

第三章
检测滤网收集的细颗粒物（PM_{2.5}）
质量浓度方法的暂行手册
（修订版）

第三章
检测滤网收集的细颗粒物 (PM_{2.5})
质量浓度方法的暂行手册
(修订版)

目录

1. 前言	1
2. 检测概要	1
3. 术语定义	1
4. 采样设备 (PM _{2.5} 低流量空气采样器) 的构成	2
4.1 各部分结构	3
5. 滤网	12
5.1 对用于检测 PM _{2.5} 质量浓度的滤网性能要求	12
6. 称量滤网和采集 PM _{2.5}	12
6.1 设备和器具	12
6.2 采样前的滤网准备	12
6.3 采集 PM _{2.5}	13
6.4 称量采集试样后的滤网	14
7. 计算质量浓度	15
7.1 质量浓度的计算方法	15
7.2 旅运空白的处理	15
8. 流量校正	15
9. 标准作业程序 (SOPs)	16
9.1 制作 SOPs	16
9.2 SOPs 的内容	16
10. 报告	17
10.1 记录检测操作	17
10.2 有关精度管理的报告	17
10.3 检测结果报告书的记载事项	18

第三章

检测滤网收集的细颗粒物 (PM_{2.5}) 质量浓度方法的暂行手册 (修订版)

为了给大气细颗粒物 (PM_{2.5}) 的浓度调查提供参考, 本手册介绍目前被作为标准的相关技术手法。虽然细颗粒物 (PM_{2.5}) 浓度的检测方法尚有许多不明之处, 但本手册以 1997 年 6 月 18 日美国公布的标准检测法 (Federal Register Vol. 62, No. 138/Appendix L) 为基础, 提示了使用 PM_{2.5} 低流量空气采样器进行质量浓度检测的方法。检测时, 希望参考本手册提示的手法, 制作标准作业程序 (SOPs), 并予以实施。随着今后科学见解的积蓄和进展, 本手册有可能根据需要予以修订。

1. 前言

本手册介绍运用 PM_{2.5} 低流量空气采样器, 用滤网采集悬浮在环境大气颗粒物中的 PM_{2.5} (空气动力学当量直径为 2.5 μ m 的颗粒物, 可以用具备 50% cut 特性的颗粒分离设备进行分离的物质), 检测其质量浓度的方法。

一般情况下, 环境大气中的 PM_{2.5} 受水分和半挥发性物质的影响较大, 在采样过程中存在各种问题, 例如: 气体状物质吸附在滤网或者滤网收集的颗粒上、滤网收集的颗粒物中的高挥发性物质再度挥发等, 给 PM_{2.5} 的质量浓度检测带来各种干扰和不确定因素。所以, 严格而言, 精确检测 PM_{2.5} 的质量浓度十分困难。本手册的目的是通过详细介绍检测方法, 尽量排除由于干扰因素所造成的数据质量差异。检测值误差是指, 以按照本手册介绍的方法得到的检测值为标准的相对误差。

滤网上收集的试样利用精密天平称量质量后, 可以继续用于物化分析。但由于化学物质种类不同, 有些成分在采样过程中有可能发生某种变化, 因此在检测或者评估检测值时, 应该予以注意。

关于 PM_{2.5} 中的化学成分的检测方法, 将在其它手册中介绍。

2. 检测概要

以一定的实际流量从引进孔吸入悬浮在环境大气中的颗粒物, 通过颗粒分离设备分离细颗粒物 (PM_{2.5}), 将其收集在滤网上, 并检测质量浓度。采样设备使用 PM_{2.5} 低流量空气采样器, 按照颗粒分离设备的设计流量进行采样。采样时间为 24 \pm 1 小时。采样后的滤网在恒温和恒湿环境下达到恒量化 (以下称调节), 先计算采样前后的重量差, 然后除以试样大气吸引量, 得出 PM_{2.5} 的质量浓度。

这种方法使用的 PM_{2.5} 低流量空气采样器, 装有美国 FRM 规定的 (PM_{2.5}) 颗粒分离设备或具有同等性能的颗粒分离设备, 使用灵敏度为 1 μ g 的精密天平称量, 定量下限值定为 2 μ g/m³ (\pm 0.2 μ g/m³)。关于定量上限值, 保持在采集试样时滤网压力损失增大等所致控制流量的保持范围内, 至少应该能够检测 200 μ g/m³。

3. 术语定义

(1) 粒径

是指将实际颗粒粒径换算成具有相同空气动力学特性的 (密度为 1.0 的粒子) 等效直径。

(2) 颗粒分离

按照一定的颗粒度，将大小粒子进行分离。

(3) 颗粒分离直径

利用通过颗粒分离设备的粒子占比表示粒径。例如：同一粒径的颗粒物质 80%通过颗粒分离设备时，称 80%颗粒分离直径。

(4) PM₁₀

是指大气浮游颗粒物中，粒径为 10 μm 、50%分粒的小粒径颗粒物。

(5) PM_{2.5}

是指大气浮游颗粒物中，粒径为 2.5 μm 、50%分粒的小粒径颗粒物。（具有图 4.1-1 中介绍的空气动力学的颗粒分离特性。）

(6) 颗粒分离设备

按照一定的颗粒分离直径，将粒子进行分离的设备。

① 撞击方式（惯性冲击型）

该设备由垂直向下的试样空气喷嘴和与其呈直角配置的撞击板构成。从喷嘴垂直喷出的气流射在撞击板上之后，气体向水平方向流动。因此，把由于惯性而与撞击板撞击的粗大粒子、以及随着气流水平方向流动的微小粒子进行分离（请参阅图 4.1-2）。

② 旋风分离方式（离心分离型）

由圆筒、圆锥筒以及粒子滞留部组成。空气流在设备内部呈螺旋形旋转，借助离心力，粗大粒子撞击筒壁后，进入粒子滞留部；微小粒子则随着气流继续流动（请参阅图 4.1-3）。

③ 虚拟撞击方式（假设惯性撞击型）

撤除冲击方式中使用的撞击板，设置反向喷嘴。从喷嘴中射出并被加速的粒子中，粗大粒子进入反向喷嘴后被捕获，与微小粒子进行分离（请参阅图 4.1-4）。

(7) 实际流量

是指在采样地点实际吸入的空气体积流量。使用吸入空气时的气温和气压条件下的体积流量。

(8) 累计实际流量

从开始采集大气截至采集结束为止，采集的实际流量总和。

(9) 质量浓度

指的是累计实际流量单位体积中的浮游颗粒物的质量。单位以 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ 表示。

(10) 洁净空气

使用过滤材料等清除颗粒物之后的空气。

4. 采样设备（PM_{2.5}低流量空气采样器）的构成

如图 4.1-5 所示，采样设备由试样大气引进孔、引进管、颗粒分离设备、滤网保持器、流量控制器、吸入泵、显示器、记录器等构成，此外还包括机械和电气控制系统。采样时，需要检测大气温度和大气压。如果采样设备没有配备大气温度和大气压检测仪，则可以利用采样地点的气象观测数据（最好是连续记录的数据）。

一般情况下，整个采样设备在室外使用，为了排除外部外部空气的影响，还需要设置防护箱。由于细颗粒物中含有易于挥发的成分，所以，防护箱最好采用滤网温度和外部空气温度之差为 $\pm 5^\circ\text{C}$

以内的结构（利用风扇等，采用使外部空气在防护箱内～循环～排放的结构）。

从试样大气引进孔至颗粒收集部位必须是垂直的直线结构，试样大气引进管不得弯曲。各部分的材质最好使用不产生影响检测数值的物质。采样器应具备与以下所示相同的功能。

(1) 可以显示吸引量及其它必要的参数（采样的开始和结束时间、大气温度、大气压等）。

(2) 可以显示采样中的瞬间大气流量和累计大气流量值（最好是显示实际流量值）、气温等检测值，并可以控制保护箱内的温度。

4.1 各部分结构

(1) 试样大气引进孔

试样大气引进孔应该采用将大气中悬浮颗粒物吸入颗粒分离设备时颗粒损失较少的结构，而且不受风雨等环境条件的影响，可以防止昆虫等异物进入。其材质为不锈钢、铝合金或阳极氧化铝等耐候性物质。最好设置雨滴收集器，防止雨滴等进入颗粒分离设备。

(2) 颗粒分离设备

①颗粒分离方式及颗粒分离特性

颗粒分离设备采用撞击方式、旋风分离方式或虚拟撞击方式。PM_{2.5} 颗粒分离设备具有与图 4.1-1 所示空气动力学的颗粒分离特性相同的性能（注 1）。

例如，美国国家环境保护局（EPA）联邦标准法（FEM：Federal Reference Method）指定的撞击方式颗粒分离设备（图 4.1-2）；联邦等效法（FEM：Federal Equivalent Method）认可的旋风分离方式颗粒分离设备（图 4.1-3）；与上述两种设备同样具有代表性的模拟撞击方式颗粒分离设备（图 4.1-4）。

（注 1）PM_{2.5} 颗粒分离设备只要具备与图 4.1-1 所示空气动力学颗粒分离特性同等的性能，在 24 小时采样过程中，其吸引流量只要能够定量检测 PM_{2.5} 的质量浓度即可。只要能够确认颗粒分离特性的同等性，也可以使用示例以外的其他设备。这里所谓的同等性，是指 50% 颗粒分离直径为 2.5μm ± 0.2μm、20% 分粒直径与 80% 分粒直径之比的规定倾斜度为 1.5 以下。

②材质

颗粒分离设备的内侧应光滑，其材质不能影响检测值，最好使用不锈钢、铝合金或阳极氧化铝等物质。

③使用撞击方式时的易耗品

使用撞击方式的颗粒分离设备时，为了防止分离后的粗大颗粒再次飞散，需要在撞击部分安装浸油滤网。撞击用滤网和油脂使用以下所示规格。

<撞击用滤网规格>

尺寸：直径 35~37mm 圆形滤网（采用 WINS 撞击方式时）

材质：硼硅玻璃纤维，不含其它成分。

孔径：1~1.5μm

厚度：300~500μm

<撞击用油脂规格>

成分	四甲基四苯基三硅氧烷*	癸二酸二辛酯（DOS）
蒸汽压（25℃）	2×10 ⁻⁸ mmHg 以下	1×10 ⁻⁷ mmHg 以下

粘度（40℃）	24 cSt	27 cSt
密度	1.1 g/cm ³	0.92 g/cm ³
添加量	1±0.1ml（采用 WINS 撞击方式时）	

* 如果是低温高湿的检测环境，使用四甲基四苯基三硅氧烷时，有可能发生凝固或结晶的现象。检测时，应记录使用的油脂名称。

④颗粒分离设备的清扫

颗粒分离设备随着使用，其颗粒分离特性会发生变化，或者粗大颗粒收集器的颗粒再次飞散导致影响检测数值，因此每一周或两周清扫一次颗粒分离设备内部。如果选择撞击方式，还应更换浸油滤网。

清扫时，使用柔软的布、纸或蘸过纯水的物品擦拭内侧，注意切勿划伤内侧。使用纯水不能擦掉脏污时，可以使用乙醇或丙酮等擦拭，但应该注意切勿将该类溶剂接触填料等。清扫完毕并充分干燥之后，进行组装。如果是撞击方式，应先安装撞击用滤网，然后用滴管等滴下规定量的撞击用油。

（3）试样大气引进管

试样大气引进管指的是连接颗粒分离设备和滤网保持器之间的管道。试样大气引进管应使用垂直管道。试样大气引进管需要将大气中的细颗粒物（PM_{2.5}）在不发生物理和化学变化的状态下引至颗粒收集器。

① 材质

试样大气引进管的内侧应光滑，其材质不能影响检测值，最好使用不锈钢、铝合金或氧化铝等物质。

② 试样大气引进管的清扫

管道内的脏污会导致颗粒物附在管壁的比例增高，降低检测的精度，需要定期清扫。管道内的脏污程度取决于该地区颗粒物质的浓度，因此清扫频度不能一概而论。一般情况下，一年需要清扫一至两次。

清扫时，使用柔软的布或纸蘸过纯水，擦拭内侧，注意切勿划伤内侧。使用纯水不能擦掉脏污时，可以使用乙醇或丙酮等擦拭，但应该注意切勿将该类溶剂接触填料等。清扫完毕并充分干燥之后，进行组装。

（4）滤网保持器

①滤网固定架

滤网固定架采用易于更换滤网、且不会损伤滤网、不会漏气的结构。

（a）支架：采用耐腐蚀材质，保障滤网有效收集面积为滤网总面积的 70%左右。

（b）护网：应具有相应强度，以保障大气通过滤网时不损坏滤网。其材质应具有耐腐蚀性，防止不纯物质附着在滤网上。

（c）填料：根据需要，使用填料防止漏气。由于直接接触滤网，所以需要使使用不给滤网带来不纯物的材料。一般使用聚四氟乙烯（以下简称 PTFE）。

②紧固件

安装滤网固定架时，需要使用耐腐蚀材料制造的紧固件，防止损坏或漏气。

图 4.1-6 为滤网保持器示例。

(5) 流量控制器

检测 PM_{2.5} 时，需要始终保持一定的试样大气颗粒物质的颗粒分离特性，同时，该流量应不受滤网压力损失变动的影响，将 24 小时的流量变动控制在颗粒分离设备设计流量的±4%以内。流量控制一般使用的是采用质量流量计 (mass flow meter) 的质量流量控制器 (mass flow controller)，但应该对实际流量进行控制，最好是利用采样时的大气温度和大气压的反馈控制，进行实际流量控制。由质量流量控制器单机控制流量的机种，其质量流量值的设计条件（多用 20℃、1 个大气压或 0℃、1 个大气压）应与采用的颗粒分离设备的设计条件（一般为 20℃、1 个大气压）相一致。在更换颗粒分离设备等时，应尤其进行确认。

由质量流量控制器单机控制流量的机种，其实际吸引流量与颗粒分离设备因保持颗粒分离特性所需大气温度的流量之间，出现几个百分点的误差。

求出用于采样的颗粒分离设备在不同大气温度下的实际流量，使该实际流量与质量流量控制器单机的实际流量（用采样时的大气温度、大气压将质量流量控制器输出值（取决于设计条件的数值）换算成实际流量的数值）之间的差异比例变动幅度，处于颗粒分离设备设计流量的±5%以下。表 4.1-1 列举出 WINS 撞击方式在不同温度条件下的容许误差示例。

表 4.1-1 WINS 撞击方式在不同温度条件下的容许误差

大气温度 (°C)	以 25℃、1 个大气压设定为 16.7 L/min 的质量流量控制器的实际吸引流量	吸引流量的容许误差
-20	14.2	-2% ~ +8%
-15	14.4	-2% ~ +8%
-10	14.7	-2% ~ +8%
-5	15.0	-3% ~ +7%
0	15.3	-3% ~ +7%
5	15.6	-4% ~ +6%
10	15.8	-4% ~ +6%
15	16.1	-4% ~ +6%
20	16.4	±5%
25	16.7	±5%
30	16.9	±5%
35	17.2	-6% ~ +4%
40	17.5	-6% ~ +4%

* 质量流量控制器的输出信号（显示目前的控制流量）显示的是以 16.7 (L/min) 为中心的数值，与实际的大气温度无关，根据变动幅度判断是否妥当。气压为在 1 个大气压时不发生变化的数值。

另外，按照规定启动流量控制器时，应该即使在 -30kPa 的压力下也能进行控制。

(6) 吸引泵

针对偏心旋转泵、隔膜泵等检测条件，应该使用具备充分的流量及大的真空度（颗粒分离设备设计流量的 1.5 倍以上、吸引压力为 -30kPa 左右）及脉动少的吸引泵。吸引泵必须具备经受长期检测的耐用性能和低噪声性能，尽量降低对周边环境的影响。

(7) 显示器和记录器

显示器应该显示采样开始日期、采样结束日期、采样过程中的瞬间流量和累计流量（最好使用可以显示瞬间实际流量和累计实际流量的显示器）、温度等，并具备记录和输出功能（可以按照一定的时间间隔进行记录），可以显示和记录采样中断等异常情况。

(8) 温度计

能够检测吸引大气时的温度（℃），并可以显示和记录采样过程中的检测值。

(9) 其它

如果具备采样开始和结束的自动开关功能，则很方便。还应具备保温功能，即使在待机状态下或者采样结束后，滤网的温度也应保持在外气温度±5℃以内的范围。

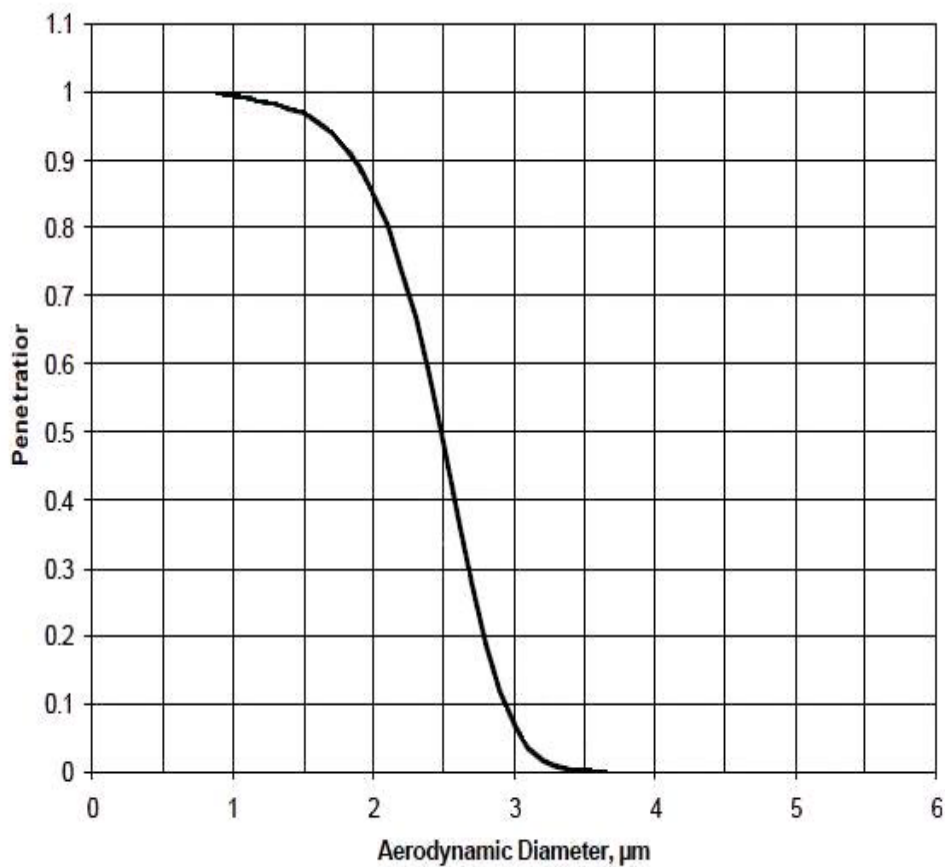


图 4.1-1 $\text{PM}_{2.5}$ 颗粒分离设备的通过率特性
美国 EPA 联邦标准法（FRM :Federal Reference Method）
WINS（Well Impactor Ninety-Six）撞击方式

摘自：Evaluation of $\text{PM}_{2.5}$ Chemical Speciation Samplers for Use in the EPA National $\text{PM}_{2.5}$ Chemical Speciation Network Volume I - Introduction, Results, and Conclusions Final Report 15 July 2000

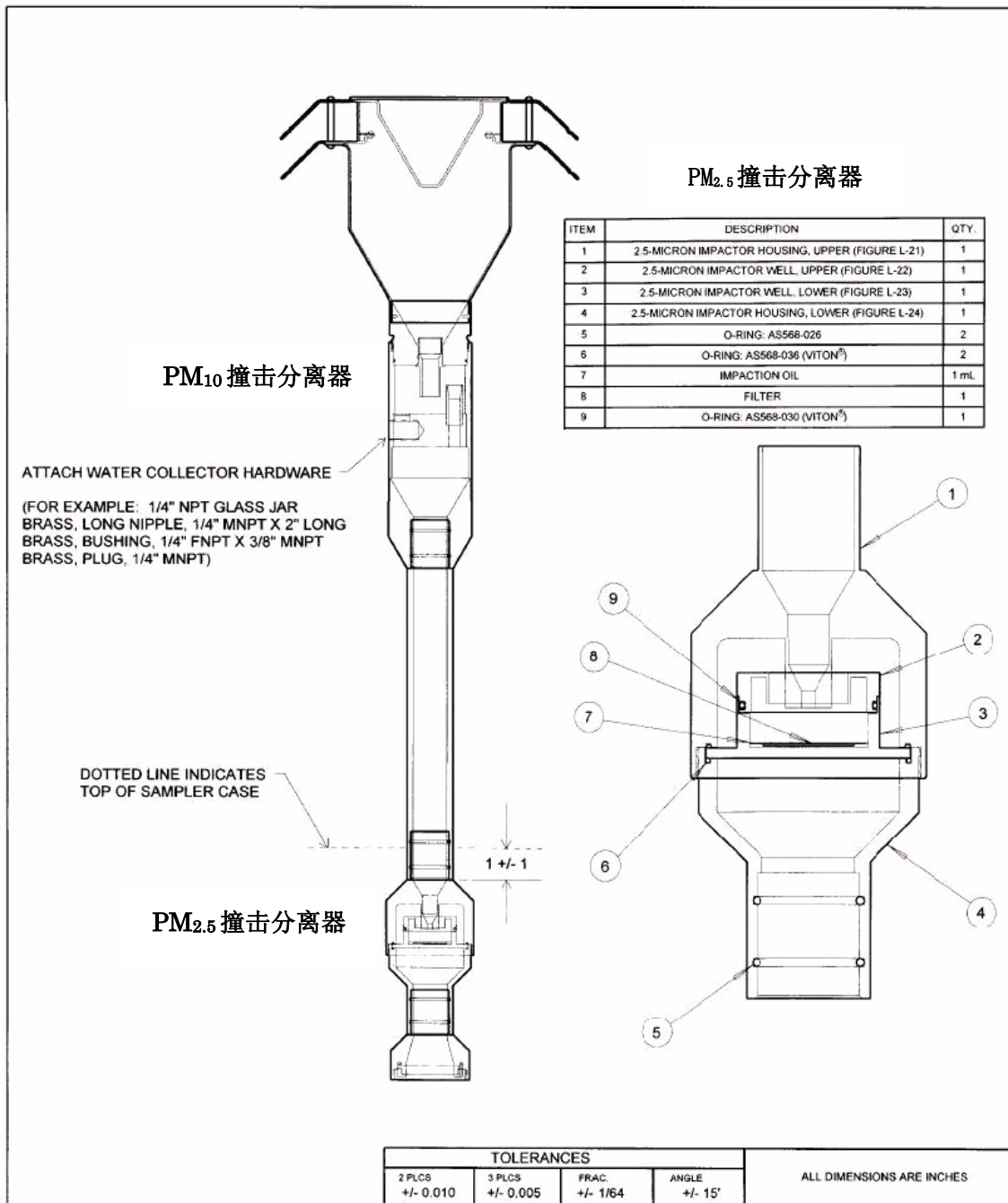


图 4.1-2 美国 EPA 联邦标准法 (FRM) 指定的 PM_{2.5} 颗粒分离设备 (WINS 撞击分离器 设定流量: 16.7L/min)

摘自: Federal Register Vol. 62, No. 138/ Appendix L

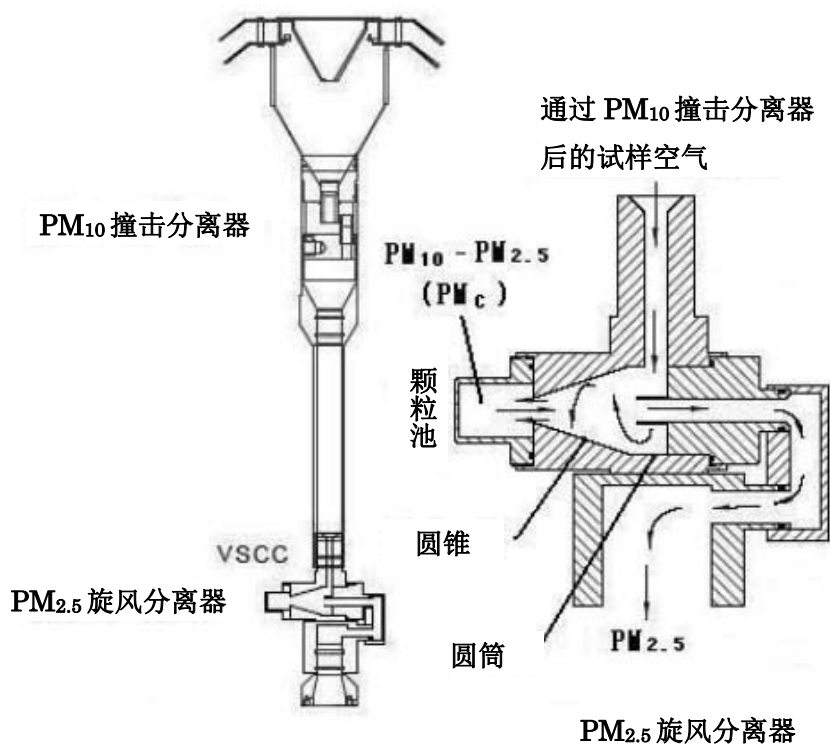


图 4.1-3 美国 EPA 联邦等效法 (FEM) 认可的
PM_{2.5} 颗粒分离设备 (VSCC: Very Sharp Cut Cyclone, 设定流量: 16.7L/min)

摘自: VERY SHARP CUT CYCLONE™ VSCC™ INSTRUCTIONS FOR USE AND
MAINTENANCE BGI, INC. © April 2002 Version 1.3

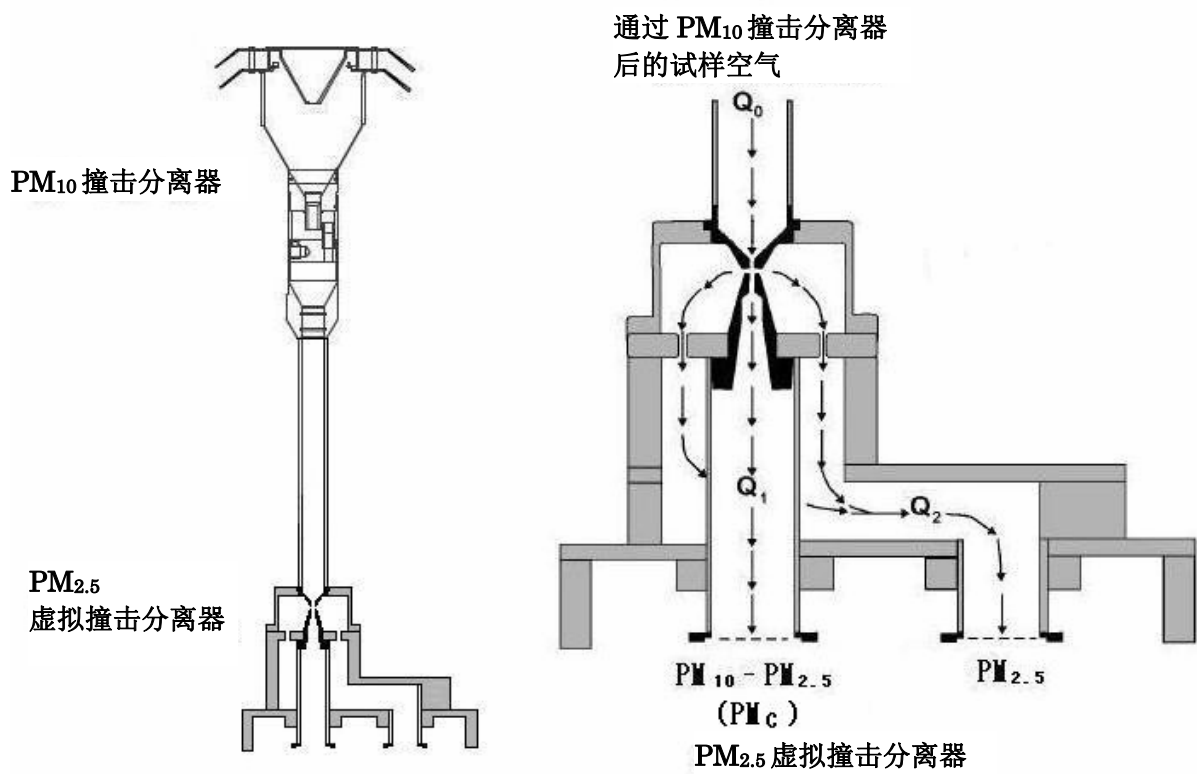


图 4.1-4 虚拟撞击分离器概要图

设定流量示例 Q_0 : 16.7 L/min, Q_1 : 1.7 L/min, Q_2 : 15.0 L/min

摘自: Air Quality Criteria for Particulate Matter Volume I of II,
October 2004 EPA/600/P-99/002Af

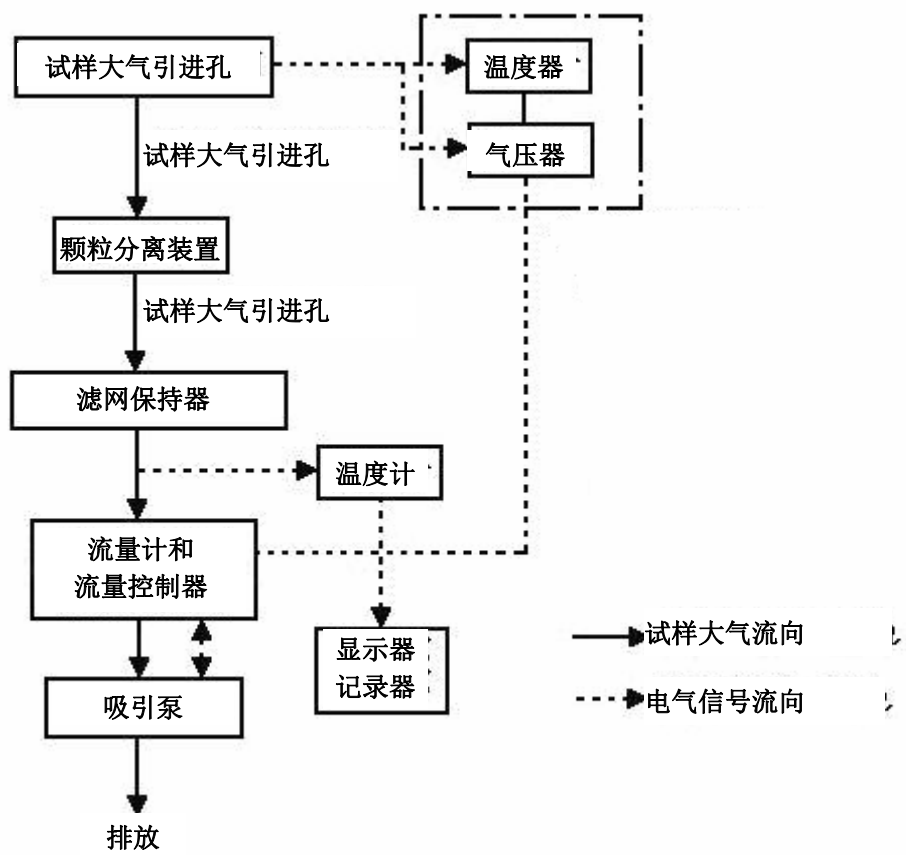


图 4.1-5 采样设备 (PM_{2.5} 低流量采样器) 的基本结构

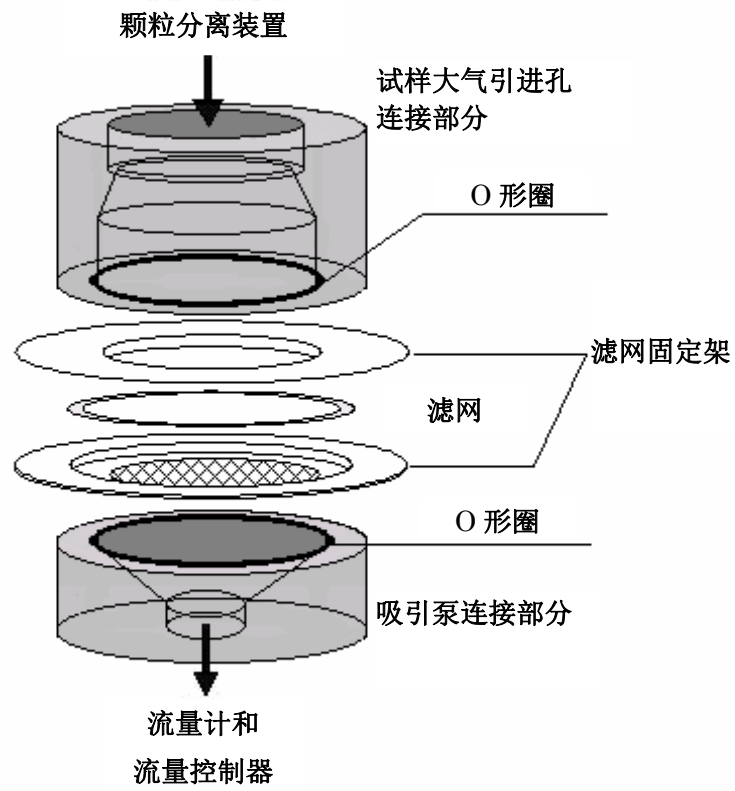


图 4.1-6 滤网保持器示例

5. 滤网

5.1 对用于检测 PM_{2.5} 质量浓度的滤网性能要求

- (1) 收集颗粒直径 0.3 μ m 的空气动力学颗粒的效率达 99.7%以上。
- (2) 在满足 (1) 的条件下, 尽可能降低压力损失。吸引流量为 16.7L/min 的洁净空气时的压力损失最好在 30cmAq 以下。
- (3) 吸湿性低。
- (4) 低静电、静电对于收集试样和称量所造成的影响较低。
- (5) 化学反应性弱。
- (6) 具有足够的强度、耐用。
- (7) 质量稳定。

美国在 Federal Register 40 CFR Part 50 Appemdix L 规定, 使用有圆形支撑环的 PTFE 滤网。

PTFE 滤网的带静电性高, 需要排除静电, 而且不能忽视吸附的酸性气体, 但与石英纤维滤网等相比, 具有滤网质量小、吸湿性低等特点。目前在市场上销售的、有圆形支撑环的 PTFE 滤网中, 有些支撑环的材质吸湿性较高, 应该予以注意 (按照本手册介绍的称量操作方法, 不会出现问题)。

6. 称量滤网和采集 PM_{2.5}

6.1 设备和器具

(1) 精密天平

精密天平的读取精度为 $\pm 1\mu$ g(注 2)。务必在设置时和使用之前使用具有可追溯性的标准砝码, 进行校正。

(2) 滤网的恒温间和称量间

恒温间(以下称调节间)必须保持温度 $21.5\pm 1.5^{\circ}\text{C}$ 、相对湿度 $50\pm 5\%$ 的恒温恒湿环境(注 3)。检测用天平和滤网应处于同样的环境条件。

(3) 采样设备 (PM_{2.5} 低流量采样器)

请参阅第 4 节。

(4) 滤网

请参阅第 5 节。

6.2 采样前的滤网准备

(1) 滤网编号

如果印章的油墨等不会影响称量和成分分析时, 可以使用编号印章在滤网的粉尘收集面的背面打印滤网编号。空白用滤网也同样打印编号。如果打印编号有可能影响试样的收集和称量时, 则在滤网存放容器上打印滤网编号(注 4)。

(2) 空白用滤网的准备

① 实验室空白

滤网称量值会因为环境的微小变动而出现变化。为此, 实验室内务必保管同一批次 3 张以

上的实验室用滤网，作为参照用滤网。实验室用滤网与试样滤网同时进行称量，对称量值进行修正。详见 6.4。

③ 旅运空白

旅运空白滤网用于确认运送和保管过程中是否受到污染。详见 7.2。

在采样场所的旅运空白滤网的操作，如下所示。

旅运空白滤网的运送方法与试样滤网完全相同。在安装采样用滤网的作业中，打开所有的旅运空白滤网的包装。滤网的安装作业结束后，重新将旅运空白滤网进行密封包装。滤网的回收作业与此相同。即：在回收滤网作业过程中，重新打开事先准备的所有旅运空白滤网，回收作业结束后，再度进行密封。如果滤网带有静电，则在开封时容易受到污染，因此，最好在洁净环境中操作滤网。近年来，市场上销售便携式除静电器，可以妥善选用。

应该保证一定比例的旅运空白滤网。在调查地区、调查时期、运送方法等基本相同的一系列试样收集过程中，应该准备的旅运空白滤网数量为收集用滤网的 10%左右，至少 3 张以上。旅运空白滤网与采样滤网应该使用同一批号的滤网。

(3) 称量滤网（采样前称量）

将滤网放置在温度 $21.5 \pm 1.5^\circ\text{C}$ 、相对湿度 $50 \pm 5\%$ 的调节间内 24 小时后，使用具有可追溯性标准砝码校正的、灵敏度为 $1\mu\text{g}$ 的精密天平进行称量（注 3、5）。

称量时，关闭天平窗，确认天平处于稳定状态（不放滤网时指示值稳定于 0 的状态）后，放上滤网，关闭天平窗，等待指示值稳定后，称量至 $1\mu\text{g}$ 单位。记录称量值，取出滤网，关闭天平窗，确认指示值归 0。如果指示值没有归 0，则放弃该称量值，重新按照同样的方法再次称量，称量后的指示值归 0，则将该称量值作为第一次称量值加以记录。反复进行上述操作，直至第二次的称量值的差为 $\pm 3\mu\text{g}$ 以内（使用灵敏度 $10\mu\text{g}$ 的天平时，差值为 $20\mu\text{g}$ 以内）。将两次称量的算术平均值作为称量值。

称量的顺序按照实验室空白滤网、试样滤网、旅运空白滤网（如有的话）。此时，记录称量的开始时间和结束时间、室温和湿度。称量后的滤网放入滤网存放容器中，然后再放入带有夹链的塑料袋中，使用之前（运送之前）在调节间内保管。

实验室空白滤网、旅运空白滤网也应按照完全相同的操作进行称量。实验室滤网在采样后调节滤网之前，一直在调节间进行保管。

采样前的称量最好在采样预定日期的前一个月之内实施。

(4) 在滤网固定架上安装滤网

安装滤网前，使用蘸取乙醇的纱布等擦拭滤网固定架接触滤网的部分和大气通过的部分，检查有无脏污。然后彻底清除擦拭时留下的乙醇，安装滤网，记录滤网编号（注 4）。

6.3 采集 $\text{PM}_{2.5}$

(1) 设置采样设备时，将试样大气引进孔置于水平状态，注意避免试样大气引进孔受到来自设置面等的飞扬粉尘的影响。试样大气引进孔的高度为距离地面 3 米以上 10 米以下。如果距离地面 10 米以下的高度不能获得该地区具有代表性的试样，则可以在 30 米以内的范围内妥善设定高度位置。从试样大气引进孔至颗粒采样器的最大长度为 5 米以下，从 $\text{PM}_{2.5}$ 颗粒分离设备出口至颗粒采样器的最大长度为不足 1.5 米。周围有其它试样空气引进孔或采样设备等物体时，最好安放在距离该等物

体 1 米以上的地方。

(2) 对包括采样孔(或颗粒分离设备)至吸引泵之间的流量控制电路(旁通电路)在内的采样系统实施泄漏试验。泄漏试验的实施方法根据采样设备的不同而有所差异,应该按照设备操作手册的规定实施。开始一系列的试样收集操作之前,务必实施泄漏试验。最好每个月确认一次。

(3) 固定已装好称量后滤网的滤网固定架,防止漏气。记录安装的滤网编号。

(4) 按照颗粒分离设备的设计流量设定大气吸引流量,并设定、确认和记录其它必要的检测条件参数。还应记录试样采集地点的气象条件(气温、湿度、大气压、气候等(如果周围有风向风速观测站,可以获取该数据作为参考))以及周围的状况等必要事项。

(5) 开始采集试样大气,记录开始采样的时间。原则上,采样时间为 24 ± 1 小时。待运行稳定之后,确认采样设备的运行情况,记录运行的各种参数(吸引实际流量、滤网温度等),掌握试样采集过程中的状态。

(6) 采样结束后,记录结束时间、累计流量(累计实际流量)(V:m3)以及各种参数。如果使用的设备不具备显示实际流量和累计实际流量等功能,则记录颗粒分离设备设计条件(温度、气压)下的累计流量,并取得采样期间的气象观测设备的记录(气温、气压的整数)。值。

(7) 从滤网固定架上取下采样完毕的滤网,放入滤网存放容器中。观察滤网的表面和背面,确认有无试样空气泄漏。避开光线,将滤网存放容器放入带有夹链的塑料袋中,在保持阴凉状态下迅速运送(注 4)。

运送后,截至开始调节采样后滤网之前,始终保管在 4°C 以下的冷暗处。

与安装滤网时相同,使用蘸取乙醇的纱布等擦拭滤网固定架。

6.4 称量采集试样后的滤网

按照 6.1 设备和器具和 6.2 (3) 称量滤网(采样前称量)所示相同条件,称量采集试样后的滤网。还要同时称量在调节间保管的实验室滤网和旅运空白滤网。采样前后的称量应使用同一个天平。尽可能由同一个检测人员进行称量(注 6)。

计算实验室滤网(3 张以上)的采样后称量值和采样前称量值之差的算术平均值。然后计算每个试样的采样后称量值和采样前称量值之差,计算实验室滤网的算术平均值比例(%)。

$$\frac{WL}{(W_e - W_b)} \times 100$$

W_e : 采集试样后的滤网质量 (μg)

W_b : 采集试样前的滤网质量 (μg)

WL : 实验室滤网(3 张以上)(采样后称量值-采样前称量值)的算术平均值。

该比例超过 $\pm 10\%$ 时,停止其后的操作,查找原因,进行妥善处理。

(注 2) 如果没有灵敏度为 $1\mu\text{g}$ 的天平,作为过渡性措施,可以使用灵敏度 $10\mu\text{g}$ 的天平。但是,必须明确记载此时使用的天平性能。

(注 3) 务必在称量(质量浓度)结果上记载称量条件。也可以在温度 $21.5 \pm 1.5^{\circ}\text{C}$ 、相对湿度 $35 \pm 5\%$ 的条件下调节和称量滤网。

(注 4) 操作滤网时, 应该戴手套、使用镊子, 不能直接用手接触。

(注 5) PTFE 滤网有时会带静电, 检测质量时, 务必先释放滤网上的静电。例如: 在滤网称量用天平上放置 3.7MBq 以下的密封线源 (^{210}Po 或 ^{241}Am 等), 或者使用装有静电消除器的精密天平, 去除静电。

(注 6) 原则上, 在试样采集后的 10 天以内称量滤网。如果不能在 10 天以内称量, 最晚要在 30 天以内称量。

7. 计算质量浓度

7.1 质量浓度的计算方法

按照下列计算公式, 根据采集试样前后的滤网质量以及累计实际流量, 计算 $\text{PM}_{2.5}$ 的质量浓度 C ($\mu\text{g}/\text{m}^3$) (注 3、7)。

但是, 当超过试样采集时的颗粒分离设备设计流量的 $\pm 10\%$ 以上, 则按照未测处理。当超过规定流量 $\pm 5\%$ 以上的时间持续 5 分钟以上时, 该检测结果作为参考值处理, 并注明理由。

$$C = \frac{(W_e - W_b - WL)}{V}$$

C : $\text{PM}_{2.5}$ 的质量浓度 ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)

W_e : 采集试样后的滤网质量 (μg)

W_b : 采集试样前的滤网质量 (μg)

WL : 实验室滤网 (3 张以上) (采样后称量值-采样前称量值) 的算术平均值。

V : 累计实际流量 (m^3)

7.2 旅运空白的处理

计算每张旅运空白滤网的数值 ($W_e - W_b - WL$), 得出算术平均值。针对每个试样浓度计算旅运空白浓度 C (计算时使用的吸引大气量 V 为每个试样的实际流量) 时, 如果旅运空白浓度为正值、且超过试样浓度值的 10% , 则可以认为: 该试样在采样操作和运送过程中受到污染, 原则上按照未测处理, 同时要查找原因, 实施改善措施。根据需要, 将该类检测值作为参考, 并在备注栏等处标注理由。

$$\frac{\overline{LB_c}}{S_c} \times 100$$

$\overline{LB_c}$: 旅运空白滤网 (3 张以上) 的平均浓度 ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)

S_c : 每个试样的浓度 ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)

* 计算浓度时使用的吸引大气量 V (m^3) 为每个试样的实际流量。

(注 7) 如果采用的设备不具备显示累计实际流量等功能, 可从根据试样采集期间内最近的气象观测记录 (气温、气压的整数) 计算平均值, 将其换算成实际流量。

“累计实际流量”和“颗粒分离设备设计条件的累计流量”的关系, 如下所示。

$$V = V' * \frac{(273 + T)}{(273 + T')} * \frac{P'}{P}$$

V: 累计实际流量 (m³)

V': 设计条件中的累计流量 (m³)

T : 采样地点的采样期间平均温度 (°C)

T': 设计条件中的气温 (°C)

P : 采样地点的采样期间平均气压 (hPa)

P': 设计条件中的气压 (hPa)

8. 流量校正

检测 PM_{2.5} 时, 需要始终对试样大气颗粒物保持稳定的颗粒分离特性, 无论滤网压力损失是否发生变化, 必须将引进颗粒分离设备的 24 小时大气流量变动控制在颗粒分离设备设计流量的 ±4% 以内。采集试样设备的流量计和流量控制器有不同型号, 具体的校正步骤应依据操作手册的规定。以下所示内容为必要的基本实施项目。

(1) 流量计的清扫和校正

定期检查和调整流量计的指示值。流量指示值必须控制在标准流量计的 ±2% 以内。如果超过, 应换成已经校正的流量计, 或进行清扫、调整 (校正)、修理等。还应该对自从上一次点检之后的数据进行验证, 判断是否可以采用这些数据。如果使用修正后的修正值或者参考值数据, 务必标明注解, 明确提示数据的可靠性。

流量计的内壁脏污和堵塞是造成流量检测误差的主要原因, 应该定期进行清扫。除了清扫和修理以外, 移动设备之后最好也进行流量校正。流量计的校正作业和校正使用的标准流量计, 请参阅《环境空气持续监控手册》。

(2) 确认实际流量和调整流量控制器

在试样大气引进孔上连接校正后的流量计, 检测实际流量。对于具备实际流量显示功能的仪器, 应确认显示值在检测值的 ±5% 以内; 对于不具备实际流量显示功能的仪器, 确认显示的流量在以颗粒分离设备设计条件 (气温、气压) 换算的流量的 ±5% 以内。

超过这一范围时, 应该调整和修理流量控制器, 并对自上一次点检之后的数据进行验证, 判断是否可以采用这些数据。如果使用修正后的修正值或者参考值数据, 务必标明注解, 明确提示数据的可靠性。最好每个月确认一次实际流量。

9. 标准作业程序 (SOPs)

9.1 制作 SOPs

试验机构需要编写有关以下项目的作业程序书。作业程序书需要内容具体、文字清晰易懂, 并做到相关人员众所周知。

- (1) 试样采集用滤网等的准备、保管和操作方法。
- (2) 试样采集用滤网的调节和称量方法。
- (3) 试样收集设备的组装、仪器、器具的校正和操作方法。
- (4) 称量仪器检测条件的设定、调整、校正和操作方法。
- (5) 称量间的点检和调整。
- (6) 检测操作所有流程的记录 (包括使用电脑的硬件和软件)。

9.2 SOPs 的内容

检测机构的所有活动都应该按照 SOPs 中规定的方法实施。

请在理解以下内容的基础上制作 SOPs: SOPs 是对检测机构的检测质量管理和检测结果的保证, 与设备仪器厂家的性能保证有所不同。

SOPs 是为了使任何人、在任何时间都可以按照正确的程序进行操作的作业程序书。一个程序是否作为 SOPs 加以规定, 应该根据以下 2 点进行判断。如果符合以下 2 点, 则作为 SOPs 进行明文规定。

- (1) 该程序对数据的质量(精度)造成重要影响。
- (2) 该程序具有可追溯性。

原则上, 根据作业人员的能力水平制作 SOPs。

SOPs 的内容包括检测目的、标准、检测方法、设备操作以及试验方法, 并获得运营管理者的核准。

各个检测机构需要根据各自的实际情况决定 SOPs 的内容。规定的具体内容等记载在手册的各个章节。

SOPs 的内容应该尽量详细。当作业程序发生变更时, 应该及时修改 SOPs。

10. 报告

10.1 记录检测操作

记录有关试样采集、称量等全部检测的操作和信息, 并加以整理和保管。应该加以记录和管理的主要操作对象和信息, 请参阅表 10-1 的示例。

关于 SOPs 的记载事项, 也希望有相应的记录和管理。

表 10-1 应该作为记录和管理对象的操作和信息

-
- (1) 采集试样使用的设备和器具的调整、校正和操作。
 - (2) 试样采集用滤网等的准备、使用方法和保管状况。
 - (3) 采集试样的条件(采样方法、采样地点、周围情况、采样日期、气候、温度、湿度、气压等有关调查地点的各类详细信息)。
 - (4) 采样设备的校正和操作。
 - (5) 称量设备的校正和操作。
 - (6) 称量间的检查和调整。
 - (7) 取得检测值之前的各种数值。
-

10.2 有关精度管理的报告

关于精度管理, 应该记录以下信息, 并与数据一起进行报告。

- (1) 在 SOPs 中加以规定。
 - ①日常点检和调整的记录(设备的校正等)。
 - ②采样设备检测条件的设定和结果。

(2) 关于检测可靠性评估的事宜

- ① 采样设备的流量变化。
- ② 称量设备的零点和灵敏度变化。
- ③ 称量间的温度和相对湿度的变化。

(3) 检测操作记录（有关预处理、采样、后处理以及保管的记录）

10.3 检测结果报告书的记载事项

以下列举检测结果报告书的记载事项示例。

- (1) 试样采集场所
- (2) 试样采集日期
- (3) 试样采集时的气象条件（温度、湿度、气压和气候）
- (4) 试样采集时的滤网温度
- (5) 实际吸引流量（最大、最小、平均、变动系数）、累计实际流量
- (6) 采样设备的性能评估
- (7) 检测条件（滤网的调节条件等）
- (8) 检测下限值和定量下限值
- (9) 天平的校正记录
- (10) 称量间的检查记录
- (11) 定量结果
- (12) 质量管理（QC）和质量保证（QA）的记录