



中华人民共和国国家环境保护标准

HJ 629-2011

固定污染源废气 二氧化硫的测定

非分散红外吸收法

Stationary source emission-determination of sulphur dioxide

-Non-dispersive infrared absorption method

本电子版为发布稿。请以中国环境科学出版社出版的正式标准文本为准。

2011-09-08 发布

2011-11-01 实施

环 境 保 护 部

发布

目 次

前 言.....	II
1 适用范围.....	1
2 规范性引用文件.....	1
3 方法原理.....	1
4 干扰及消除.....	1
5 试剂和材料.....	1
6 仪器和设备.....	2
7 分析步骤.....	3
8 结果计算与表示.....	3
9 精密度和准确度.....	4
10 质量控制和质量保证.....	4
11 注意事项.....	5

前 言

为贯彻《中华人民共和国环境保护法》和《中华人民共和国大气污染防治法》，保护环境，保障人体健康，规范固定污染源废气中二氧化硫的测定方法，制定本标准。

本标准规定了测定固定污染源废气中二氧化硫的非分散红外吸收法。

本标准为首次制订。

本标准由环境保护部科技标准司组织制订。

本标准主要起草单位：中日友好环境保护中心。

本标准验证单位：国家环境分析测试中心、北京市环境保护监测中心、沈阳市环境监测中心站、上海市宝山区环境监测站、北京化工大学。

本标准环境保护部 2011 年 9 月 8 日批准。

本标准自 2011 年 11 月 1 日起实施。

本标准由环境保护部解释。

固定污染源废气 二氧化硫的测定 非分散红外吸收法

1 适用范围

本标准规定了测定固定污染源有组织排放废气中二氧化硫的非分散红外法。

本标准适用固定污染源有组织排放废气中二氧化硫的瞬时监测和连续监测，本方法的检出限为 $3\text{mg}/\text{m}^3$ ，测定下限为 $10\text{mg}/\text{m}^3$ 。

2 规范性引用文件

本标准内容引用了下列文件中的条款。凡是不注日期的引用文件，其有效版本适用于本标准。

GB/T 16157	固定污染源排气中颗粒物测定和气态污染物采样方法
HJ/T 47	烟气采样器技术条件
HJ/T 75	固定污染源烟气排放连续监测技术规范（试行）
HJ/T 76	固定污染源烟气排放连续监测系统技术要求及检测方法（试行）
HJ/T 397	固定源废气监测技术规范

3 方法原理

二氧化硫气体在 $6.82\sim 9\mu\text{m}$ 波长红外光谱具有选择性吸收。一束恒定波长为 $7.3\mu\text{m}$ 的红外光通过二氧化硫气体时，其光通量的衰减与二氧化硫的浓度符合朗伯—比尔定律。

4 干扰及消除

在室温下，样品含水量或水蒸气低于饱和湿度时对测定结果无干扰，但更高的含水量或水蒸气对测定结果有负干扰，需采用除湿装置对气体样品进行除湿处理。

5 试剂和材料

本标准所用试剂除非另有说明，分析时均使用符合国家标准的分析纯化学试剂。

5.1 二氧化硫标准气体

不确定度不超过 2% 在有效期内的有证标准气体，可使用通过校准的气体稀释设备对高

浓度的二氧化硫标准气体进行稀释配制。

5.2 氮气

氮气的含量应大于99.99%，二氧化硫的含量不超过0.3mg/m³。

6 仪器和设备

6.1 非分散红外法二氧化硫气体分析仪或带非分散红外法二氧化硫气体分析的多组分气体分析仪

抗干扰：对CO₂、CO、H₂O、NO₂、NO等杂质的干扰误差应小于满量程的±2%。

精确度：±1%（满量程）

在线监测仪器其他性能指标应符合HJ/T 75和HJ/T 76的有关要求。

6.2 采样管及样气处理器

采样系统和采样装置按HJ/T 397的有关规定执行，烟气采样器的技术要求按HJ/T 47的有关规定执行。

6.2.1 采样管

采样管可用硬质玻璃、聚四氟乙烯等材质的管料。采样管在使用时应加热以防止样品中水分冷凝。

6.2.2 样品传输管线

可用聚四氟乙烯等材质的管料。

6.2.3 抽气泵

密封隔膜泵或具有同等效果的泵。

6.2.4 样品流量控制

含控制阀及流量计的装置，采样流量波动固定在±10%以内，采样流量误差应小于±2.5%。

6.2.5 除湿装置

依靠烟气冷却凝结水分除湿，也可采用以空气冷却、电子冷却、半透膜等为原理的除湿装置除湿，装置应便于拆装及排放冷凝水。

6.2.6 颗粒物过滤器

为延长仪器的使用寿命，应防止颗粒物进入测量系统，在管路内和仪器内应设置二级过滤，管路内过滤器应小于5 μm，仪器内过滤器应小于2 μm。颗粒物过滤器可采用硼砂、石英棉、无碱玻璃纤维等不吸附二氧化硫的材料制造。

7 分析步骤

不同分析仪操作步骤有差异，应严格按照仪器说明书进行操作。

7.1 开机与标定零点

开启仪器泵电源开关，预热，将高纯氮气（5.2）经相应的减压阀和流量调节器，以仪器规定的流量，通入进气口，待仪器指示稳定后，进行零点校准。测量浓度较高的气体样品时，也可用新鲜空气进行零点校准。

7.2 测定

采样位置和采样点的设置、采样时间、采样频次按照 GB/T 16157 和 HJ/T 397 的有关规定执行。

将采样管插入烟道采样点位，开动抽气泵，以仪器规定的采样流量连续采样，用烟气清洗采样管道，抽取烟气进行测定，待仪器读数稳定后即可记录分析仪读数，同一工况下应连续测定三次，取平均值作为测量结果。

7.3 仪器的校准

用二氧化硫标准气体（5.1）按照仪器说明书规定的校准程序对仪器的测定量程进行校准。由于非分散红外法二氧化硫分析仪灵敏度随时间变化，为保证测试精度，应根据仪器使用频率至少每三个月校准一次，在使用频率较高的情况下，应增加校准次数。

8 结果计算与表示

8.1 结果计算

8.1.1 排气流量的计算

按照 GB/T 16157 中 7.1~7.5 的规定测定排气流速；按照 GB/T 16157 中 7.6 的规定计算标准状况下干排气流量 Q_{sn} (m^3/h)。

8.1.2 二氧化硫排放浓度计算

大气固定污染源有组织排放废气中二氧化硫的浓度 (mg/m^3) 按下式计算：

$$\rho (\text{SO}_2, \text{mg}/\text{m}^3) = 2.86 \times C$$

式中： ρ ——标准状况（273K，101.325kPa）下干烟气二氧化硫浓度， mg/m^3 ；

C ——被测气体中二氧化硫浓度， $\mu\text{mol}/\text{mol}$ ；

2.86——二氧化硫浓度换算为标准状态下质量浓度的换算系数。

8.1.3 二氧化硫排放速率的计算

$$G(\text{SO}_2, \text{kg/h}) = \rho \times Q_{\text{sn}} \times 10^{-6}$$

式中： G ——二氧化硫排放速率，kg/h；

ρ ——干排气中二氧化硫浓度，mg/m³；

Q_{sn} ——标准状况（273K，101.325kPa）下干排气流量，m³/h。

8.2 结果表示

二氧化硫的浓度和排放速率计算结果均应保留三位有效数字。

9 精密度和准确度

9.1 精密度

六个实验室对二氧化硫浓度分别为 64mg/m³、116mg/m³、268 mg/m³ 的统一模拟烟气气体样品进行了测定：

实验室内相对标准偏差分别为：0.4%-3.4%，0.3%-1.8%，0.1%-0.8%；

实验室间相对标准偏差分别为：3.0%、1.0%、0.3%；

重复性限为：2.7 mg/m³、2.8 mg/m³、3.0 mg/m³

再现性限为：5.9 mg/m³、4.1mg/m³、3.5 mg/m³。

9.2 准确度

六个实验室对二氧化硫浓度分别为 146mg/m³、636mg/m³、1403mg/m³ 的有证标准气体进行测定：

相对误差分别为：0~1.5%、0.1~0.9%、0.1~0.7%；

相对误差最终值为：0.5%±1.1%、0.4%±0.6%、0.3%±0.4%。

10 质量控制和质量保证

10.1 试样气体的露点温度须低于环境温度，试样气体中含水蒸气时，应采用除湿器将露点降到 5℃。除湿装置应使除湿后气体中被测二氧化硫的损失不大于 5%。

10.2 在对二氧化硫测试时，应选择抗负压能力大于烟道负压的仪器，避免仪器采样流量减少，导致测试结果偏低或无法测出。

10.3 当试样气体中含有三氧化硫等气雾时，应采用滤雾器及冷凝器将气雾过滤。

10.4 每次测试前后应检查测试系统的气密性，并采用标准气体对仪器进行标定。

10.5 直接导入分析仪器中试样气体的温度不高于 50℃。

11 注意事项

11.1 为防止采样气体中水分在连接管和仪器中冷凝干扰测定，采样管及除湿装置在采样前应加热至 120℃以上，防止样品中的水分在采样管路中冷凝。

11.2 连接带加热和除湿装置的采样管与仪器进气孔时，连接管线宜尽可能短，当使用较长管线时，应注意防止样气中水分冷凝。

11.3 样品气体在进入分析仪前应进行过滤，以除去样品气中的颗粒物。测定前应检查除湿器和输气管路，并清洁采样预处理器的颗粒物过滤器，必要时更换滤料。测量过程中，应随时监控采气流速的变化，及时清洗，更换烟尘过滤装置。