

福建省地方计量技术规范

JJF (闽) 1096—2020

气溶胶稀释器校准规范

Calibration Specification for Aerosol Diluter

2020-1-14 发布

2020-4-14 实施

福建省市场监督管理局 发布

气溶胶稀释器校准规范

Calibration Specification for

Aerosol Diluter

JJF (闽) 1096—2020

本规范经福建省市场监督管理局于 2020 年 1 月 14 日批准，并自 2020 年 4 月 14 日起施行。

归口单位：福建省市场监督管理局

主要起草单位：福建计量科学研究院

中国计量科学研究院

本规范委托福建省计量科学研究院负责解释

本规范主要起草人:

黄志煌 (福建省计量科学研究院)

刘俊杰 (中国计量科学研究院)

李 杰 (福建省计量科学研究院)

参加起草人:

董 旭 (福建省计量科学研究院)

目 录

1 范围.....	(II)
2 引用文件.....	(1)
3 术语.....	(1)
4 概述.....	(1)
5 计量特性.....	(2)
5.1 稀释比误差.....	(2)
5.2 流量误差.....	(2)
6 校准条件.....	(2)
6.1 校准环境.....	(2)
6.2 校准使用标准物质及主要设备.....	(2)
7 校准项目和校准方法.....	(3)
7.1 校准前准备.....	(3)
7.2 外观检查.....	(3)
7.3 稀释比示值误差.....	(3)
7.4 流量示值误差.....	(4)
8 校准结果表达.....	(5)
9 复校时间间隔.....	(5)
附录 A 气溶胶稀释器校准装置.....	(6)
附录 B 流量计刻度状态下的换算方法.....	(7)
附录 C 气溶胶稀释器稀释比示值误差的不确定度评定实例.....	(8)
附录 D 校准记录格式(参考).....	(11)
附录 E 气溶胶稀释器校准证书(内页)格式(参考).....	(12)

引 言

本规范依据 JJF 1071-2010《国家计量校准规范编写规则》、JJF 1001-2011《通用计量术语及定义》、JJF1059.1-2012《测量不确定度评定与表示》为基础性规范进行制定。

本规范的编制参考了 JJF 1190-2008《尘埃粒子计数器校准规范》、JJF1562-2016《凝结核粒子计数器校准规范》和 JJG956-2013《大气采样器检定规程》。

本规范为首次制定。

气溶胶稀释器校准规范

1 范围

本规范适用于流量范围为(1~30) L/min、稀释比为(1~300)倍的限流式或流量式气溶胶稀释器的校准,其它气溶胶稀释器可参照本规范进行校准。

2 引用文件

本规范引用了下列文件:

JJG 956-2013 大气采样器检定规程

JJF 1190-2008 尘埃粒子计数器校准规范

JJF 1562-2016 凝结核粒子计数器校准规范

凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本规范。

3 术语

3.1 颗粒数量浓度 particle number concentration

单位体积气体中的颗粒物数量。

3.2 稀释比 dilution ratio

进气口单位体积内的颗粒数与出气口单位体积内的颗粒数的比值。

4 概述

气溶胶稀释器(以下简称稀释器)用于对含颗粒物的气溶胶样品进行定量稀释,从而使得样品中的颗粒物浓度等比例减少,按照工作原理仪器可分为限流式和流量式。

限流式仪器的工作原理如图 1 所示,当含颗粒物的气溶胶样品进入仪器入口后分成了两路,两路样品按一定比例分别流经毛细管气路和含有高效过滤器的气路,之后两路样品混合得到稀释后的样品。

流量式仪器的工作原理如图 2 所示,含颗粒物的气溶胶样品与洁净的气体样品按一定比例由仪器入口进入到仪器的稀释腔体,并在腔体内混合均匀。混合后的样品由仪器的气溶胶出口定量输出,而多余的气体样品则通过排空口排出。

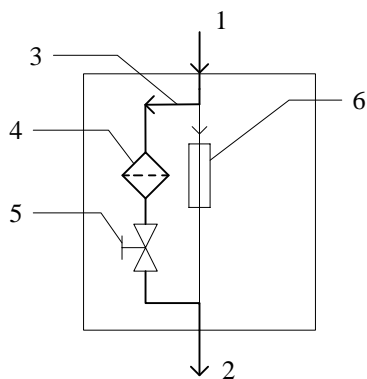


图1 限流式气溶胶稀释器

1-气溶胶入口 2-气溶胶出口 3-旁路 4-高效过滤器 5-微调阀 6-毛细管

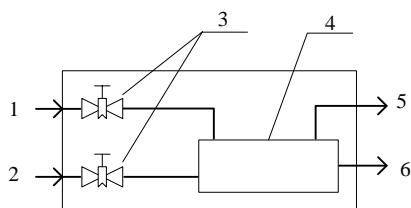


图2 流量式气溶胶稀释器

1-稀释气体入口 2-气溶胶入口 3-流量控制单元 4-稀释腔体
5-排空口 6-气溶胶出口

5 计量特性

5.1 稀释比示值误差

稀释器的稀释比示值误差不超过 $\pm 15\%$ 。

5.2 流量示值误差

对于有流量测量单元的稀释器，流量示值误差不超过 $\pm 5\%FS$ 。

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： (20 ± 5) °C，相对湿度： $(20\sim 80)\%$ 。

6.1.2 供电电压：AC (220 ± 22) V， (50 ± 1) Hz。

6.1.3 实验室：洁净度 10000 级的洁净室或洁净台。

6.1.4 其他：远离振动、电磁干扰、避免阳光直射。

6.2 校准使用标准物质及主要设备

6.2.1 粒度标准物质：应使用聚苯乙烯的国家有证标准物质，粒径标称范围 $(0.5\sim 1)$ μm ，平均

粒径的不确定度不超过 10% ($k=2$)。

6.2.2 移液器: (100-1000) μL , 检定合格。

6.2.3 单刻线容量瓶: 10mL 和 100mL, A 级。

6.2.4 气溶胶稀释器发生混匀装置: 可发生 (0.5~1) μm 的颗粒物, 颗粒浓度在 (10 000~20 000) 个/min 可调节, 且在 10min 内的颗粒浓度稳定性优于 $\pm 3\%$ 。校准装置工作原理参见附录 A。

6.2.5 粒子计数器: 可测量 $\geq 0.3\mu\text{m}$ 的颗粒数量浓度, 颗粒浓度测量不确定度优于 6.5% ($k=2$), 重复性优于 3%。

6.2.6 标准流量计: 测量范围 (1~30) L/min, 示值误差不超过 $\pm 1.5\%$ 。

6.2.7 温度计: 分度值为 0.1 $^{\circ}\text{C}$ 。

6.2.8 压力表: 数显压力计的分辨力 10Pa 以下, 水柱式压力计的分度值在 20Pa 以下。

6.2.9 超纯水: 采用反渗透法制得, 满足 GB/T 17323—1998 的纯净水。

7 校准项目和校准方法

7.1 外观检查

采用目视检查的方法, 各零部件应齐全并且连接可靠, 不应有影响使用的损伤或变形, 各旋转开关无损伤和卡死现象, 能正常工作。

7.2 校准前准备

校准装置与被校仪器连接正确, 电缆线的接插件应接触良好, 气路连接正确保证无漏气现象, 数显部位显示清晰完整, 根据各设备使用要求开机预热时间不低于 5min。

7.3 稀释比示值误差

7.3.1 对于稀释比可调的仪器, 在稀释比范围内选择上、中、下三点作为校准点; 对于固定稀释比的仪器, 则选用该稀释比作为校准点。按照图 A.1 的方式将被校准仪器接入到校准装置内, 并根据被校准仪器流量设定补气或采样泵流量。

7.3.2 调节或选取仪器的稀释比 f_D 。移取少量粒度标准物质并将其用超纯水稀释, 得到 1#颗粒悬浮液样品。

7.3.3 用气溶胶发生混匀装置雾化 1#颗粒悬浮液样品, 并通过调节雾化发生流量等措施, 使得校准装置发生颗粒数量浓度在 (10000~20000) 个/min 范围内。待系统稳定后, 记录粒子计数器颗粒计数值 N_{i1} , 重复 6 次, 按公式(1)计算平均值 \bar{N}_1 。

7.3.4 将 1#颗粒悬浮液样品用超纯水稀释 f_{DW} 倍 (f_{DW} 倍应尽量与仪器的稀释比 f_D 保持一致), 得到 2#颗粒悬浮液样品。将被校准仪器从校准装置内移除, 并保持校准装置其他设置不变。

7.3.5 用气溶胶发生混匀装置雾化 2#颗粒悬浮液样品，待系统稳定后，记录粒子计数器颗粒计数值 N_{2i} ，重复 6 次，按公式(2)计算平均值 \bar{N}_2 。

7.3.6 分别根据公式(3)和(4)计算标准稀释比 f_s 和稀释比的示值误差 Δ 。

7.3.7 当稀释比可调时，重复 7.3.2~7.3.6，计算得到仪器不同稀释比的示值误差。

$$\bar{N}_1 = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n N_{1i} \quad (1)$$

$$\bar{N}_2 = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n N_{2i} \quad (2)$$

$$f_s = \frac{f_{DW} \times \bar{N}_2}{\bar{N}_1} \quad (3)$$

$$\Delta = \frac{f_D - f_s}{f_s} \times 100\% \quad (4)$$

式中：

\bar{N}_1 — 雾化 1#颗粒悬浮液后，粒子计数器颗粒计数的 6 次测量平均值，单位：个/min；

\bar{N}_2 — 雾化 2#颗粒悬浮液后，粒子计数器颗粒计数的 6 次测量平均值，单位：个/min；

f_D — 被校仪器的稀释倍数设定值，无量纲；

f_{DW} — 1#颗粒样品的稀释成 2#颗粒样品的稀释倍数，无量纲；

f_s — 标准装置稀释倍数的标准值，无量纲；

Δ — 气溶胶稀释器的示值误差，%；

7.4 流量示值误差

开启仪器，并将流量调节到正常工作范围，待其稳定后，将标准流量计和仪器进气口相连，读取 3 次流量测量值，按照附录 B 的方法，将测量值换算标准状态下(0℃，101.325kPa)的流量值，根据公式(5)计算仪器流量的示值误差。

$$\Delta Q = \frac{(\bar{Q}_m - \bar{Q}_s)}{\bar{Q}_s} \times 100\% \quad (5)$$

式中：

ΔQ — 流量示值误差；

\bar{Q}_m — 被校仪器流量示值的算术平均值，L/min；

\bar{Q}_s — 流量标准装置 3 次测量值的算术平均值, L/min;

8 校准结果表达

校准结果应该在校准证书或者校准报告上反映。校准证书或校准报告至少包括以下信息:

- a) 标题, 如“校准证书”或“校准报告”;
- b) 实验室名称和地址;
- c) 进行校准的地点中;
- d) 校准证书或校准报告的唯一标识(如编号), 每页及总页数的标识;
- e) 实验室名称和地址;
- f) 进行校准的地点;
- g) 校准证书或校准报告的唯一性标识(如编号), 每页及总页数的标识;
- h) 送校单位和地址;
- i) 送校对象的描述和明确标识;
- j) 校准日期, 需要时应说明送校日期;
- k) 如果与校准结果的有效性和应用有关时, 应该对抽样程序进行说明;
- l) 校准所依据的技术规范;
- m) 校准环境的描述;
- n) 校准结果及测量不确定度的说明;
- o) 校准证书或校准报告签发人的有效标识以及签发日期;
- p) 校准结果仅对被校准对象有效的声明;
- q) 未经实验室书面批准, 不得部分复制证书或报告的声明。

9 复校时间间隔

气溶胶稀释器的复校时间间隔建议为 1 年。由于复校时间间隔的长短是由仪器的使用情况、使用者、仪器本身质量等诸因素所决定。因此, 送校单位可根据实际使用情况自主决定复校时间间隔。

附录 A

气溶胶稀释器校准装置

气溶胶稀释器校准装置主要由气溶胶发生器、干燥器、混匀腔、补气装置、抽样泵、粒子计数器等组成。装置示意图参见图 A.1 和图 A.2。其中，经过高效过滤器过滤的洁净压缩空气进入气溶胶发生器后，将装置中粒度标准物质样品雾化，并经过干燥器后得到含有颗粒物的气溶胶样品。样品经混匀腔后与洁净空气混合均匀，并被抽入到被校准的气溶胶稀释器内。为满足对不同流量气溶胶稀释器的校准、并与粒子计数器流量相匹配，在粒子计数器入口处需通过补气或采样泵抽气的方式使得系统内的气溶胶样品达到动态平衡。校准装置的工作原理可概述如下：对于稀释倍数为 f_D 的被校准仪器，首先选用一定浓度的粒度标准样品 1# 并将其雾化，待系统内颗粒浓度达到动态平衡后记录粒子计数器的测量值 N_1 。之后将被校准仪器从系统移除，并将粒度标准样品 1# 用超纯水稀释 f_{DW} 倍，待系统内颗粒浓度达到动态平衡后记录粒子计数器的测量值 N_2 。最后按照 7.3 中的公式 (4) 计算得到被校准仪器的稀释倍数的示值误差。

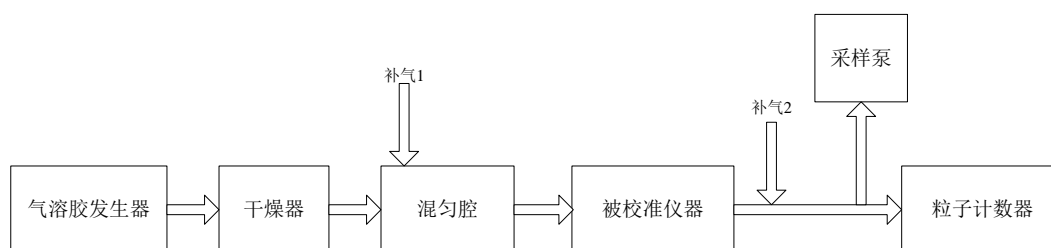


图 A.1 1#样品气溶胶稀释器校准示意图

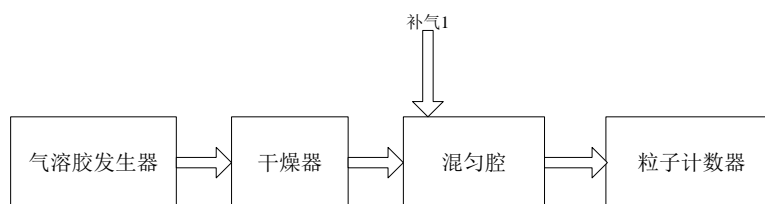


图 A.2 2#气溶胶稀释器校准示意图

附录 B

流量计刻度状态下的换算方法

B.1 流量计为转子流量计

$$Q_{Ci} = Q_{Si} \times \frac{P}{P_S} \times \frac{T_S}{T} \quad (\text{B.1})$$

B.2 流量计为皂膜流量计

$$Q_{Ci} = Q_{Si} \times \frac{(P - P_d)}{P_S} \times \frac{T_S}{T} \quad (\text{B.2})$$

B.3 其他类型流量计

$$Q_{Ci} = Q_{Si} \times \sqrt{\frac{T_S \times P}{P_S \times T}} \quad (\text{B.3})$$

在公式 B.1, B.2 和 B.3 中:

- Q_{Ci} -- 仪器流量计刻度状态下的流量值, L/min;
- Q_{Si} -- 流量校准装置的测量值, L/min;
- T_S -- 仪器流量计刻度状态下的热力学温度, K;
- P_S -- 仪器流量计刻度状态下的大气压力, kPa;
- P -- 标况环境大气压, 101.325kPa;
- T -- 标况环境下的热力学温度, 273.15K;
- P_d -- 校准环境温度对应的水饱和蒸汽压, kPa。

附录 C

气溶胶稀释器稀释比示值误差的不确定度评定实例

C.1 校准方法简述及测量模型

按本规范 7.3 进行气溶胶稀释器的校准。按公式 (C.1) 计算气溶胶稀释器稀释比的示值误差:

$$\Delta = \frac{f_D - f_S}{f_S} \times 100\% \quad (\text{C.1})$$

式中:

Δ — 气溶胶稀释器的示值误差, %;

f_D — 被校仪器的稀释倍数设定值, 无量纲;

f_S — 被校仪器的稀释倍数校准值, 无量纲;

其中,

$$f_S = \frac{f_{DW} \times \bar{N}_2}{\bar{N}_1} \quad (\text{C.2})$$

式中:

f_{DW} — 1#颗粒样品的稀释倍数, 无量纲量;

\bar{N}_1 — 雾化 1#颗粒悬浮液后, 粒子计数器颗粒计数 6 次测量平均值, 单位: 个/min;

\bar{N}_2 — 雾化 2#颗粒悬浮液后, 粒子计数器颗粒计数 6 次测量平均值, 单位: 个/min;

因此, 气溶胶稀释器的稀释比的示值误差可表示为:

$$\Delta = \frac{f_D - f_S}{f_S} \times 100\% = \left(\frac{f_D \times \bar{N}_1}{f_{DW} \times \bar{N}_2} - 1 \right) \times 100\% \quad (\text{C.3})$$

C.2 不确定度计算公式

从公式 (C.3) 和校准过程可以看出, 影响测量结果不确定度的因素主要有: 被校准仪器示值 f_D 、1#颗粒悬浮液样品的稀释倍数 f_{DW} 、粒子计数器测量结果 \bar{N}_1 和粒子计数器测量结果 \bar{N}_2 引入的不确定度, 粒子发生装置稳定性引入的不确定, 其中, \bar{N}_1 和 \bar{N}_2 的测量结果相关。因此不确定度计算公式可导出为:

$$u(\Delta) = \sqrt{\left(\frac{\bar{N}_1}{f_{DW} \times \bar{N}_2} \right)^2 \times u^2(f_D) + \left(\frac{f_D}{f_{DW} \times \bar{N}_2} \right)^2 \times u^2(\bar{N}_1) + \left(\frac{f_D \times \bar{N}_1}{-f_{DW}^2 \times \bar{N}_2} \right)^2 \times u^2(f_{DW}) + \left(\frac{f_D \times \bar{N}_1}{-\bar{N}_2^2 \times f_{DW}} \right)^2 \times u^2(\bar{N}_2) + \left(\frac{f_D}{f_{DW} \times \bar{N}_2} \right) \left(\frac{f_D \times \bar{N}_1}{-\bar{N}_2^2 \times f_{DW}} \right) r(\bar{N}_1, \bar{N}_2) u(\bar{N}_1) u(\bar{N}_2) + u_s^2(N)} \quad (\text{C.4})$$

式中:

$u(\Delta)$: 稀释比示值误差的合成不确定度;

$u(f_D)$: 气溶胶稀释器示值 f_D 引入的不确定度;

$u(\bar{N}_1)$: 粒子计数器测量 1#颗粒悬浮液结果 \bar{N}_1 引入的不确定度;

$u(\bar{N}_2)$: 粒子计数器测量 2#颗粒悬浮液结果 \bar{N}_2 引入的不确定度;

$u(f_{DW})$: 将 1#颗粒悬浮液稀释为 2#颗粒悬浮液稀释倍数 f_{DW} 引入的不确定度;

$r(\bar{N}_1, \bar{N}_2)$: \bar{N}_1 和 \bar{N}_2 的相关系数;

$u_s(N)$: 粒子发生装置稳定性引入的不确定;

C.3 不确定度分量的评定与计算

C.3.1 稀释器示值 f_D 引入的不确定度

f_D 为稀释器的设定值或显示值。显示值引入的不确定度主要为示值分辨力引入的不确定度。被校准稀释器的稀释比 $f_D=100$ ，分辨力为 0.5。因此稀释器示值 f_D 引入的不确定度 $u(f_D) = 0.5$ 。

C.3.2 将1#颗粒悬浮液稀释为2#颗粒悬浮液稀释倍数 f_{DW} 引入的不确定度

使用容量瓶和移液器对 1#颗粒悬浮液进行了稀释， $f_{DW}=100$ 。其中，使用的容量瓶为 100mL，A 级，最大允许误差为不确定度为 $\pm 0.1\text{mL}$ 。所使用的移液器满量程为 1mL，检定合格且最大允许误差为 $\pm 1\%$ 。因此，稀释倍数 f_{DW} 引入的不确定度为:

$$u(f_{DW}) = \sqrt{\left(\frac{0.1}{\sqrt{3}}\right)^2 + (100)^2 \times \left(\frac{0.01}{\sqrt{3}}\right)^2} = 0.58$$

C.3.3 \bar{N}_1 引入的不确定度

在正文 7.3.3 中对 1#颗粒悬浮液雾化并使用粒子计数器对稀释器出口的浓度进行了测量，测量结果见表 C.1。因此， \bar{N}_1 测量重复性引入的不确定度为 $u_1(\bar{N}_1) = \frac{\delta_c}{\sqrt{6}} = 56.4$ 。

与此同时，所用粒子计数器的颗粒浓度校准结果不确定度优于 6.5%($k=2$)，因此， \bar{N}_1 测量准确性引入的不确定度为 $u_2(\bar{N}_1) = \frac{6.5\%}{2} \times 15781.7 = 512.9$ 。

$$u(\bar{N}_1) = \sqrt{u_1^2(\bar{N}_1) + u_2^2(\bar{N}_1)} = 516.0$$

C.3.4 \bar{N}_2 引入的不确定度

在正文 7.3.5 中对 2#颗粒悬浮液雾化并使用粒子计数器其浓度进行了测量，测量结果见表 C.1。因此， \bar{N}_2 测量重复性引入的不确定度为 $u_1(\bar{N}_2) = \frac{\delta_c}{\sqrt{6}} = 80.8$ 。

与此同时，所用粒子计数器的颗粒浓度校准结果不确定度优于 6.5%($k=2$)，因此， \bar{N}_1 测量准

确性引入的不确定度为 $u_2(\bar{N}_2) = \frac{6.5\%}{2} \times 15807.3 = 513.7$ 。

$$u(\bar{N}_2) = \sqrt{u_1^2(\bar{N}_2) + u_2^2(\bar{N}_2)} = 520.1$$

C.3.5 \bar{N}_1 测量结果与 \bar{N}_2 测量结果的相关系数

在 7.3 的校准中, \bar{N}_1 与 \bar{N}_2 为相同粒子计数器的测量结果, 且 \bar{N}_1 与 \bar{N}_2 量值较为接近, 应具有相同的变化系数, 因此采用 JJF1059.1-2012 中的方法, 相关系数 $r(\bar{N}_1, \bar{N}_2)$ 可近似认为是 1。

表 C.1 N_{1i} 和 N_{2i} 的测量结果

测量次数	N_{1i}	N_{2i}
1	15902	15983
2	15873	15673
3	15794	15937
4	15883	15902
5	15551	15882
6	15687	15467
平均值	15781.7	15807.3
标准偏差	138.1	198.0

C.3.6 粒子发生装置稳定性引入的不确定 $u_s(N)$,

经查表得到粒子发生装置稳定性引入的不确定 $u_s(N) = 3\%$ 。

C.4 合成标准不确定度

根据上述计算, 稀释比示值误差的合成相对标准不确定度为:

$$u(\Delta) = 4.6\%$$

C.5 扩展不确定度

稀释比示值误差的相对扩展不确定度: $U_r = 9.2\%$, $k=2$ 。

附录 D

校准记录格式(参考)

原始记录号: _____ 校准日期: _____ 年 _____ 月 _____ 日
 委托单位: _____
 仪器名称: _____ 仪器型号: _____
 生产厂家: _____ 仪器编号: _____
 校准依据: _____
 校准环境: 温度: _____ 相对湿度: _____ 大气压: _____

校准设备:

校准用 测量标 准及仪 器设备	名称	生产厂家	仪器型号	仪器编号	证书编号	有效期至
	气溶胶稀释器校准装置					
	粒度标准物质					
	皂膜流量计					

1. 粒子计数器测量值

测量点	标准物质	测量值 (个)						平均值 (个)	比值
1	1#								
	2#								
2	1#								
	2#								
3	1#								
	2#								

2. 稀释器的示值误差

稀释器的示值 f_D	稀释倍数 f_S	结果	示值误差 Δ (%)

3. 流量示值误差

流量设定值 (L/min)	测量值 (L/min)			平均值 (L/min)	示值误差 Δ (%)

校准结果的不确定度: _____

校准员: _____ 核验员: _____

附录 E

气溶胶稀释器校准证书（内页）格式（参考）

校准结果/说明：

校准项目		校准结果			
稀释比的示值 误差	测量点	显示(标称) 值	校准值	示值误差	相对扩展不确定度 $U_r(k=2)$
仪器流量值	_____ L/min				