



北京市地方计量技术规范

JJF (京) 132-2024

黑碳监测仪校准规范

Calibration Specification for Black Carbon Monitors

2024-05-16 发布

2024-7-1 实施

北京市市场监督管理局 发布

黑碳监测仪校准规范

Calibration Specification for

Black Carbon Monitors

JJF (京) 132-2024

归口单位：北京市市场监督管理局

主要起草单位：北京市计量检测科学研究院

本规范委托北京市计量检测科学研究院负责解释

本规范主要起草人：

吴 丹（北京市计量检测科学研究院）

张国城（北京市计量检测科学研究院）

沈上圯（北京市计量检测科学研究院）

参加起草人：

刘 悦（中国计量科学研究院）

贺艳云（北京赛克玛环保仪器有限公司）

卢智易（杭州谱育科技发展有限公司）

张艳伟（河北先河环保科技股份有限公司）

目 录

引言 (II)

1 范围 (1)

2 引用文件 (1)

3 术语和计量单位 (1)

4 概述 (1)

5 计量特性 (1)

6 校准条件 (2)

6.1 环境条件 (2)

6.2 测量标准及其它设备 (2)

7 校准项目和校准方法 (3)

7.1 流量示值误差 (3)

7.2 流量稳定性 (3)

7.3 浓度检出限 (4)

7.4 光学稳定性 (4)

7.5 线性相关性 (5)

7.6 示值误差 (5)

7.7 示值重复性 (6)

8 校准结果表达（核定） (6)

9 复校时间间隔 (6)

附录 A 黑碳监测仪校准装置 (8)

附录 B 参考黑碳监测仪校准 (9)

附录 C 黑碳监测仪校准原始记录表格（推荐） (10)

附录 D 黑碳监测仪校准证书内页 (13)

附录 E 黑碳监测仪示值误差测量结果的不确定度评定报告 (14)

引 言

本规范依据 JJF1001-2011《通用计量术语及定义》、JJF1071-2010《国家计量校准规范编写规则》、JJF1059《测量不确定度评定与表示》编写。

本规范的术语、主要技术指标参考了 JJG 1034《光谱光度计标准滤光器检定规程》、GB/T 39193《环境空气 颗粒物质量浓度测定 重量法》、GB/T 31159《大气气溶胶观测术语》、QX/T 68-2007《大气黑碳气溶胶观测—光学衰减方法》的有关规定。

本规范为首次发布。

黑碳监测仪校准规范

1 范围

本规范适用于基于光学衰减法的黑碳监测仪的校准，量程（0~200） $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ，其他量程可参考此规范开展校准。

2 引用文件

GB/T 31159-2014 大气气溶胶观测术语

GB/T 39193 环境空气 颗粒物质量浓度测定 重量法

QX/T 68 大气黑碳气溶胶观测—光学衰减方法

凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

3 术语和计量单位

3.1 黑碳 black carbon (BC)

化石燃料和生物质不完全燃烧生成的具有高度芳香化结构的含碳气溶胶粒子。

[来源：GB/T 31159-2014 5.5]

3.2 透射比标准滤光片 transmittance reference filter

透射比标准滤光片是用于传递光谱透射比的标准样品，其主要计量技术指标为光谱透射比，计量单位是 1。

[来源：JJG 1034-2008 3.1]

4 概述

光学衰减法黑碳监测仪工作原理：环境空气通过样品采集单元，黑碳气溶胶被滤带（或滤膜）截留，黑碳监测仪通过测量滤带（或滤膜）上采集到的黑碳样品在 880nm 处的透射光衰减率来计算黑碳气溶胶浓度。

光学衰减法黑碳监测仪目前有单点位和双点位两类。其中双点位是指仪器工作时同时收集样品至两个相邻、大小相同的采样点，两个采样点的采样流量不同。通过双点位同时采样的方法可用于对滤带上过度累积而产生的颗粒间互相遮挡的影响（负载效应）进行算法补偿。

5 计量特性

5.1 流量示值误差

$\pm 5\%$ 。

5.2 流量稳定性

1h 内, 每一次测试时间点流量变化 $\pm 10\%$ 设定流量, 1h 平均流量变化 $\pm 5\%$ 设定流量。

5.3 检出限

$\leq 5\text{ng/m}^3$ 。

5.4 稳定性

$< 500\text{ ng/m}^3$

5.5 线性相关性

$r \geq 0.99$

5.6 示值误差

测量浓度 $\leq 50\mu\text{g/m}^3$ 时: $\pm 5\mu\text{g/m}^3$; 测量浓度 $> 50\mu\text{g/m}^3$ 时: $\pm 20\%$ 。

5.7 示值重复性

采用透射比标准滤光片测试, 示值重复性不大于 5%。

注: 以上指标不适用于合格判定, 仅供参考。

6 校准条件

6.1 环境条件

6.1.1 环境温度: $(10 \sim 35)^\circ\text{C}$;

6.1.2 湿度: $\leq 85\%\text{RH}$;

6.1.3 大气压力: $(80 \sim 106)\text{ kPa}$;

6.1.4 供电电源: AC $(220 \pm 22)\text{ V}$, 频率 $(50 \pm 1)\text{ Hz}$ 。

6.2 测量标准及其它设备

6.2.1 流量校准装置

流量范围: $(0.5 \sim 10)\text{ L/min}$, 示值误差: $\pm 1.5\%$ 。

6.2.2 天平

十万分之一, ①级。

6.2.3 透射比标准滤光片

透射比标准滤光片: 二级以上, 特定波长点 (880nm) 的光谱透射比重复性 $< 1\%$ 。

6.2.4 滤膜

滤膜应厚薄均匀, 无针孔、无毛刺。滤膜对 40nm 碳黑颗粒的截留效率应 $\geq 99.7\%$ 。

6.2.5 黑碳监测仪校准装置

黑碳监测仪校准装置包括碳黑颗粒物发生器和检测舱，其中碳黑颗粒物发生器可采用超声雾化碳黑颗粒（或其他具有相同吸光性质的颗粒）或乙烯、丙烷等有机物不完全燃烧的方法。碳黑颗粒物发生器能产生粒径小于 200nm 的单分散或多分散碳黑颗粒，检测舱中碳黑颗粒物浓度在一个检测周期内的均匀性和稳定性均 $\leq 5\%$ 。标准装置组成及技术要求参见附录 A。

6.2.6 参考黑碳监测仪

参考黑碳监测仪测量范围（0.01~500） $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ，最大允许误差： $\pm 3\% \text{F.S.}$ ，示值重复性 $\leq 3\%$ （采用透射比标准滤光片测试）。

6.2.7 滤膜采样装置

采样装置应连接紧密，避免漏气，采样流量偏差不超过 $\pm 2\%$ 。采样管路应选用与采集物质不发生化学反应的材质，一般以不锈钢、铜或带有静电耗散功能的塑料等。

7 校准项目和校准方法

7.1 流量示值误差

将流量校准装置与被校仪器采样口连接，测量被校仪器的采样流量。每间隔 1 分钟，读取 1 次流量校准装置的测量值和被校仪器流量示值，连续记录 3 组。如果被校仪器没有流量显示，以说明书等相关技术文件的标称值为准。分别计算标准值和被校仪器示值的算数平均值 $\overline{Q_0}$ 和 $\overline{Q_1}$ ，根据公式（1）计算采样流量示值误差。

$$\delta = \frac{Q_1 - Q_0}{Q_0} \times 100\% \quad (1)$$

式中： δ —流量示值误差，%；

$\overline{Q_1}$ —被校仪器流量平均值，L/min；

$\overline{Q_0}$ —被校仪器的标称值或平均标准值，L/min。

7.2 流量稳定性

被校仪器运行稳定后，用流量校准装置测量被校采样器流量 Q_0 并开始计时，每隔 15min 记录一次流量数值，共记录 1h。将记录的 4 个采样流量值的算术平均值 $\overline{Q}$ 作为被校仪器 1h 采样流量的平均值。按照公式（2）计算 1h 采样流量偏差 ΔQ ，按照公式（3）

计算被校仪器测试时间点的采样流量偏差。

$$\Delta Q = \frac{\bar{Q} - Q_0}{Q_0} \times 100\% \quad (2)$$

式中： ΔQ_t —采样流量偏差，%；

$\bar{Q}$ —被校仪器 1h 采样流量平均值，L/min；

Q_0 —被校仪器采样流量标称值或当天设定值，L/min；

$$\Delta Q_t = \frac{Q_t - Q_0}{Q_0} \times 100\% \quad (3)$$

式中： ΔQ_t —测试时间点的采样流量偏差，%；

Q_t —被校仪器测试时间点采样流量平均值，L/min；

t—每天测试的时间点，（t 为 15min、30min、45min、1h）。

7.3 浓度检出限

在仪器进气口接上高效过滤器，连续运行最少 7 小时，记录仪器分钟数据并计算成小时均值。根据公式（4）计算小时值标准方差 S ，根据公式（5）计算检出限 DEL 。

$$S = \frac{1}{C_n} \times \sqrt{\frac{\sum_{n=1}^n (C_n - \bar{C}_n)^2}{n-1}} \times 100\% \quad (4)$$

$$DEL = t_{(n-1, 0.99)} \times S \quad (5)$$

式中： S —— n 次测定的标准偏差， ng/m^3 ；

DEL ——检出限， ng/m^3 ；

n ——样品的平行测定次数， $n \geq 7$ ；

t——自由度为 $n-1$ ，置信度为 99% 时的 t 分布，当自由度为 6 时， t 值为 3.143。

7.4 光学稳定性

仪器正常开机，不启动采样，开启光源和检测器，连续测试 10min，记录 880nm 处黑碳测量分钟值，首次测量黑碳浓度分钟值记为 C_0 ，随后每分钟的测量值记为 C_i ，根据公式（6）计算每分钟测量值 C_i 与初始测量值 C_0 的差，取最大差值的绝对值作为光学稳定性。

$$\Delta C_i = |C_i - C_0| \quad (6)$$

式中： ΔC_i —第 i 分钟测量值与初始测量值的差值的绝对值， ng/m^3 ；

C_i —被校仪器第 i 分钟测量值， ng/m^3 ；

C_0 —初始测量分钟值， ng/m^3 ；

7.5 线性相关性

仪器正常运行时，进入滤光片测试模式，依次测定 4 个梯度的透射比标准滤光片，记录光衰减值。随后将标准滤光片透射比与被检仪器光衰减值进行线性回归，以标准滤光片透射比作为横轴，被校设备的光衰减值作为纵轴，采用最小二乘法进行拟合，按照公式 (7) 计算线性相关系数 r 。

$$r = \frac{\sum_{i=1}^4 (R_i - \bar{R}) \times (C_i - \bar{C})}{\sqrt{\sum_{i=1}^4 (R_i - \bar{R})^2 \times \sum_{i=1}^4 (C_i - \bar{C})^2}} \quad (7)$$

式中： r —线性相关系数；

C_i —被检设备第 i 透射比光衰减值；

$\bar{C}$ —被检设备光衰减值平均值；

R_i —标准滤光片第 i 透射比值；

$\bar{R}$ —标准滤光片透射比值平均值；

7.6 示值误差

利用碳黑颗粒物校准装置依次发生 $20\mu\text{g}/\text{m}^3$ ， $60\mu\text{g}/\text{m}^3$ ， $90\mu\text{g}/\text{m}^3$ 左右或量程 20%，50%，80% 左右浓度的碳黑颗粒，待浓度稳定后，参考设备和被检仪器分别在每个浓度至少连续测量 6 个值，计算参考仪器的测量平均值 $\bar{C}_0$ 和被检仪器的测量平均值 $\bar{C}_1$ ，再按式 (8) 计算该点的示值误差。

$$\delta = \frac{\bar{C}_1 - \bar{C}_0}{R} \times 100\% \quad (8)$$

式中： δ —示值误差，%；

$\bar{C}_0$ —参考仪器测量平均值， $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ；

$\bar{C}_1$ —被检仪器测量值， $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ；

R—仪器量程值, $\mu\text{g}/\text{m}^3$ 。

7.7 示值重复性

选取第 2 梯度透射比标准滤光片, 被检设备处于滤光片测量模式下, 对该滤光片连续测量 6 次, 记录光衰减值 ATN, 用公式 (9) 计算其示值重复性。

$$S = \frac{1}{\overline{ATN}_n} \times \sqrt{\frac{\sum_{n=1}^n (ATN_n - \overline{ATN}_n)^2}{n-1}} \times 100\% \quad (9)$$

式中: S——示值重复性;

ATN——光衰减值;

n——滤光片平行测定次数, n=6。

8 校准结果表达 (核定)

校准结果应在校准证书上反映, 校准证书至少包括以下信息:

- a) 标题: 如“校准证书”;
- b) 实验室名称和地址;
- c) 进行校准的地点 (如果与实验室的地址不同);
- d) 证书的唯一性标识 (如编号), 每页及总页数的标识;
- e) 客户的名称和地址;
- f) 被校对象的描述和明确标识;
- g) 进行校准的日期, 如果与校准结果的有效性和应用有关时, 应说明被校对象的接收日期;
- h) 如果与校准结果的有效性和应用有关时, 应对被校样品的抽样程序进行说明;
- i) 校准所依据的技术规范的标识, 包括名称及代号;
- j) 本次校准所用测量标准的溯源性及有效性说明;
- k) 校准环境的描述;
- l) 校准结果及测量不确定度的说明;
- m) “校准证书”的校准人、核验人、批准人签名及签发日期;
- n) 校准结果仅对被校对象有效的声明;
- o) 未经实验室书面批准, 不得部分复制证书的声明。

9 复校时间间隔

以上内容仅为本文档的试下载部分，为可阅读页数的一半内容。如要下载或阅读全文，请访问：<https://d.book118.com/438071002016006114>