

天津市地方计量技术规范

JJF(津)80-2022

恶臭气体检测仪校准规范

Calibration Specification for Odor Gas Measuring

2022-10-30 发布

2023-01-30 实施

天津市市场监督管理委员会 发布

恶臭气体检测仪校准规范

Calibration Specification for

Odor Gas Measuring

JJF(津) 80-2022

归口单位：天津市市场监督管理委员会

主要起草单位：天津市计量监督检测科学研究院

参加起草单位：天津市教育科学研究院教育技术与信息化研究中心

天津市生态环境科学研究院

天津同阳科技发展有限公司

农业农村部环境保护科研监测所

本规范委托天津市计量监督检测科学研究院负责解释

本规范主要起草人：

王晓明(天津市计量监督检测科学研究院)

王振国(天津市计量监督检测科学研究院)

刘基兴(天津市教育科学研究院教育技术与信息化研究中心)

韩 萌(天津市生态环境科学研究院)

参加起草人：

江宁川(天津市计量监督检测科学研究院)

常 颖(天津市计量监督检测科学研究院)

张笑平(天津市计量监督检测科学研究院)

刘金星(天津同阳科技发展有限公司)

沈迺桐(天津同阳科技发展有限公司)

王铁铮(天津市生态环境科学研究院)

赵 润(农业农村部环境保护科研监测所)

目 录

引 言	(II)
1 范围	(1)
2 引用文件	(1)
3 术语和计量单位	(1)
3.1 恶臭污染物	(1)
3.2 臭气浓度	(1)
4 概述	(1)
5 计量特性	(2)
5.1 示值误差	(2)
5.2 重复性	(2)
5.3 响应时间	(2)
5.4 稳定性	(2)
6 校准条件	(2)
6.1 环境条件	(2)
6.2 测量标准及其他设备	(3)
7 校准项目和校准方法	(3)
7.1 外观检查	(3)
7.2 示值误差	(3)
7.3 重复性	(4)
7.4 响应时间	(5)
7.5 稳定性	(5)
8 校准结果表达	(6)
9 复校时间间隔	(7)
附录 A 示值误差不确定度评定示例	(8)
附录 B 校准原始记录格式	(11)
附录 C 校准证书内页格式	(12)

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 1059.1《测量不确定度评定与表示》共同构成支撑本校准规范制定工作的基础性系列规范。本规范的校准项目和校准方法主要参照 GB 14554《恶臭污染物排放标准》、GB/T 14675《空气质量 恶臭的测定 三点比较式臭袋法》的相关内容。

本规范为首次发布。



恶臭气体检测仪校准规范

1 范围

本规范适用于量程不大于 $100 \mu\text{mol/mol}$ 的恶臭气体检测仪（以下简称检测仪）的校准，恶臭气体在线监测系统可参照执行。

2 引用文件

本规范引用了下列文件：

GB 14554 《恶臭污染物排放标准》

GB/T 14675 《空气质量 恶臭的测定 三点比较式臭袋法》

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 恶臭污染物 odor pollutants

指一切刺激嗅觉器官引起人们不愉快及损害生活环境的气体物质。

[GB 14554 名词术语 3.1]

3.2 臭气浓度 odor concentration

臭气浓度是根据嗅觉器官试验法对臭气气味的大小予以数量化表示的指标，用无臭的清洁空气对臭气样品连续稀释至嗅辨员阈值时的稀释倍数叫作臭气浓度。

[GB/T 14675 术语 2.1]

4 概述

恶臭气体检测仪是检测恶臭气体污染物的仪器，其采用电化学、光度计、光电等多种传感原理，结合生物智能电子鼻技术测量各类场合恶臭臭气浓度值，分别显示各种恶臭成分指标，采样方式有扩散式和泵吸式两种，使用方式分为便携式和固定式。仪器一般由采样元件、传感器气室、电子电路、显示器等组成，如图 1 所示。

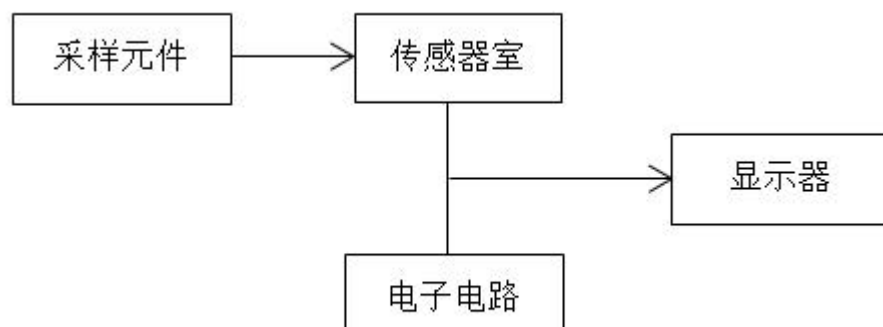


图 1 结构示意图

5 计量特性

5.1 示值误差

不超过 $\pm 10\%FS$ 。

5.2 重复性

不大于 5%。

5.3 响应时间

对吸入式采样方式的仪器响应时间不大于 120s；

对扩散式采样方式的仪器响应时间不大于 180s。

5.4 稳定性

5.4.1 零点漂移

不超过 $\pm 1\%FS$ 。

5.4.2 量程漂移

不超过 $\pm 5\%FS$ 。

注：以上技术指标不用于合格性判别，仅供参考。

6 校准条件

6.1 环境条件

6.1.1 温度：(5~40)℃。

6.1.2 相对湿度：15%~85%。

6.1.3 环境气压：(87~105) kPa。

6.1.4 供电电压：AC (220±22) V, (50±1) Hz。

6.1.5 校准环境应无影响仪器正常工作的电磁场和干扰气体，校准现场应保持通风并采取安全措施。

6.2 测量标准及其他设备

6.2.1 气体标准物质

一般采用空气中的氨、三甲胺、硫化氢、甲硫醇、甲硫醚、二甲二硫醚、二硫化碳、苯乙烯等气体标准物质（以下简称标气）进行检测仪器校准工作，相对扩展不确定度不大于3.0% ($k=2$)。

当采用气体稀释装置时，稀释后的标准气体的相对扩展不确定度应满足上述要求。

6.2.2 气体流量计：测量范围 (0~2000) mL/min，准确度等级不低于4.0级。

6.2.3 秒表：分度值不低于0.1s，日差不超过±0.5s。

6.2.4 零级空气（零气）：采用纯度为99.999%的氮气或合成空气（由纯度为99.999%的氮气和99.999%的氧气配制）。

6.2.5 空盒气压表：(87~105) kPa，最大允许误差为±250Pa。

7 校准项目和校准方法

7.1 外观检查

仪器的显示应清晰完整，各调节器部件应能正常工作，各紧固件应无松动。仪器不应有影响其正常工作的外观损伤，产品铭牌需清晰、完整、牢固，正确标示产品型号、出厂编号、生产厂家等。

7.2 示值误差

按照仪器使用说明书的要求对仪器进行预热，预热稳定后，按图2所示连接标气、流量控制器和被校仪器。校准泵吸式仪器时，必须保证流量控制器中的旁通流量计有气体放出。校准扩散式仪器时，应按照仪器说明书的要求调节流量。若仪器说明书没有明确要求，则流量一般控制在(200±50) mL/min。若仪器说明书中有明确要求，则按说明书的要求调整仪器的零点。若仪器说明书中没有明确要求，则先用零气调整仪器的零点，然后进行校准工作。每次校准前，都需先用零气对仪器进行清洗、调零。

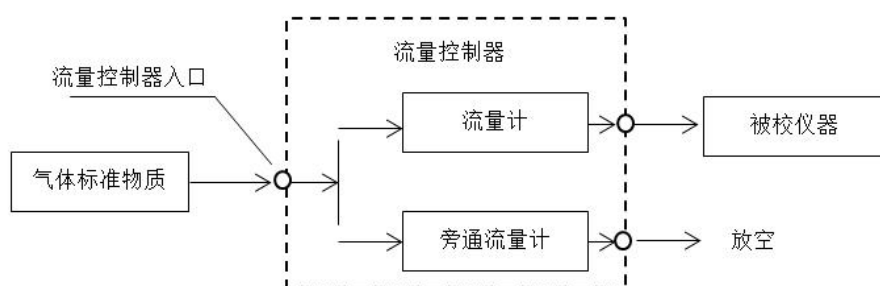


图 2 检测仪校准示意图

对于每种臭气成分，依次通入浓度约为满量程的 20%、50% 和 80% 或经与客户协商确定的标气。记录标气通入仪器后的稳定显示值，作为测量结果。完成一次测量后，需先对仪器用零气校零，然后再进行下一次试验。重复上述试验方法，同一浓度连续重复测量 3 次，按式（1）计算仪器各个浓度点的示值误差，取绝对值最大的示值误差作为该浓度下的示值误差。

$$\delta = \frac{\bar{A} - A_s}{R} \times 100\% \quad (1)$$

式中：

δ —示值误差，%；

\bar{A} —3 次仪器显示值的算术平均值；

A_s —标准气体摩尔分数值；

R —被检仪器量程。

7.3 重复性

通入浓度约为满量程的 50% 的标气，稳定后记录仪器显示值 A_i ，重复测量 6 次，重复性以单次测量的相对标准偏差表示，按式（2）计算仪器的重复性 s_r ：

$$s_r = \frac{\sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (A_i - \bar{A})^2}}{\bar{A}} \times 100\% \quad (2)$$

式中:

s_r —重复性, %;

A_i —仪器第 i 次的测量值;

\bar{A} —仪器显示值的平均值;

n —测量次数 ($n=6$)。

7.4 响应时间

通入浓度约为满量程 80% 的标气, 稳定后读取仪器显示值 A_0 , 撤去标气, 通入零气, 仪器显示稳定后, 再通入上述浓度的标气, 同时启动秒表记录从通入标气到响应值的 90% 所用的时间。按上述方法重复测量 3 次, 取 3 次记录时间的算术平均值作为仪器的响应时间。

7.5 稳定性

通入零点气, 待仪器稳定后, 记录仪器显示值 A_{z0} , 然后通入浓度约为满量程 80% 的标气, 仪器稳定后, 记录仪器显示值 A_{s0} , 撤去标气。便携式仪器连续运行 1h, 每隔 15min 重复上述步骤一次; 固定式仪器连续运行 4h, 每间隔 1h 重复上述步骤一次, 同时记录仪器显示值 A_{zi} 及 A_{si} ($i=1, 2, 3, 4$), 按式 (3) 计算零点漂移, 取绝对值最大的作为仪器的零点漂移。

$$\Delta A_{zi} = \frac{A_{zi} - A_{z0}}{R} \times 100\% \quad (3)$$

式中:

ΔA_{zi} —零点漂移, %;

A_{z0} —初始的零点值, %;

A_{zi} —第 i 次的零点值, %;

A_{s0} —初始仪器显示值, %;

A_{si} —第 i 次仪器显示值, %。

按式（4）计算量程漂移，取绝对值最大的作为仪器的量程漂移。

$$\Delta A_{si} = \frac{(A_{si} - A_{zi}) - (A_{s0} - A_{z0})}{R} \times 100\% \quad (4)$$

式中：

ΔA_{si} —量程漂移。

8 校准结果表达

校准结果应在校准证书上反映，校准证书至少包括以下信息：

- a) 标题：“校准证书”；
- 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) 证书的唯一性标识（如编号），每页及总页数的标识；
- e) 客户的名称和地址；
- 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，包括名称及代号；
- j) 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；
- l) 校准结果及其测量不确定度的说明；
- 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。

9 复校时间间隔

复校时间间隔由使用者根据仪器使用情况、仪器本身性能等因素决定，建议复校时间间隔不超过 1 年。

附录 A

恶臭气体检测仪示值误差测量结果不确定度评定示例

A.1 测量方法

开机后,先通入零气对仪器校零,随后通入固定浓度的标准气体,稳定后记录仪器显示值 A_i ,测试结束后,再次通入零气清洗气路,重复以上步骤,测量 3 次。测量平均值与标准值之差,除以量程即为示值误差。

A.2 测量模型

$$\delta = \frac{\bar{A} - A_s}{R} \times 100\%$$

式中:

δ —示值误差, %;

\bar{A} —3 次仪器显示值的算术平均值;

A_s —标准气体摩尔分数值;

R —被检仪器量程。

因为各分量互不相关,则:

$$u^2(\delta) = c_1^2 u^2(\bar{A}) + c_2^2 u^2(A_s)$$

灵敏系数:

$$c_1 = \frac{\partial \delta}{\partial \bar{A}} = \frac{1}{R}; \quad c_2 = \frac{\partial \delta}{\partial A_s} = -\frac{1}{R}$$

A.3 标准不确定度的评定

以空气中二甲二硫醚标准气体物质校准满量程为 (0~100) $\mu\text{mol/mol}$ 的仪器为例,选取 80%满量程点,对测量结果做不确定度评定。

A.3.1 测量重复性引入的标准不确定度

用恶臭气体检测仪测量空气中二甲二硫醚标准气体物质摩尔分数,在相同的条件下,

选取满量程 80% 的浓度，即 $80 \mu\text{mol/mol}$ 为测试点，重复测量 10 次，结果如下表 A.1 所示：

表 A.1 二甲二硫醚摩尔分数测量值

标准值/ ($\mu\text{mol/mol}$)	测量值/($\mu\text{mol/mol}$)									
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
80	79.009	79.104	79.352	79.213	79.412	79.185	79.342	79.265	79.089	79.427

二甲二硫醚摩尔分数测量值的平均值：

$$\bar{A} = \frac{\sum_{i=1}^{10} A_i}{10} = 79.240 \mu\text{mol/mol}$$

试验标准差为：

$$s(\bar{A}) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{10} (A_i - \bar{A})^2}{n - 1}} = 0.144 \mu\text{mol/mol}$$

实际测量时，以 3 次测量的算术平均值作为测量结果，故由测量重复性引入的标准不确定度为：

$$u(\bar{A}) = \frac{s(\bar{A})}{\sqrt{3}} = 0.083 \mu\text{mol/mol}$$

A.3.2 标准气体引入的标准不确定度

由气体标准物质证书可知， $U_{\text{rel}}=2.0\%$ ， $k=2$ ，其引入的标准不确定度为：

$$u(A_s) = \frac{U}{k} = \frac{2.0\% \times 80 \mu\text{mol/mol}}{2} = 0.8 \mu\text{mol/mol}$$

A.4 标准不确定度分量一览表

表 A.2 标准不确定度分量一览表

不确定度来源	符号	灵敏系数 ($\mu\text{mol/mol}$) ⁻¹	不确定度分量 ($\mu\text{mol/mol}$)
测量重复性	$u(\bar{A})$	0.01	0.083
标准气体	$u(A_s)$	-0.01	0.8

A.5 合成标准不确定

以上各分量互不相关，故合成标准不确定度为

$$u_c = \sqrt{(0.01 \times 0.083)^2 + (-0.01 \times 0.8)^2} = 0.0081$$

A.6 扩展不确定度

取 $k=2$ ，则 $U=0.0081 \times 2 = 1.7\%$ 。

附录 B

校准原始记录格式

仪器名称：_____ 仪器型号：_____ 出厂编号：_____

制造厂：_____ 送校单位：_____ 校准依据：_____

校准用标准器具和配套设备：_____ 校准地点：_____

校准环境： 温度：_____℃ 湿度：_____ %RH 大气压力：_____ kPa

校准日期：_____

B.1 外观检查：符合要求 不符合要求

B.2 示值误差

名称	测量范围	标准气体物质浓度	测量值	实测平均值	示值误差

B.3 重复性

名称	测量范围	标准气体物质浓度	测量值	重复性/%

B.4 响应时间

名称	测量范围	标气浓度	显示值	响应时间测量值/s	响应时间/s

B.5 稳定性

名称	测量范围	A_{z0}	A_{s0}	A_{z1}	A_{s1}	A_{z2}	A_{s2}	A_{z3}	A_{s3}	A_{z4}	A_{s4}	零点漂移/%	量程漂移/%

附录 C

校准证书内页格式

证书编号：

校准结果

校准项目	示值误差	重复性	响应时间	零点漂移	量程漂移	示值误差扩展不确定度 $U(k=2)$

