



北京市地方计量技术规范

JJF（京）115-2023

恶臭气体监测仪校准规范

Calibration Specification of Odor GasDetectors

2023-5-22 发布

2023-7-1 实施

北京市市场监督管理局 发布

恶臭气体监测仪校准规范

Calibration Specification of Odor Gas
Detectors

JJF(京)115-2023

归口单位：北京市市场监督管理局

主要起草单位：北京市计量检测科学研究院

参加起草单位：北京清环宜境技术有限公司

华电智控(北京)技术有限公司

青岛和诚环保科技有限公司

本规范委托北京市计量检测科学研究院负责解释

本规范主要起草人：

潘一廷（北京市计量检测科学研究院）

张国城（北京市计量检测科学研究院）

杨振琪（北京市计量检测科学研究院）

潘素素（北京市计量检测科学研究院）

参加起草人：

王珍华（北京清环宜境技术有限公司）

姬红波（华电智控(北京)技术有限公司）

赵斌（青岛和诚环保科技有限公司）

目 录

引言.....	(II)
1. 范围.....	(1)
2. 概述.....	(1)
3. 计量特性.....	(1)
4. 校准条件.....	(2)
5. 校准项目和校准方法.....	(3)
6. 校准结果表达.....	(5)
7. 复校时间间隔.....	(6)
附录 A.....	(7)
附录 B.....	(9)

引 言

本规范依据 JJF 1001-2011《通用计量术语及定义》、JJF 1071-2010《国家计量校准规范编写规则》和 JJF 1059.1-2012《测量不确定度评定与表示》的规定而制定。本规范的校准项目和校准方法主要参考了 GB14554-1993《恶臭污染物排放标准》、HJ 905-2017《恶臭污染环境监测技术规范》、HJ 1262-2022《环境空气和废气 臭气的测定 三点比较式臭袋法》的相关内容。

本规范为首次制定。

恶臭气体监测仪

1. 范围

本规范适用于 0~10 $\mu\text{mol/mol}$ 恶臭气体监测仪的校准。

2. 概述

恶臭是指刺激嗅觉器官引起人们不愉快感觉及损害生活环境的异味气体，本规范主要指环境领域关注的8种恶臭污染物：氨气、硫化氢、二硫化碳、苯乙烯、甲硫醇、甲硫醚、三甲胺、二甲基二硫醚。恶臭监测仪（下面简称“仪器”）原理一般有电化学法、金属氧化物（电子鼻）、紫外差分光谱法（DOAS）、傅立叶变换红外吸收光谱法（FTIR）等技术。仪器一般由采样元件、传感器、处理单元和显示单元等部分组成。

3. 计量特性

3.1 示值误差

不超过 $\pm 5\%FS$ 。

3.2 重复性

不大于 3%。

3.3 响应时间

不大于 180s。

3.4 稳定性

4 小时内示值变化不大于 5%。

注：以上指标不适用于合格性判定，仅供参考。

4. 校准条件

4.1 环境条件

4.1.1 环境温度：（15~35） $^{\circ}\text{C}$ 。

4.1.2 相对湿度： $\leq 85\%$ 。

4.1.3 大气压力：（86~106）kPa。

4.1.4 供电电源：（220 \pm 22）V，（50 \pm 0.5）Hz。

4.1.5 其它：周围无明显影响校准系统正常工作的机械振动、电磁干扰和干扰气体。

4.2 测量标准及其他设备

4.2.1 标准物质

一般采用空气或氮中的氨、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% ($k=2$)。

4.2.2 零点气体

采用纯度不小于 99.999%的氮气或合成空气(其中组成合成空气的氮气与氧气纯度均不应小于 99.999%)。

4.2.3 流量计

准确度级别不低于 4.0 级。

4.2.4 电子秒表

分辨力 0.01s。

4.2.5 减压阀和气体管路

应使用不与标准气体反应且不易吸附的材质,如不锈钢阀和聚四氟乙烯管路。

5. 校准项目和校准方法

5.1 仪器的调整

按照仪器说明书要求对仪器进行预热,仪器运行稳定后,按图 1 所示连接标气、流量控制器和被校仪器,通入零点气体,待读数稳定后,调整仪器的零点;再按照相同条件通入浓度约为满量程 80%的气体标准物质,待读数稳定后,调整仪器的示值与气体标准物质浓度值一致。

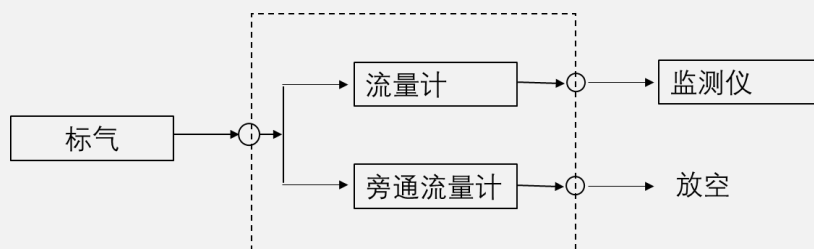


图 1 监测仪校准示意图

5.2 示值误差

按照5.1进行仪器调整后，分别通入浓度约为满量程20%、50%、80%的气体标准物质，或与客户协商选取测量点，测量并记录仪器稳定后的示值。同一浓度点重复测量3次。按式

(1) 计算仪器各校准点的示值误差，取绝对值最大的示值误差作为该气体的浓度示值误差。：

$$\Delta C = \frac{\bar{C} - C_0}{R} \times 100\% \quad (1)$$

式中：

ΔC —示值误差，%；

\bar{C} —仪器示值的算术平均值， $\mu\text{mol/mol}$ 或 mg/m^3 ；

C_0 —通入仪器气体标准物质的浓度值， $\mu\text{mol/mol}$ 或 mg/m^3 ；

R —仪器量程， $\mu\text{mol/mol}$ 或 mg/m^3 。

5.3 重复性

仪器预热稳定后，分别通入约为满量程 50%的气体标准物质（多量程选取低量程），记录仪器稳定后的示值，撤去气体标准物质，然后通入零点气体使仪器示值回零，再通入上述浓度的气体标准物质。在相同条件下重复上述操作 6 次，按公式（2）计算重复性。

$$S_r = \frac{1}{\bar{C}} \times \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (C_i - \bar{C})^2}{n-1}} \times 100\% \quad (2)$$

式中：

S_r ——重复性，%；

C_i ——第*i*次测量值， $\mu\text{mol/mol}$ 或 mg/m^3 ；

\bar{C} ——6次测量的平均值， $\mu\text{mol/mol}$ 或 mg/m^3 ；

n ——测量次数， $n=6$ 。

5.4 响应时间

通入零点气体调整仪器零点后，再分别通入浓度约为满量程 80%的气体标准物质，记录仪器稳定后的示值，停止通气，让仪器回到零点。再通入上述气体标准物质，同时启动秒表，待示值升至上述稳定值的 90%时，停止秒表，记下秒表显示的时间。按上述操作方法重复测量 3 次，3 次测量结果的算术平均值为仪器的响应时间。

5.5 稳定性

通入零点气后，分别通入浓度约为满量程 80% 的气体标准物质，读取稳定示值，作为仪器的初始值 C_1 ，让仪器连续运行 4h，每间隔 1h 重复上述步骤一次，读取稳定示值 C_i 。按照公式 (3) 计算稳定性。

$$\delta_s = \frac{|C_i - C_1|}{C_1} \times 100\% \quad (3)$$

式中：

δ_s —稳定性，%；

C_i —与初始值偏离最大的值， $\mu\text{mol/mol}$ 或 mg/m^3 ；

C_1 —仪器的初始值， $\mu\text{mol/mol}$ 或 mg/m^3 。

6. 校准结果表达

校准结果应反映在校准证书或校准报告上，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有关时，应说明被校对象的接受日期；
- h) 如果与校准结果的有效性和应用有关时，应对抽样程序进行说明；
- i) 对校准所依据的技术规范的标识，包括名称及编号；
- 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、职务或等效标识以及签发日期；
- 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, 不得部分复制证书或报告的声明。

7. 复校时间间隔

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 1 年。如果对仪器的检测数据有怀疑或仪器更换主要部件及修理后, 应对仪器重新校准。

附录 A

校准原始记录(参考)格式

委托单号_____证书编号_____

送检单位_____校准地点_____

仪器名称_____仪器型号_____

制造厂商_____仪器编号_____

1. 环境条件:

温度_____℃ 湿度_____ %RH 大气压_____ kPa 其他_____

2. 校准使用的主要计量器具

标准器名称	编号	测量范围	准确度等级/最大允许误差/测量不确定度	证书编号/溯源单位	有效期至

3. 示值误差

气体	标准值 μmol/mol	测量值(μmol/mol)			平均值 μmol/mol	示值误差 %FS
		1	2	3		

4. 重复性

气体	测量值(μmol/mol)						重复性 %
	1	2	3	4	5	6	

5. 响应时间

气体	响应时间 (s)			平均值 (s)
	1	2	3	

6. 稳定性

气体	测量值($\mu\text{mol/mol}$)					稳定性 %
	0h	1h	2h	3h	4h	

本次示值误差测量结果的扩展不确定度为：

校准员 _____ 核验员 _____ 校准日期： _____ 年 _____ 月 _____ 日

附录 B

恶臭气体监测仪示值误差测量结果的不确定度评定示例

1 概述

- 1.1 校准方法：按照本校准规范对仪器进行校准。
- 1.2 环境条件：符合本校准规范规定的环境条件。
- 1.3 测量标准：以 GBW(E)060829 氮中二硫化碳气体标准物质，相对扩展不确定度为 $U_{\text{rel}}=2.0\%$ ($k=2$)。
- 1.4 被校仪器：恶臭气体监测仪。

2 不确定度评定分析

2.1 测量模型

示值误差测量模型：

$$\Delta C = \bar{C} - C_s \quad (1)$$

式中：

ΔC ——示值误差， $\mu\text{mol/mol}$ ；

\bar{C} ——每种浓度 3 次示值的算术平均值， $\mu\text{mol/mol}$ ；

C_s ——气体标准物质浓度值， $\mu\text{mol/mol}$ 。

2.2 不确定度来源

影响示值测量不确定度的因素有：

——二硫化碳气体标准物质的定值不确定度；

——测量重复性引入的不确定度，包括：环境条件、人员操作、流量控制、取样系统吸附和被校仪器的变动性等各种随机因素。

2.3 标准不确定度评定

2.3.1 二硫化碳气体标准物质的定值引入的标准不确定度 $u_{\text{rel}}(C_s)$

采用二硫化碳气体标准物质（或稀释后），相对扩展不确定度为 2.0%，包含因子 $k=2$ 。

则甲烷丙烷气体标准物质的定值引入的标准不确定度为：

$$u_{\text{rel}}(C_s) = \frac{2.0\%}{2} \quad (2)$$

对于量程范围 (0~10) $\mu\text{mol/mol}$ 的仪器：

校准点 2.01 $\mu\text{mol/mol}$ ： $u(C_s) = 0.02 \mu\text{mol/mol}$ ；

校准点 5.03 $\mu\text{mol/mol}$: $u_{\text{rel}}(C_s) = 0.05 \mu\text{mol/mol}$;

校准点 8.01 $\mu\text{mol/mol}$: $u_{\text{rel}}(C_s) = 0.08 \mu\text{mol/mol}$ 。

2.3.2 测量重复性引入的标准不确定度 $u_{\text{rel}}(\bar{C})$

对被校便携式火焰离子化气体监测仪依次通入浓度为 2.01 $\mu\text{mol/mol}$ 、5.03 $\mu\text{mol/mol}$ 、8.01 $\mu\text{mol/mol}$ 的空气中甲烷丙烷气体标准物质，重复测量 10 次。具体测量结果见表 1。

表 1 各校准点测量结果

气体标准物质浓度值 $\mu\text{mol/mol}$	仪器示值 ($\mu\text{mol/mol}$)									
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
2.01	2.01	2.05	2.04	2.07	2.02	2.01	2.05	1.97	1.95	2.02
5.03	5.05	4.98	5.03	5.01	5.02	4.95	5.01	5.03	5.06	4.95
8.01	8.01	7.95	7.98	8.06	8.04	7.97	7.96	7.97	8.03	7.97

各校准点分别按式 (3) 计算实验标准偏差 s_r ，各校准点相应的标准不确定度 $u_{\text{rel}}(\bar{C})$ 按式 (4) 计算。

$$s_r = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{10} (C_i - \bar{C})^2}{10 - 1}} \times 100\% \quad (3)$$

$$u(\bar{C}) = \frac{s_r}{\sqrt{n}} = \frac{s_r}{\sqrt{3}} \quad (4)$$

注：本规范规定，每个校准点重复测量 3 次，取 3 次示值的算术平均值作为仪器示值，故 $n = 3$ 。

各校准点的实验标准偏差 s_r 与标准不确定度 $u_{\text{rel}}(\bar{C})$ 的计算结果见表 2。

表 2 各校准点的实验标准偏差 s_r 与标准不确定度 $u_{\text{rel}}(\bar{C})$ 的计算结果

气体标准物质浓度值 C_i $\mu\text{mol/mol}$	s_r $\mu\text{mol/mol}$
2.01	0.0213
5.03	0.0220
8.01	0.0220

2.4 合成标准不确定度

2.4.1 合成标准不确定度计算公式

合成标准不确定度按式(5)计算:

$$u_c^2(\Delta C) = \left(\frac{\partial \Delta C}{\partial \bar{C}}\right)^2 u^2(\bar{C}) + \left(\frac{\partial \Delta C}{\partial C_s}\right)^2 u^2(C_s) \quad (5)$$

灵敏系数:

$$\frac{\partial \Delta C}{\partial \bar{C}} = 1, \quad \frac{\partial \Delta C}{\partial C_s} = -1$$

则:

$$u_c^2(\Delta C) = u^2(C_s) + u^2(\bar{C}) \quad (6)$$

2.4.2 标准不确定度分量一览表

各标准不确定度分量一览表见表3。

表3 标准不确定度一览表

不确定度来源	气体标准物质浓度值 $\mu\text{mol/mol}$	标准不确定度分量符号	标准不确定度 $\mu\text{mol/mol}$
气体标准物质引入 的标准不确定度	2.01	$u(C_s)$	0.02
	5.03		0.05
	8.01		0.08
测量重复性引入的 标准不确定度	2.01	$u(\bar{C})$	0.021
	5.03		0.022
	8.01		0.022

2.4.3 合成标准不确定度计算

根据式(6), 合成标准不确定度按式(7)计算:

$$u_c(\Delta C) = \sqrt{u^2(C_s) + u^2(\bar{C})} \quad (7)$$

对于量程范围(0~10) $\mu\text{mol/mol}$ 的仪器:

校准点 2.01 $\mu\text{mol/mol}$: $u_c = 0.029 \mu\text{mol/mol}$;

校准点 5.03 $\mu\text{mol/mol}$: $u_c = 0.055 \mu\text{mol/mol}$;

校准点 8.01 $\mu\text{mol/mol}$: $u_c = 0.083 \mu\text{mol/mol}$ 。

2.5 扩展不确定度

取包含因子 $k=2$ ，则各校准点示值误差的扩展不确定度按式(8)计算：

$$U = k \times u_c(\Delta C) \quad (8)$$

对于量程范围(0~10) $\mu\text{mol/mol}$ 的仪器，扩展不确定度为：

校准点 2.01 $\mu\text{mol/mol}$: $U = 0.058\mu\text{mol/mol}$;

校准点 5.03 $\mu\text{mol/mol}$: $U = 0.110\mu\text{mol/mol}$;

校准点 8.01 $\mu\text{mol/mol}$: $U = 0.166\mu\text{mol/mol}$ 。

对于量程范围(0~10) $\mu\text{mol/mol}$ 的仪器，相对扩展不确定度为：

校准点 2.01 $\mu\text{mol/mol}$: $U_r = 2.8\%$;

校准点 5.03 $\mu\text{mol/mol}$: $U_r = 2.2\%$;

校准点 8.01 $\mu\text{mol/mol}$: $U_r = 2.1\%$ 。

———以下空白———