甲醛·氨测定仪
校准规范

JJF（鄂）55－2019

Calibration Specification for
Formaldehyde & Ammonia Analyzer

归 口 单 位：湖北省市场监督管理局

主要起草单位：湖北省计量测试技术研究院

本规范委托湖北省计量测试技术研究院负责解释

本规范主要起草人：

赵四海（湖北省计量测试技术研究院）

陈　康（湖北省计量测试技术研究院）

简　艳（湖北省计量测试技术研究院）

孙现超（湖北省计量测试技术研究院）

参加起草人：

秦家宝（湖北方圆环保科技有限公司）

目 录

引言 ..... （II）
1 范围 ..... （1）
2 引用文件 ..... （1）
3 概述 ..... （1）
4 计量特性 ..... （1）
5 校准条件 ..... （2）
5.1 环境条件 ..... （2）
5.2 标准物质 ..... （2）
5.3 显色试剂 ..... （2）
5.4 其它设备 ..... （2）
6 校准项目和校准方法 ..... （3）
6.1 校准前检查 ..... （3）
6.2 零点漂移 ..... （3）
6.3 示值误差 ..... （3）
6.4 重复性 ..... （4）
6.5 示值稳定性 ..... （4）
7 校准结果表达 ..... （5）
8 复校时间间隔 ..... （6）
附录 A 校准甲醛酚试剂的配制方法 ..... （7）
附录 B 校准氨纳氏试剂的配置方法 ..... （8）
附录 C 甲醛·氨测定仪校准记录参考格式 ..... （10）
附录 D 校准证书内页格式（供参考） ..... （13）
附录 E 甲醛·氨测定仪示值误差测量结果不确定度评定 ..... （14）

引　言

本规范以JJF 1071-2010《国家计量校准规范编写规则》、JJF 1001-2011《通用计量术语及定义》和JJF 1059.1-2012《测量不确定度评定与表示》为基础性规范进行制定。

本规范的制定中，参照了 GB/T 18204.2-2014 《公共场所卫生检验方法 第 2 部分：化学污染物》（Examination methods for public places—Part 2：Chemical pollutants）7.2 酚试剂分光光度法测甲醛和 8.2 纳氏试剂分光光度法测氨、GB50325-2010《民用建筑工程室内环境污染控制规范》的部分内容。附录 A、B 为资料性附录，附录 C、D、E 为规范性附录。

本规范为首次发布。

甲醛·氨测定仪校准规范

1 范围

本规范适用于量程为（0～0.40）mg/L 甲醛[空气中甲醛（0～0.20）mg/m³（在吸收液 5mL，采样体积 10L 条件下）]和（0～2.00）mg/L 氨[空气中氨（0～2.0）mg/m³（在吸收液 10mL，采样体积 10L 条件下）]甲醛·氨测定仪的校准。

本校准方法仅适用于酚试剂分光光度法测甲醛含量和（或）纳氏试剂分光光度法测氨含量的这一类的甲醛和（或）氨测定（分析）仪。

2 引用文件

JJG 179-1990 滤光光电比色计检定规程

GB 50325-2010 民用建筑工程室内环境污染控制规范

GB/T 18204.2-2014 公共场所空气中甲醛和氨测定方法

凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本规范。

3 概述

甲醛·氨测定仪是一种便携式现场测定水中或空气中甲醛和氨的仪器，它主要由光源、光准直单元、比色室、信号检测传输系统和数据处理显示系统等部分组成。

测量甲醛的原理是甲醛与酚试剂反应生成嗪，嗪在酸性溶液中被高铁离子氧化成蓝绿色化合物，在 620nm 波长处有特征吸收；测量氨的原理是在碱性溶液中，氨与纳氏试剂反应生成黄色化合物，在 420nm 波长处有特征吸收。根据朗伯-比尔定律，当一束单色平行光通过有色的溶液时，一部分光能被溶液吸收，若液层厚度不变，光能被吸收的程度与溶液中有色物质的浓度成正比，通过光电检测装置将光信号转换为电信号，经过微处理器后，显示甲醛和氨的含量。

4 计量特性

甲醛·氨测定仪主要计量性能指标见表 1。

表 1　甲醛·氨测定仪主要计量性能指标

计量性能	性能指标
零点漂移	甲醛：≤0.01mg/L
	氨：≤0.05 mg/L
示值误差	甲醛　MPE：±10%
	氨　MPE：±10%
重复性	甲醛：≤4%
	氨：≤4%
示值稳定性（30min）	甲醛：≤5%
	氨：≤5%
注：以上计量特性要求仅供参考，不作为判定依据。	

5　校准条件

5.1　环境条件

5.1.1　环境温度：（10～35）℃；相对湿度：（15～85）%；

5.1.2　电源：（220±22）V，频率：（50±1）Hz；

5.1.3　仪器室内不得有强烈的机械振动和电磁干扰，室内应清洁干净，无影响仪器正常工作的杂散光。

5.2　标准物质

经国家计量行政部门批准的有证标准物质：

水中甲醛溶液标准物质：相对扩展不确定度不大于 2%（k=2）；

水中氨溶液标准物质：相对扩展不确定度不大于 2%（k=2）；

5.3　显色试剂

测甲醛用试剂：酚试剂（MBTH）、硫酸铁铵溶液、超纯水，应使用分析纯试剂配制，配制方法见附录 A（或按仪器厂家说明书）。

测氨用试剂：稀硫酸溶液、钠氏试剂、无氨水，应使用分析纯试剂配制，配制方法见附录 B（或按仪器厂家说明书）。

5.4　其它设备

5.4.1　容量瓶、分度吸管、单标线吸管等玻璃量器：A 级。

5.4.2 电子秒表：分度值不大于 0.1s。

5.4.3 天平：测量范围（0～200）g，最小分度值不大于 0.1mg。

6 校准项目和校准方法

6.1 校准前检查

甲醛·氨测定仪的外观用目测法检查，仪器应有下列标识：厂名或注册商标、仪器名称、型号与出厂编号、制造年月等。

仪器应能平稳放置在平台上，各紧固件均应紧固良好，各调节旋钮、按键和开关均能正常工作，显示单元显示结果应清晰完整。

6.2 零点漂移

将仪器各参数调至正常工作状态，通电运行 20min 后，设置仪器在标准状态下（101.3kPa，0℃），用超纯水调整好零点 T_o，持续观测 30min，每隔 5min 记录仪器示值 T_i，按公式（1）计算零点漂移△T_i，取绝对值最大的△T_i 为仪器零点漂移。

$$\Delta T_i = T_i - T_0 \tag{1}$$

6.3 示值误差

将仪器各参数调至正常工作状态，通电运行 20min 后，分别对甲醛和氨进行校准。

6.3.1 甲醛

在仪器（0～0.40）mg/ L测量范围内均匀选取 4 个测量点，配制 0.10 mg/ L、0.20 mg/ L、0.30 mg/ L、0.40 mg/ L系列标准溶液，加入配套显色试剂，待显色反应完成后放入仪器中进行测量，每个测量点分别显色，独立测量 3 次，得到测量值C_i，求取平均值$\overline{C_i}$，按公式（2）计算示值误差ΔC。

$$\Delta C = \frac{\overline{C_i} - C_o}{C_o} \times 100\% \tag{2}$$

式中：

ΔC——相对示值误差，%；

$\overline{C_i}$——3 次测量的算术平均值，mg/ L；

C_o——配制的标准溶液标称值，mg/ L。

6.3.2 氨

在仪器（0～2.00）mg/L 测量范围内均匀选取 4 个测量点，配制 0.50 mg/L、1.00 mg/L、1.50 mg/L、2.00 mg/L 标准溶液，加入配套显色试剂，待显色反应完成后放入仪器中进行测量，每个测量点分别显色，独立测量 3 次，得到测量值 C_i，求取平均值 $\overline{C}_i$，按公式（2）计算示值误差 ΔC。

6.4 重复性

6.4.1 甲醛

选取浓度为 0.20mg/L 的甲醛标准溶液，在满足 6.2 的条件下，加入配套显色试剂，待反应完成后重复测定 7 次，并按公式（3）计算，得到仪器的重复性。

$$RSD = \frac{1}{\overline{C}}\sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n}(C_i-\overline{C})^2}{n-1}}\times 100\% \qquad (3)$$

式中：

RSD——标准溶液重复性，%；

C_i——第 i 次的示值，mg/L；

$\overline{C}$——测量平均值, mg/L；

n—— 测量次数。

6.4.2 氨

选取浓度为 1.00mg/L 的氨标准溶液，在满足 6.2 的条件下，加入配套显色试剂，待反应完成后重复测定 7 次，并按公式（3）计算，得到仪器的测量重复性。

6.5 示值稳定性

6.5.1 甲醛

选取浓度为 0.40mg/L 的甲醛标准溶液，在满足 6.2 的条件下，加入配套显色试剂，待反应完成后放入仪器中进行测量，记录仪器初始测量值 C_D，以后每隔 5min 记录仪器示值 C_{Di}，持续观测 30min，按式（4）计算示值稳定性，取绝对值最大的 $\triangle C_D$ 为仪器示值稳定性。

$$\Delta C_D = \frac{C_{Di}-C_D}{C_D}\times 100\% \qquad (4)$$

式中：

$\triangle C_D$——仪器示值稳定性，%；

C_{Di}——仪器第 i 次测量值，mg/L；

C_D——仪器初始示值，mg/L。

6.5.2 氨

选取浓度为 2.00mg/L 的氨标准溶液，在满足 6.2 的条件下，加入配套显色试剂，待反应完成后放入仪器中进行测量，记录仪器初始测量值 C_D，以后每隔 5min 记录仪器示值 C_{Di}，持续观测 30min，按式(4)计算示值稳定性，取绝对值最大的 $\triangle C_D$ 为仪器示值稳定性。

7 校准结果表达

根据校准结果，发校准证书，所有校准项目及其结果均应在证书中反映。原始数据格式见附录 C。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；

d）证书的唯一性标识（如证书编号）、页码及总页数的标识；

e）客户的名称和地址；

f）被校对象的描述和明确标识（如型号、编号及制造单位）；

g）校准日期，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，包括名称和代号；

j）校准所用测量标准的溯源性及有效性说明（如本次校准所用主要测量设备的名称、型号、编号、准确度等级或不确定度或最大允许误差、证书编号及有效期）；

k）校准环境的描述；

l）校准结果及其测量不确定度的说明（不确定度评定方法参照附录E，证书内页格式参照附录D）；

m）对校准规范偏离的说明（若有）；

n）校准证书签发人的签名、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说明。

8 复校时间间隔

建议复校时间间隔不超过1年。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的，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。

附录 A

校准甲醛酚试剂的配制方法

校准过程中所使用的显色试剂的配置方法如下：

本方法中所用试剂为分析纯，用于配制溶液的水为超纯水。

A.1 酚试剂

吸收原液（1.0 g/L）：称量0.10g酚试剂[$C_6H_4SN(CH_3)C{:}NNH_2{\cdot}HCL$，简称MBTH]，加水定容至100mL。放冰箱中保存，此溶液有效期为3d。

吸收液：量取吸收原液5mL，加水定容至100mL，即为吸收液，使用前配制。

A.2 硫酸铁铵溶液配制(10.0g/L）

称取1.0g硫酸铁铵，用0.1mol/L盐酸溶解，并定容到100mL。

A.3 标准工作溶液的配制

标准物质：GBW(E)082266 水中甲醛标准物质，标准值为 100mg/L，扩展不确定度为 2%（k=2）。

取 10 mL 水中甲醛标准物质注入 100mL 容量瓶，用高纯水定容至 100mL，制成 10mg/L 甲醛标准储备溶液。

取 10 mL 浓度值为 10mg/L 甲醛标准储备溶液注入 100ml 容量瓶，加入 5mL 吸收液，用超纯水定容至 100mL，放置 30min 后，制成 1mg/L 甲醛标准工作溶液。此溶液用于配制标准系列溶液，有效期为 24h。

A.4 甲醛标准系列溶液的配制

取 10mL 标准具塞比色管，按表 A1 制备甲醛标准系列溶液。

表 A1 甲醛标准系列溶液

管号 / 项目	0	1	2	3	4
甲醛标准工作溶液（mL）	0	0.5	1.0	1.5	2.0
吸收液（mL）	5.0	4.5	4.0	3.5	3.0
甲醛含量（mg/L）	0.0	0.1	0.2	0.3	0.4

在各管中加入 0.4mL 硫酸铁铵溶液摇匀，放置 15min，显色后，即可使用。显色后的标准液不宜久放，应现配现用。

附录 B

校准氨纳氏试剂的配置方法

校准过程中所使用的显色试剂的配置方法如下：

本方法中所用试剂为分析纯，用于配制溶液的水为无氨水。

B.1 硫酸溶液(0.005 mol/L）

吸收母液：量取2.8mL浓硫酸加入水中，并稀释至1000mL。临时用时再稀释10倍。

B.2 酒石酸钾钠溶液配制(500 g/L）

称取50g酒石酸钾钠溶于100 mL水中，煮沸，使其约减少20 mL为止，冷却后，再用水定容至100mL。

B.3 钠氏试剂配制

称取17g二氯化汞溶解于300 mL水中，另称取35g碘化钾溶于100mL水中，然后将二氯化汞溶液缓慢加入碘化钾溶液中，直到形成红色沉淀不容为止。再加入600 mL氢氧化钠溶液(200 g /L）及剩余的二氯化汞溶液，将此溶液静置1d～2d，使红色浑浊物下沉，将上清液移入棕色瓶中，用橡皮塞塞紧保存备用。此溶液几乎无色。

B.4 标准工作溶液的配制

标准物质：GBW(E)082267 水中氨标准物质，标准值为 1000mg/L，扩展不确定度为 2%（k=2）。

取 1mL 水中氨标准物质注入 100mL 容量瓶，用吸收液定容至 100mL，制成 10mg/L 氨标准工作溶液。

B.5 氨标准系列溶液的配制

取 10mL 标准具塞比色管，按表 B1 制备氨标准系列溶液。

表 B1 氨标准系列溶液

管号 / 项目	0	1	2	3	4
氨标准工作溶液（mL）	0	0.5	1.0	1.5	2.0
吸收液（mL）	10	9.5	9.0	8.5	8.0
氨含量/mg/L	0.0	0.5	1.0	1.5	2.0

在各管中加入 0.1 mL 酒石酸钾钠溶液，再加入 0.5mL 钠氏试剂，混匀，室温下

放置 10min。显色后，即可使用。

显色后的标准液不宜久放，应现配现用。

以上内容仅为本文档的试下载部分，为可阅读页数的一半内容。如要下载或阅读全文，请访问：https://d.book118.com/268034113073006042