

JJF

中华人民共和国国家计量技术规范

JJF XXX—202X

固定污染源激光氧气在线监测仪
校准规范

Calibration Specification for

Stationary Pollution Source Laser Oxygen Online Monitors

(征求意见稿)

****-**-** 发布

****-**-** 实施

国家市场监督管理总局 发布

固定污染源激光氧气在线监测仪
校准规范

Calibration Specification for Stationary

Pollution Source Laser Oxygen Online Monitors

JJF XXXX-XXXX

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：北京市计量检测科学研究院

鄂尔多斯市检验检测中心

参加起草单位：中环协（北京）认证中心

北京大方科技有限责任公司

杭州泽天春来科技股份有限公司

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：

张国城（北京市计量检测科学研究院）

冯 端（北京市计量检测科学研究院）

闫 续（北京市计量检测科学研究院）

王柏辉（鄂尔多斯市检验检测中心）

参加起草人：

马景赞（中环协（北京）认证中心）

韩敏艳（北京大方科技有限责任公司）

周 城（杭州泽天春来科技股份有限公司）

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)
4.1 示值误差	(1)
4.2 重复性	(1)
4.3 响应时间	(1)
4.4 报警功能	(1)
4.5 漂移	(2)
5 校准条件	(2)
5.1 校准环境条件	(2)
5.2 校准用计量器具及配套设备	(2)
6 校准项目和校准方法	(3)
6.1 校准前的准备	(3)
6.2 示值误差	(3)
6.3 重复性	(3)
6.4 响应时间	(3)
6.5 报警功能	(4)
6.6 漂移	(4)
7 校准结果	(4)
8 复校时间间隔	(5)
附录 A 校准记录格式	(6)
附录 B 校准证书的内容	(8)
附录 C 不确定度评定示例	(9)

引 言

JJF 1001《通用计量术语及定义》、JJF1071《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》共同构成本规范制定的基础性系列规范。

本规范的制定参考了 GB 12358-2024《作业场所环境气体检测报警仪器 通用技术要求》、GB/T 25476-2010《可调谐激光气体分析仪》、JJG 535-2004《氧化锆氧分析器》、JJG 662-2005《顺磁式氧分析器》、JJG 365-2008《电化学氧测定仪》等标准规范。

本规范为首次发布。

固定污染源激光氧气在线监测仪校准规范

1 范围

本规范适用于测量范围（0.1~25）%，基于可调谐半导体激光吸收光谱技术的固定污染源激光氧气在线监测仪的校准。其他测量范围的仪器可参照本规范校准。

2 概述

固定污染源激光氧气在线监测仪（简称“仪器”）主要用于固定污染源（如燃煤电厂、钢铁厂等）排放烟气中的氧气浓度的连续、实时监测，为污染物排放总量核算、折算以及燃烧过程优化控制提供关键数据。

仪器原理基于可调谐半导体激光吸收光谱技术，利用氧气分子对特定特征谱线的激光产生选择性吸收，通过精密测量激光穿过气体后的吸收强度变化，依据朗伯-比尔定律精确计算出烟气中的氧气浓度。该仪器通常由气体预处理系统（如采样探头、伴热管、过滤器等）、激光发射器、测量气室（或开放光程探头）、光电探测器、信号处理与显示/输出单元构成。

3 计量特性

3.1 示值误差

最大允许误差：±2 %FS。

3.2 重复性

≤1 %。

3.3 响应时间

泵吸式≤60 s，非接触式≤20 s。

3.4 漂移

零点漂移示值误差：±1 %FS。

量程漂移示值误差：±1 %FS。

4 校准条件

4.1 校准环境条件

4.1.1 环境温度：（0~40）℃。

4.1.2 环境相对湿度：≤85%。

4.1.3 工作环境应无影响仪器正常工作的电磁场及其他干扰气体。

4.2 校准用计量器具及配套设备

4.2.1 气体标准物质

国家计量行政部门批准的有证氮中氧气体标准物质(以下简称“标准气体”)的相对扩展不确定度应不大于 1% ($k=2$)。当采用气体稀释装置稀释时, 稀释后的标准气体, 其相对扩展不确定度不大于 1% ($k=2$)。

4.2.2 零点气体

高纯氮气(纯度 $\geq 99.999\%$)。

4.2.3 流量控制器

流量控制器由两个气体流量计组成。如图 1 所示。

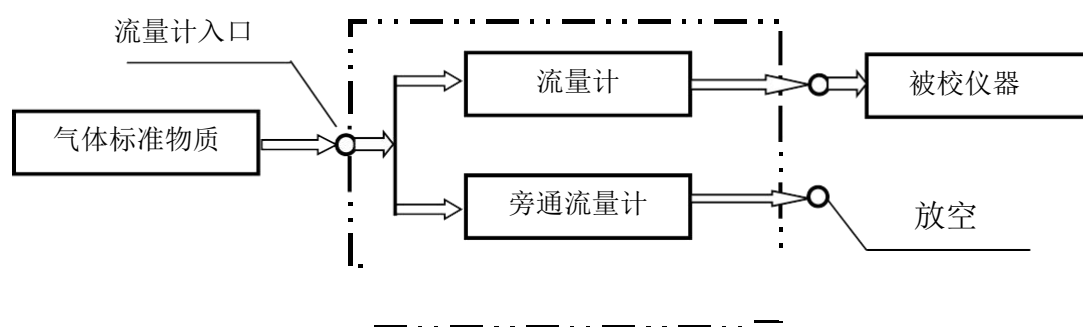


图 1 吸入式气路连接示意图

气体流量计：0~2 L/min，准确度等级不低于 4 级。

4.2.4 秒表

最大允许误差 ± 0.10 s/h。

5 校准项目和校准方法

5.1 校准前的准备工作

按照仪器使用说明书的要求对仪器进行预热, 预热稳定后, 按图 1 所示连接气体标准物质、流量计和被校仪器。校准吸入式仪器时, 必须保证旁通流量计有气体放出。校准扩散式仪器时, 不连接旁通流量计, 按照说明书的要求调节流量。如说明书中没有明确要求, 则流量一般控制在 (1000~2000) mL/min。连接好仪器后, 用高纯氮气进行零点校准, 按照说明书的要求进行量程校准。

5.2 示值误差

依次通入浓度约为仪器满量程 20%, 50%和 80%的标准气体, 待示值稳定后,

记录仪器的显示值。重复测量 3 次，按公式（1）计算仪器各浓度点的示值误差：

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

式中：

ΔC —示值误差；

$\bar{C}$ —三次测量的算术平均值；

C_s —标准气体的浓度值

R —仪器满量程

5.3 重复性

通入浓度约为仪器满量程 80% 的标准气体，待示值稳定后，记录仪器的显示值，重复上述测量步骤 6 次，分别记录读数。按公式（2）计算仪器的重复性：

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

式中：

RSD —仪器测量重复性，%；

$\bar{C}$ —6 次测量的算术平均值；

C_i —第 i 次的示值

n —测量次数， $n=6$ 。

5.4 响应时间

通入浓度约为仪器满量程 80% 的标准气体，待仪器示值稳定后，记录仪器示值。撤去标准气体后，通入零点气，待仪器显示值稳定后，再通入上述浓度的标准气体，同时启动秒表开始计时，当仪器的示值达到上一次稳定值的 90% 时停止秒表，秒表所显示时间即为响应时间。重复测量 3 次，取算术平均值作为仪器的响应时间。

5.5 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，仪器通电预热稳定后，通入零点气，待仪器稳定后，记录仪器显示值 Z_0 。然后通入浓度约为仪器满量程 80% 的标准气体，仪器显示值稳定后，记录读数 S_0 ，撤去标准气体。非连续性测量的仪器运行 1 h，每间隔 10 min 重复上述步骤一次。连续性测量的仪器运行 6 h，每间隔 1 h 重复上述步骤一

次，同时记录仪器显示值 Z_i 及 S_i ($i=1, 2, 3, 4, 5, 6$)。按公式 (3) 计算零点漂移 ΔZ ，取绝对值最大的 ΔZ_i ，作为仪器的零点漂移。

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

按公式 (4) 计算量程漂移 ΔS ，取绝对值最大的 ΔS_i 为仪器的量程漂移。

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

6 校准结果

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”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) 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
- i) 程序进行说明；
- j) 校准所依据的技术规范的标识，包括名称及代号；
- k) 本次校准所用测量标准的溯源性及有效性说明；
- l) 校准环境的描述；
- m) 校准结果及其测量不确定度的说明；
- n) 对校准规范偏离的说明；
- o) 校准证书签发人的签名、职务或等效标识以及签发日期；
- p) 校准结果仅对被校对象有效的声明；
- q) 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、仪器本身质量等诸多

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。

复校时间间隔建议不超过 1 年。

附录 A

校准原始记录格式 (推荐)

委托单位		证书编号	
校准地点		环境温度及相对湿度	_____℃ _____%
仪器名称		技术依据	
仪器型号		校准日期	
出厂编号		校准员	
制造厂		核验员	
主要测量设备			
计量标准器名称	测量范围	准确度等级/最大允许误差/不确定度	溯源单位

1. 测量范围:

2. 示值误差

标准气体浓度 (%)	仪器测量值(%)			平均值(%)	示值误差 %FS	扩展不确定度 $U(k=2)$
	1	2	3			

3.

重复性

标准气体浓度 (%)	仪器测量值(%)						平均值 (%)	重复性 %
	1	2	3	4	5	6		

4. 响应时间 (s)

1	2	3	平均值

5.漂移

时间	0 h	1 h	2 h	3 h	4 h	5h	6h	零点漂 移%FS	量程漂 移%FS
零点/%									
量程/%									

附录 B

校准证书的内容

校准证书（内页）格式

校准所依据的技术规范（代号、名称）：						
校准环境条件及地点：						
温度：		湿度：		其他：		地点：
校准使用的主要标准器	名称	编号	测量范围	不确定度或准确度或最大允许误差	证书编号	证书有效期
校准项目	校准结果					
示值误差	标准值	平均值	示值误差	不确定度 $U(k=2)$		
重复性						
响应时间						
零点漂移						
量程漂移						

附录 C

不确定度评定示例

1. 概述

1.1 测量依据：《固定污染源激光氧气在线监测仪校准规范》

1.2 环境条件：温度（0~40）℃；相对湿度：≤85%。

1.3 测量标准：氮气中氧气体标准物质，标物号：GBW(E)085546,标物浓度分别为：5.0%，12.5%和 20.0%， $U_{\text{rel}}=1\%$, $k=2$ 。

1.4 被测对象:固定污染源激光氧气在线监测仪,最大允许误差±2%FS,测量范围：（0.1~25）%。

1.5 测量过程: 通入三种不同浓度的氧气气体标准物质，读取被测仪器稳定示值,重复测量 3 次，用 3 次测量的平均值计算仪器的示值误差。

1.6 评定结果的使用:在符合上述条件下的测量结果,一般可直接使用本不确定度的评定结果。

2. 测量模型

2.1 测量模型

$$\Delta C = \frac{\bar{C} - C_s}{R} \times 100 \%$$

式中:

ΔC —示值误差;

$\bar{C}$ —测量的算术平均值,

C_s —气体标准物质的标准值;

R —仪器满量程

2.2 灵敏系数

$$c_1 = \frac{\partial \Delta C}{\partial \bar{C}} = \frac{1}{R}$$

$$c_2 = \frac{\partial \Delta C}{\partial C_s} = -\frac{1}{R}$$

2.3 传播律公式

因各输入量彼此独立不相关，所以合成标准不确定度为：

$$u_c(\Delta C) = \sqrt{c_1^2 u^2(\bar{C}) + c_2^2 u^2(C_s)} = \frac{1}{R} \sqrt{u^2(\bar{C}) + u^2(C_s)}$$

3. 全部输入量的标准不确定度分析和评定

3.1 被测固定污染源激光氧气在线监测仪示值引入的标准不确定度 $u(\bar{C})$ 的评定

输入量 $\bar{C}$ 的标准不确定度来源包括固定污染源激光氧气在线监测仪的测量重复性与分辨力。

3.1.1 测量重复性引入的标准不确定度分量 $u_1(\bar{C})$ 的评定

重复测量 10 次得到如下的测量值： 单位： %

标准值	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	平均值	s	$u_1(\bar{C})$
20.0	20.02	20.04	20.01	20.03	20.01	20.03	20.07	20.04	20.02	20.04	20.03	0.02	0.01
12.5	12.51	12.53	12.54	12.55	12.51	12.53	12.51	12.56	12.53	12.5	12.53	0.02	0.01
5.0	5.06	5.06	5.03	5.06	5.01	5.06	5.02	5.03	5.06	5.05	5.04	0.02	0.01

按校准规范要求，仪器示值误差以 3 次测量的算术平均值进行计算，则测量重复性引入的标准不确定度为，其计算公式见公式（1）：

$$u_1(\bar{C}) = \frac{s}{\sqrt{3}} \quad \text{公式（1）}$$

3.1.2 读数分辨力引入的标准不确定度分量 $u_2(\bar{C})$ 的评定

传递标准的分辨力为 0.01%，则读数分辨力引入的标准不确定度分量为：
其计算公式见公式（2）

$$u_2(\bar{C}) = \frac{0.01\%}{2\sqrt{3}} = 0.003\% \quad \text{公式（2）}$$

3.1.3 因重复性引入的标准不确定度分量与分辨力引入的标准不确定度分量互有影响，为防止重复计算，只取二者之中较大者，由于 $u_1(\bar{C})$ 大于 $u_2(\bar{C})$ ，因此，标准不确定度分量只取 $u_1(\bar{C})$ ，因此， $u(\bar{C}) = u_1(\bar{C})$ 。

3.2 标准气体的引入的标准不确定度 $u(C_s)$ 的评定

标准气体为 GBW(E)061346 标准物质，其不确定度 $U_{rel}=1\%$ ， $k=2$ ，则其引起的标准不确定度为：

$$u(C_s) = \bar{x} \times \frac{U_{rel}}{k} \quad \text{公式（3）}$$

各测量点引入的不确定度汇总 单位：%

标准值	标准物质引入的不确定度 $u(C_s)$
20.0	0.10
12.5	0.07
5.0	0.03

全部输入量的标准不确定度汇总见附表 1。

附表 1 标准不确定度汇总表 单位：%

测量范围	标准物质浓度值	不确定度来源	
		测量重复性引入的标准不确定度 $u_1(\bar{C})$	气体标准物质引入的不确定度 $u(C_s)$
(0.1~25)	20.0	0.01	0.10
	12.5	0.01	0.07
	5.0	0.01	0.03

4. 合成标准不确定度的评定

合成标准不确定度为：

测量范围(0.1~25)%：

校准点 20.0%：

$$u_c(\Delta C) = \frac{1}{R} \sqrt{u^2(\bar{C}) + u^2(C_s)} = \frac{1}{25\%} \sqrt{0.01^2 * 0.01\% + 0.1\% * 0.1\%} = 0.4\%FS$$

校准点 12.5%：

$$u_c(\Delta C) = \frac{1}{R} \sqrt{u^2(\bar{C}) + u^2(C_s)} = \frac{1}{25\%} \sqrt{0.01^2 * 0.01\% + 0.07\% * 0.07\%} = 0.3\%FS$$

校准点 5.0%：

$$u_c(\Delta C) = \frac{1}{R} \sqrt{u^2(\bar{C}) + u^2(C_s)} = \frac{1}{25\%} \sqrt{0.01^2 * 0.01\% + 0.03\% * 0.03\%} = 0.2\%FS$$

5. 扩展不确定度的评定

取包含因子 $k=2$ ，则各点校准结果的扩展不确定度为：

$$U = k \times u_c(\Delta C) \quad \text{公式 (4)}$$

校准点 20.0%： $U = 2 \times 0.4\%FS = 0.8\%FS$ ， $k=2$

校准点 12.5%: $U=2\times 0.3\%FS=0.6\%FS$, $k=2$

校准点 5.0%: $U=2\times 0.2\%FS=0.4\%FS$, $k=2$