

2021年5月18日

关键词或短语：

滤膜称量、微粒负载、空气浮力修正、自动、40CFR86和EPA

高精度滤膜称量程序中的空气浮力修正 提高柴油汽车微粒排放测定的准确性

Thomas Pertsch博士、Holger Densow博士

Sartorius Lab Instruments GmbH & Co. KG, Otto-Brenner-Straße 20, 37079 Goettingen

摘要

与内燃机相比,柴油发动机通常排放更少的二氧化碳,但会排放更多的氮氧化物和微粒。在过去几十年中,这些极微小颗粒物对人类健康造成的危害导致了微粒排放监管限值的大幅降低。

对微粒排放的更严格限制意味着需要更灵敏的检测方法来可靠地确定颗粒物的最小数量。重量测量已成为法定排气测量的标准方法,并且是唯一一种提供直接可追溯性和校准的方法。

40CFR86.1312-2007 指南由美国环境保护署(EPA)颁布,该指南中规定使用可读性为 0.1µg 的超微量天平测定颗粒物的数量。赛多利斯 Cubis® II 超微量天平 MCA2.7S-xxx-F 是 Cubis® II 高级实验室天平系列组合中的一种特殊滤膜称量天平,符合这一严格规范(见图1)。该天平包括一个可选的内置应用程序,该应用程序涵盖微粒测量的完整工作流程,包括根据指南纠正空气密度影响。

此外,该天平还可以连接气候模块,以便测量温度和大气压力(自动计算和校正环境条件影响所需的直观参数),还包括一个特殊设计的防风罩,以满足滤膜称量的特定人体工程学要求。该防风罩可减少环境干扰,例如过滤器上的静电或来自操作人员的静电。

图1:配有适用于滤膜称量的防风罩 F 的 Cubis® II MCA2.7S 超微量天平



天平的组件由高级不锈钢和钛组成,可轻松取下进行有效清洁,这是处理纳米颗粒时的一项特别重要的要求。

用于测定颗粒物数量的重量法滤膜称量是一种差分测量或反称重程序。根据初始未污染过滤器的重量与其随后负载排放微粒时的重量之差计算颗粒物量。

乍一看,人们可能会认为空气密度的影响非常小,通过差异计算可以忽略不计。但这只有在空气密度不随时间改变的情况下才成立。不幸的是,大气压力,即空气密度,在一天中的不同时间会有所波动,是一个影响因素;因此,在滤膜称量过程中,通常会留出至少 8 小时的调节时间以作补偿。

假设空气密度在一天中的不同时间在约 0.0001mg/mm³ 的范围内波动(例如在 0.0011mg/mm³ 和 0.0013mg/mm³ 之间),那么其对正在称重的微粒量的影响可能相当大,如下例所示。

假设过滤器的颗粒物密度为 1mg/mm³,那么重量为 60 mg 的过滤器的容量约为 60mm³。根据空气浮力的近似公式:

$$A \approx \rho_A \cdot V_{Filter}$$

其中ρ_A是平均空气密度 0.0012 mg / mm³,V_{Filter}是过滤器的容量,过滤器受到约 0.072 mg 的浮力影响。

测定微粒量时,只要大气压力保持恒定,该值就不会产生影响。但是,如果空气密度波动 Δ=±0.0001 mg/mm³,将影响过滤器的重量 ±0.012 mg。例如,如果这与重量为 0.5 mg 的微粒量有关,则空气密度波动对微粒重量的影响约为 ±4.8%。显然,这种程度的影响必须纠正。

空气密度将如何影响微粒重量?平均密度为 2mg/mm³ 且假设重量为 0.5 mg 的颗粒负载的容量估计为约 0.25 mm³。空气浮力对微粒的平均影响将约为 0.0003 mg。由于这仅相当于颗粒重量的 0.06%,因此这种非常小的影响通常可以忽略不计。

在 EPA 指南 40CFR86.1312-2007 第(c)节“颗粒物过滤器处理和称量”中,通过考虑空气浮力影响,使用以下关系式修正称量值(质量),其中:

$$M = R \cdot \frac{(1 - \frac{\rho_A}{\rho_w})}{(1 - \frac{\rho_A}{\rho_s})}$$

M=浮力校正质量,单位与天平显示一致

R=未修正的过滤器重量,单位与天平显示一致

ρ_A=当前测定的空气密度[kg/m³]

ρ_w=用于调整天平的校准砝码密度(通常为 8000 kg/m³)

ρ_s=用于颗粒排放物取样的滤膜材料密度[kg/m³]

赛多利斯超微量天平中过滤器称重软件应用程序的空气浮力校正使用相同的数学关系式, 因此, 根据 EPA 指南对空气浮力影响进行了修正。

根据指南, 空气密度 ρ_A 是通过在露点温度 T_{dp} 的基础上计算液态水的蒸汽压 P_W 来确定的, 其中

$$P_W = 0.6113 \cdot 10^{\frac{7.5 \cdot T_{dp}}{237.3 + T_{dp}}}$$

其中, 实测的大气压力表示为 P [kPa], 温度表示为 T [°C]。

$$\rho_A = \frac{3.484 \cdot P - 1.317 \cdot P_W}{T + 273.15}$$

一旦将 ρ_A 值(即当前测定的空气密度)及滤膜材料的密度输入至浮力修正程序, 天平将显示经浮力修正后的重量。

Cubis®II 超微量天平可以连接到安装在气候塔模块中的气候模块 YCM20, 以便连续自动采集气候数据。

可选的过滤颗粒物软件应用程序可指导操作人员完成整个流程, 以测量过滤器的初始重量和返回重量。在任务设置中定义了天平的通用设置, 例如执行滤膜称量的工作模式和等待时间(见图2)。由于环境因素会影响测量的稳定性, 且空载过滤器和负载过滤器之间的重量差非常小, 为了提高精度, 可以调整等待时间, 从而仅在较长的稳定性下获取重量值。

图2: 过滤颗粒物软件应用程序(QAPP211)的任务设置。重量可自动或手动获取, 获取重量的等待时间可设置为无等待时间、2 秒或 5 秒

Max. number of lots	10
Max. number of samples per lot	100
Autom. increment/decrement of sample ID	Increment
Automatic takeover	Off
Waiting time for takeover	No waiting time
Temperature unit	°C
Parameters for filter particulate matter	

在软件主菜单中, 操作人员优先选择测试参考过滤器或启动滤膜称量过程(见图3)。

图3: 过滤颗粒物软件应用程序的主菜单 (QAPP 211)



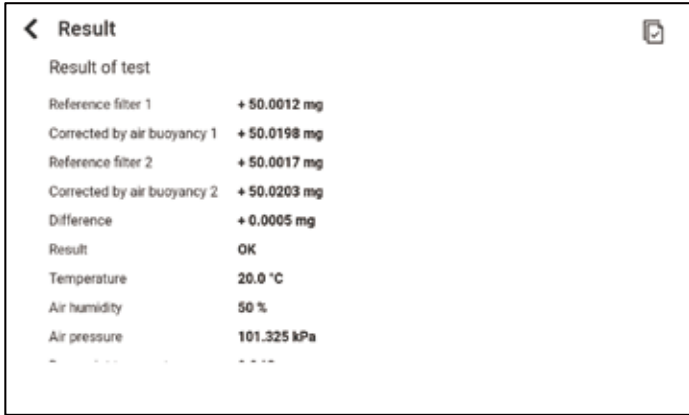
参考过滤器测试的目的是测量过滤器重量的均一性。操作人员设置过滤器之间的最大允许重量差, 环境因素包括温度、空气湿度、空气压力和露点温度加上校准砝码和过滤器密度(见图4)。如果已将气候模块 YCM20 连接至天平, 那么环境因素如温度、空气湿度和空气压力的值将从气候模块中输出, 操作人员不可编辑。根据这些值, 软件应用程序自动计算露点温度 T_{dp} , 并将其用于实测重量的空气浮力修正。

图4: 参考过滤器的测试参数

Maximum difference between the filters	40.0 µg
Temperature	20.0 °C
Air humidity	50 %
Air pressure	101.325 kPa
Dew point temperature	9.0 °C
Density of the calibration weight	8.000 kg/m³
Parameters	

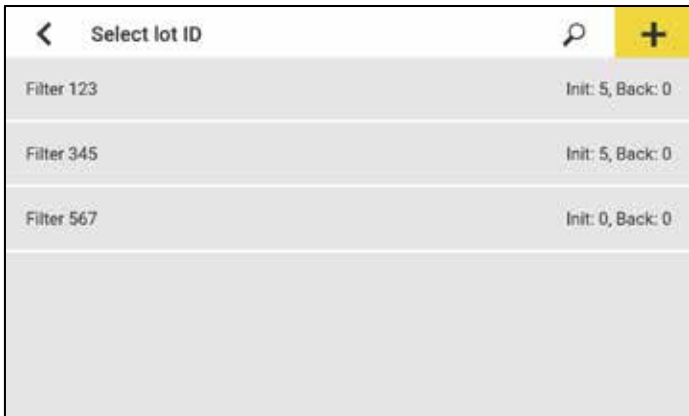
操作人员称量两个空载过滤器的重量, 并通过软件创建报告, 报告中提供了通过空气浮力修正的实测过滤器重量。如果过滤器的重量差在允许的最大差值范围内, 则测试通过。如果测试未通过, 且过滤器之间的重量差大于允许值, 则应使用重量均匀性更高的过滤器进行实验。

图5:附有参考过滤器测试结果的报告。如果实测重量差在设定的最大重量差范围内,则测试通过,否则,应使用重量差较小的过滤器



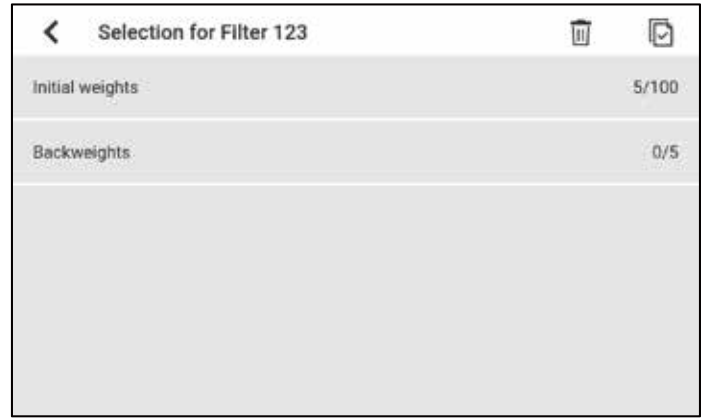
对于滤膜称量过程,操作人员首先手动或通过条形码扫描器从列表中选择现有 ID 或输入新批次 ID。现有批次 ID 显示有已执行测量的数量,可从列表中选择(见图6)。对于新批次,必须输入 ID 或可以从条形码扫描 ID,并将新批次 ID 添加到列表中。

图6:用于选择过滤器测量的批次 ID 的屏幕。显示了每个批次 ID 保存的初始和返回重量数



在下一个屏幕中,操作人员选择是要测量空载过滤器(初始重量)还是负载过滤器(返回重量)(见图7)。对于一个包括多达 100 个过滤器的批次,可测量一个初始重量和最多三个返回重量。测量序列中的第一个样品始终是参考过滤器,该过滤器与所有其他过滤器平行处理,但保持空载状态。

图7:所选批次的称重选择屏幕



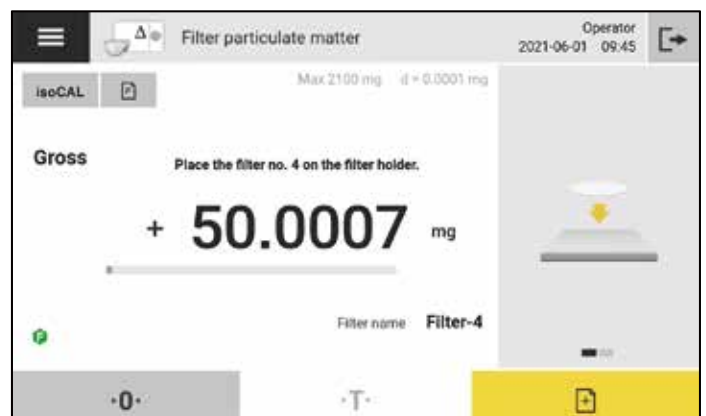
测量过滤器的初始重量时,每个过滤器必须有一个唯一的名称用于识别。操作人员设置或扫描过滤器名称,软件应用程序自动增加或减少样品编号,从而实现连续样品计数。或者,操作人员也可以输入或扫描其他 ID。对于参考过滤器,过滤器大小只能设置一次,且不能对附加样品进行编辑。

图8:设置过滤器名称和附加 ID 的屏幕



然后,软件应用程序测量并保存了初始过滤器重量(见图9)。将显示当前名称,并在整个测量过程中对操作人员进行指导。

图9:初始过滤器重量测量



处理后,对过滤器进行返回称重。操作人员从列表中选择样品或扫描样品条形码,开始返回称重过程(见图10)。

图10:选择样品进行返回称重的屏幕

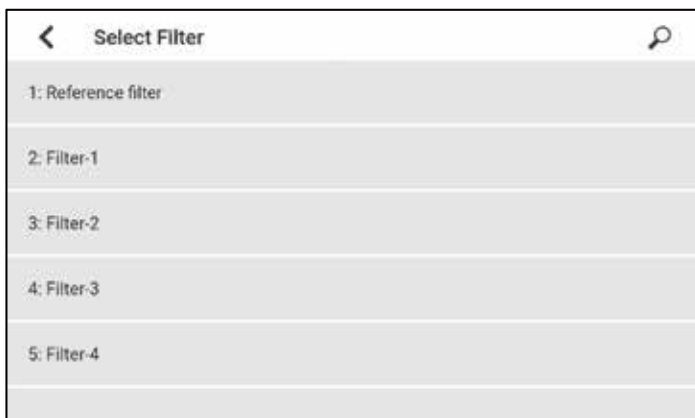
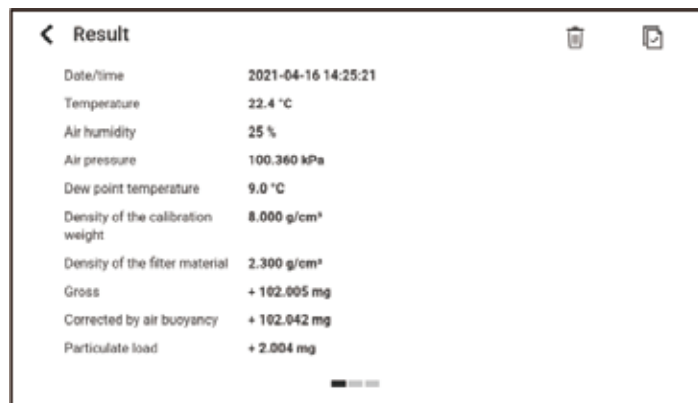
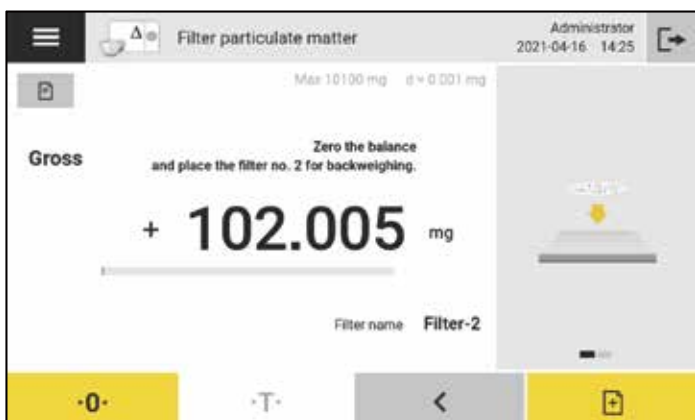


图12:附有过滤器测试结果的报告。对于每个过滤器,测量一个初始重量和最多三个返回重量。根据实测重量,软件应用程序自动计算了过滤器颗粒负载



测量了负载过滤器的返回重量(见图11)。操作人员将在指导下完成该过程,同时显示当前过滤器名称。

图11:测量过滤器返回重量



软件应用程序根据实测重量创建了一份报告并计算了颗粒负载(见图12)。报告中包括操作人员输入或气候模块测得的环境参数值,这些参数可用于计算测量期间的空气浮力。为了便于归档,报告可打印或以电子方式保存。

销售与服务 联系方式

更多联系信息，请访问

www.sartorius.com.cn

赛多利斯（上海）贸易有限公司

邮箱 lab.cn@sartorius.com

服务热线 400 920 9889 | 800 820 9889

上海

上海市浦东新区盛荣路 388

弄百佳通产业园 3 号楼

7-11 层, 200120

电话 +86 21 6066 6100

北京

北京市顺义区空港工业区 B

区裕安路 33 号, 101300

电话 +86 10 8042 6300

苏州

苏州市虎丘区科技城锦峰路

158 号 101park-28 幢 201,

215163

电话 +86 512 6616 0490

广州

广州市越秀区水荫路 117 号

1105 单元, 510075

电话 +86 20 3761 7284

成都

成都市上东大街 246 号新良

大厦 2406 室, 610012

电话 +86 28 8666 6877

西安

西安市和平路 118 号和平银

座 1107 室, 710001

电话 +86 29 8751 2305

