

# 中华人民共和国国家计量技术规范

JJF XXXX-202X

## 便携式废气 VOCs 采样器校准规范

Calibration Specification for Portable Volatile Organic Compounds Samplers

(征求意见稿)

XXXX - XX - XX 发布

XXXX - XX - XX 实施

国家市场监督管理总局 发布

# 便携式废气 VOCs 采样器 校准规范

JJF XXX—XXXX

Calibration Specification for Portable

Volatile Organic Compounds Samplers

归口单位：全国生态环境监管专用计量测试技术委员会

主要起草单位：青岛市计量技术研究院

中国计量科学研究院

青岛市标准化研究院

参加起草单位：

上海市环境监测中心

山西省环境监测中心站

青岛崂应海纳光电环保集团有限公司

本规范委托全国生态环境监管专用计量测试技术委员会负责解释

**本规范主要起草人：**

刘巍（青岛市计量技术研究院）

宋述古（青岛市计量技术研究院）

张文阁（中国计量科学研究院）

王婷（青岛市标准化研究院）

**参加起草人：**

陈晓婷（上海市环境监测中心）

呼东峰（山西省环境监测中心站）

陈仲辉（青岛崂应海纳光电环保集团有限公司）

# 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
4.1 环境条件.....	2
4.2 测量标准及其他设备.....	2
5 校准项目和校准方法.....	2
5.1 大气压示值误差.....	3
5.2 流量计前温度示值误差.....	3
5.3 取样管加热温度示值误差.....	3
5.4 制冷温度示值误差.....	3
5.5 流量示值误差.....	4
5.6 流量重复性.....	4
5.7 流量稳定性.....	5
5.8 流量计前压示值误差.....	5
5.9 计时误差.....	6
5.10 负载能力.....	6
6 校准结果表达.....	7
7 复校时间间隔.....	7
附录 A 流量示值误差的不确定度评定示例.....	14
附录 B 便携式废气 VOCs 采样器校准原始记录格式.....	17
附录 C 校准证书（内页） 参考格式.....	19

# 引 言

JJF 1071-2010《国家计量校准规范编写规则》、JJF 1059.1-2012《测量不确定度评定与表示》和 JJF 1001-2011《通用计量术语及定义》等共同构成支撑本规范的基础性系列标准。

本规范参考了 HJ 734-2014《固定污染源废气挥发性有机物的测定固相吸附-热脱附/气相色谱-质谱法》等标准中的内容。

本规范为首次发布。

# 便携式废气 VOCs 采样器校准规范

## 1 范围

本规范适用于采样流量范围在 (10~200) mL/min，使用吸附管采集固定污染源废气 VOCs 采样器的校准。

## 2 概述

便携式废气 VOCs 采样器（以下简称采样器）主要用于采集固定污染源废气中挥发性有机物。其工作原理是采样泵将挥发性有机物采集到装有活性炭、Tenax 等吸附管中，通过测量控制单元来控制 and 测量采样体积，最终达到定量采集的目的。

采样器一般由采集单元（如过滤网、加热管路、冷却除湿、吸附管）、测量控制单元（流量传感器、温度传感器、采样泵等）、数据处理单元和显示单元组成。采样器结构示意图如图 1 所示。

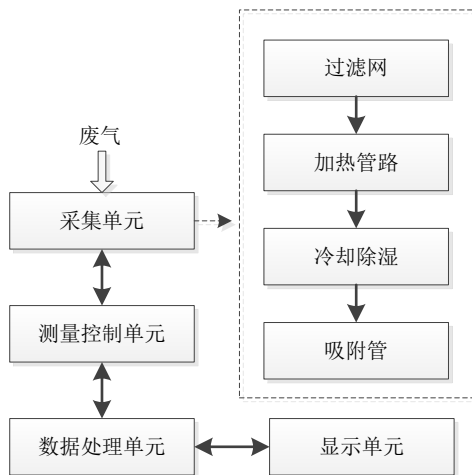


图 1 采样器结构示意图

## 3 计量特性

采样器的计量特性见表 1。

表 1 计量特性

校准项目	计量特性要求
大气压示值误差	±500 Pa

流量计前温度示值误差	$\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$
取样管加热温度示值误差*	$\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$
制冷温度*	$\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$
流量计前压力示值误差	$\pm 500\text{ Pa}$
流量示值误差	$\pm 5\%$
流量重复性	$\leq 2\%$
流量稳定性	在 1 h 内的采样流量变化 $\leq 5\%$
计时误差	$\pm 2\text{ s}$
负载能力	负载 20 kPa, 采样流量变化不超过 $\pm 5\%$
*没有此功能的仪器, 此项不做校准要求。	

注: 以上所有指标不是用于合格性判别, 仅供参考。

## 4 校准条件

### 4.1 环境条件

- 4.1.1 环境温度:  $(10\sim 35)\text{ }^{\circ}\text{C}$ ;
- 4.1.2 相对湿度:  $\leq 85\%$ ;
- 4.1.3 电源电压: AC  $(220\pm 22)\text{ V}$ ,  $(50\pm 0.5)\text{ Hz}$ ;
- 4.1.4 无明显的电磁干扰、无明显的机械振动。

### 4.2 测量标准及其他设备

#### 4.2.1 流量标准装置

流量标准装置的测量范围应满足被校采样器的要求, 最大允许误差为 $\pm 1.5\%$ 。

- 4.2.2 电子秒表: 分辨力 0.01 s, 最大允许误差为 $\pm 0.10\text{ s/h}$ 。
- 4.2.3 铠装热电偶: 测量范围  $(0\sim 150)\text{ }^{\circ}\text{C}$ , 最大允许误差为 $\pm 1.5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。
- 4.2.4 温度计: 范围  $(0\sim 50)\text{ }^{\circ}\text{C}$ , 最大允许误差为 $\pm 0.5\text{ }^{\circ}\text{C}$ ;
- 4.2.5 气压表: 测量范围  $(860\sim 1060)\text{ hPa}$ , 补充修正值不超过 $\pm 2.5\text{ hPa}$ 。
- 4.2.6 数字压力计: 压力测量范围至少包含  $(-20\sim 20)\text{ kPa}$ , 准确度等级优于 0.5 级。

## 5 校准项目和校准方法

### 5.1 大气压示值误差

将采样器和气压表置于同一环境中 1 h 后达到平衡，分别记录采样器的显示值  $P$  和气压表的显示值  $P_s$ 。按公式 (1) 计算大气压示值误差  $\delta_P$ 。

$$\delta_P = P - P_s \cdots \cdots \cdots (1)$$

式中：

$\delta_P$ —大气压示值误差，Pa；

$P$ —采样器的大气压显示值，Pa；

$P_s$ —气压表显示值，Pa。

### 5.2 流量计前温度示值误差

将采样器温度感应探头和温度计置于同一环境中 1 h 后，启动采样器，进入采样状态，分别记录采样器的显示值流量计前温度和温度计的显示值。按公式 (2) 计算流量计前温度示值误差。

$$\delta_T = T - T_s \cdots \cdots \cdots (2)$$

式中：

$\delta_T$ —环境温度示值误差，℃；

$T$ —采样器的环境温度显示值，℃；

$T_s$ —温度计显示值，℃。

### 5.3 取样管加热温度示值误差

设置采样器加热温度为 120℃ 或者默认加热温度，待显示达到加热温度稳定后，将铠装热电偶插入采样管大于或者等于其有效长度的 1/2 处，待温度示数稳定后，连续读取测量温度 3 次，取其平均值，利用公式 (3) 计算取样管加热温度示值误差。

$$\delta_{Th} = T_h - \overline{T_{hs}} \cdots \cdots \cdots (3)$$

式中：

$\delta_{Th}$ —取样管加热温度示值误差，℃；

$T_h$ —采样器显示加热温度值，℃；

$\overline{T_{hs}}$ —铠装热电偶 3 次测量平均值，℃。

### 5.4 制冷温度示值误差



设置采样器制冷温度为 2℃或采样器默认制冷温度，待显示达到制冷温度，用温度计测量出口样气温度，待数值稳定后，连续读取 3 次温度测量值，取其平均值，利用公式（4）计算制冷温度示值误差。

$$\delta_r = T_r - T_{rs} \dots \dots \dots (4)$$

式中：

$\delta_r$ ——制冷温度示值误差，℃；

$T_r$ ——采样器设定制冷温度，℃；

$T_{rs}$ ——温度计 3 次测量平均值，℃。

### 5.5 流量示值误差

按照采样器正常采样要求，连接好整个管路，将流量标准装置与采样器进气口连接，将采样器流量分别调至满量程的 20%、50%和 80% 3 个流量点或者用户需求采样流量点，待采样器运行稳定后，读取流量标准装置的流量示值，每个流量点重复测量 3 次，取 3 次平均值，按公式（5）计算流量示值误差。

$$\delta_Q = \frac{Q_y - \bar{Q}}{\bar{Q}} \times 100\% \dots \dots \dots (5)$$

式中：

$\delta_Q$ ——流量示值误差，%；

$\bar{Q}$ ——流量标准装置 3 次测量结果的平均值，mL/min；

$Q_y$ ——被校采样器显示的工况流量，mL/min。

### 5.6 流量重复性

设置采样器流量为满量程的 50%或者用户需求采样流量点，启动采样，待流量示值稳定后，读取流量标准器示值。按照上述步骤重复独立连续测量 6 次，按公式（6）计算流量重复性。

$$s_R = \frac{1}{\bar{Q}} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (Q_i - \bar{Q})^2}{n-1}} \times 100\% \dots \dots \dots (6)$$

式中：

$s_R$ ——流量重复性，%；

$Q_i$ ——第  $i$  次的流量标准装置测量结果，mL/min；

$\bar{Q}$ —流量标准装置测量结果的平均值, mL/min;

$n$ —测量次数。

### 5.7 流量稳定性

设置采样器流量为满量程 50% 或者用户需求采样流量点, 启动采样, 待流量稳定后读取流量标准器的采样流量作为初始流量, 以后每隔 20 min 读取一个数据, 连续测试 1h, 取流量测试最大值和最小值, 按公式 (7) 计算流量稳定性。

$$W = \frac{Q_{\max} - Q_{\min}}{Q_0} \times 100\% \dots \dots \dots (7)$$

式中:

$W$ —流量稳定性, %;

$Q_{\max}$ —流量标准装置测量结果的最大值, mL/min;

$Q_{\min}$ —流量标准装置测量结果的最小值, mL/min;

$Q_0$ —采样器的初始流量值, mL/min。

### 5.8 流量计前压示值误差

在吸附管采样管路中, 分别接入三通连接管、数字压力计和调节阀, 连接管路见图 2, 通过调节阀和数字压力计调节管路负载压力。

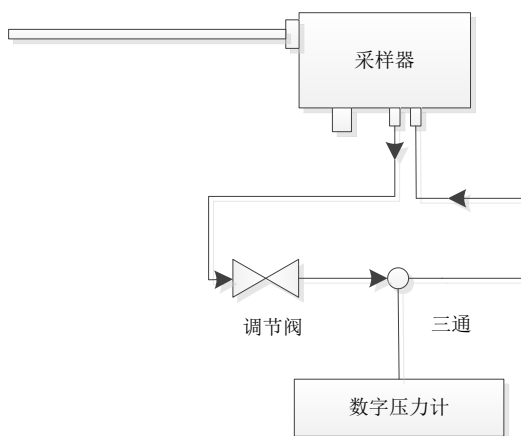


图 流量计前压力示值误差校准气路连接示意图

设置采样器为最大流量的 50% 或者用户需求采样流量点, 启动采样, 调节阀处于全开状态, 分别读取采样器和数字压力计的初始压力值, 然后通过调节阀使管路产生负压, 选择 -1kPa, -2kPa, -5kPa 三个点作为流量计前压力校准点, 待压力稳定后, 同时读取数字压力计和采样器的流量计前压示值, 按照公式 (8) 计算流量计前压力示值误差。

$$\Delta P = (P - P_0) - (P_s - P_{s0}) \dots \dots \dots (8)$$

式中:

$\Delta P$ —流量计前压力示值误差, kPa;

$P$ —采样器流量计前压力值, kPa;

$P_0$ —采样器流量计前压力初始值, kPa。

$P_s$ —数字压力计的显示值, kPa;

$P_{s0}$ —数字压力计的初始值, kPa。

### 5.9 计时误差

将采样器的采样时间设置为 10 min。同时启动秒表和采样器, 待采样器到达设定时间时, 停止计时, 记录秒表最后显示时间, 按公式 (9) 计算计时误差。

$$\delta_t = t_1 - t_2 \dots \dots \dots (9)$$

式中:

$\delta_t$ —计时误差, s;

$t_1$ —采样器的采样时间设定值, s;

$t_2$ —秒表显示时间, s。

### 5.10 负载能力

在标准流量计连接到采样器入口端, 在吸附管采样管路中, 分别接入三通连接管、数字压力计和调节阀, 调节阀处于全通状态, 连接示意图如图所示。

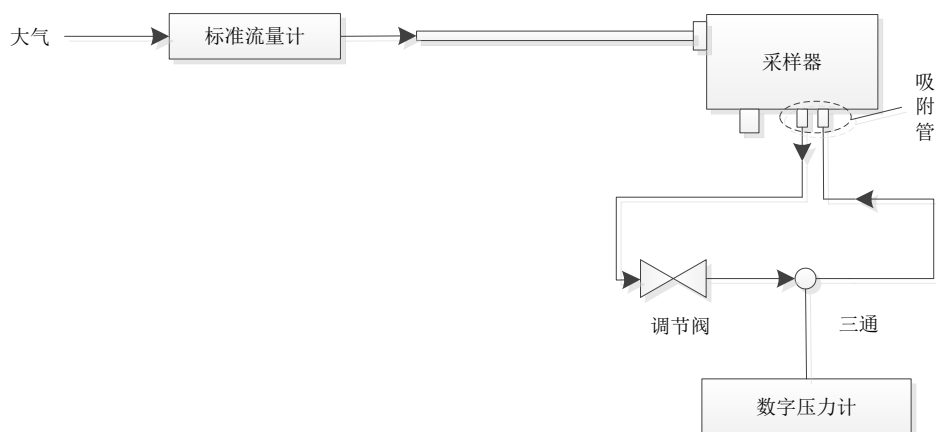


图 负载能力校准气路连接示意图

设置采样器流量为 50mL/min 或者用户需求采样流量点, 启动采样器, 待采样器流量稳定后记录流量标准装置流量测得值, 调节调节阀, 逐渐施加阻力增加到 20kPa $\pm$ 1kPa, 使用数字压力计进行测量。待流量稳定后, 读取流量标准装置流量测得值, 施加阻力前和施加阻力后均连续读取 3 次, 分别计算其平均值。按公式 (10) 计算流量变化量即为

负载能力。

$$B = \frac{\overline{Q_1} - \overline{Q_2}}{Q_0} \times 100\% \dots \dots \dots (10)$$

式中：

$B$ —采样器的负载能力，%；

$Q_0$ —采样器的设定流量值，mL/min；

$\overline{Q_1}$ —施加阻力前流量标准装置测得值，mL/min；

$\overline{Q_2}$ —施加阻力后流量标准装置测得值，mL/min。

## 6 校准结果表达

校准结果应在校准证书上反映。校准证书应至少包括以下信息：

- 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) 证书或报告的唯一性标识（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和应用有关时，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) 对校准规范偏离的说明；
- n) 校准证书签发人的签名、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

建议复校时间间隔一般不超过 1 年，如果采样器经维修、更换重要部件或对采样器性能有怀疑时，应随时校准。

由于复校时间间隔的长短是由采样器的使用情况、使用者、采样器本身质量等诸因素所决定的，因此，送校单位也可根据实际使用情况自主决定复校时间间隔。

## 附录 A

### 流量示值误差的不确定度评定示例

#### A.1 概述

便携式废气 VOCs 采样器（以下简称采样器）主要用于采集固定污染源废气中挥发性有机物。因此采样体积是参与计算废气中 VOCs 浓度的关键参数，因此校准结果的不确定度评定主要是针对流量示值误差测量结果的不确定度。

仪器在正常采样要求下，连接好整个管路，将流量标准装置与采样器进气口连接，将采样器流量分别调至满量程的 20%、50% 和 80% 3 个流量点或者用户需求采样流量点，待采样器运行稳定后，读取流量标准装置的流量示值，每个流量点重复测量 3 次，取 3 次平均值，计算流量示值误差。

#### A.2 测量模型

$$\delta_Q = Q_y - \bar{Q} \dots\dots\dots (A.1)$$

式中：

$\delta_Q$ —流量示值误差，%；

$\bar{Q}$ —流量标准装置测量结果的平均值，mL/min；

$Q_y$ —被校采样器显示的工况流量，mL/min。

#### A.3 不确定度评定

根据式 (A.1)，流量示值误差的不确定度来源主要包括：被校采样器流量测量值引入的不确定度分量和流量标准装置引入的不确定度分量。被校采样器流量测量值引入的不确定度分量主要由被校采样器的测量重复性和被校采样器的读数分辨率引入。流量标准装置引入的不确定度分量主要来源于流量标准装置的溯源证书。

利用不确定度传播律，得到输出量的合成不确定度与输入量的标准不确定度模型方程：

由一般合成方程：
$$u_c^2(y) = \sum \left( \frac{\partial f}{\partial x_i} \right)^2 u^2(x_i)$$
，同时  $\bar{Q}$  和  $Q_y$  相互独立，故有：
$$u_c(\delta_Q) = \sqrt{c_1^2 u^2(\bar{Q}) + c_2^2 u^2(Q_y)}$$

其中： $c_1 = 1$ ， $c_2 = -1$

50mL/min 是便携式废气 VOCs 采样器典型的采样流量，下面以 50mL/min 为示例对流量示值误差的不确定度进行评定。

#### A.4 不确定度分量的评定

##### A.4.1 被校监测仪流量测量值引入的不确定度分量 $u(Q_y)$

##### A.4.1.1 被校监测仪流量测量重复性引入的不确定度 $u_1(Q_y)$ :

属于不确定度 A 类评定：测量重复性可以通过计算 10 次测量平均值的相对标准偏差得到，选择工作点流量 50mL/min，得到如下数据：（单位 mL/min）

测量次数	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
测量值	49.9	49.7	49.7	49.8	49.7	49.8	49.8	49.9	49.9	49.9

计算得：

$$s = 0.0876 \text{ mL/min}$$

实际测量中，3 次测量平均值引入的不确定度为：

$$u_1(Q_y) = \frac{s}{\sqrt{3}} = 0.0506 \text{ mL/min}$$

##### A.4.1.2 被校监测仪流量分辨率引入的示值误差 $u_2(Q_y)$ :

属于不确定度 B 类评定：被校监测仪流量分辨率为 0.1mL/min，估读误差为 1/2 分度值，按均匀分布，可靠性为 25%：

$$u_2(Q_y) = \frac{0.01}{\sqrt{3}} \times \frac{1}{2} = 0.029 \text{ mL/min}$$

$u_2(Q_y)$  小于  $u_1(Q_y)$ ，故可以忽略。

$$u(Q_y) = u_1(Q_y) = 0.0506 \text{ mL/min}$$

##### A.4.2 流量标准装置引入的不确定度分量 $u(\bar{Q})$

属于不确定度 B 类评定：流量标准装置引入的不确定度分量由标准器计量溯源证书给出。

根据流量计标准器计量特性要求：在流量范围内，满足  $U_{\text{rel}} = 1.5\%$ ， $k = 2$ ；

$$u(\bar{Q}) = \frac{U_{\text{rel}}}{2} \times 50 = 0.375 \text{ mL/min}$$

#### A.5 合成不确定度

根据不确定度合成公式：

$$u(\Delta Q) = \sqrt{u^2(Q_y) + u^2(\bar{Q})} = \sqrt{(0.0506)^2 + (0.375)^2} = 0.38$$

A.6 扩展不确定度

当包含因子  $k=2$  时，流量示值误差的扩展不确定度  $U$  为：

$$U = 2 \times u(\Delta Q) = 0.76 \text{ L/min}$$

‘，





--	--	--	--	--	--	--	--	--

5. 流量稳定性

测量时间	0min	10min	20min	30min	稳定性
实测值(mL/min)					

6. 流量计前压力示值误差，采样流量为\_\_\_\_mL/min

采样器流量计前压 (kPa)		数字压力计的显示值 (kPa)		示值误差 (kPa)
初始值	显示值	初始值	显示值	

7. 计时误差

采样时间设定值/s	采样时间实测值/s	示值误差/s
600		

8. 负载能力，流量设定值：\_\_\_\_ mL/min

流量示值(mL/min)	测得值(mL/min)			平均值(mL/min)	负载能力 (%)
	1	2	3		
施加阻力前					
施加__kPa 阻力					

校准员：\_\_\_\_\_ 核验员：\_\_\_\_\_ 校准日期：\_\_\_\_\_

附录 C

校准证书（内页） 参考格式

校准结果

校准项目	校准结果
大气压示值误差	
流量计前温度示值误差	
取样管加热温度示值误差*	
制冷温度*	
流量计前压力示值误差	
流量示值误差	
流量重复性	
流量稳定性	
计时误差	
负载能力	

测量结果不确定度：

以下空白