



中华人民共和国国家计量技术规范

JJF ×××× - ××××

动物口鼻式吸入暴露系统校准规范

Calibration Specification for Animal Nasal Inhalation Exposure System

(征求意见稿)

×××× - ×× - ×× 发布

×××× - ×× - ×× 实施

国家市场监督管理总局发布

动物口鼻式吸入暴露系统校准规范

Calibration Specification for Animal Nasal
Inhalation Exposure System

JJF ××××—××××

归口单位：全国生物计量技术委员会

主要起草单位：

本规范委托全国生物计量技术委员会负责解释

本规范主要起草人：

参加起草人：

全国生物计量技术委员会

目录

引言	II
1 范围	1
2 引用文件	1
3 术语	1
4 概述	2
5 计量特性	2
6 校准条件	2
6.1 环境条件	2
6.2 校准设备及试剂	2
7 校准项目和校准方法	3
7.1 流量相对示值误差	3
7.2 不同暴露口气溶胶浓度一致性	3
7.3 气溶胶浓度稳定性	4
7.4 气溶胶粒径几何标准偏差	5
7.5 不同暴露口气溶胶粒径一致性	5
8 测试结果表达	6
9 复校时间间隔	6
附录 A 校准原始记录参考格式	7
附录 B 校准证书（内页）参考格式	10
附录 C 流量相对示值误差的不确定度评定示例	10

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》和 JJF 1059.1《测量不确定度评定与表示》共同构成支撑本规范制定工作的基础性系列规范。

本规范的校准方法及计量特性等主要参考了 GB/T 27824-2011《化学品 急性吸入毒性 固定浓度试验方法》，GB/T 21765-2008《化学品 亚慢性吸入毒性试验方法》和 GB/T 15670.6-2017《农药登记毒理学试验方法 第 6 部分：急性吸入毒性试验》。

本规范为首次发布。

动物口鼻式吸入暴露系统校准规范

1 范围

本规范适用于含液体、固体气溶胶发生器的动物口鼻式吸入暴露系统计量性能的校准，对于其他类型的口鼻式吸入暴露系统，可参照本规范执行。

2 引用文件

本规范引用了下列文件：

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 27824-2011 《化学品 急性吸入毒性 固定浓度试验方法》

GB/T 21765-2008 《化学品 亚慢性吸入毒性试验方法》

GB/T 15670.6-2017 《农药登记毒理学试验方法 第 6 部分：急性吸入毒性试验》

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

3 术语

3.1 气溶胶 aerosol

悬浮在空气中具有可以忽略下降速度/沉降速度的固态、液体或固液态混合颗粒状物质。

3.2 空气动力学直径 aerodynamic equivalent diameter,AD

与所研究颗粒物具有相同空气动力学效应的单位密度球形颗粒的直径，其计算公式为 $D_p = D_g \times K \times (\rho_p / \rho_o)$ ，其中 D_g 为几何直径， K 为形状系数， ρ_p 为颗粒密度， ρ_o 为参考密度。

3.3 气溶胶粒径几何标准偏差 geometric standard deviation,GSD

用以描述气溶胶颗粒粒径范围的无量纲数。几何标准差越小，含相似大小的颗粒比例越高，即气溶胶颗粒的均一性越好，离散度越低。

3.4 空气动力学质量中位数直径 mass median aerodynamic diameter,MMAD

气溶胶中小于和等于某一空气动力学直径的颗粒总质量，占全部颗粒物质量50%时的直径。

4 概述

动物口鼻式吸入暴露系统是将受约束的动物仅露出口鼻处连接到暴露口，通过自主呼吸将受试物气溶胶吸入到肺部的一种系统，主要包括气溶胶发生系统、动物暴露装置、采样系统、环境监测系统、废气处理系统、控制系统六部分组成。

5 计量特性

暴露系统的计量特性，如表1所示。

表1 暴露系统的计量特性

计量特性	指标
流量相对示值误差	±8%
不同暴露口气溶胶浓度一致性	液体：≤10%；固体：≤20%
气溶胶浓度稳定性	液体：≤10%；固体：≤20%
气溶胶粒径几何标准偏差	1.5~3.0
不同暴露口气溶胶粒径大小一致性	≤10%
注：以上技术指标不用于合格判别，仅供参考。	

6 校准条件

6.1 环境条件

6.1.1 温度：(15~30) °C；

6.1.2 相对湿度：≤70%；

6.2 测量标准及其他设备

6.2.1 流量计标准器：测量范围大于或等于被检流量计测量范围，最大允许误差不大于2%。

6.2.2 气溶胶粒径谱仪：粒径示值误差≤10%，颗粒计数重复性≤5%；

6.2.3 分析天平：最大称量不小于100g，最小分度值不大于0.1mg。

6.2.4 秒表：最小分度值不大于0.1秒；

6.2.5 其他辅助设备及配套试剂：

a) 辅助设备：多级撞击采样器、气泵及导管等；

b) 配套试剂：氯化钠（分析纯），丙二醇（分析纯）；ISO 12103-1中A1超细

试验粉尘。

7 校准项目和校准方法

7.1 流量相对示值误差

将标准流量计串联在流量控制器的后端，依次设定气溶胶发生装置的流量（通常包括发生气体流量和稀释气体流量）为 5 L/min, 10L/min, 20 L/min（或者其它有实际流量校准需求的校准点），等待读数稳定后，记录读数三次，取三次的平均值为流量的标准值。按公式（1）计算流量相对示值误差。

$$\Delta E = \frac{E_i - E_s}{E_s} \times 100\% \quad (1)$$

式中：

ΔE —— 流量相对示值误差；

E_i —— 流量设定值，L/min；

E_s —— 流量标准值，L/min。

7.2 不同暴露口气溶胶浓度一致性

7.2.1 粒径谱仪测定法

在口鼻暴露系统液体气溶胶发生器中加入 3% 的氯化钠液体（在固体气溶胶发生器中加入 A1 超细试验粉尘）。在口鼻暴露系统的每层依次选取圆周均匀分布的 4 个暴露口，如 12 个暴露口的系统可选择 1、4、7、10 号暴露口，其他数量的可参照该选择方式进行。待气溶胶稳定产生 5 min 后，用连接管使暴露口采样适配器与气溶胶粒径谱仪相连，收集气溶胶 1 min。读取仪器显示的气溶胶浓度平均值。按照公式（2）计算每个暴露口气溶胶浓度的偏差，浓度偏差最大的值记录为不同暴露口气溶胶浓度一致性。

7.2.2 称重法

在口鼻暴露系统液体气溶胶发生器中加入丙二醇液体（在固体气溶胶发生器中加入 A1 超细试验粉尘），使暴露口的流量为 1L/min。在口鼻暴露系统的每层依次选取圆周均匀分布的 4 个暴露口，如 12 个暴露口的系统可选择 1、4、7、10 号暴露口，其他暴露口数量的系统可参照该方式选择暴露口。待气溶胶稳定产生 5 min 后，将暴露口出口，滤膜法的气溶胶采集器（已加入滤膜），气泵三者

按顺序用连接管连接, 调整气泵的流量为 1 L/min。收集气溶胶(1~5) min, 使采集物质的重量大于 10 mg。通过称重法得出滤膜中采集的丙二醇重量, 按照公式(3)计算气溶胶浓度。按照同样的方法检测其他选取的暴露口气溶胶浓度, 按照公式(2)计算不同暴露口气溶胶浓度的偏差, 浓度偏差最大值记录为不同暴露口气溶胶浓度一致性。

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

$$C_i = \frac{m}{E \times t} \quad (3)$$

式中:

m ——不同暴露口采集的物质重量, mg;

E ——气泵的采集流量, L/min;

t ——采集时间, min;

C_i ——不同暴露口的气溶胶浓度, mg/L 或个/cm³;

\bar{C} ——不同暴露口的气溶胶浓度的平均值, mg/L 或个/cm³;

ΔC ——每个暴露口气溶胶浓度的偏差。

7.3 气溶胶浓度稳定性

选择一个暴露口, 按照 7.2 中的方法, 对暴露系统正常工作后 第 0 min、第 15 min、第 30 min、第 45 min、第 60 min 的气溶胶浓度进行记录。根据公式(4)计算气溶胶质量浓度的稳定性。

$$t_c = \frac{C_{max} - C_{min}}{\bar{C}_t} \quad (4)$$

式中:

t_c ——气溶胶浓度的稳定性;

C_{max} ——5 次检测的气溶胶浓度最大值, mg/L 或个/cm³;

C_{min} ——5 次检测的气溶胶浓度最小值, mg/L 或个/cm³;

\bar{C}_t ——5 次检测的气溶胶浓度平均值, mg/L 或个/cm³;

7.4 气溶胶粒径几何标准偏差

7.4.1 粒径谱仪测定法

在口鼻暴露系统液体气溶胶发生器中加入 3% 的氯化钠液体（在固体气溶胶发生器中加入 A1 超细试验粉尘）。在口鼻暴露系统的每层依次选取圆周均匀分布的 4 个暴露口，如 12 个暴露口的系统可选择 1、4、7、10 号暴露口。待气溶胶稳定产生 5 min 后，用连接管使暴露口采样适配器与气溶胶粒径谱仪相连（连接管不宜超过 1 米），读取不同暴露口的气溶胶粒径几何标准偏差（GSD），不同暴露口 GSD 最大值记录为系统的气溶胶粒径几何标准偏差。

7.4.2 称重法

在口鼻暴露系统液体气溶胶发生器中加入丙二醇（在固体气溶胶发生器中加入 A1 超细试验粉尘），使暴露口的流量为 1L/min。在口鼻暴露系统的每层各选一个暴露口，待气溶胶稳定产生 5 min 后，将暴露口出口，多级撞击采样器，气泵三者按顺序用连接管连接（连接管不宜超过 1 米）。调整气泵的流量为多级撞击采样器需要的流量。打开气泵，收集气溶胶（1~5）min。通过称重法得出不同粒径气溶胶在多级撞击采样器不同层中的重量，根据多级撞击采样器说明书计算出系统不同暴露口的 GSD，不同暴露口 GSD 最大值记录为系统的气溶胶粒径几何标准偏差。

7.5 不同暴露口气溶胶粒径一致性

7.5.1 粒径谱仪测定法

按照 7.4.1 粒径谱仪测定法的检测方法，读取仪器显示的气溶胶的空气动力学质量中位数直径（MMAD），用公式（5）计算系统中不同暴露口的 MMAD 偏差，MMAD 偏差最大值记录为不同暴露口气溶胶浓度一致性。

7.5.2 称重法

按照 7.4.2 称重法的检测方法，根据多级撞击采样器说明书计算出系统不同暴露口的气溶胶 MMAD，用公式（5）计算系统中不同暴露口的 MMAD 偏差，MMAD 偏差最大值记录为不同暴露口气溶胶浓度一致性。

$$\Delta M = \frac{M_i - \bar{M}}{\bar{M}} \times 100\% \quad (5)$$

式中：

ΔM ——系统中不同暴露口的 MMAD 偏差；

M_i ——系统中不同暴露口的 MMAD, μm ；

\bar{M} ——系统中不同暴露口的 MMAD 的平均值, μm 。

8 测试结果表达

测试记录应尽可能详尽地记载测量数据和计算结果，推荐的测试记录格式见附录 A。经测试的仪器应出具校准证书，校准证书应符合 JJF 1071-2010 中 5.12 的要求，校准证书内页格式见附录 B。示值误差的测量不确定度应按 JJF 1059.1 的要求评定，流量相对示值误差的不确定度评定示例见附录 C。

9 复校时间间隔

建议复校时间间隔不超过 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、仪器本身质量等多因素所决定的，因此，送校单位可根据实际使用情况自主确定复校时间间隔。

附录 A

校准原始记录参考格式

送校单位		仪器名称	
仪器型号		仪器编号	
制造厂商		检测日期	
环境温度		相对湿度	
校准人		核验人	
技术依据			
主要测量设备	名称/型号	测量范围	不确定度/准确度等级/最大允许误差

A.1 流量相对示值误差

流量设定值 L/min	流量标准值 L/min	相对示值 误差%	扩展不确定度 (k=2)

A.2 不同暴露口气溶胶浓度一致性

进气流量:		抽气流量:	
暴露口层数	暴露口编号	气溶胶浓度	偏差
气溶胶浓度一致性:			

A.3 气溶胶浓度稳定性

选取暴露系统暴露口编号:					
时间	0 min	15 min	30 min	45 min	60 min
浓度(mg/m ³)					
稳定性:					

A.4 气溶胶粒径几何标准偏差

暴露口层数	暴露口编号	几何标准偏差 GSD
暴露系统气溶胶粒径几何标准偏差:		

A.5 不同暴露口气溶胶粒径一致性

暴露口层数	暴露口编号	气溶胶粒径 (MMAD) (μm)	MMAD 偏差
气溶胶粒径一致性:			

附录 B

校准证书（内页）参考格式

校准结果			
1. 流量相对示值误差			
流量设定值 L/min	流量标准值 L/min	相对示值 误差%	扩展不确定度 (k=2)

2. 不同暴露口气溶胶浓度一致性:

3. 气溶胶浓度稳定性:

4. 气溶胶粒径几何标准偏差:

5. 不同暴露口气溶胶粒径一致性:

以下空白。

附录 C

流量相对示值误差的不确定度评定示例

C.1 数学模型

$$\Delta E = \frac{E_i - E_s}{E_s} \times 100\% \quad (1)$$

式中：

ΔE —— 流量相对示值误差, %;

E_i —— 流量设定值, L/min;

E_s —— 流量标准值, L/min。

C.2 不确定度传播定律

$$u(\Delta E) = \frac{E_i}{E_s^2} u(E_s)$$

C.3 不确定度来源

- a) 流量测量重复性引入的不确定度。
- b) 流量标准器准确性引入的不确定度。

C.4 不确定度分量的计算

C.4.1 流量测量重复性引入的不确定度 $u_a(E_s)$

设定流量为 5.0 L/min, 重复测量 6 次, 测得值如下 (单位: L/min) : 4.98, 4.97, 5.02, 5.04, 5.02, 5.01, 根据公式 C.1 计算测量重复性引入的不确定度 $u_a(E_s)=0.02$ L/min。

$$u_a(E_s) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (E_{si} - \bar{E}_s)^2}{n-1}}$$

C.4.2 流量计准确性引入的不确定度 $u_b(E_s)$

根据流量计检定证书可知, 流量计的最大允许误差为 2%, 按均匀分布进行评定, 取 $k=\sqrt{3}$, 则天平称量一次引入的不确定度为 $\frac{2\%}{\sqrt{3}} \times 5 = 0.06$ L/min。

C.5 标准不确定度一览表

标准不确定度一览表见表 C.1。

表 C.1 标准不确定度分量一览表

标准不确定度符号	不确定度来源	标准不确定度 (L/min)
$u_a(E_s)$	测量重复性	0.02
$u_b(E_s)$	流量计准确性	0.06

C.6 合成不确定度

$$u(\Delta E) = \left(\frac{E_i}{E_s^2}\right) \sqrt{u_a^2(E_s) + u_b^2(E_s)} = \left(\frac{5}{4.99^2}\right) \times \sqrt{0.02^2 + 0.06^2} = 1.3\%$$

C.7 扩展不确定度

取包含因子 $k=2$ ，则扩展不确定度用 $U=k\times u(\Delta E)=2.6\%$