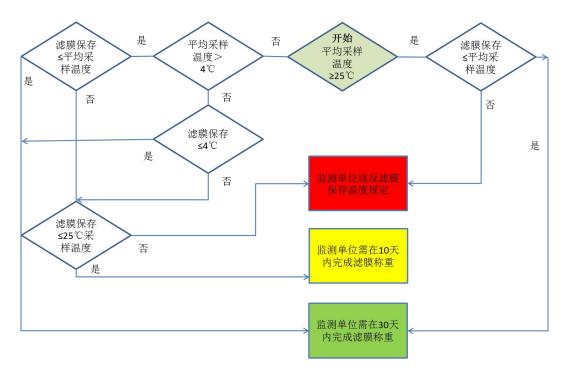


图10.6 加载滤膜保存温度与时间要求流程图

图示说明:

- 1. 平均采样温度≥25℃,滤膜保存≤平均采样温度,监测单位需在30天内完成滤膜称重;
- 2. 平均采样温度≥25℃,滤膜保存>平均采样温度,监测单位违反滤膜保存温度规定;
- 3.25℃>平均采样温度>4℃,滤膜保存≤平均采样温度,监测单位需在30天内完成滤膜称重;
- 4.25°C>平均采样温度>4°C,25°C>滤膜保存>平均采样温度,监测单位需在10天内完成滤膜称重;
- 5.25℃>平均采样温度>4℃,滤膜保存>25℃,监测单位违反滤膜保存温度规定;
- 6. 平均采样温度≤4℃, 滤膜保存≤4℃, 监测单位需在 30 天内完成滤膜称重;
- 7. 平均采样温度≤4℃, 25℃≥滤膜保存≥4℃, 监测单位需在 10 天内完成滤膜称重;
- 8. 平均采样温度 \leqslant 4 \degree ,滤膜保存 \geqslant 25 \degree ,监测单位违反滤膜保存温度规定。

5.6 自动称量系统校准和期间核查

本技术规范中对自动称量系统的校准和期间核查进行了规定。

(1) 称量天平校准和期间核查

- 1) 校准: 称量天平每年校准一次,由计量机构出具合格报告后,方可在有效期内使用。
- 2)期间核查:校准证书有效期内使用检定砝码进行 1~2次期间核查,核查方法参考《电子天平检定规程》(JJG 1036),包括外观检查、偏载误差、重复性、示值误差等,天平使用中检验的最大允许误差应是首次检定时最大允许误差的两倍。

(2) 温湿度传感器检定与校准

- 1) 检定: 温湿度传感器每年检定一次, 检定合格后方可在有效期内使用。
- 2)校准:检定有效期内使用标准温湿度计进行 1~2 次期间核查,核查方法如下:在恒温恒湿空间内均匀设置不少于 5 个核查点,将温湿度传感器与通过检验的合格的精密温湿度测量仪进行温度与湿度示数的比较,温度测量偏差应≤±0.5℃,相对湿度测量偏差应≤3% RH。

若有超出偏差范围,则进入控制界面,调整内温湿度传感器的显示,校准完成后,再次测试恒温恒湿空间内的温湿度,并与作为参考的温湿度测量仪示值进行比较,若显示的数值相同或在偏差范围内,则校准完成。

(3) 滤膜输送装置校准

滤膜输送装置,一般每六个月校准一次。校准时,通过控制台手动控制滤膜输送装置的机械手臂移动至指定位置,包括开始位置、编码位置(如果有)、电荷平衡位置、天平位置、校准位置(如果有)。若机械手臂能够移动到位,且没有误差与错误,则输送装置正常,运行完好。若有误差,则需将输送装置移动至校准位置,然后手动对输送装置进行校准。

5.7 质量保证与质量控制

质量控制在颗粒物滤膜自动称量实验室及自动称量过程中是必不可少的,确保了环境空气中颗粒物测量值的不确定性在规定的限制范围内。为了获得准确数值,维护、测试和校准程序是必须进行的程序,这些程序是保证称量的质量水平的最低要求。同时,可追溯的空气质量数据也是必不可少的。对于颗粒物自动称量实验室的关键部分,如滤膜、仪器系统以及数据等,都必须对其进行质量控制。所得到的数据,需要建立一套质量管理制度,定期对数据进行准确性以及可靠性的考核。称量前滤膜的检验和处理:包括空白滤膜检验和采样后滤膜的检验。其中,空白滤膜检验:空白膜在使用前需进行检验,用干净的镊子夹起滤膜,目测检查滤膜是否存在下列具体缺陷:①小孔:需在光桌上进行检查,若发现滤膜两面的同一个位置出现明显的光亮小孔,则可认定存在小孔;②松散杂质:包括任何多余的松散杂质或滤膜上的尘埃颗粒物;③变色:任何可能成为污染因素的显著的变色;④滤膜不均匀性滤膜表面孔隙度或密度渐变的任何明显可见的不均匀性;⑤其他:滤膜具有以上未描述的任何缺陷,比如不规则表面或其他制作工艺低劣的情况。如果在滤膜上发现以上任

一缺陷,则视为不合格样品,不能使用。

此外,"空白滤膜和采样滤膜在同一称量设备、相同条件、同一批次进行恒重、称量和记录,空白滤膜和采样滤膜一起被运送至采样地点后再运回实验室称量。一般要求空白滤膜捕集量≤0.5 mg,否则认为此次采样监测数据无效",关于空白滤膜的表述,参考 HJ 656-2013 中 9.2.4 的相关要求,即"空白滤膜和采样滤膜在同一称量设备、相同条件、同一批次进行称重,空白滤膜前、后两次称量质量之差应远小于采样滤膜上的颗粒物负载量,否则此批次采样监测数据无效。";空白滤膜捕集量的要求,参考《关于开展 2019 年东北、华北、华东、华南、西北、西南区域质控工作的通知》(总站质管字[2019]68 号)的附件 3-3"国家环境监测网环境空气颗粒物(PM₁0、PM₂.5)自动监测手工比对核查技术规定(试行)"中"11 质量保证与质量控制"的相关规定。

采样后滤膜检验:采集颗粒物样品的滤膜送到自动称量实验室后,同样需要进行检验。实验室操作人员应戴无粉尘手套,用干净的镊子取出滤膜,观察滤膜表面有无破损。若滤膜出现破损现象,则该张滤膜将被废弃。

此外,编制组针对全程序空白滤膜在采样前、后质量变化情况开展了实验,采用 whatman 品牌特氟龙滤膜,直径 47 mm,具体情况见下表。在采样的过程中,滤膜一直都放在滤膜盒里,在采样时放置在采样器中或者放在转运箱中。由表中数据可见,标准中关于空白的要求,即捕集量≤0.5 mg能够达到。

表 5 采样前后空白滤膜的变化情况

可 拌上片	空白质	循环	空白称重时	空白回收	循环	变化量	到达现场时	离开现场时	回收称重时	称量温度	称量湿度
采样点位	量(mg)	次数	间	质量(mg)	次数	(mg)	间	间	间	(量温	(%)
沈阳	164.762	2	2019/8/17	164.890	2	0.128	2019/9/16	2019/9/25	2019/9/27	20.1	48.9
抚顺	164.001	3	2019/8/17	163.947	2	0.054	2019/8/28	2019/9/5	2019/9/7	20.5	50.2
齐齐哈尔	137.191	2	2019/9/21	137.412	2	0.221	2019/10/22	2019/11/3	2019/11/15	19.7	50.0
大庆	141.400	2	2019/10/15	141.708	3	0.308	2019/11/8	2019/11/13	2019/11/15	20.0	49.9
吉林	142.864	2	2019/9/21	143.121	2	0.257	2019/10/30	2019/11/6	2019/11/9	20.1	52.3
营口	135.737	2	2019/9/20	136.103	2	0.366	2019/10/9	2019/10/15	2019/10/17	20.5	48.7

标准滤膜的表述参考 HJ 656-2013 中 9.3.2.4,随机挑选每批滤膜中的清洁滤膜若干张,在自动称重系统内平衡 24~48 h 后进行称量。每张滤膜非连续称量 10 次以上,10 次称重结果的平均值为该张滤膜的原始质量。以上述滤膜作为"标准滤膜",标准滤膜的 10 次称重应在 30 min 内完成。每批次滤膜称重的同时,称量至少 1 张"标准滤膜"。若标准滤膜称出的重量在原始质量±5 mg(大流量采样)或±0.5 mg(中流量和小流量采样)范围内,则认为该批样品滤膜称量合格,数据可用。否则应检查称量条件是否符合要求并重新称量该批样品滤膜。

关于滤膜保存盒的要求,参考《环境空气 总悬浮颗粒物的测定 重量法》(GB/T 15432-1995) 中 3.8 和 3.9 规定:"滤膜袋:用于存放采样后对折的采尘滤膜。袋面印有编号、采样日期、采样地 点、采样人等项栏目。滤膜保存盒:用于保存、运送滤膜,保证滤膜在采样前处于平展不受折状态。"

此外,还应建立仪器管理制度,做好使用、维修、校准等记录。为了保证微量天平的使用精度,称量天平应尽量处于长期通电状态,每次称量前系统应按照天平操作规程自动校准天平。系统在进行自动称量前应提前打开天平防风罩至少 1 min 以上,保证天平罩内外的温湿度环境保持平衡。

5.8 注意事项

(1) 滤膜使用过程中注意事项

为了避免滤膜在称量过程中受到污染,应注意以下要点:

- a)清洁自动称重系统时,应使用抗静电溶液或丙醇浸湿的一次性实验室抹布。
- b) 称量人员应穿戴洁净的实验服,佩戴无粉尘、抗静电,并且不含硝酸盐、磷酸盐、硫酸盐 的乙烯基手套进行操作。每次称量前,清洗镊子并确保所使用的镊子干燥。未使用的镊子, 应保存在洁净袋子中,与用于处理其他标准物的镊子区分开。
- c)如果滤膜接触到异物并受到污染,则必须对滤膜进行标记(如果采样期间或采样后产生污染)或停止进行采样活动(如果采样前产生污染)。
- d) 滤膜检验合格后,仅能接触镊子、滤膜输送叉、滤膜储存架以及天平,直到滤膜称重过程 完成。
- e) 称重完的滤膜, 应独立存放, 避免因滤膜间相互接触而受到污染。

(2) 称量前注意事项

在启动称量任务之前,必须完成对于自动称量系统的检查任务:

- a) 检查控制台。
- b) 检查温湿度是否在设定的范围内。
- c) 检查天平是否运行正常。
- d) 检查滤膜输送装置的工作情况。

5.9 标准适用性研究

为了考察本技术规定在实际工作中的适用情况,辽宁省生态环境监测中心组织开展了方法的验

证。选取了玻璃纤维(glass-fibre)、石英纤维(quartz-fibre)、聚丙烯(PP)和聚四氟乙烯(PTFE)四种材质的滤膜进行采样,用自动称量系统进行称量,按照每小时称量一次,考察 72 h 期间滤膜质量变化的情况。

称量天平: 杭州微智兆 CR-4

自动称量箱温度: 20℃±1℃

自动称量箱湿度: 50±5%RH

除静电时间: 15s

标准滤膜编号: CN0021341

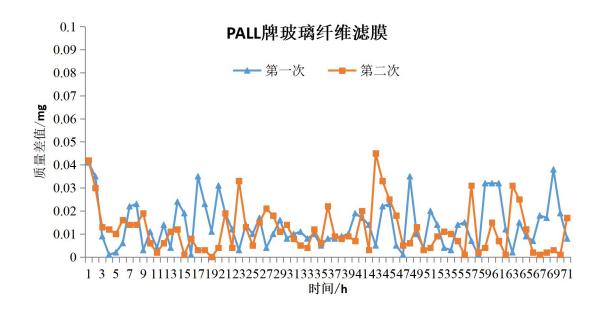
标准滤膜质量: 364.029 mg

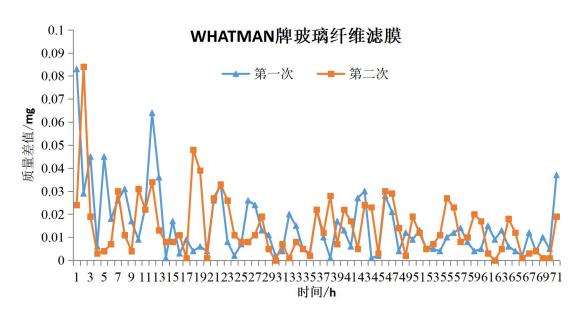
表 6 不同材质滤膜采样一览表

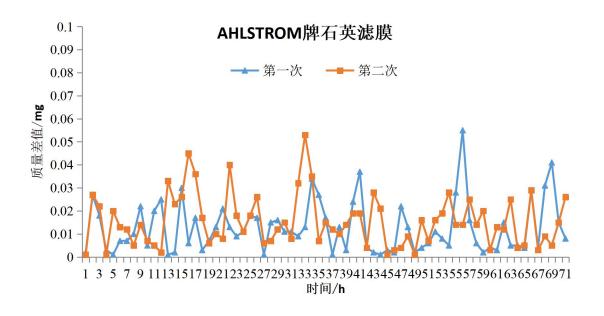
单位: mg

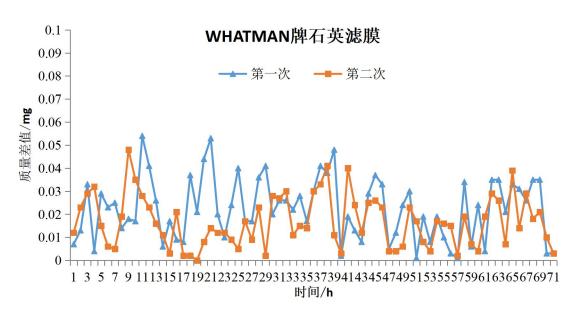
_													
序	膜编	空白称	机器	材质	品牌	空白称	采样开始时间	标准滤	采样	采样	采样	采样	采样后称
묵	号	量天平	工号	1400	ии/ка-	量时间			器号	温度	湿度	压强	量天平
1	1-1	4 号机	3-1	玻纤	Whatman	2018.7.6	2018.7.6.11:10	364.152	1号	28.5	63.4	995.4	4 号机
2	1-2	4 号机	3-2	玻纤	Whatman	2018.7.6	2018.7.6.11:10	364.152	2 号	28.5	63.4	995.4	4 号机
3	1-3	4 号机	3-3	石英	Whatman	2018.7.6	2018.7.6.11:10	364.152	3 号	28.5	63.4	995.4	4 号机
4	1-4	4 号机	3-4	石英	Whatman	2018.7.6	2018.7.6.11:10	364.126	4号	28.5	63.4	995.4	4 号机
5	1-5	4 号机	3-5	PTFE	Whatman	2018.7.6	2018.7.6.11:10	364.126	5号	28.5	63.4	995.4	4 号机
6	1-6	4 号机	3-6	PTFE	Whatman	2018.7.6	2018.7.6.11:10	364.126	6号	28.5	63.4	995.4	4 号机
7	1-7	4 号机	3-7	石英	AHLSTR OM	2018.7.7	2018.7.7.11:10	364.159	1号	25.7	60	996.7	3 号机
8	1-8	4 号机	3-8	石英	AHLSTR OM	2018.7.7	2018.7.7.11:10	364.159	2 号	25.7	60	996.7	3 号机
9	1-9	4 号机	3-9	聚丙烯	北化黎明	2018.7.7	2018.7.7.11:10	364.159	3 号	25.7	60	996.7	3 号机
10	1-10	4 号机	3-10	聚丙烯	北华黎明	2018.7.7	2018.7.7.11:10	364.123	4号	25.7	60	996.7	3 号机
11	1-11	4 号机	3-11	聚丙烯	NAVIGA TOR	2018.7.7	2018.7.7.11:10	364.123	5 号	25.7	60	996.7	3 号机
12	1-12	4 号机	3-12	聚丙烯	NAVIGA TOR	2018.7.7	2018.7.7.11:10	364.123	6 号	25.7	60	996.7	3 号机
13	1-13	4 号机	1-8	玻纤	PALL	2018.7.1	2018.7.12.15:15	364.383	1号	29.1	61	998.5	4 号机
14	1-14	4 号机	1-9	玻纤	PALL	2018.7.1	2018.7.12.15:15	364.298	2 号	29.1	61	998.5	4 号机

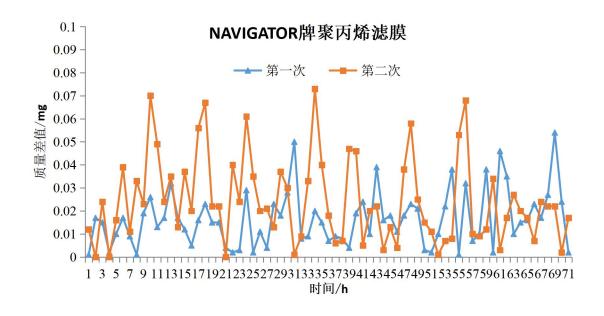
选取 4 种材质,各两种品牌的滤膜进行采样后 72 h 质量差值统计,可以看出,玻璃纤维和石英滤膜平衡时间 24 h 可以达到每小时质量差值小于 0.04 mg,而聚丙烯和聚四氟乙烯滤膜建议延长至 48 h。

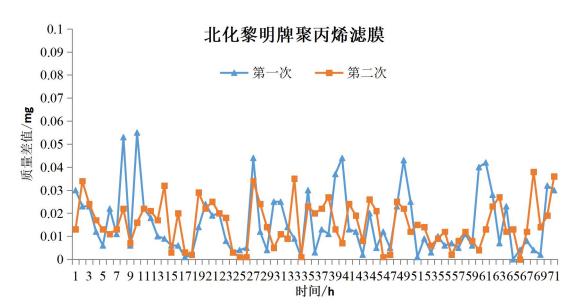


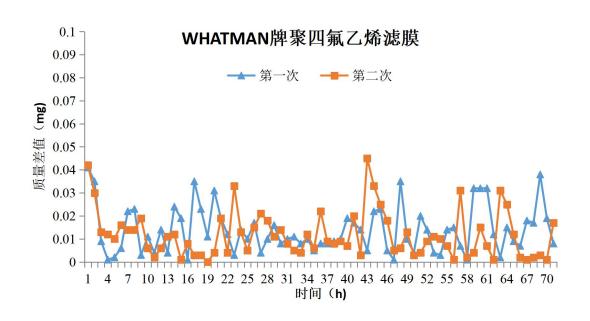


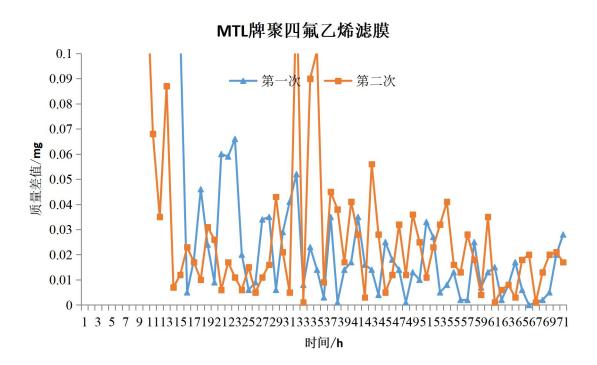












5.10 参考文献

- [1] GB 3095—2012《环境空气质量标准》
- [2] HJ/T 194—2005《环境空气质量手工监测技术规范》
- [3] HJ 618—2011《环境空气 PM₁₀和 PM_{2.5}的测定 重量法》
- [4] HJ 656—2013《环境空气颗粒物 (PM_{2.5}) 手工监测方法 (重量法) 技术规范》
- [5] HJ 93—2013《环境空气颗粒物 (PM₁₀和 PM_{2.5}) 采样器技术要求及检测方法》

- [6] HJ/T 193—2005《环境空气质量自动监测技术规范》
- [7] US EPA. Appendix L to Part 50—Reference Method for the Determination of Fine Particulate Matter as PM_{2.5} in the Atmosphere
- [8] US EPA. cfr 40, Part 53—Ambient air monitoring reference and equivalent methods
- [9] US EPA. cfr 40, Part 58—AMBIENT AIR QUALITY SURVEILLANCE
- [10] US EPA. cfr 40, part 50—NATIONAL PRIMARY AND SECONDARY AMBIENT AIR QUALITY STANDARDS
- [11] US EPA. cfr 40, part 53—AMBIENT AIR MONITORING REFERENCE AND EQUIVALENT METHODS
- [12] US EPA. cfr 40, part 58—AMBIENT AIR QUALITY SURVEILLANCE
- [13] EUR EN 24851—2011, A Quality Assurance and Control Program for PM_{2.5} and PM₁₀ measurements in European Air Quality Monitoring Networks
- [14] JIS Z8814—1994《小流量空气采样器》
- [15] JJG 1036—2008《电子天平检定规程》
- [16] EN 12341: 2014, Ambient air Standard gravimetric measurement method for the determination of the PM₁₀ or PM_{2.5} mass concentration of suspended particulate matter
- [17] GB/T 26497—2001《电子天平》
- [18] GB/T 15432—1995《环境空气总悬浮颗粒物的测定 重量法》

6 标准实施建议

本标准作为颗粒物源解析工作的配套方法,是对现有源解析标准技术体系的重要补充,可为全国各级环保部门开展源解析工作提供技术支持,进一步促进我国源解析工作的科学性、规范性和可比性,可在全国范围推广使用。