

广东省地方计量检定规程

JJG(粤) 025—2023

光电比色法甲醛测定仪

Photoelectric Colorimetry Formaldehyde Analyzers

2023-06-14 发布

2023—12—01 实施

光电比色法甲醛测定仪 检定规程

Verification Regulation of Photoelectric

Colorimetry Formaldehyde Analyzers

JJG(粤) 025—2023 代替 JJG(粤)025—2014 JJG(粤)039—2017

归口单位:广东省市场监督管理局

主要起草单位:广州计量检测技术研究院

广东省汕头市质量计量监督检测所

参加起草单位:广东省湛江市质量计量监督检测所

本规程主要起草人:

戴 红(广州计量检测技术研究院)

王伟东(广州计量检测技术研究院)

周敏倩(广州计量检测技术研究院)

韦洁河(广东省汕头市质量计量监督检测所)

参加起草人:

钟显科 (广州计量检测技术研究院)

谭兆平(广东省湛江市质量计量监督检测所)

许楚杰 (广东省汕头市质量计量监督检测所)

目 录

引言	ī		. II
1	范围]	1
2	引用]文件	1
3	概述	<u>.</u> 2	1
4	计量	性能要求	2
5	通用	技术要求	2
6	计量	器具控制	2
6.1	检	定条件	2
6.2	检	定设备	2
6.3	检	定项目	3
6.4	检	定方法	3
6.5	检	定结果的处理	5
6.6	检	定周期	5
附身	Ł A	浓度单位转换	. 6
附身	Ł B	检定记录格式(推荐格式)	. 7
附录	ŧ C	检定证书/检定结果通知书内页格式(参考)	9

引言

本规程依据 JJF1022—2010《国家计量检定规程编写规则》、JJF 1001-2011《通用计量术语及定义》的规定编写。

本规程参考了 JJG 178—2007《紫外、可见、近红外分光光度计检定规程》相关内容,对 JJG(粤)025—2014《便携式甲醛测定仪检定规程》和 JJG(粤)039—2017《纺织品甲醛测定仪》进行合并修订。

与 JJG (粤) 025—2014 和 JJG (粤) 039—2017 相比,除编辑性修改外,主要技术内容变化如下:

- ——修改透射比重复性和浓度示值误差仪器计量性能要求(见4);
- ——修改检定设备中光纤光谱仪波长最大允许误差要求,增加甲醛溶液国家有证标准物质的扩展不确定度要求(见 6.2);
 - ——修改仪器零点漂移后续检定为非必检项目(见6.3);
 - ——删除比色管配套性、计时误差和绝缘电阻 3 项首次检定项目;

本规程的历次版本发布情况:

——JJG (粤) 025—2014、JJG (粤) 039—2017

光电比色法甲醛测定仪检定规程

1 范围

本规程适用于光电比色法溶液中甲醛测定仪(以下简称仪器)的首次检定、后续检定和使用中检查。

2 引用文件

本规程引用下列文件:

JJG 178-2007 紫外、可见、近红外分光光度计检定规程

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

3 概述

光电比色法甲醛测定仪主要用于水中甲醛、公共场所空气中甲醛、纺织品甲醛含量等分析,适用于实验室和现场快速样品分析测量,通常由具有特定波长的光度计和配套试剂两部分组成。检测波长范围(350~700)nm,常见波长为412 nm 和630 nm 等,检测方法有乙酰丙酮比色法和酚试剂比色法等。测量时将一定量的待测样品装入特定的比色瓶中,加入反应试剂,显色后放入仪器中测量得到样品甲醛含量值。测量遵守朗伯一比尔(Lambert—Beer)定律,郎伯一比尔定律的表达式如下:

$$A = -\lg \tau = klc$$

式中: A——物质的吸光度:

τ ——物质的透射比;

k——物质的吸光系数;

l——被分析物质的光程;

c——物质的浓度。

光电比色法甲醛测定仪典型结构如图 1。

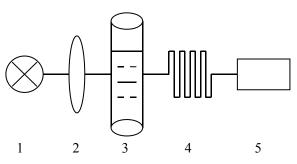


图 1 光电比色法甲醛测定仪结构图

1—单色光源; 2—光的准直单元; 3—样品池; 4—检测元件; 5—显示单元

4 计量性能要求

仪器的计量性能要求如表 1 所示。

序号	计量性能	技术要求
1	仪器零点漂移	$\pm 0.5\%$ FS
2	波长误差	不超过±10 nm
3	透射比示值误差	不超过±2.0%
4	透射比重复性	≤0.5%
5	浓度示值误差	±12%
6	浓度示值重复性	€3%
	•	

表 1 仪器计量性能要求

注: 1. 对于自动断电仪器,可不检定第1项。

2. 无透射比测量功能的仪器,不用检定第2、3和4项。

5 通用技术要求

- 5.1 仪器应具有下列标识:名称、型号、出厂编号、制造厂名及制造日期,铭牌应清晰地贴在明显处。
- 5.2 测量池壁(透光部分)内外表面光洁、无划痕,测量室内清洁。
- 5.3 仪器数字显示清晰,完整。

6 计量器具控制

- 6.1 检定条件
- 6.1.1 环境温度: (10~35) ℃,相对湿度:不大于85%。
- 6.2 检定设备

- 6.2.1 光纤光谱仪: 测量范围应能覆盖(350~700) nm, 波长最大允许误差±3.0 nm。
- 6.2.2 光谱中性滤光片: 在测量波长下透射比值约为 10%、20%、30%,扩展不确定度不大于 0.5% (k=2)。
- 6.2.3 甲醛溶液国家有证标准物质:相对扩展不确定度不大于 5.0% (k=2)。
- 6.2.4 容量瓶和移液管: A级。
- 6.3 检定项目

仪器的检定项目如表 2 所示。

	W 2 13 A	-	
检定项目	首次检定	后续检定	使用中检查
外观与常规检查	+	+	+
仪器零点漂移	+	_	_
波长误差	+	_	_
透射比示值误差	+	_	_
透射比重复性	+	_	_
浓度示值误差	+	+	+
浓度示值重复性	+	+	+

表 2 检定项目

6.4 检定方法

6.4.1 外观与常规检查,应符合 5 的要求。

6.4.2 仪器零点漂移

仪器开机预热稳定后,用蒸馏水调节好仪器的零点,记录初始值,持续观测 30 min,每隔 5 min 记录仪器的示值,按公式(1)计算零点漂移 Δc_i ,取绝对值最大的 Δc_i 为仪器的零点漂移。

$$\Delta c_i = \frac{c_i - c_0}{c_R} \times 100\% \tag{1}$$

式中:

 Δc_i ——零点漂移, % FS;

 c_0 ——仪器的零点, mg/L 或 mg/m³;

注: 1. "十" 为必检项目, "一" 为非必检项目。

^{2.} 对修理后仪器,如果关键部件更换,按首次检定项目检定。

 c_i ——第 i 次测量结果,mg/L 或 mg/m³;

 $c_{\text{\tiny P}}$ ——仪器的量程,mg/L 或 mg/m³。

6.4.3 波长误差

将光纤光谱仪探头至于仪器样品室中,测量仪器的峰值波长,重复3次,按式(2) 计算波长误差。

$$\Delta \lambda = \lambda_{\rm n} - \overline{\lambda} \tag{2}$$

式中:

 $\Delta\lambda$ ——波长误差,nm;

 λ_n ——波长标称值,nm:

元——波长 3 次测量平均值, nm。

6.4.4 透射比示值误差和重复性

将透射比约为 10%、20%、30%的光谱中性滤光片,依次放入仪器样品室中,以空气为参比,重复 3 次测量透射比,按式(3)和式(4)分别计算透射比示值误差和重复性。

$$\Delta T = \overline{T} - T_{\rm S} \tag{3}$$

式中:

 ΔT ——透射比示值误差:

 \overline{T} ——透射比 3 次测量算术平均值;

 T_{s} ——透射比标准值。

$$\delta_T = T_{\text{max}} - T_{\text{min}} \tag{4}$$

式中:

 δ_T ——透射比重复性;

 T_{max} , T_{min} ——3 次测量透射比的最大值和最小值。

6.4.5 浓度示值误差

将甲醛标准溶液配制成仪器量程约 20%、50%和 80%处的低中高三个浓度,按照仪器说明书的要求,加入配套反应试剂,待反应完成后放入仪器中进行测量。仪器对每个浓度

标准溶液分别独立测量 3 次, 计算出 3 次测量值的算术平均值, 按公式(5)和公式(6) 计算浓度示值误差。

$$\Delta c = \bar{c} - c_{a} \tag{5}$$

$$\Delta c_{\rm r} = \frac{\Delta c}{c_{\rm s}} \times 100\% \tag{6}$$

式中:

 Δc ——示值绝对误差,mg/L 或 mg/m³;

 Δc_r ——示值相对误差,%;

 \overline{c} ——3 次测量结果的算术平均值,mg/L 或 mg/m³;

 c_s ——标准溶液浓度值,mg/L 或 mg/m³。

6.4.6 浓度示值重复性

选取浓度为量程约 50%处的甲醛标准溶液,按照说明书的要求对该溶液重复测量 6次,按公式(7)计算浓度示值重复性。

$$s_{R} = \frac{1}{c} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n} (c_{i} - c)^{2}}{n-1}} \times 100\%$$
 (7)

式中:

 s_{R} ——浓度示值重复性;

 \overline{c} ——6 次测量结果的算术平均值,mg/L 或 mg/m³;

 c_i ——第 i 次测量结果,mg/L 或 mg/m³;

n——测量次数,n=6。

6.5 检定结果的处理

按本规程检定合格的仪器,发给检定证书,内页格式见附录 B;检定不合格的仪器,发给检定结果通知书,并注明不合格的项目,内页格式见附录 C。

6.6 检定周期

检定周期一般不超过1年,在此期间仪器经修理或对测量结果有疑问时,应及时检定。

附录 A

浓度单位转换

光电比色法甲醛测定仪测量甲醛浓度时最常见的测量单位有 mg/L 和 mg/m^3 。当仪器测量甲醛溶液浓度显示单位为气体浓度 mg/m^3 时,需要按照公式(A.1)进行单位转换。

比色瓶中甲醛溶质的质量与采样体积(查看仪器说明书)的比值,即为仪器显示的气体浓度 mg/m^3 。

$$\rho = \frac{c \times V_0}{V} \tag{A.1}$$

式中:

 ρ ——气体浓度, mg/m^3 ;

c——比色瓶中溶液浓度,mg/L;

 V_0 ——比色瓶中溶液体积, L;

V——采样体积(查看仪器说明书), m^3 。

附录 B

检定记录格式 (推荐格式)

I-	_	11		
委打	١.	\mathbf{m}	ㅗ	
47	т.	ш.	4	•

原始记录号:

委托单位			证书或通知书号	号码		
检定地点			环境温度及相对	湿度		°C%
仪器名称			出厂编号	1		
仪器型号			技术依据	1		
制造厂			检定日期			
检 定 员			核验员			
检定结论			测量结果的 扩展不确度定			
计量标准器名称	型号规格	编号	证书号/有效期	溯源单	 鱼位	扩展不确定度

- 一 外观与常规检查:
- 二 仪器量程:
- 三 仪器零点漂移

持续观测时间 min	0	5	10	15	20	25	30	零点漂移 %FS
仪器示值								

四 波长误差

波长标称值		波长测量值 nm		平均值 nm	波长误差 nm
nm	1	2	3	一一一一一一一一一一一一一一一一一一一一一一一一一一一一一一一一一一一一一	次长庆左 IIIII

五 透射比示值误差和重复性

波长 nm	标准值%		测量值%		平均值%	示值误差 %	重复性%
1/X K IIIII	7小1年1月70	1	2	3	120 阻 / 0	%	里及圧/0

六 浓度示值误差

标准值	仪器测量		仪器测量值 平均值		示值误差
7万1年1日	1	2	3	1 均阻	小祖 庆左

七 浓度示值重复性

标准值			仪器测	则 量 值			平均值	重复性
7小1庄1旦	1	2	3	4	5	6		里及江

附录 C

检定证书/检定结果通知书内页格式(参考)

C.1 检定证书/检定结果通知书第2页式样

14 .) . 19 17 13 13 37		书编号:××××—××		
检定机构授权说	,明			
检定所依据的技	术文件(代号、	名称)		
检定环境条件及				
	.>1,111			
温度:	${}^{\mathbb{C}}$	地点:		
湿度:	%RH	其他:		
检定使用的计量	标准器			
たまた	加具共田	不确定度/准确	计量标准器证	去杂地方
名称	测量范围	度等级/最大允 许误差	书编号	有效期至

C.2 检定证书/检定结果通知书检定结果页式样

C.2.1 检定证书第3页式样

证书编号: xxxx—xxxx

检定结果

序号	计量性能	检定结果
1	外观与常规检查	
2	仪器零点漂移	
3	波长误差	
4	透射比示值误差	
5	透射比重复性	
6	浓度示值误差	
7	浓度示值重复性	

(以下空白)

第×页 共×页

C.2.2 检定结果通知书第 3 页式样

证书编号: ××××—××××

检定结果

序号	计量性能	检定结果
1	外观与常规检查	
2	仪器零点漂移	
3	波长误差	
4	透射比示值误差	
5	透射比重复性	
6	浓度示值误差	
7	浓度示值重复性	

检定结果不合格项:

(以下空白)

第×页 共×页

中华人民共和国地方计量检定规程 地方计量检定规程 光电比色法甲醛测定仪 JJG(粤)025—2023 广东省市场监督管理局发布