

国家计量技术规范规程制修订

《黑碳监测仪（光学衰减法）校准规范》

实验报告

实验报告

一、实验目的

验证《黑碳监测仪（光学衰减法）校准规范》的适用性和可行性。

二、实验地点

验证实验在北京市计量检测科学研究院生态环境与能源资源研究所的实验室完成。

三、环境条件

实验过程中温度为 $(15\sim 30)^{\circ}\text{C}$ ，相对湿度不大于85%。。

四、实验仪器与实验设计

在验证实验中，对北京赛克玛环保仪器有限公司、杭州谱育科技发展有限公司、河北先河环保科技股份有限公司3家公司生产的黑碳监测仪进行了验证实验，覆盖了单点和双点两种测量方式的黑碳监测仪。

五、测量标准及其他设备

5.1 测量标准及其它设备

5.1.1 流量校准装置

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

5.1.2 天平

十万分之一，①级。

5.1.3 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 $<1\%$ 。

5.1.4 碳黑颗粒物标准装置

碳黑颗粒物标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 200 nm 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。

5.1.5 参考黑碳监测仪

参考黑碳监测仪测量范围 $(0.01\sim 500)\mu\text{g/m}^3$ ，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）。

5.1.6 滤膜采样装置

采样装置应连接紧密，避免漏气，采样流量偏差不得超过 $\pm 2\%$ 。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。

六、实验结果

根据校准规范，滤膜称重法作为黑碳监测仪浓度测量的标准方法，需要对参考黑碳仪进行校准，同样也可适用于被校黑碳监测仪的性能检测。因此，在后续的示值误差性能检测中，黑碳气溶胶的标准浓度统一采用滤膜称重法测量值去计算被校仪器的示值误差。

其余检测项目依据校准规范要求实验验证，结果如下。

6.1 北京赛克玛环保仪器有限公司实验

根据校准规范的要求，对北京赛克玛环保仪器有限公司AE43进行验证实验，结果如下所示。

1 流量示值误差

设定流量 L/min	流量测量值（L/min）			平均值 L/min	示值误差 %
	1	2	3		
5	5.06	5.06	5.04	5.05	-1.1%

2 流量稳定性

时间 项目	0h	15min	30min	45min	1h	平均值
流量(mL/min)	5.07	5.06	5.07	5.04	5.06	5.06
稳定性（%）	/	-0.2%	0.0%	-0.6%	-0.2%	-0.2%

3 检出限

小时测量均值（ng/m ³ ）							标准偏差 （ng/m ³ ）	检出限 （ng/m ³ ）
1	2	3	4	5	6	7		
-5.0	-6.1	-6.8	-6.9	-7.2	-7.6	-6.7	0.85	2.67

4 稳定性

时间（min）	880nm 处黑碳浓度测量值（ng/m ³ ）	与初始值的差值（ng/m ³ ）
0	423	/
1	431	8
2	424	1
3	426	3
4	422	-1
5	414	-9
6	409	-14
7	410	-13
8	412	-11
9	419	-4
10	424	1

5 线性相关性

标准滤光片透射比	被检仪器光衰减值	线性拟合曲线
-32.559	-32.937	$y = 1.077x + 1.5$ $r^2=0.9941$
10.805	8.549	
34.569	43.989	
85.979	92.801	

6 示值误差

测量 浓度 点	标准浓度 值 ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	被检仪器测量值 ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)							误差
		1	2	3	4	5	6	每组 平均 值	
浓度 点 1	17.083	18.735	18.564	18.652	18.514	18.872	19.352	18.782	1.699 $\mu\text{g}/\text{m}^3$
浓度 点 2	62.222	55.993	57.216	58.769	59.695	59.72	59.777	58.528	-5.9%
浓度 点 3	83.333	78.748	77.447	78.628	80.191	78.463	76.329	78.301	-6.0%

7 示值重复性

光学衰减值						重复性 (%)
1	2	3	4	5	6	1.5
8.549	8.612	8.72	8.747	8.766	8.928	

6.2 杭州谱育科技发展有限公司

根据校准规范的要求，对杭州谱育科技发展有限公司产品进行验证实验，结果如下所示。

1 流量示值误差

设定流量 L/min	流量测量值（L/min）			平均值 L/min	示值误差 %
	1	2	3		
5	5.06	5.04	5.04	5.05	-0.9%

2 流量稳定性

时间 项目	0h	15min	30min	45min	1h	平均值
流量(mL/min)	5.02	5.04	5.02	5.04	5.07	5.04
稳定性（%）	/	0.4%	0.0%	0.4%	1.0%	0.4%

3 检出限

小时测量均值（ng/m ³ ）							标准偏差 （ng/m ³ ）	检出限 （ng/m ³ ）
1	2	3	4	5	6	7		
5.3	6.8	8.4	7.6	8.5	6.1	5.3	1.36	4.27

4 稳定性

时间（min）	880nm 处黑碳浓度测量值（ng/m ³ ）	与初始值的差值（ng/m ³ ）
0	453	/
1	453	0
2	449	-4
3	446	-7
4	440	-13
5	446	-7
6	440	-13
7	441	-12
8	445	-8
9	448	-5
10	449	-4

5 线性相关性

标准滤光片透射比	被检仪器光衰减值	线性拟合曲线
39.8	40.3	$y = 1.0464x - 0.8978$ $r^2=0.9978$
50.1	52.6	
63.1	64.3	
79.4	82.4	

6 示值误差

测量浓度点	标准浓度值 ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	被检仪器测量值 ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)							误差
		1	2	3	4	5	6	每组平均值	
浓度点1	17.083	18.735	19.261	19.255	19.025	19.027	19.588	19.149	2.066 $\mu\text{g}/\text{m}^3$
浓度点2	62.222	57.757	56.991	56.115	57.591	58.144	59.649	57.708	-7.3%
浓度点3	83.333	86.174	87.529	85.465	84.83	84.378	82.431	85.135	2.2%

7 示值重复性

光学衰减值						重复性 (%)
1	2	3	4	5	6	1.5%
52.6	51.8	53.6	52.4	51.3	52.6	

6.3 河北先河环保科技股份有限公司

根据校准规范的要求，对河北先河环保科技股份有限公司产品进行验证实验，结果如下所示。

1 流量示值误差

设定流量 L/min	流量测量值（L/min）			平均值 L/min	示值误差 %
	1	2	3		
2	1.98	1.95	1.92	1.95	2.6%

2 流量稳定性

时间 项目	0h	15min	30min	45min	1h	平均值
流量(mL/min)	1.98	1.95	1.92	1.95	1.96	1.945
稳定性（%）	/	-1.5%	-3.0%	-1.5%	-1.0%	-1.8%

3 检出限

小时测量均值（ng/m ³ ）							标准偏差 （ng/m ³ ）	检出限 （ng/m ³ ）
1	2	3	4	5	6	7		
1.6	1.5	1.8	1.6	1.6	2.1	2.6	0.39	1.223

4 光学稳定性

时间（min）	880nm 处黑碳浓度测量值（ng/m ³ ）	与初始值的差值（ng/m ³ ）
0	0.684	/
1	0.685	0.001
2	0.685	0.001
3	0.694	0.01
4	0.675	-0.009
5	0.682	-0.002
6	0.682	-0.002
7	0.683	-0.001
8	0.677	-0.007
9	0.689	0.005
10	0.695	0.011

5 线性相关性

标准滤光片透射比	被检仪器光衰减值	线性拟合曲线
0.861	0.949	Y=1.0397X+0.0344 r ² =0.9912
0.934	0.993	
0.597	0.684	
0.7265	0.763	
0.334	0.372	

6 示值误差

测量浓度点	标准浓度值 (μg/m ³)	被检仪器测量值 (μg/m ³)							误差 %
		1	2	3	4	5	6	每组平均值	
浓度点 1	17.083	10.354	10.449	10.643	10.344	10.545	10.774	10.518	-6.565 μg/m ³
浓度点 2	62.222	36.345	36.63	35.982	36.256	35.263	34.542	35.836	-42.4%
浓度点 3	83.333	55.34	53.993	55.194	53.935	53.079	52.697	54.04	-35.2%

7 示值重复性

光学衰减值						重复性 (%)
1	2	3	4	5	6	2.4
0.684	0.668	0.648	0.653	0.644	0.644	

七、实验结论

通过对北京赛克玛等3家公司生产的黑碳监测仪进行验证实验，虽然目前有设备测量数据存在较大偏差，但可通过校准实现测量。证明制定的《黑碳监测仪（光学衰减法）校准规范》能够很好的评价黑碳监测仪的流量示值误差、流量稳定性、检出限、稳定性、线性相关性、示值误差和示值重复性等计量特性，从而实现量值传递，保证黑碳监测仪性能评价的准确性。