



中华人民共和国国家生态环境标准

HJ □□□-20□□

环境空气 颗粒物来源解析 颗粒物 滤膜自动称量技术规范

**Ambient air—Source apportionment on particulate matter—Technical
specifications for automatic weighing method of sampling filter for
particles**

(二次征求意见稿)

202□-□□-□□发布

202□-□□-□□实施

生态环境部 发布

目 次

前 言	ii
1 适用范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 设备和材料	1
5 称量	3
6 滤膜样品的保存	4
7 自动称量系统校准和期间核查	4
8 质量保证和质量控制	5
9 注意事项	6

前 言

为贯彻《中华人民共和国环境保护法》《中华人民共和国大气污染防治法》，加强大气污染防治，保护和改善生态环境，保障人体健康，规范环境空气颗粒物来源解析工作中颗粒物滤膜自动称量过程，制定本标准。

本标准属于环境空气颗粒物来源解析系列标准之一，规定了采用自动称量系统进行滤膜称量的基本要求、操作规范、质量保证和质量控制等技术要求。

本标准为首次发布。

本标准由生态环境部大气环境司、法规与标准司组织制订。

本标准主要起草单位：中国环境监测总站、辽宁省生态环境监测中心。

本标准生态环境部20□□年□□月□□日批准。

本标准自20□□年□□月□□日起实施。

本标准由生态环境部解释。

环境空气 颗粒物来源解析 颗粒物滤膜自动称量技术规范

1 适用范围

本标准规定了采用自动称量系统进行滤膜称量的基本要求、操作规范、质量保证和质量控制等技术要求。

本标准适用于环境空气颗粒物来源解析工作中滤膜的自动称量，其他工作中的滤膜自动称量可参照本标准执行。

2 规范性引用文件

本标准引用了下列文件或其中的条款。凡是注明日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本标准。凡是未注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本标准。

- HJ 93 环境空气颗粒物（PM₁₀和PM_{2.5}）采样器技术要求及检测方法
- HJ 618 环境空气 PM₁₀和PM_{2.5}的测定 重量法
- HJ 656 环境空气颗粒物（PM_{2.5}）手工监测方法（重量法）技术规范
- JJG 1036 电子天平检定规程

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

检定分度值(e) calibration scale

用于划分天平级别与进行计量检定的，以质量单位表示的值。

3.2

相对湿度 relative humidity

空气中水汽压与相同温度下饱和水汽压的百分比，用RH表示。

4 设备和材料

4.1 滤膜自动称量系统

4.1.1 软件控制系统：能够实现精确控制和配置自动称量系统的所有组件，具有对称量滤膜的数据进行采集、存储及自动计算等功能。

4.1.2 称量天平：根据不同的称量要求，配备分辨率不低于 0.1 mg 的天平；称量空气动力学直径 $\leq 10\ \mu\text{m}$ 的颗粒物滤膜时进行称重，应配备分辨率不低于 0.01 mg 的天平，天平其他技术性能应符合 JJG 1036 的规定。天平应配防风罩，以减小滤膜在称量时风速对结果的影响。

4.1.3 恒温恒湿系统：调节称量系统内的温度和相对湿度，对滤膜进行温度、湿度平衡。温度可控制在 $(20\pm 1)\ ^\circ\text{C}$ ，控制精度不低于 $\pm 1\ ^\circ\text{C}$ ；RH 控制在 $(50\pm 5)\ \%$ ，控制精度不低于 $\pm 5\ \%$ 。

4.1.4 减震装置：能够有效减少振动对称量精度的影响，至少包括系统内部震动和外部震动隔离装置。

4.1.5 电荷平衡装置：用于去除静电荷对称量的影响，使滤膜、天平以及称量系统内部达到静电荷平衡。

4.1.6 滤膜储存装置：用于有序放置和平衡待称量的滤膜，滤膜储存装置的滤膜放置面与称重系统等电位联结，滤膜储存装置的制造材料可防止静电荷产生。

4.1.7 滤膜输送装置：能够实现将任意滤膜从其储存位置直接转移至电荷平衡装置、称量天平编程的预设位置的装置，整个过程通过软件自动控制和操作，在进行滤膜称量时或滤膜输送过程中出现碰撞或电源故障等情况时，也可通过控制台进行手动控制。

4.1.8 空气洁净装置：对仓内的循环空气实现实时净化处理，以保证仓内空气的洁净度达到 7 级（万级）。

4.1.9 系统安装环境：用于安装滤膜自动称量系统的实验室的空间要足够大，实验室温度应保持在 $(15\sim 25)\ ^\circ\text{C}$ ，无热辐射（如阳光直射），无气流和振动影响，干净整洁无灰尘。

4.2 滤膜

根据样品采集目的，选用玻璃纤维滤膜、石英滤膜等无机材质滤膜，或聚四氟乙烯、聚丙烯等有机材质滤膜。采集 $\text{PM}_{2.5}$ 的滤膜对 $0.3\ \mu\text{m}$ 标准粒子的截留效率不低于 99.7%，采集 PM_{10} 的滤膜对 $0.3\ \mu\text{m}$ 标准粒子的截留效率不低于 99%，滤膜的其他技术指标要求参见 HJ 656 附录 C。用于分析有机组分的滤膜，使用前需用铝箔包好置于马弗炉中 $500\ ^\circ\text{C}$ 灼烧 4 h。

4.3 滤膜保存盒

用于存放滤膜或滤膜夹的滤膜盒，材料为对测量结果无影响的惰性材料，对滤膜不粘连，方便取放。

4.4 镊子

滤膜手工移动时应选用平头镊子夹取，镊子的材质为不锈钢或其他防静电材料，对滤膜不粘连。称量分析有机物的滤膜时，须使用经过 $500\ ^\circ\text{C}$ 灼烧 4 h 的用铝箔包好的镊子。

4.5 砝码

配备一组称量天平期间核查的标准砝码，其扩展不确定度（ $k=2$ ）不得大于被检天平在

该载荷下最大允许误差绝对值的 1/3，其他要求符合《电子天平检定规程》(JJG 1036) 的相关规定。

4.6 温度计

分度值不大于 0.2℃ 的温度计，用于自动称量系统的期间核查。

4.7 干湿度计

相对误差不低于±5%的干湿度计，用于自动称量系统的期间核查。

5 称量

5.1 启动自动称量系统

接通电源并开启软件控制系统、恒温恒湿系统及其他必要的外部系统，系统预热至少 2 h；预热结束后，将检查合格的滤膜放入滤膜存储装置，设置系统工作参数，包括：端口、称量滤膜数量、标准滤膜称量偏差范围、称量次数、滤膜编码、称重结果偏差、电荷平衡时间、称量过程间隔时间、静电消除时间及其他必要工作参数。

注：在滤膜储存装置中，为保证每张滤膜温湿平衡，滤膜与滤膜之间不应叠加放置或有任何接触。

5.2 滤膜编码

滤膜编码分为自动称量系统自动识别编码和手工编码两种方式，编码是滤膜的唯一标识性的编号，与称量结果及相关参数逐一对应。

5.3 恒温恒湿条件设置

滤膜在自动称重系统内平衡 24~48 h 后进行称量。平衡条件为：温度 (20±1)℃；RH (50±5)%；恒温恒湿空间内温湿度均匀分布。

5.4 电荷平衡时间设置

电荷平衡时间为 1~30 s 范围内任意时间，通常不低于 5 s，聚四氟乙烯、聚丙烯等有机滤膜可适当延长电荷平衡时间。

5.5 称量步骤

滤膜平衡结束后，天平已经回零且稳定，开始称量，主要包括以下步骤：

- a) 如果使用滤膜自动识别编码功能，滤膜由输送系统输送至滤膜扫码识别单元，读取编码，输送系统从样品储存装置上取出样品的同时，天平自动归零；如果不使用该功能，直接进行下一步。
- b) 输送装置将滤膜输送至电荷平衡装置，对滤膜上可能存在的静电荷进行中和。
- c) 电荷平衡结束后，输送系统将滤膜输送至称量天平处，关闭防风罩，使称量传感器和滤膜与外界隔离；天平开始称量，待天平示数稳定后，该张滤膜的重量值将显示控制电脑的显示屏上。

- d) 滤膜输送装置将滤膜送回在滤膜储存装置的原始位置，天平自动归零，等待称量下一滤膜。
- e) 所有滤膜第一次称量结束后，将进行第二次称量，两次称量时间间隔至少为 1 h。若一轮称量时间已超过间隔时间，则直接进行第二轮称量。当两次称量全部结束后，控制系统显示两次称量的质量。滤膜的质量为第一次和第二次称量的平均值。
- f) 当使用大流量采样器时，同一滤膜两次称量质量之差应小于 0.4 mg；当使用中流量或小流量采样器时，同一滤膜两次称量质量之差应小于 0.04 mg，两次称量结果的平均值为该张滤膜的质量值。若两次称量之差超出以上范围时，可将相应滤膜再平衡至少 24 h 后重新称量两次，若两次称量偏差仍超过以上范围，则该滤膜作废。

5.6 数据存储及输出

称量数据文件可长期存储在称量系统数据库中，数据可通过 EXCEL 或 WORD 文件格式输出，数据至少包括以下内容：滤膜材质、滤膜编码、每次称量的时间、滤膜质量、计算出的颗粒物最终质量、每张滤膜称量时的温度和湿度以及备注信息（采样点位信息、滤膜情况、称量人员等）。

6 滤膜样品的保存

将已称重的空白滤膜放置滤膜保存盒（4.3）中，采样前运送至采样点。滤膜在采样前应处于平展、无折状态。滤膜盒上应标有滤膜编号、采样日期、采样地点、采样人等信息。

采样后，滤膜接尘面朝上放在滤膜盒中，运输过程中避免滤膜盒倾侧和剧烈颠簸，尽快送至自动称量系统中平衡、称量。如不能及时平衡、称量，应将滤膜放置在 4℃ 以下密封冷藏保存。若测定颗粒物质量浓度，滤膜最长保存不超过 30 d；若测定颗粒物的化学组分，应参考相关组分的标准分析方法中规定的保存时间。

7 自动称量系统校准和期间核查

7.1 称量天平校准与期间核查

7.1.1 校准：称量天平每年校准一次，由计量机构出具合格报告后，方可在有效期内使用。

7.1.2 期间核查：校准证书有效期内使用砝码（4.5）进行 1~2 次期间核查，核查方法参考《电子天平检定规程》（JJG 1036），包括外观检查、偏载误差、重复性、示值误差等，天平使用中检验的最大允许误差应小于首次检定时最大允许误差的 2 倍。

7.2 温湿度传感器校准与期间核查

7.2.1 校准：温湿度传感器每年校准一次，由计量机构出具合格报告后，方可在有效期内使用。

7.2.2 期间核查：校准证书有效期内使用标准温湿度计进行1~2次期间核查，核查方法如下：在恒温恒湿空间内均匀设置不少于5个核查点，将温湿度传感器与通过检验合格的精密温湿度测量仪进行温度与湿度示值的比较，温度测量误差应不大于 $\pm 0.5^{\circ}\text{C}$ ，相对湿度测量误差应不大于 $\pm 1\%$ 。若超出允许误差范围，则进入控制界面，调整温湿度传感器的示值进行校准，之后再次测试恒温恒湿空间内的温湿度，并与作为参考的温湿度测量仪示值进行比较，若显示的数值相同或在允许误差范围内，则校准完成。

7.3 滤膜输送装置校准

滤膜输送装置，一般每六个月校准一次。校准时，通过控制台手动控制滤膜输送装置的机械手臂移动至指定位置，包括开始位置、编码位置（如果有）、电荷平衡位置、天平位置、校准位置（如果有）。若机械手臂能够移动到位，且没有误差与错误，则输送装置正常，运行完好。若有误差，则需将输送装置移动至校准位置，然后手动对输送装置进行校准。

8 质量保证和质量控制

8.1 滤膜的检验

8.1.1 空白滤膜检验：空白膜在使用前需进行检验，用干净的镊子夹起滤膜，目测检查滤膜是否存在下列具体缺陷，如果在滤膜上发现以下任一缺陷，则视为不合格滤膜，不能使用。

- a) 小孔：需在光桌上进行检查，若发现滤膜两面的同一个位置出现明显的光亮小孔，则可认定存在小孔。
- b) 松散杂质：包括任何多余的松散杂质或滤膜上的尘埃颗粒物。
- c) 变色：任何可能成为污染因素的显著的变色。
- d) 滤膜不均匀性：滤膜表面孔隙度或密度渐变等任何明显可见的不均匀性。
- e) 其他：滤膜具有以上未描述的缺陷，如不规则表面或其他制作工艺低劣等情况。

空白滤膜和采样滤膜在同一称量设备、相同条件、同一批次进行恒重、称量和记录，空白滤膜和采样滤膜一起被运送至采样地点后再运回实验室称量。一般要求空白滤膜捕集量 $\leq 0.5\text{ mg}$ ，否则认为此次采样监测的数据无效。

8.1.2 采样后滤膜检验：采集颗粒物样品的滤膜送到自动称量实验室后，同样需要进行检验。实验室操作人员应戴无粉尘手套，用干净的镊子取出滤膜，观察滤膜表面有无破损。若滤膜出现破损现象，则将该张滤膜废弃。

8.2 标准滤膜的称量

在每批滤膜中随机挑选若干张，在自动称重系统内平衡 24~48 h 后进行称量。每张滤膜非连续称量 10 次以上，10 次称重结果的平均值为该张滤膜的原始质量 (m_0)。以上述滤膜作为“标准滤膜”，标准滤膜的 10 次称重应在 30 min 内完成。称量每批次滤膜的同时，至少称量 1 张“标准滤膜”。若标准滤膜的质量在 ($m_0 \pm 0.5$) mg 范围内，则认为该批样品滤膜称量合格，数据可用。否则，应检查称量条件是否符合要求并重新称量该批样品滤膜。

8.3 建立仪器管理制度，做好使用、维修、校准等记录。

8.4 为了保证天平的使用精度，称量天平应尽量处于长期通电状态，每次称量前系统应按照天平操作规程自动校准天平。

8.5 系统在进行自动称量前，应提前打开天平防风罩至少 1 min 以上，保证天平内外的温湿度环境保持平衡。

9 注意事项

9.1 为了避免滤膜在称量过程中受到污染，应注意以下要点：

- a) 清洁自动称重系统时，应使用抗静电溶液或丙醇浸湿的一次性实验室抹布。
- b) 称量人员应穿戴洁净的实验服，佩戴无粉尘、抗静电，并且不含硝酸盐、磷酸盐、硫酸盐的乙烯基手套进行操作。每次称量前，清洗镊子并确保所使用的镊子干燥。未使用的镊子，应保存在洁净袋子中，与称量其他标准物的镊子区分开。
- c) 如果滤膜接触到异物并受到污染，则必须对滤膜进行标记（如果采样期间或采样后产生污染）或停止进行采样活动（如果采样前产生污染）。
- d) 滤膜检验合格后，仅能接触镊子、滤膜输送叉、滤膜储存架以及天平，直到滤膜称重过程完成。
- e) 称重完的滤膜，应独立存放，避免因滤膜间相互接触而受到污染。

9.2 在启动称量任务之前，必须完成对自动称重系统的检查：

- a) 检查控制台。
 - b) 检查温湿度是否在设定的范围内。
 - c) 检查天平是否运行正常。
 - d) 检查滤膜输送装置的工作情况。
-