

• 国外环境 •

连续排放监测系统的质量保证程序(续一)

第二部分 运行的质量保证(1)

易 江编译

(中国环境监测总站, 北京 100029)

中图分类号: X 84

文献标识码: B

文章编号: 1006-2009(2001)04-0043-03

4 连续运行

运行成功的 CEM 系统, 在各方面都与建立的质量保证和质量控制程序有关。在 CEM 系统通过性能检测后, 为使该系统能连续运行, 必须制定质量保证程序, 最大限度地获得有质量保证的检测结果。

质量保证和质量控制工作主要包括以下几点: 质量保证计划和质量控制活动; 校准漂移规定; 性能检查; 质量保证报告的要求。

上述几点是对源的质量保证程序最基本的要求, 还可增加另外的程序, 进一步确保 CEM 系统数据的准确度和精密度。

4.1 质量保证计划

质量保证计划表述了对源的看法和实现质量保证的步骤, 由于它确定了质量控制活动的实施方法, 因而非常重要。这些活动实际上包括了一套规范运行程序, 必须将其写入质量保证手册、CEM 系统说明书、公司的质量保险单和详细的 CEM 系统质量控制、审查方法中。

手册应是一份工作文件, 应根据 CEM 系统的性能制定公司的方针。现今已发展了各式各样的质量手册。最基本的 CEM 手册应包括下列内容。

4.1.1 第一部分——质量保证计划

质量保证计划的内容有: 质量方针和目标; 文件控制系统; CEM 受控指令和 CEM 系统说明; 组织和责任; 设备、装置和备件清单; 方法和步骤—分析和数据采集; 校准和质量控制检查; 维修—预防程序; 系统审核; 性能检测; 校正工作计划; 报告; 参考。

4.1.2 第二部分——标准运行程序

标准运行程序包括: 启动和运行; 每天对 CEM 系统进行检查和预防性维护; 校准程序; 预防性维

护程序; 校正维护程序; 检测程序 1—钢瓶气检测; 检测程序 2—相对准确度检测; 系统检测程序; 数据备份程序; 培训程序; CEM 系统安全; 数据报告程序。

4.1.3 附录

附录部分包括: 设备运行许可证; CEM 说明书和规程; 参比检测方法; 空白表。

4.2 质量控制活动

对 CEM 系统(无论是气体还是不透明度监测系统)应建立 3 个层次的质量控制活动。

(1) 运行检查(日常检查、观测和调试)。

运行检查是指每日进行的以确定系统功能是否正常程序。这些程序包括每日零点漂移检查、校准检查和观测检查(如观测真空表和压力表、转子流量计、控制面板上指示灯等)。

(2) 日常保养(周期预防性保养)。

日常保养是指定期进行的工作。它包括更换过滤器、发动机轴承、泵、灯等。根据系统器件的具体情况, 保养周期可从 30 d 到 1 a 或更长时间, 可由试验和误差来确定。

(3) 审查。

性能审查就是对系统的运行进行检查, 通过检查指出存在的问题和需要改善预防性维护保养的程序或告知操作人员需要进行补偿性维护。

第 1 和第 2 层次的质量控制活动, 很大部分是预防性维护活动。观测、检测以及校正调节和更换部件都是为了查看系统是否发挥功能, 以防止系统功能出现故障。

收稿日期: 2001-04-12

编译者简介: 易 江(1946-), 男, 重庆人, 高级工程师, 曾发表论文 40 余篇。

补偿性保养(非日常性保养)是在系统或部分系统出现故障时进行的保养。通过补偿性保养措施,逐渐建立完善的预防性维护保养程序,将有助于操作人员预测系统部件的故障率。如果改变预防性维护保养时间表,使更换部件的日期与部件的故障率一致,那么系统发生故障的次数会相应减少。

4.3 校准漂移规定

最典型的是每 24 h 检测一次 CEM 系统的校准,校准检查可用手工方法或自动方法,通常由 CEM 系统控制器或计算机自动启动。按两个水平进行校准检查,低水平值为 0 或 0%~20% 的量程值,高水平典型值为 50%~100% 量程值。这是对气体和不透明度检测器的正常检查。

每 24 h 检查系统的值时,仪器操作人员不必重调零点或重校,小的漂移值可能是由系统的噪声引起的,对于物理调节的分析仪的校准,用控制图谱的方法确认漂移限。在美国,漂移限定为性能指标漂移的 2 倍,对 SO₂、NO_x, CEM 系统漂移指标为量程值的 2.5%,当漂移不超过系统量程值的 5% 时,可不必调节系统。当然,如果必要的话,仪器操作人员可以采用更严格的指标。

对于自动校准漂移的 CEM 系统,必须记录自动调节前未调节时的浓度,而且还要记录调节的量。许多系统只校正计算机产生数据的漂移量,这是计算机的计算运行,不涉及对电位计的物理调节或对仪器的控制。实际调节需要由操作人员进行(遇到这种情况,计算机发出警报给系统,向操作人员报警)。

也可规定超过校准漂移的失控条件。例如,在美国 EPA 的规定中,如果低水平(零)或高水平校准检查结果连续 5 d 超过 2 倍性能指标漂移或任何一天 4 次超过 2 倍性能指标漂移,称系统失控。失控期间,数据无效,对监测而言,系统是无用的,失控时间不能用于系统有效利用率的计算。有效利用率(以%表示)规定如下:

$$\text{系统有效率} = \frac{\text{系统有效数据总运行小时}}{\text{周期(日、月、季)内总运行小时}} \quad (1)$$

通常,在计算有效率时不扣除校准或审查时间。有效率也可定义为系统运行时间与源运行时间的比(以%表示)或源运行时间减去 CEM 系统的校准时间。有效利用率是 CEM 的一项非常普通的指标,要求写入源运行许可证书中。

4.4 审查

审查是由一组人或与日常运行无关的人员对 CEM 系统进行的评论。有两套基本的审查方法应用于连续监测系统:

(1) 系统审查。

系统审查是定性评价,通常由正式机构的检查人或公司的环境审查人承担。通过审查,评估监测系统的运行状况,并对记录和数据进行复审。它是对系统的运行和管理工作的检查。

(2) 性能审查。

性能审查是定量评价,比系统审查更详细。通常由培训机构的检查员、检测源的承担人或工厂质量保证人员承担。性能审查涉及检测系统的手工参比方法、自动参比方法、有合格证的钢瓶气、其他检测材料,如校准滤光器、标准溶液。审查需要一套检测装置和材料,是逐一传递的活动。其目的是定量评估可能影响系统准确度的某些问题。

4.5 系统审查程序

CEM 系统的审查工作可由公司的部分环境审查人员(他们不是系统日常运行人员)或源检测机构的部分人员承担。审查工作可采用多种方法,但审查的深度主要取决于两个因素:一是检查人员的经验;二是用于评估的时间。

CEM 系统的审查工作要对监测程序的所有主要部分予以检查。检查内容有:查看 CEM 系统的安装;评估系统的配置和条件;评估 CEM 系统的运行状态;数据和记录的复审。

通过审查对 CEM 系统作出正式的、系统的评估。检查工作从一开始就应有工作简报,对工厂的查看、数据收集、与工厂人员进行讨论以及评估,最后以简报的形式结束审查。审查过程中,审查人员应做好详细的记录,以便证实后来所形成报告中的调查结果。

如果源程序中已编写了 CEM 系统质量保证手册,则该手册可作为评估的工具。事实上,有了手册审查员,审查工作就极为简单。他可根据手册的每一部分,询问是否遵守每一步质量控制程序,并要求有确认的数据以证实执行了质量控制程序。证明文件包括检查表、记录册登记、管理报告和检测报告。通过证明文件可发现质量保证程序中存在问题的地方,有针对性地提出完善和维护的措施。

如果是专一检查 CEM 系统,而且时间许可,则可对 CEM 系统记录做深入的核查。反复地核

对条状图谱数据、计算机输出结果和超标排放报告对于提高报告报出结果的可靠性是很有价值的。

4.6 CEM 系统的现场巡视

巡视 CEM 系统的目的是使审查员熟悉系统及其运行。检查工作包括系统安装的诸方面,从采样探头到数据输出。巡视前,审查员应对系统有基本了解,可从代理机构的记录,如最初的性能指标检测报告或超标排放报告中得到。或者,审查开始前由工厂提供信息或在简报中反映。

巡视中,要列出条款和检查清单,这不仅对新审查员很有帮助,而且有助于强化有经验审查员的记忆。依据对 CEM 系统安装的巡视,检查清单提出评定的条款应答复下面所列的问题,但并不是所有的条款都要与特定的 CEM 安装有关,提出问题和建议有助于审查员完善现场检查清单。

4.6.1 系统的配置

(1) 系统是否按当初批准文件进行配置?

(2) 系统是否按已证明适用于监控的要求进行配置?

(3) 是否对系统进行过可能会对性能产生重大影响的任何更动?

(4) 从审核以来或从上次审查后是否更换过重要部件,是否是同一分析器(检查序列号)?

4.6.2 系统状况——烟道或管道安装点位检查

为便于检查,若条件允许,可要求工厂工作人员打开保护盖、仪器箱等。

(1) 查看入口和现场条件。

① 应查看到达工作地点的路径,电梯应能正常工作,确认维修人员愿意每天检查一次工作地点或一周一次。

② 管道与烟囱之间等狭小通道以及工作地点应有防护,维修人员在不利的现场条件下能进行维修。

③ 是否正在参观现场,栏杆和扶手是否清洁?

④ 从上一次审查后,温度和安装点的振动变化情况。

⑤ 烟道的静压变化情况。

⑥ 工作地点不应有积水,不应有水滴落在设备上。

⑦ 安装点附近的飞灰不应落入管道中。

⑧ 周围的环境空气条件、污染物不应影响 CEM 系统的安装。

(2) 检查采样探头和检测器。

① 装置上不应覆盖大量灰尘和飞灰。

② 法兰盘上的螺栓是否已生锈? 采样探头或装置不应被移动。

③ 装置不应被腐蚀。

④ 垫片、加热保护套、胶管、电缆等塑料或橡胶部件应完好。

(3) 查看采样探头自身情况。

① 变成黑色,明显被颗粒物堵塞时应去除。

② 附在探头上的粘连物结成块时应去除。

③ 探头不应下陷。

④ 检查探头安装牢固程度,不应随烟气流而摆动。

(4) 检查安装在烟道上的仪器的状况。

① 鼓风机(在线气体检测器或不透明度检测器)上的过滤器是否干净,空气应通向窗口。

② 保护开关应灵敏可靠。

③ 运行指示灯或报警灯现在所处状态。

④ 现场接线盒或仪表记录的值和次数与以前的记录或在控制室记录的数据的关系。

(5) 标准气体或审查用钢瓶气体存放点。

① 如果是放置在探头处,则记录钢瓶的编号和标签上的信息(浓度值/% 值、典型证明、气体供应者、分析日期)。钢瓶气超过 6 个月或 1 a 后稳定性是否可靠?

② 记录每个钢瓶上压力调节器的压力——瓶的压力和供气压力,也记录瓶的初压。

③ 调节器不应受腐蚀,在酸性气体中应使用防腐连接件。

④ 供气管路和连接件的状况如何,和最近一次审查或性能指标检测时使用的管的类型是否相同,连接件是否受到损坏、腐蚀或显示其他误用的现象?

(6) 在现场观测气体的校准周期和反吹采样探头周期。

(7) 不透明度测试仪的注意事项。

① 准直(检查光路准直)。

② 输送净化空气的管路应完好无缝。

③ 净化空气用电机的状况(电噪声,振动)。

④ 净化空气过滤系统的状况。

⑤ 电缆的状况。

⑥ 光闸系统的状况。

(8) 现场不应有其他东西。

现场不应有废弃物或纸屑、工具和仪器操作说明书、源检测装置。

火焰原子吸收分光光度法测定水中微量钙

张济宇 编译

(吉化股份有限公司江南炼油厂, 吉林 吉林 132105)

中图分类号: X 832

文献标识码: C

文章编号: 1006- 2009(2001)04- 0046- 01

水中微量钙虽有许多测定方法(如原子吸收法、电感耦合等离子体发射光谱分析法、离子电泳法、离子电极法和离子色谱法等直接定量法),但这些方法都易受共存离子的影响。此外,当采用这些方法测定微量钙时,需浓缩或溶剂萃取等,操作烦琐。现已研究出采用火焰原子吸收分光光度计(F-AAS)测定水中微量钙的方法。

1 仪器和测定条件

- (1) 仪器: 180- 50 型原子吸收分光光度计。
- (2) 燃料: 乙炔(39.2 kPa)。
- (3) 助燃气体: 空气(157 kPa)。
- (4) 波长: 422.7 nm。

2 标准曲线的绘制

配制不同浓度的钙标准溶液,在波长 422.7 nm 处测定吸光度。然后以浓度为横坐标,以吸光度为纵坐标,绘制出标准曲线。

3 方法

向 100 mL~ 1 000 mL 水样中分别加入 10 mL 共沉淀剂氯化锶(2g/L Sr) 溶液和 10 mL 碳酸钾

(200 g/L) 溶液,在室温下搅拌 30 min,水样中的钙离子被沉淀下来。水样在加入沉淀剂后,如果 pH 值在 8 以下,则可加入 NaOH 溶液调节至 pH 值为 11 左右;若 pH 值在 8 以上则不用调节。将生成的沉淀物收集在膜滤器上,加入 2 mL HNO₃ 溶液(1+ 12),在室温下放置 5 min 溶解后,用蒸馏水稀释至 100 mL(如果水样为 1 000 mL,则要浓缩 10 倍)后,在波长 422.7 nm 处,用火焰原子吸收分光光度计(F-AAS)测定吸光度。从绘制的标准曲线上查出试样中钙的含量。

4 结语

- (1) 该法添加的试剂种类少,不仅操作简单、快速,而且准确度高,不受共存离子的影响。
 - (2) 该法的检测极限和定量限度分别为 1.1 μg 和 3.7 μg。
 - (3) 适用于河水和雨水等水中微量钙的测定。
- 编译自日本《水处理技术》41(11), 1- 6(2000)

收稿日期: 2001- 05- 17

编译者简介: 张济宇(1938-),男,吉林梨树人,高级工程师,大学,主要从事环境管理与环境监测工作(已退休)。

本栏目责任编辑 聂明浩 姚朝英

4.6.3 系统状况——子母线和电缆

当从安装采样探头的烟道或管道步行去 CEM 系统分析仪机柜或安装 CEM 系统的房间时,应注意以下几点:

- (1) 从采样探头到调节系统,管路的倾角不低于 5°。
- (2) 子母线不应打圈和扭结。
- (3) 子母线不应向后折、自己碰在一起或与其他子母线碰在一起。
- (4) 是否存在没有加热的部分(如: 两条母线

的接头处正好在采样探头组件的后面或正好在调节系统的前面)?

- (5) 电缆走线应该正确并得到保护。
- (6) 电缆不应在动力线的附近或与动力线连在一起,不应在电动机的附近或产生强电磁场区域。
- (7) 检查加热及未加热的管路,从采样孔到调节系统管路的状况如何,是否腐蚀、易碎、变脏,是否损坏、滑落或另外修复?

(未完待续)