



中华人民共和国国家环境保护标准

HJ □□□-20□□

颗粒物滤膜自动称量技术规范（试行）

Technical specifications for automatic weighing methods of sampling

filter for ambient air particulate matter

（征求意见稿）

201□-□□-□□发布

201□-□□-□□实施

发布

生态环境部

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 仪器设备.....	2
5 称量过程.....	3
6 自动称重系统校准.....	5
7 质量控制.....	5
8 注意事项.....	6

前 言

为贯彻《中华人民共和国环境保护法》和《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。

本标准规定了滤膜自动称量的设备要求、操作过程、技术要求、质量保证和质量控制等方面的要求。

本标准属于环境空气颗粒物来源解析系列标准之一。

本标准为首次发布。

本标准由生态环境部大气环境司组织制订。

本标准起草单位：中国环境监测总站、辽宁省环境监测实验中心。

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。

颗粒物滤膜自动称量技术规定

1 适用范围

本标准规定了颗粒物滤膜自动称量系统的仪器校准、称量过程、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环境空气和污染源颗粒物手工采样滤膜自动称量。

2 规范性引用文件

本标准引用了下列文件或其中的条款。凡是不注日期的引用文件，其有效版本适用于本标准。

GB 3095 环境空气质量标准

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

空气动力学当量直径 aerodynamic diameter

单位密度（ $\rho_0=1\text{ g/cm}^3$ ）的球体，在静止空气中作低雷诺数运动时，达到与实际粒子相同的最终沉降速度时的直径。

3.2

颗粒物（粒径小于等于 2.5 μm ） particulate matter (PM_{2.5})

环境空气中空气动力学当量直径小于等于 2.5 μm 的颗粒物，也称细颗粒物。

3.3

颗粒物（粒径小于等于 10 μm ） particulate matter (PM₁₀)

环境空气中空气动力学当量直径小于等于 10 μm 的颗粒物，也称可吸入颗粒物。

3.4

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。

3.5

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 仪器设备

4.1 滤膜自动称量系统

4.1.1 软件控制系统：该部分可实现精确控制和配置自动称量系统的所有组件，同时，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，配备十万分之一或百万分之一的天平，检定分度值不超过 0.1 mg 或 10 μg ，天平其他技术性能应符合 JJG 1036 的规定。

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 $\pm 1 ^\circ\text{C}$ ；相对湿度在 $(50 \pm 5) \% \text{RH}$ 。

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隔离、外部震动隔离装置，能够对 2 Hz 以上的震动进行主动隔离。

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：能够实现将滤膜从储存位置转移至电荷平衡装置、称量天平等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，滤膜输送装置的滤膜接触面与称重系统等电位联结。进行滤膜称重时或滤膜输送过程中出现电源故障等情况时，可通过控制台进行手动控制。

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 μm 标准粒子的截留效率不低于 99.7%，采集 PM_{10} 的滤膜对 0.3 μm 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。

4.3 滤膜保存盒

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

4.4 镊子

滤膜手工移动时宜选用平头镊子夹取，镊子的材质为不锈钢或其他防静电材料，对滤膜不粘连。

4.5 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，无热辐射（如，在阳光直射下），无气流和振动影响，干净整洁无灰尘。

5 称量过程

5.1 称重前滤膜的检验和处理

5.1.1 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，则视为不合格样品，不能使用。如果未发现则视为合格样品，可以使用。

- 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。

5.1.2 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，则该张滤膜将被废弃。

5.2 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 个小时；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、参考滤膜称量偏差范围、称量次数、滤膜编码（如果有）、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设置等。

5.3 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。

5.4 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 ）℃；湿度（ 50 ± 5 ）%RH；恒温恒湿空间内温湿度均匀分布。需要注意的是，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。

5.5 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。

5.6 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，滤膜由输送系统将滤膜输送至滤膜扫码识别单元，

- 读取编码；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；天平开始称重，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，等待称重下一滤膜。
 - 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滤膜编码和重量表。经过两次称量的滤膜，其重量为第一、二次称量的平均值。
 - f) 若其中某些滤膜两次称量结果的偏差超过 $\pm 40 \mu\text{g}$ 或 $\pm 60 \mu\text{g}$ （空白滤膜为 $\pm 40 \mu\text{g}$ ，采集样品滤膜为 $\pm 60 \mu\text{g}$ ），则需进行再次称量，时间间隔仍为 1 h。称量结果若仍在偏差范围外，则该张滤膜的称量结果将作废。若与第二次称量的偏差在所设定的范围内，则将第二、第三次称量的平均值作为滤膜的重量值。

5.7 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、备注（采样点位信息，滤膜情况等）。

5.8 采样前后滤膜的运输和保存

将已称量的空白滤膜放置在滤膜盒中，放置冰箱 $0\sim 4^{\circ}\text{C}$ 冷藏保存，采样前低温运送至采样点。采样后的滤膜低温运送至自动称量实验室，尽快称量。如不能立即称量，应在 $0\sim 4^{\circ}\text{C}$ 条件下密封冷藏保存，最长不超过 30 天。

6 自动称重系统校准

6.1 称量天平检定与校准

6.1.1 检定：称量天平每年检定一次，检定合格后方可在有效期内使用。

6.1.2 校准：检定有效期内使用标准砝码进行1~2次期间核查，核查方法如下：使用100 mg的工作标准砝码进行初步测量，并且验证天平指示稳定所需时间间隔仍然近似于20 s。重复此程序几次。然后使用10 mg和1 mg的砝码，对于天平的精确度和稳定时间进行校准。如果砝码的验证值与测定值相差超过 $\pm 3 \mu\text{g}$ ，则应对砝码进行重新称量。如果仍然不一致，则审查微量天平的校准，并采取合适的纠正措施，可包括：①使用微量天平内部标准对微量天平进行重新校准；②要求授权的微量天平维修技术人员调整或修理微量天平。称量系统内初始微量天平设置期间，使用1 mg的砝码对敏感度进行估算。天平在0 mg到200 mg范围校准偏差 $\leq 25 \mu\text{g}$ 。

6.2 温湿度传感器检定与校准

6.2.1 检定：温湿度传感器每年检定一次，检定合格后方可在有效期内使用。

6.2.2 校准：检定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的合格的精密温湿度测量仪进行温度与湿度示数的比较，温度测量偏差应 $\leq \pm 0.5^\circ\text{C}$ ，相对湿度测量偏差应 $\leq \pm 1\% \text{RH}$ 。

6.2.3 若有超出偏差范围，则进入控制界面，调整内温湿度传感器的显示进行校准，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偏差范围内，则校准完成。

6.3 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。

7 质量控制

7.1 放置自动称量系统的实验室温度保持在 $(15\sim 30)^\circ\text{C}$ ，室内干净整洁，称量人员应穿戴洁净的实验服，佩戴无粉尘、抗静电、无硝酸盐、磷酸盐、硫酸盐的乙烯基手套进行操作。

7.2 使用抗静电溶液或丙醇浸湿的一次性实验室抹布清洁自动称重系统工作仓内部。每次称量前，清洗用于取放滤膜的镊子，确保所使用的镊子干燥。

7.3 空白滤膜：空白滤膜和采样滤膜在同一称量设备、相同条件、同一批次进行称重，空白滤膜前、后两次称量质量之差应远小于采样滤膜上的颗粒物负载量，否则此批次采样监测数据无效。

7.4 标准滤膜：随机挑选每批滤膜中的清洁滤膜若干张，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。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。每批次滤膜称重的同时，称量至少 1 张“标准滤膜”。若标准滤膜称出的重量在原始质量 ± 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。

7.5 滤膜盒：用于保存、运送滤膜，保证滤膜在采样前处于平展不受折状态。盒上应标有滤膜编号、采样日期、采样地点、采样人等项栏目。

7.6 建立仪器管理制度，做好使用、维修、校准等记录。

8 注意事项

8.1 为了避免滤膜在使用过程中受到污染，应注意以下要点：

- a) 无论何时人为移动滤膜，都应戴上无粉防静电手套，使用镊子小心处理滤膜。镊子在没有被使用时，应保存在塑料袋中。
- b) 使用防静电材质的镊子接触滤膜。将此镊子与用于处理其他标准物的镊子区分开来。
- 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（如果采样后活动期间产生污染）或停止进行进一步的采样活动（如果采样前活动期间产生污染）。
- d) 一旦对滤膜检验合格后，则其仅能接触镊子、滤膜输送叉、滤膜储存架、滤膜编码识别位置以及天平，直到滤膜称重过程完成。
- e) 称重完后的滤膜，应独立存放，各张滤膜之间应没有接触，保证滤膜不会受到污染。

8.2 在启动称重任务之前，必须完成对于自动称重系统的检查任务：

- 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。
-