

# 便携式火焰离子化气体分析仪校准规范

归口单位：全国环境化学计量技术委员会

起草单位：北京市计量检测科学研究院

本规程委托全国环境化学计量技术委员会负责解释

本规程主要起草人：

参加起草人：

# 目 录

引 言 .....	II
1 范围 .....	1
2 引用文献 .....	1
3 概述 .....	1
4 计量特性 .....	2
5 校准条件 .....	2
5.1 环境条件.....	2
5.2 校准用计量器具及配套设备.....	3
6 校准项目和校准方法 .....	4
6.1 校准项目.....	4
6.2 仪器的调整.....	4
6.3 示值误差.....	4
6.4 重复性 .....	5
6.5 响应时间.....	5
6.6 分析周期.....	5
6.7 漂移 .....	6
6.8 转化效率.....	6
7 校准结果表达.....	7
8 复校时间间隔.....	8

# 引 言

本规范以 JJF1071-2010《国家计量校准规范编写规则》、JJF1001-2011《通用计量术语及定义》和 JJF1059.1-2012《测量不确定度评定与表示》为基础性系列规范进行制定。

本规范是按照 xxxX 中的技术要求和方法而进行制定的。

本规范为首次制定。

# 便携式火焰离子化气体分析仪校准规范

## 1 范围

本规范适用于检测器为火焰离子化原理，用于总烃或非甲烷总烃检测的便携式气体分析仪（以下简称仪器）的校准。

## 2 引用文献

本规范引用下列文献：

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

JJF 1059.1-2012 测量不确定度评定与表示

HJ 1012-2018 环境空气和废气 总烃、甲烷和非甲烷总烃便携式监测仪技术要求及检测方法。

使用本规范时，应注意使用上述引用文献的现行有效版本。

## 3 概述

火焰离子化检测器，又称氢焰离子化检测器，是利用有机物在氢气--空气火焰中产生离子化反应而生成许多离子对，在加有一定电压的两极间形成离子流。测量离子流的强度就可对该组分进行检测。火焰离子化检测器仅能用于分析含碳有机物，不适于分析惰性气体、空气及无机气体等。

便携式火焰离子化气体分析仪，主要由采样单元、检测单元和数据处理等单元组成，用于污染源或环境中总烃、非甲烷总烃或各种烃

类的检测。由于火焰离子化检测器对含碳有机物都有响应，如果不对所分析的有机物气体进行分离，测量得到的结果为总烃，在本规范中称为 A 型仪器；如果采用催化氧化原理，将除甲烷以外的其他有机化合物全部转化为二氧化碳和水，从而得到非甲烷总烃的，称为 B 型仪器；如果采用气相色谱原理将甲烷和其他有机物气体进行分离检测的，称为 C 型仪器。

#### 4 计量特性

校准项目	A 型	B 型	C 型
示值误差	±2%FS		
重复性	≤2%		
零点漂移	±2%FS/1h		
量程漂移	±2%FS/1h		
响应时间	≤10 s	/	
分析周期	/	≤120 s（非甲烷总烃）	
转化效率	/	≥95%	/

注：以上计量特性指标不适用于仪器合格性判断，仅供参考。

#### 5 校准条件

##### 5.1 环境条件

环境温度：（25 温度）℃；

相对湿度：≤85%；

大气压：（80~106）kPa；

供电电压：AC（220±22）V，（50±1）Hz。可使用直流电源。

应无影响仪器正常工作的电磁场和干扰气体。

## 5.2 校准用计量器具及配套设备

### 5.2.1 气体标准物质

采用与仪器所测气体种类相同的气体标准物质，当测量参数为总烃时，建议采用甲烷标准气体；当测量参数为非甲烷总烃时，建议采用甲烷丙烷混合标准气体；当测量转化效率时，采用丙烷标准气体。气体标准物质应为有证标物，扩展不确定度不大于 2%（ $k=2$ ）。如果采用气体稀释装置的，要求稀释后气体的扩展不确定度满足不大于 2%（ $k=2$ ）。

### 5.2.2 秒表

分度值不大于 0.1 s。

### 5.2.3 流量控制器

流量控制器由检定用流量计和旁通流量计组成，如图 1 所示，流量范围应不小于 500 mL/min，流量计的准确度级别不低于 4 级。

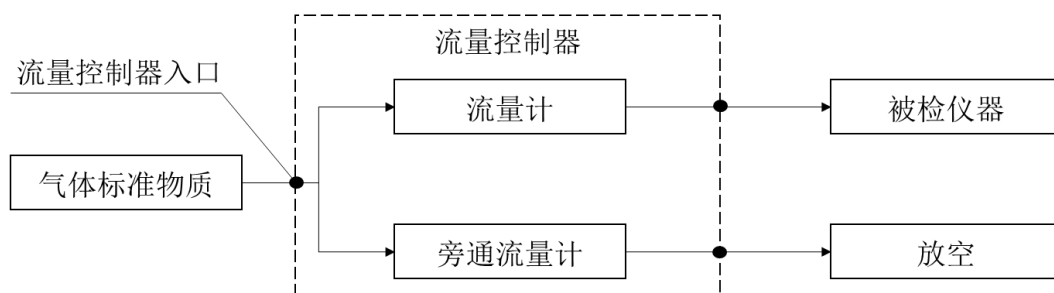


图 1 流量控制器示意图

#### 5.2.4 零点气体

清洁空气或氮气（氮气纯度不低于 99.99%）。

#### 5.2.5 减压阀和气路

使用与气体标准物质钢瓶配套的减压阀和不影响气体浓度的管路材料，例如聚四氟乙烯等。

### 6 校准项目和校准方法

#### 6.1 校准前准备

按要求连接好仪器管路，确保气体管路不漏气，作为载气的氮气、空气等气体充足，根据仪器使用说明书，开启仪器并调整到正常工作状态后进行校准。

#### 6.2 校准项目

##### 6.2.1 示值误差

分别通入浓度约为满量程的 20%，50%和 80%的气体标准物质。记录气体标准物质通入仪器后的稳定显示值，每种浓度连续重复测量 3 次，按式（1）计算仪器各浓度点的示值误差 $\Delta C$ ：

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

式中：

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

$C_s$ ——气体标准物质浓度值， $\mu\text{mol/mol}$ （ $\text{mg/m}^3$ ）；



$R$ ——待测仪器满量程值， $\mu\text{mol/mol}$  ( $\text{mg/m}^3$ )。

### 6.2.2 重复性

通入浓度约为满量程 50% 的气体标准物质，记录气体标准物质通入仪器后的稳定显示值  $C_i$ 。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  $s_r$ ：

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

式中：

$n$ ——测量次数 ( $n=6$ )；

$C_i$ ——仪器第  $i$  次测量的示值， $\mu\text{mol/mol}$  ( $\text{mg/m}^3$ )；

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

### 6.2.3 响应时间

先通入零点气体使仪器示值回到零点后，再通入浓度约为满量程 50% 的气体标准物质，待示值稳定后，读取仪器示值，撤去气体标准物质，待仪器回零后，再通入上述浓度的气体标准物质，同时启动秒表，待仪器显示值到达稳定示值的 90% 时停止计时，记录秒表读数。按上述方法重复测量 3 次，取 3 次测量结果的算术平均值作为仪器的响应时间。

### 6.2.4 分析周期

仪器分析周期指仪器连续运行时给出两组相邻测量结果之间的

时间间隔。

### 6.2.5 漂移

仪器的漂移包括零点漂移和量程漂移。

在正常工作条件下，通入零点气至仪器通电预热稳定后（对指针式的仪器将示值调到 5% 处），记录仪器显示值  $Z_0$ 。再通入浓度约为满量程 50% 的气体标准物质，读取稳定示值为  $S_0$ ，撤去标准气体。仪器连续运行 1 h，每间隔 15 min 重复上述步骤一次，并记录仪器的显示值  $Z_i$  和  $S_i$  ( $i=1, 2, 3, 4$ )。按式 (3) 计算零点漂移：

$$\Delta Z_i = \frac{Z_i - Z_0}{R} \times 100\% \quad (3)$$

式中：

$R$ ——待测仪器满量程值， $\mu\text{mol/mol}$ 。

取绝对值最大的  $\Delta Z_i$ ，作为仪器的零点漂移。

按式 (4) 计算量程漂移：

$$\Delta S_i = \frac{(S_i - Z_i) - (S_0 - Z_0)}{R} \times 100\% \quad (4)$$

式中：

$R$ ——待测仪器满量程值， $\mu\text{mol/mol}$  ( $\text{mg/m}^3$ )。

取绝对值最大的  $\Delta S_i$  为仪器的量程漂移。

### 6.2.6 转化效率

通入浓度约为满量程 50% 的丙烷标准气体，待数值稳定后记录示

值 3 次求得平均值，按公式（5）计算待测仪器的转化效率。

$$\eta = \frac{C}{D} \times 100\% \quad (5)$$

式中：

$\eta$ ——转化效率，%；

$C$ ——非甲烷总烃 3 次测量平均值， $\mu\text{mol/mol}$  ( $\text{mg}/\text{m}^3$ )；

$D$ ——丙烷气体浓度值， $\mu\text{mol/mol}$  ( $\text{mg}/\text{m}^3$ )。

## 7 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（如果不在实验室内进行校准）；
- 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，包括名称及代码；
- 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) 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；
- n) 校准结果仅对被校对象有效的声明；
- o) 未经实验室书面批准，不得部分复制证书或报告的声明。

## **8 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

## 便携式火焰离子化气体分析仪校准记录

送检单位 \_\_\_\_\_

仪器型号 \_\_\_\_\_ 测量范围 \_\_\_\_\_

制造厂商 \_\_\_\_\_ 仪器编号 \_\_\_\_\_

1 环境条件：温度 \_\_\_\_\_ °C 湿度 \_\_\_\_\_ %RH 其他 \_\_\_\_\_

2 本次测量所使用的主要计量器具

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

3 示值误差

标准气浓度值	实测值			平均值	示值误差
	1	2	3		

4 重复性

标准气体浓度值	实测值						重复性
	1	2	3	4	5	6	

5 响应时间/分析周期

标准气体浓度值	响应时间/分析周期			
	1	2	3	平均值

6 漂移

时间	0min	15min	30min	45min	60min
零点					
量程					
零点漂移：			量程漂移：		

7 转化效率

标准气体浓度值	实测值				转化效率 %
	1	2	3	平均值	

本次示值误差校准结果的相对扩展不确定度为 \_\_\_\_\_

校准员 \_\_\_\_\_ 核验员 \_\_\_\_\_

校准日期： \_\_\_\_年\_\_\_\_月\_\_\_\_日

附录 B

证书内页格式

校准项目	校准结果		
示值误差	标准值	仪器显示值	示值误差
重复性			
响应时间/分析周期			
零点漂移			
量程漂移			
转化效率			

本次示值误差校准结果的相对扩展不确定度为\_\_\_\_\_

## 附录 C

### 示值误差的测量结果不确定度

#### C.1 概述

C.1.1 校准方法：按照本规范对仪器进行校准。

C.1.2 环境条件：符合本规范规定的环境条件。

C.1.3 测量标准：GBW (E) 062709 空气中甲烷丙烷气体标准物质，浓度值为  $\text{CH}_4:80.11\mu\text{mol/mol}$ ,  $U_{\text{rel}}=1.0\%$  ( $k=2$ )，

$\text{C}_3\text{H}_8:34.81\mu\text{mol/mol}$ ,  $U_{\text{rel}}=1.0\%$  ( $k=2$ )。

C.1.4 被校仪器：便携式火焰离子化气体分析仪。测量范围：(0~200)  $\mu\text{mol/mol}$ 。

#### C.2 测量模型

示值误差测量模型：

$$\Delta C = \frac{\bar{C} - C_s}{C_s} \times 100\% \quad (\text{C.1})$$

式中：

$\Delta C$ ——示值误差，%；

$\bar{C}$ ——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， $\mu\text{mol/mol}$ 。

#### C.3 不确定度来源

影响示值测量不确定度的因素有：

——甲烷气体标准物质的定值不确定度；

——环境条件、人员操作和被校仪器等各种随机因素引入的不确定度。

## C.4 输入量的标准不确定度评定

### C.4.1 甲烷气体标准物质的定值不确定度引起的标准不确定度

$u_{\text{rel}}(C_S)$  的评定采用国家气体标准物质，其定值相对扩展不确定度为 1.5% 包含因子  $k=2$ 。则气体标准物质的定值不确定度引起的标准不确定度分量为：

$$u_{\text{rel}}(C_S) = \frac{1.0\%}{2} = 0.5\%$$

### C.4.2 输入量 $\bar{C}$ 的相对标准不确定度 $u_{\text{rel}}(\bar{C})$

由环境条件、人员操作和被校仪器等各种随机因素引入的相对标准不确定度，可采用 A 类评定。

对被校便携式火焰离子化气体分析仪，通入空气中甲烷丙烷混合标准气体，重复测量 6 次，按式 (C.2) 计算相对标准偏差，具体测量数据列于表 C.1。

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

表 C.1 各校准点 A 类评定结果

标准值 $\mu \text{ mol/mol}$	实测值						平均值	$s_r$
	1	2	3	4	5	6		
104.4	104.95	105.23	105.16	105.33	104.52	105.73	105.15	0.4%

选取最大的  $s_r$  为评定结果，即

$$s_r = 0.4\%$$

按本规范实际校准中，每个校准点重复测量 3 次，取算术平均值作为仪器示值，故



$$u_{\text{rel}}(\bar{C}) = \frac{s_r}{\sqrt{6} \cdot \sqrt{3}} = 0.09\%$$

### C.4.3 标准不确定度汇总

标准不确定度汇总于表 C.2。

表 C.2 标准不确定度一览表

标准不确定度分量符号	不确定度来源	相对标准不确定度
$u_{\text{rel}}(C_s)$	气体标准物质	0.5%
$u_{\text{rel}}(\bar{C})$	环境条件, 人员操作和被校仪器等各种随机因素引起的不确定度	0.09%

### C.5 合成标准不确定度

由测量模型:

$$\Delta C = \frac{\bar{C} - C_s}{C_s} \times 100\% = \left(\frac{\bar{C}}{C_s} - 1\right) \times 100\% \quad (\text{C.3})$$

有

$$u_{\text{crel}}(\Delta C) \approx \sqrt{u_{\text{rel}}^2(C_s) + u_{\text{rel}}^2(\bar{C})} = 0.51\%$$

### C.6 扩展不确定度

$$U_{\text{rel}} = k \times u_{\text{crel}}(\Delta C) = 1.1\% \quad (k=2)$$