JJF ××××-×××

盐溶液颗粒物发生装置校准规范

Calibration Specification for Salt Solution Particle Generator

(征求意见稿)

××××-××-××发布

××××-××-xx**实施**

国家市场监督管理总局发布

盐溶液颗粒物发生装置 校准规范

JJF××××-×××

Calibration Specification for Salt Solution Particle Generator

归口单位:全国生态环境监管专用计量测试技术委员会

主要起草单位: 中国环境监测总站

上海市计量测试技术研究院有限公司

中国计量科学研究院

北京市生态环境监测中心

参加起草单位:

本规范委托全国生态环境监管专用计量测试技术委员会负责解释

本规范主要起草人:

王 瑜 (中国环境监测总站)

张文阁(中国计量科学研究院)

李亚飞(上海市计量测试技术研究院有限公司)

姜 南 (北京市生态环境监测中心)

参加起草人:

目录

引	营	.(II)
1	范围	. (3)
2	概述	. (3)
3	计量特性	. (4)
4	校准条件	. (4)
4.1	环境条件	. (4)
4.2	测量标准及其他设备	. (4)
5	校准项目和校准方法	. (4)
5.1	气体流量示值误差和气体流量重复性	. (4)
5.2	液体流量示值误差和液体流量重复性	. (5)
5.3	质量浓度示值误差	. (6)
5.4	质量浓度稳定性	. (6)
6	校准结果表达	. (6)
7	复校时间间隔	. (7)
附为	录 A 盐溶液颗粒物发生装置关键部件参考技术要求	(8)
附为	录 B 发生装置理论质量浓度测量不确定度评估报告	(10)
附为	录 C 质量浓度示值误差测量不确定度评估报告	(15)
附为	录 D 校准记录	(20)
附表	录 E 证书内页格式	(21)

引言

JJF 1071《国家计量校准规范编写规则》、JJF 1001《通用计量术语及定义》、JJF 1059 《测量不确定度评定与表示》共同构成支撑校准规范制订工作的基础性系列规范。

本规范的制定参考了JJG 1132-2017《热式气体质量流量计》、JJG 667-2010《液体容积式流量计》、JJF1659-2017《 $PM_{2.5}$ 质量浓度测量仪校准规范》、HJ 618-2011《环境空气 PM_{10} 和 $PM_{2.5}$ 的测定 重量法》等技术法规。

本规范为首次发布。

盐溶液颗粒物发生装置校准规范

1 范围

本规范适用基于雾化原理,使用盐溶液发生测量范围在(0~500) μg/m³颗粒物气体的颗粒物发生装置的校准,其他测量原理的颗粒物发生装置可参照本规范进行校准。

2 概述

颗粒物发生装置(以下简称"发生装置")可产生粒径、质量浓度可调的单分散颗粒物气体,主要应用于环境空气颗粒物相关监测设备校准领域。发生装置通常由供气单元、供液单元、雾化单元、混匀干燥单元及其它辅助设备,供液单元中的标准溶液以恒定的流量流入到溶液雾化单元,雾化形成均匀的小液滴从雾化喷头喷出,供气单元中的洁净空气作为稀释气与雾化后液滴进入混匀干燥单元,混匀、干燥后形成单分散颗粒物气体。工作原理见图 1。

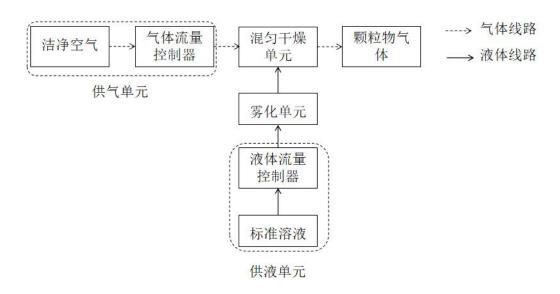


图 1 盐溶液颗粒物发生装置结构示意图

发生装置生成的颗粒物气体质量浓度可通过公式(1)计算得到:

$$\rho = \frac{c \cdot V}{Q} \tag{1}$$

式中:

 ρ ——颗粒物气体的质量浓度, $\mu g/m^3$;

c——标准溶液浓度, μ g/mL;

V——标准溶液的进液流量, mL/min;

O——稀释气体流量, m³/min。

3 计量特性

- 3.1 气体流量示值误差: ±1%。
- 3.2 气体流量重复性: ≤0.5%。
- 3.3 液体流量示值误差: ±1%。
- 3.4 液体流量重复性: ≤0.5%。
- 3.5 质量浓度示值误差:颗粒物质量浓度≤50µg/m³时,±3.5µg/m³。

颗粒物质量浓度 $>50\mu g/m^3$ 时, $\pm 7\%$ 。

3.6 质量浓度稳定性: ≤5%。

注: 以上各项指标不适用于合格性判别,仅作参考。

4 校准条件

- 4.1 环境条件
- a) 环境温度: (15~35)℃;
- b) 相对湿度: ≤85%;
- c) 大气压: (80~106) kPa;
- d) 供电电压: (220 ± 22) V, 供电频率: (50 ± 1) Hz。
- 4.2 测量标准及其他设备
- a) 标准物质: 氯化钠等标准物质(纯度 99.995%, $U_{\text{rel}} \leq 0.5\%$,k = 2)、氯化钠等标准溶液($U_{\text{rel}} \leq 1.0\%$,k = 2)或其他适宜的标准物质。
 - b) 气体流量标准装置:测量范围(0~100) L/min,准确度级别不低于 0.5 级。
 - c) 液体流量标准装置: 测量范围 $(0\sim1)$ mL/min, 准确度级别不低于 0.5 级。
- d) 参比颗粒物监测仪: 经重量法标准装置有效溯源,浓度范围至少覆盖(0~500) μg/m³,最大允许误差不超过±5%。
 - e) 天平: 准确度等级①级,实际分度值不大于 0.01mg。
- f) 恒温恒湿箱(室): 箱(室)内空气温度在(15~30)℃范围内可调,控温精度 ±1℃。箱(室)内空气相对湿度应控制在(50±5)%。
 - g) 标准采样装置: 采样流量范围(0.1~30) L/min, 最大允许误差不超过±2%。

5 校准项目和校准方法

5.1 气体流量示值误差和气体流量重复性

将气体流量标准装置与被校发生装置的出口相连,设置气体流量值后开启被校装置,

读取气体流量标准装置工况流量示值,每隔2min记录一组数据,共记录6组,分别按公式(2)和公式(3)计算气体流量示值误差和气体流量重复性。

$$\Delta Q_G = \frac{Q_G - \overline{Q}_{Gs}}{\overline{Q}_{Gs}} \times 100\% \tag{2}$$

式中:

 ΔQ_G ——气体流量示值误差,%;

 Q_{G} ——被校发生装置流量设定值, L/min;

 \overline{Q}_{Gs} ——气体流量标准装置测量示值的算术平均值,L/min。

$$s_{\rm Gr} = \frac{1}{\overline{Q}_{\rm Gs}} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n} (Q_{Gi} - \overline{Q}_{\rm Gs})^2}{n-I}} \times 100\%$$
 (3)

式中:

 s_{Gr} ——气体流量重复性,%;

 Q_{Gi} ——气体流量标准装置第 i 次的测量示值,L/min;

 \overline{Q}_{Gs} ——气体流量标准装置测量示值的算术平均值,L/min;

n ——测量次数。

5.2 液体流量示值误差和液体流量重复性

以水为标准溶液,分别发生理论质量浓度约为 35μg/m³、100μg/m³、200μg/m³ 颗粒物气体,或按照客户测试需求发生颗粒物气体,平稳发生后保持 10min,在液体流量测量设备的的出口处连接液体流量标准装置,读取液体流量标准装置示值,每隔 20min 记录一组数据,共记录 3 组,分别按公式(4)、公式(5)计算液体流量示值误差和液体流量重复性。

$$\Delta Q_L = \frac{Q_L - \overline{Q}_{Ls}}{\overline{Q}_{Ls}} \times 100\% \tag{4}$$

式中:

 ΔQ_L ——液体流量示值误差,%;

 O_1 ——被校发生装置流量示值,mL/h;

 \bar{Q}_{1} 。——液体流量标准装置测量示值的算术平均值,mL/h。

$$s_{\rm Lr} = \frac{1}{\overline{Q}_{\rm Ls}} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n} (Q_{Li} - \overline{Q}_{\rm Ls})^2}{n-1}} \times 100\%$$
 (5)

式中:

 S_{1r} ——液体流量重复性,%;

 Q_{ii} ——液体流量标准装置第 i 次的测量示值,L/h;

 \overline{Q}_{Ls} ——液体流量标准装置测量示值的算术平均值,L/h;

n ——测量次数。

5.3 质量浓度示值误差

以氯化钠为标准溶液,分别发生理论质量浓度为 35μg/m³、100μg/m³、200μg/m³的 颗粒物气体,或按照客户测试需求发生颗粒物气体,平稳发生后保持 10min,连接到重量法标准装置,测量 3 次并记录重量法标准装置的测量值,当颗粒物浓度不大于 50 μg/m³时,按公式(6)计算被校监测系统浓度示值误差;当颗粒物浓度大于 50 μg/m³时,按公式(7)计算发生装置质量浓度示值误差。

$$\Delta \rho = \rho - \overline{\rho}_{\rm s} \tag{6}$$

$$\Delta \rho = \frac{(\rho - \overline{\rho_s})}{\overline{\rho_s}} \times 100\% \tag{7}$$

式中:

 $\Delta \rho$ ——质量浓度损失率,%;

 ρ ——发生装置颗粒物气体理论质量浓度, $\mu g/m^3$;

 $\bar{\rho}_s$ ——重量法标准装置测量值的算术平均值, $\mu g/m^3$ 。

5.4 质量浓度稳定性

以氯化钠为标准溶液,发生浓度 100μg/m³ 的颗粒物气体,颗粒物气体平稳后保持 10min,连接到经过重量法溯源的参比颗粒物监测仪,连续读取仪器在 6 个测量周期的 示值,按式(8)计算发生装置质量浓度稳定性。

$$Z_{c} = \frac{|C_{max} - C_{min}|}{\overline{C}} \times 100\%$$
 (8)

式中:

Z。——质量浓度稳定性,%;

 C_{max} —参比颗粒物监测仪测量最大值;

 C_{min} —参比颗粒物监测仪测量最小值;

 \overline{C} ——参比颗粒物监测仪测量示值的算术平均值。

6 校准结果表达

校准结果应在校准证书或校准报告上反映,校准证书或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(如果与实验室的地址不同):
- d) 证书或报告的唯一性标识(如编号),每页及总页有关时,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,包括名称及编号:
- i) 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;
- 1) 校准结果及测量不确定度的说明;数的标识;
- e) 送校单位的名称和地址:
- 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
- m) 对校准规范的偏离的说明;
- n) 校准证书或校准报告签发人的签名、职务或等效标识;
- o) 校准结果仅对被校对象有效的声明;
- p) 未经实验室书面批准,不得部分复制证书的声明。

7 复校时间间隔

由于复校时间间隔的长短是由发生装置的使用情况、使用者、仪器本身质量等因素 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,建议不超过 12 个月。 如果对发生装置的检测数据有怀疑或发生装置更换主要部件及修理后应对发生装置重新 校准。

附录 A

盐溶液颗粒物发生装置关键部件参考技术要求

盐溶液颗粒物发生装置作为高精度的计量器具,在颗粒物监测仪器的量值传递过程中发挥关键作用。为了提升该设备的技术水平,便于研制过程中有的放矢,现将该设备关键部件的主要技术要求做如下汇总,仅供参考。

表 A.1 关键部件功能要求

序号	关键部件	功能要求
		具有标液监测功能,当缺液时自动停机保护。
1	供液单元	具有自动清洗功能,防止标液残留于管路中。
		可记录每次注入标液的起止时间。
2	雾化单元	在雾化流量范围内应无液滴残留与水气饱和现象,且不产生不稳定 液滴或断续喷雾。
3	系统保证供气过程不引入其他背景干扰气体,以不干扰水沟 3 供气单元 测量为标准。	
可记录每次气体流量的起止时间。		可记录每次气体流量的起止时间。
4	混匀干燥单元	混匀腔体结构应具备稳定的旋涡气流场条件。

表 A.2 关键部件性能要求

序号	关键部件	性能要求			
			控制范围	(0.002~0.08)mL/min	
1	供液单元	液体流量	示值误差	±1%	
			重复性	≤0.5%	
		颗粒物粒径范围	<2.5	μm	
	雾化单元	粒径变化范围	粒径尺寸	不超过±0.1 μm	
2			几何标准偏差(GSD)	<1.25%	
		颗粒物浓度范围	(30~500) μg/m ³		
		稳定时间	≤3 :	min	
	供气单元		流量范围	(20~40) L/min	
		供气单元 气体流量	示值误差	±1%	
3			重复性	≤0.5%	
			稳定性	≤1%	
			稳定时间	≤10 min	

		温度稳定性	≤0.5%
		压力稳定性	≤0.5%
4	混匀干燥	出气口气体相对湿 度	<40%
4	单元	出气口气体流量稳 定性	<1%

附录 B

发生装置理论质量浓度测量不确定度评估报告

B.1 测量方法

使用氯化钠为标准溶液,标准溶液以恒定的流量流入到溶液雾化单元后,形成均匀的小液滴从雾化喷头喷出,洁净空气作为稀释气与雾化后液滴进入混匀干燥单元,混匀、干燥后形成单分散颗粒物气体。颗粒物理论质量浓度值通过 B.1 公式计算得到。

B.2 测量模型

$$\rho = \frac{c \cdot V}{Q} \tag{B.1}$$

式中:

ho——颗粒物理论质量浓度, μ g/m³;

c——标准溶液浓度, μ g/mL;

V——微量注射泵的液体流量, mL/min;

O——稀释气的气体流量, m^3/min 。

B.3 不确定度计算公式

对公式(B.1)各分量求偏导,各分量灵敏系数如下:

$$c_1 = \frac{\partial \rho}{\partial c} = \frac{V}{O}$$

$$c_2 = \frac{\partial \rho}{\partial V} = \frac{c}{Q}$$

$$c_3 = \frac{\partial \rho}{\partial Q} = -\frac{\text{cV}}{Q^2}$$

根据传播率可知,颗粒物理论质量浓度的合成不确定度可由公式(B.2)计算得出:

$$u(\rho) = \sqrt{[c_1 \cdot u(c)]^2 + [c_2 \cdot u(V)]^2 + [c_3 \cdot u(Q)]^2}$$
 (B.2)

式中:

u(c)——标准溶液浓度引入的不确定度, μ g/mL;

u(V)——微量注射泵的液体流量引入的不确定度,mL/min;

u(Q)——稀释气的气体流量引入的不确定度, m^3/min 。

B.4 输入量的测量不确定度来源分析

由公式 B.1 可以得到, 盐溶液颗粒物发生装置理论质量浓度不确定的来源主要包括: 盐溶液标准物质引入的不确定度分量u(c)、液体流量引入的不确定度分量u(V)、气体流量引入的不确定度分量u(Q)。

B.5 标准不确定度评定

B.5.1 盐溶液标准物质引入的不确定度分量 u(c)

使用氯化钠标准溶液($U_{rel}=1.0\%$,k=2),本次实验使用 $200\mu g/mL$ 氯化钠标准溶液,则有:

$$u_r(c) = \frac{U_{rel}}{k} = 0.5\%$$

$$u(c) = u_r(c) \times c = 1 \mu g/mL$$

B.5.2 液体流量引入的不确定度分量u(V)

液体流量引入的不确定度包括液体流量测量装置引入的的不确定度,和发生装置发生不同质量浓度颗粒物气体液体流量重复性引入的不确定度。液体流量测量装置准确度为 0.5 级,最大允许误差为 ± 0.5 %,颗粒物发生装置发生理论质量浓度为 35 $\mu g/m^3$ 、100 $\mu g/m^3$ 、 200 $\mu g/m^3$,分别对应微量注射泵流量值为 0.007mL/min、 0.02mL/min 和 0.04mL/min。当注射泵分别输出以上三个流量时,对应重复性为 0.44%、0.21%、0.18%。液体流量测量装置引入的不确定度为:

$$u1(V) = \frac{MPE}{2\sqrt{3}} V$$

表 B.2 为颗粒物发生装置发生不同浓度颗粒物对应的微量注射泵液体流量与重复性引入的标准不确定度。

理论发生 浓度	对应液体流量 (mL/min)	测量装置引入不确 定度u1(V) (mL/min)	重复性引入不确定度 <i>u2(V)</i> (mL/min)	<i>u(V)</i> (mL/min)
35	0.007	2.02×10 ⁻⁵	1.78×10 ⁻⁵	2.02×10 ⁻⁵
100	0.02	5.77×10 ⁻⁵	2.42×10 ⁻⁵	5.77×10 ⁻⁵
200	0.04	1.15×10 ⁻⁴	4.15×10 ⁻⁵	1.15×10 ⁻⁴

表 B.2 液体流量所引起的不确定度汇总

B.5.3 气体流量所引起的不确定度u(Q)的评定

气体流量引入的不确定度包括气体流量测量装置引入的的不确定度,和发生装置气体流量重复性引入的不确定度。气体流量测量装置准确度为 0.5 级,最大允许误差为± 0.5%,发生不同理论质量浓度时,气体流量为 40L/min.。气体流量测量装置最大允许误差引入的不确定度u(Q)为:

$$u(Q) = \frac{MPE}{2\sqrt{3}}Q = 0.116L/min$$

表 B.3 为气体流量测量结果,在 40L/min 气体流量时,测量结果标准偏差为 0.0044L/min,重复性引入的不确定度远小于最大允许误差引入的不确定度,故舍去。

项目	测量值					
序号	1	2	3	4	5	6
气体流量流量测量值(L/min)	40.092	40.096	40.086	40.084	40.09	40.092
平均值(L/min)	40.09					
标准偏差(L/min)	0.0044					

表 B.3 气体流量测量结果

B.6 合成标准不确定度

6.1 主要标准不确定度汇总表

发生装置发生理论质量浓度为 35 µg/m³主要标准测量不确定度汇总表见表 B.4。

表 B.4: 发生理论质量浓度为 35 μg/m³ 主要标准不确定度汇总表

标准不确定度符号	不确定度来源 (x_i)	灵敏系数 c_i	u(X _i)的值
u(c)	标准溶液的不确定度	$\frac{V}{Q}$	$0.175 \mu g/m^3$
u(V)	液体流量的不确定度	$\frac{\mathrm{c}}{Q}$	0.101 μg/m ³
u(Q)	气体流量的不确定度	$\frac{\text{cV}}{Q^2}$	0.101μg/m ³

发生装置发生理论质量浓度为 100 μg/m³主要标准测量不确定度汇总表见表 B.5。

表 B.5: 发生理论质量浓度为 100 µg/m³主要标准不确定度汇总表

标准不确定度符号	不确定度来源(x _i)	灵敏系数 c_i	u(X _i)的值
----------	-------------------------	------------	----------------------

JJF XXX-XXXX

u(c)	标准溶液的不确定度	$\frac{V}{Q}$	$0.500 \mu g/m^3$
u(V)	液体流量的不确定度	$\frac{c}{Q}$	$0.289 \ \mu g/m^3$
u(Q)	气体流量的不确定度	$\frac{\text{cV}}{Q^2}$	$0.290 \mu g/m^3$

颗粒物发生装置发生理论质量浓度为 200 μg/m³主要标准测量不确定度汇总表见表 B.6。

表 B.6: 发生理论质量浓度为 200 μg/m³主要标准不确定度汇总表

标准不确定度符号	不确定度来源(x _i)	灵敏系数 c_i	u(X _i)的值
u(c)	标准溶液的不确定度	$\frac{V}{Q}$	$1.000 \mu \mathrm{g/m^3}$
u(V)	液体流量的不确定度	$\frac{\mathrm{c}}{Q}$	0.577 μg/m ³
u(Q)	气体流量的不确定度	$\frac{\mathrm{cV}}{Q^2}$	$0.580 \mu g/m^3$

6.2 合成标准不确定度计算

以上各项标准不确定度分量互不相关,故合成标准不确定度为:

$$u_c^2(\rho) = [c_1 \cdot u(c)]^2 + [c_2 \cdot u(V)]^2 + [c_3 \cdot u(Q)]^2$$
 (B.3)

则得:

$$u(\rho) = \sqrt{[c_1 \cdot u(c)]^2 + [c_2 \cdot u(V)]^2 + [c_3 \cdot u(Q)]^2}$$
 (B.4)

根据公式 B.7 与 B.8 计算得到合成标准不确定度为表 B.7:

表 B.7 合成标准不确定度

理论发生浓度 µg/m³	标准溶液引入的 标准不确定度 μg/m³	液体流量绝对不 确定度μg/m³	气体流量引入的 标准不确定度 μg/m³	合成标准不确定 度μg/m³
35	0.175	0.101	0.101	0.226
100	0.500	0.289	0.290	0.645
200	1.000	0.577	0.580	1.292

B.7 扩展标准不确定度计算

取包含因子 k=2,则各理论浓度扩展不确定度按公式(B.9)计算,相对扩展不确定度按公式(B.10)计算,结果见表 B.8。

$$U = k \times u(\rho) \tag{B.5}$$

$$U_{rel} = \frac{U}{\rho} \times 100\% \tag{B.6}$$

表 B.8 扩展不确定度以及相对扩展不确定度汇总表

理论发生浓度μg/m³	合成标准不确定度 μg/m³	扩展不确定度μg/m³	相对扩展不确定度
35	0.23	0.46	1.3%
100	0.65	1.3	1.3%
200	1.29	2.6	1.3%

附录 C

质量浓度示值误差测量不确定度评估报告

C.1 测量方法

以氯化钠为标准溶液,用颗粒物发生装置发生理论值为 35 μg/m³、100 μg/m³、200 μg/m³,在相同条件下手工采样法连续采样 3 次,手工采样装置采样流量为 16.67L/min,故采样 1h 刚好采样体积为 1m³,使用自动称膜系统称量滤膜采样前后质量变化,通过 C.1 公式计算得到示值误差。

C.2 测量模型

$$\Delta \rho = \rho - \overline{\rho_s} = \rho - \frac{\Delta m}{Qt} \tag{C.1}$$

式中:

 $\triangle \rho$ — 颗粒物质量浓度损失, $\mu g/m^3$;

ρ——颗粒物质量浓度理论值, $μg/m^3$;

 $\bar{\rho}_s$ ——颗粒物质量浓度测量值, $\mu g/m^3$;

 Δm ——手工膜法滤膜增重, μg ;

Q——手工膜法采样流量,L/min;

t——手工膜法采样时长, h。

C.3 不确定度计算公式

对公式(C.1)各分量求偏导,各分量灵敏系数如下:

$$c_1 = \frac{\partial \Delta \rho}{\partial \rho} = 1$$

$$c_2 = \frac{\partial \Delta \rho}{\partial \Delta m} = -\frac{1}{Qt}$$

$$c_3 = \frac{\partial \Delta \rho}{\partial Q} = \frac{\Delta m}{Q^2 t}$$

$$c_4 = \frac{\partial \Delta \rho}{\partial t} = \frac{\Delta m}{Qt^2}$$

C.4 输入量的测量不确定度来源分析

C.4.1 环境条件、人员操作、被校仪器等各种随机因素引入的不确定度,体现为测量重复性引入的不确定度,颗粒物发生装置测量结果重复性的不确定度u(r)

C.4.2 理论质量浓度 (ρ) 的不确定度 $u(\rho)$; 滤膜增重 (Δm) 的不确定度 $u(\Delta m)$; 采样流量(Q)

的不确定度u(Q); 采样时长(t)的不确定度u(t)。

C.5 标准不确定度评定

C.5.1 颗粒物发生装置测量结果重复性的不确定度u(r)的评定

颗粒物发生装置测量结果重复性的不确定度,可以通过连续测量的方法得到。选择一台性能良好颗粒物质量浓度测量装置,用颗粒物发生装置发生理论值为 $35~\mu g/m^3~100~\mu g/m^3~200~\mu g/m^3$,在相同条件下连续测量 3~次,由重复性测量引入的标准不确定度计算方法如下:

平均值:

$$\overline{\rho_s} = \frac{I}{n} \sum_{i=1}^n \rho_{s_i} \tag{C.2}$$

标准偏差:

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n} \left(\rho_{s_i} - \overline{\rho_s}\right)^2}{n-1}}$$
 (C.3)

由于重复测量 3 次,则该结果的标准不确定度为:

$$u(r) = u(\overline{k}) = s/\sqrt{3} \tag{C.4}$$

颗粒物发生装置发生各理论浓度点测量结果以及根据公式 C.2、C.3、C.4 计算结果见表 C.1。

理论浓度	测量浓度	平均值	标准偏差	标准不确定度u(r)	
$(\mu g/m^3)$					
	198.83				
200	200.47	198.89	1.55	0.89	
	197.37				
	98.45		1.34		
100	97.39	98.63		0.78	
	100.06				
	34.48				
35	34.49	34.83	0.60	0.35	
	35.53				

表 C.1: 各理论浓度点重复性测量结果

C.5.2 理论质量浓度 (ρ) 的不确定度 $u(\rho)$ 的评定

根据附录 B 知当取 k=2 时,颗粒物发生装置在发生不同理论浓时度测量不确定度,通过公式 C.5 计算标准不确定度,结果见表 C.2。

$$u(\rho) = \frac{U}{k} \tag{C.6}$$

表 C.2 理论质量浓度测量不确定汇总

理论发生浓度µg/m³	扩展不确定度μg/m³	标准不确定度μg/m³		
35	0.46	0.21		
100	1.3	0.65		
200	2.6	1.30		

C.5.3 滤膜增重(Δm)的不确定度 $u(\Delta m)$ 的评定

选取最大称量为 2 g,准确度①级,实际分度值 1 μ g 电子天平,其最大允许误差为 $\pm 0.5~\mu$ g,服从均匀分布,取 $k=\sqrt{3}$ 。则电子天平引入的标准不确定度分量为:

$$u_m = \frac{MPE}{2\sqrt{3}} = 0.29 \,\mu\text{g}$$

C.5.4 采样流量(Q)的不确定度u(Q)

根据流量计量值溯源可知 1.0 级质量流量计允许误差 MPE=±1.0%, 颗粒物采样装置以 16.67L/min 流量采样, 采集 1h, 认为服从均匀分布,则:

采样流量标准不确定度:

$$u_V = \frac{\text{MPE}}{2\sqrt{3}} \times 16.67 \text{L/min} = 0.0962 \text{ L/min}$$

C.5.5 采样时长(t)的不确定度u(t)

根据秒表量值溯源可知测量 1h 最大允许误差 MPE=±0.1s, 颗粒物采样装置采集 1h 则采样时长标准不确定度:

$$u_V = \frac{\text{MPE}}{2\sqrt{3}} = 0.06 \text{ s}$$

C.6 合成标准不确定度

6.1 主要标准不确定度汇总表

当发生理论质量浓度为 35 μg/m³ 时主要标准测量不确定度汇总表见表 C.3。

	《CD·工文标记年期及及记述《						
标准不确定度符号 不确定度来源(x _i)		灵敏系数 c_i	u(X _i)的值				
<i>u(r)</i> 颗粒物发生装置测量结果重复性的不确定度		1	$0.35~\mu g/m^3$				
u(ho)	理论浓度(ρ)的不确定度	1	$0.21 \ \mu g/m^3$				
$u(\Delta m)$	滤膜增重(Δm)的不确定度	$-\frac{I}{Qt}$	$0.29~\mu g/m^3$				
u(Q)	采样流量(Q)的不确定 1.度	$\frac{\Delta m}{Q^2 t}$	$0.20~\mu g/m^3$				

表 C.3: 主要标准不确定度汇总表

u(t)	采样时长(t)的不确定度	$\frac{\Delta m}{Ot^2}$	0.001 μg/m ³
------	--------------	-------------------------	-------------------------

当发生理论质量浓度为 100 μg/m³ 时主要标准测量不确定度汇总表见表 C.4。

表 C.4: 主要标准不确定度汇总表

标准不确定度符号	不确定度来源 (x_i)	灵敏系数 c_i	u(X _i)的值
u(r)	颗粒物发生装置测量结果重复性的不确定度	1	$0.78~\mu g/m^3$
u(ho)	理论浓度(p)的不确定度	1	$0.65 \ \mu g/m^3$
$u(\Delta m)$	滤膜增重(Δm)的不确定度	$-\frac{I}{Qt}$	$0.29~\mu g/m^3$
u(Q)	采样流量(Q)的不确定度	$\frac{\Delta m}{Q^2 t}$	$0.58~\mu g/m^3$
u(t)	采样时长(t)的不确定度	$rac{\Delta m}{Qt^2}$	$0.002 \ \mu g/m^3$

当发生理论质量浓度为 200 μg/m³ 时主要标准测量不确定度汇总表见表 C.5。

表 C.5: 主要标准不确定度汇总表

标准不确定度符号	不确定度来源 (x_i)	灵敏系数 c_i	u(X _i)的值
u(r)	颗粒物发生装置测量结果重复性的不确定度	1	$0.89~\mu g/m^3$
u(ho)	理论浓度(p)的不确定度	1	$1.3 \mu g/m^3$
$u(\Delta m)$	滤膜增重(Δm)的不确定度	$-\frac{I}{Qt}$	$0.29 \ \mu g/m^3$
u(Q)	采样流量(Q)的不确定度	$rac{\Delta m}{Q^2 t}$	$1.15 \mu g/m^3$
u(t)	采样时长(t)的不确定度	$rac{\Delta m}{Qt^2}$	$0.002 \ \mu g/m^3$

6.2 合成标准不确定度计算

以上各项标准不确定度分量互不相关,故合成标准不确定度为:

$$u^{2}(\Delta \rho) = u^{2}(r) + u^{2}(\rho) + [c_{1} \cdot u(\Delta m)]^{2} + [c_{2} \cdot u(Q)]^{2} + [c_{3} \cdot u(t)]^{2}$$
 (C.5)

则得:

$$u(\Delta \rho) = \sqrt{u^2(r) + u^2(\rho) + [c_1 \cdot u(\Delta m)]^2 + [c_2 \cdot u(Q)]^2 + [c_3 \cdot u(t)]^2}$$
 (C.6)

根据公式 C.5 与 C.6 计算得到合成标准不确定度为表 C.6:

表 C.6 合成标准不确定度(单位µg/m³)

理论发 生浓度	重复性引入的 不确定度	理论浓度的 不确定度	采样流量的 不确定度	滤膜增重的 不确定度	采样时长的 不确定度	合成标准不 确定度
35	0.35	0.21	0.20	0.20	0.001	0.54
100	0.78	0.65	0.58	0.29	0.002	1.20

C.7 扩展标准不确定度计算

取包含因子 k=2,则各理论浓度发生值的质量浓度示值误差扩展不确定度按公式 (C.7) 计算相对扩展不确定度按公式 (C.8) 计算,结果见表 C.7。

$$U = ku(\Delta \rho) \tag{C.7}$$

$$U_{rel} = \frac{U}{\rho} \times 100\% \tag{C.8}$$

表 C.7 扩展不确定度以及相对扩展不确定度汇总表

理论发生浓度 µg/m³	合成标准不确定 度μg/m³	包含因子 k	扩展不确定度μg/m³	相对扩展不确定度
35	0.54		1.1	3.1%
100	1.20	2	2.4	2.4%
200	1.97		4.0	2.0%

K4	Ή	是	D
ונו	ľ	>K	

校准记录

送校单位:_		证书编号:		_
仪器名称:_		制造厂商:		_
仪器型号:_	; 仪器编号:	; 测量范围		_
操作员:_	;核验员:	; 校准地点:		
校准日期:_	年月日;环境温度:_	_°C;湿度:%RH;大	气压:	_kPa
1、气体流量	量示值误差和气体流量重复性	i:		
气体流量	气体流量测量值	(L/min)	气体流量	与 体流量

设置值 (L/min)	1	2	3	4	5	6	亦值误差 (%)	重复性(%)

2、液体流量示值误差和液体流量重复性:

液体流量 设置值 (L/min)	液化	本流量标准示值(L	液体流量 示值误差	液体流量	
	1	2	3	小徂庆左 (%)	重复性(%)

3、质量浓度示值误差:

理论发生浓 度(μg/m³)	实际测]量浓度值(μ	g/m^3)	测量平均值 (μg/m³)	示值误差 (%)	相对扩展不 确定度 <i>U</i> _{rel} (<i>k</i> =2)
	1	2	3			

4、质量浓度稳定性:

理论发生浓度	实际测量浓度值(μg/m³)						测量平均值	拉外外(0/)
$(\mu g/m^3)$	1	2	3	4	5	6	$(\mu g/m^3)$	稳定性(%)

附录 E

证书内页格式

校准结果

- 1 气体流量示值误差:
- 2 气体流量重复性:
- 3 液体流量示值误差:
- 4 液体流量重复性:
- 5 质量浓度示值误差:

理论发生浓度 (μg/m³)	测量平均值 (μg/m³)	示值误差(%)	相对扩展不确 定度 <i>U</i> _{rel} (<i>k</i> =2)

6 质量浓度稳定性: