

ICS 71.040.01

N 53

备案号: 41798-2014

DB22

吉 林 省 地 方 标 准

DB22/T 2004-2014

空气甲醛现场检测仪

Field analyzer for formaldehyde in air

2014 - 02 - 28 发布

2014 - 04 - 30 实施

吉林省质量技术监督局

发布

前 言

本标准按照GB/T 1.1-2009给出的规则起草。

本标准由吉林省计量科学研究院提出。

本标准由吉林省质量技术监督局归口。

本标准起草单位：吉林省计量科学研究院、长春吉大·小天鹅仪器有限公司、吉林大学。

本标准主要起草人：安卫东、高德江、李栋、田福成、钟太刚、吕品一、战一欣、徐立辉、郝泉、于爱民。

空气甲醛现场速测仪

1 范围

本标准规定了空气甲醛现场速测仪的术语和定义、技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输及贮存。

本标准适用于采用比色法(酚试剂法)，配套使用试剂盒(包)对空气中甲醛含量进行现场快速定量检测的仪器(以下简称“速测仪”)。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 191-2008 包装储运图示标志

GB/T 2829-2002 周期检验计数抽样程序及表(适用于对过程稳定性的检验)

GB 4793.1-2007 测量、控制和试验室用电气设备的安全要求 第1部分：通用要求

GB/T 11606-2007 分析仪器环境试验方法

GB/T 13384-2008 机电产品包装通用技术条件

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

试剂盒(包) reagent kit

与速测仪主机配套使用，用于空气中甲醛检测所必需的试剂。

3.2

样品前处理装置 sample pretreatment device

与速测仪配套使用的采样器等辅助设备。

3.3

空气甲醛现场速测仪 field analyzer for formaldehyde in air

由样品前处理装置、速测仪主机和试剂盒(包)构成，用于空气中甲醛含量快速定量检测的仪器。

4 技术要求

4.1 正常工作条件

除非另有规定,速测仪正常工作条件应满足下列要求:

- a) 供电电源:
 - 1) 交流供电: 电压 $220\text{ V}\pm 22\text{ V}$, 频率 $50\text{ Hz}\pm 1\text{ Hz}$;
 - 2) 直流供电: 应符合制造商规定的条件;
- b) 环境条件: 温度: $5\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 40\text{ }^{\circ}\text{C}$, 相对湿度: $10\%\sim 85\%$ 。

4.2 速测仪波长示值误差和重复性

波长示值误差 $\pm 10\text{ nm}$, 重复性 $\leq 2\text{ nm}$ 。

4.3 速测仪稳定性

30 min内, 蒸馏水吸光度值的变化 $\leq 0.010\text{ Abs}$ 。

4.4 速测仪示值误差和重复性

4.4.1 速测仪示值误差

速测仪示值误差如表1所示。

表1 速测仪示值误差要求

仪器类型	甲醛气体浓度 mg/m^3	甲醛标准溶液浓度 mg/L	示值误差 mg/m^3
采样 5L	0.10	0.05	± 0.02
	0.50	0.25	± 0.05
采样 6L	0.10	0.06	± 0.02
	0.50	0.30	± 0.05
采样 10L	0.10	0.10	± 0.02
	0.60	0.60	± 0.05

4.4.2 速测仪重复性

速测仪重复性 $\leq 5\%$ 。

4.5 速测仪线性

速测仪线性相关系数 ≥ 0.995 。

4.6 采样器气密性和流量示值误差

4.6.1 采样器气密性

速测仪的各连接管处, 无漏气现象。

4.6.2 采样器流量示值误差

在无负载条件下, 空气采样器的流量示值误差 $\pm 5\%$ 。

4.7 电气安全

4.7.1 接触电流

由交流电网供电的仪器，其接触电流应符合GB 4793.1-2007中6.3的有关规定。

4.7.2 保护连接

由交流电网供电的仪器，其保护连接应符合GB 4793.1-2007中6.5.1的有关规定。

4.7.3 介电强度

由交流电网供电的仪器，在正常工作条件下，应能承受1500 V交流有效值连续1 min的电压试验，不应出现飞弧或击穿现象。

4.8 运输、运输贮存

在运输包装状态下，按 GB/T 11606-2007 的2.4中的交变湿热试验、低温贮存试验、高温贮存试验、跌落试验和碰撞试验进行试验，其中高温55℃、低温-20℃，交变湿热（相对湿度95%。温度40℃），跌落高度250 mm，试验后包装箱不应有较大的变形和损伤，受试速测仪不应有变形松脱涂层剥落等机械损伤。全部试验完成后，将速测仪置于正常工作条件下进行检验，应符合4.2~4.6的要求。

4.9 外观

速测仪主机外观应符合下列要求：

- a) 面板上的标识文字、符号标识清晰；
- b) 刚性连接部件不应松动，开关及按键应正常工作；
- c) 比色皿（瓶）应透明，无影响光吸收的划痕，比色皿（瓶）盖与比色皿（瓶）之间应无泄漏现象，比色皿（瓶）锁定部件应灵活、稳定。

5 试验方法

5.1 试验条件

试验条件应符合下列规定：

- a) 应符合4.1规定的正常工作条件；
- b) 试验用标准物质应采用国家有证标准物质；
- c) 试验用试剂盒（包）、玻璃器皿、样品前处理装置应采用速测仪随机配带的或制造商推荐的配套装置。
- d) 光纤光谱仪：波长最大允许误差±1.0 nm，并配有专用的光源接收装置。

5.2 速测仪波长示值误差和重复性

采用固体发光器件的速测仪，将光纤光谱仪的专用光源接收装置置于比色池光路中，对检测项目工作波长进行测量，连续测量3次，按式（1）计算波长示值误差，按式（2）计算波长重复性。

$$\Delta\lambda = \lambda - \bar{\lambda} \dots\dots\dots(1)$$

式中：

$\Delta\lambda$ ——波长示值误差，nm；

$\bar{\lambda}$ ——3次测量平均值，nm；

λ ——固体发光器件标称波长值, nm。

$$\delta_{\lambda} = \lambda_{\max} - \lambda_{\min} \dots\dots\dots(2)$$

式中:

δ_{λ} ——波长重复性, nm;

λ_{\max} ——3次测量波长的最大值, nm;

λ_{\min} ——3次测量波长的最小值, nm。

5.3 速测仪稳定性

用蒸馏水对速测仪进行调零, 在30 min内每隔5 min测定1次吸光度值, 取变化的最大值。

5.4 速测仪示值误差和重复性

使用速测仪和配套试剂盒(包), 针对不同采样体积的速测仪, 按照说明书要求对表1所示甲醛标准溶液(见附录A)进行重复测定3次, 按式(3)计算速测仪示值误差。

$$\delta = \bar{c} - c_s \dots\dots\dots(3)$$

式中:

δ ——速测仪示值误差, mg/m^3 ;

\bar{c} ——速测仪显示结果平均值, mg/m^3 ;

c_s ——标准溶液对应的空气甲醛浓度值, mg/m^3 。

按照说明书要求对表1所示甲醛标准溶液进行重复测定11次, 按式(4)计算速测仪重复性。

$$RSD = \frac{1}{\bar{c}} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (c_i - \bar{c})^2}{n-1}} \times 100\% \dots\dots\dots(4)$$

式中:

RSD ——速测仪相对标准偏差, %;

c_i ——第*i*次的测定结果, mg/m^3 ;

\bar{c} ——测定结果的算术平均值, mg/m^3 ;

n ——测定次数。

5.5 速测仪线性

使用速测仪及其配套试剂盒、按照仪器说明书, 参照附录A甲醛标准溶液进行测定, 每个浓度点平行测量3次, 取其测定值的算术平均值, 按照线性回归法计算速测仪的线性相关系数。

5.6 采样器气密性和流量示值误差

5.6.1 采样器气密性

在气泡吸收管中装入5 mL水，将内管进气口封闭，外管出气口与空气采样器连接，打开空气采样器，吸收管内不应冒气泡。

5.6.2 采样器流量示值误差

在无负载条件下，利用皂膜流量计测量空气采样器的流量，按式(5)计算采样器流量示值误差 δ_L 。

$$\delta_L = \frac{v_i - v_s}{v_s} \times 100\% \dots\dots\dots (5)$$

式中：

v_i ——空气采样器标示的流量，L/min；

v_s ——皂膜流量计实测空气采样器的流量，L/min。

5.7 电气安全

5.7.1 接触电流

5.7.1.1 豁免条件

在正常工作条件下，交流电压有效值不超过30 V，或直流电压不超过60 V可以不进行该项试验。

5.7.1.2 试验方法

应按GB 4793.1-2007中6.3的有关规定进行试验。

5.7.2 保护连接

应按GB 4793.1-2007中6.5.1的有关规定进行试验。

5.7.3 介电强度

5.7.3.1 试验工具

耐电压测试仪。

耐电压测试仪产生的试验电压应为正弦波形，其失真系数不大于5%，频率为50 Hz±2.5 Hz。

5.7.3.2 试验程序

仪器的电源插头不接入电网，电源开关置于接通位置，将耐电压测试仪的输出电流置于适当挡位，耐电压测试仪的高压输出一端接在电源插头的相线和中线连线上，另一端接在连接一起的所有可触及导电零部件之间，在2 s内试验电压从0 V开始逐渐上升到1500 V，并保持1 min，然后平稳下降到0 V。

5.8 运输、运输贮存

应按 GB/T 11606-2007中第8章、第15章、第16章、第17章和第18章的方法进行试验。

5.9 外观检查

采用目测法检查。

6 检验规则

6.1 检验分类

检验分为：

- a) 出厂检验；
- b) 型式检验。

6.2 出厂检验

6.2.1 每台仪器须经检验部门检验合格后方可出厂，并附有产品合格证书。

6.2.2 出厂检验项目：4.2、4.3、4.4、4.5、4.6、4.7和4.9。

6.2.3 若入库超过12个月再出厂，则应重新进行出厂检验。

6.3 型式检验

6.3.1 在下列情况之一时，进行型式检验：

- a) 仪器转厂或转移生产地时；
- b) 仪器正式生产后，结构、材料、工艺有较大改变，可能影响仪器性能时；
- c) 仪器长期停产，恢复生产时；
- d) 仪器正常生产时，定期或积累一定产量后，应周期进行一次检验，一般为三年；
- e) 出厂检验结果与上次型式检验有较大差异时。

6.3.2 型式检验的样本应从出厂检验合格的批次中随机抽取，检验的样本量一般不少于三台。

6.3.3 型式检验应按GB/T 2829-2002的规定进行，采取一次抽样方案。仪器的检验项目、不合格分类、不合格质量水平(RQL)、判别水平(DL)按表2规定进行。批质量以每百单位仪器不合格数表示。

表2 型式检验

序号	不合格分类	检验项目及章条			不合格质量水平(RQL)	判别水平(DL)	抽样方案	
		项目	要求章条	试验方法章条			样品量(n)	判定数组(A _c ,R _c)
1	A	波长示值误差和重复性	4.2	5.2	30	I	3	(0, 1)
2		稳定性	4.3	5.3				
3		速测仪示值误差和重复性	4.4	5.4				
4		线性	4.5	5.5				
5		气密性和流量示值误差	4.6	5.6				
6		电气安全	4.7	5.7				
7	B	运输、运输贮存	4.8	5.8	65			(1, 2)
8	C	外观	4.9	5.9	100			(2, 3)

7 标志、包装、运输及贮存

7.1 标志

7.1.1 速测仪标志

速测仪在适当的明显位置固定铭牌，其上应有如下的标志：

- a) 制造厂名称；
- b) 速测仪型号、名称；
- c) 商标；
- d) 出厂编号；
- e) 制造日期；
- f) 制造计量器具许可证标志和编号。

7.1.2 包装标志

包装标志包括：

- a) 制造厂名称和地址；
- b) 速测仪型号、名称、规格；
- c) 商标；
- d) 制造计量器具许可证标志和编号；
- e) 包装储运图示标志：“易碎物品”、“向上”、“怕雨”等应符合 GB/T 191-2008 规定。

7.2 包装

7.2.1 仪器包装应符合 GB/T 13384-2008 中防潮、防震包装规定。

7.2.2 仪器装箱应有下列文件：

- a) 装箱单；
- b) 产品合格证；
- c) 使用说明书。

7.3 运输

速测仪在包装完整的情况下，可用一般交通工具运输。运输过程中应按印刷的运输标志的要求进行运输作业，防止雨淋、翻倒及强烈冲击。

7.4 贮存

速测仪应放在通风、干燥、不含腐蚀性气体，且环境温度为0℃~40℃，相对湿度不大于85%的室内。

附录 A (资料性附录)

甲醛标准溶液的标定和工作曲线绘制

A.1 试剂

A.1.1 碘溶液 $[c(1/2 I_2) = 0.1000 \text{ mol/L}]$: 称量40 g碘化钾, 溶于25 mL水中, 加入12.7 g碘。待碘完全溶解后, 用水定容至1000 mL。移入棕色瓶中, 暗处储存。

A.1.2 1 mol/L氢氧化钠溶液: 称量40 g氢氧化钠, 溶于水中, 并稀释至1000 mL。

A.1.3 0.5 mol/L硫酸溶液: 取28 mL浓硫酸缓慢加入水中, 冷却后, 稀释至1000 mL。

A.1.4 硫代硫酸钠标准溶液 $[c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0.1000 \text{ mol/L}]$: 称量25g硫代硫酸钠($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$), 溶于1000 mL新煮沸并已放冷的水中。加入0.2 g无水碳酸钠, 贮存于棕色瓶内, 放置一周后, 再按A.3标定其准确浓度。

A.1.5 0.5%淀粉溶液: 将0.5 g可溶性淀粉, 用少量水调成糊状后, 再加入100 mL沸水后, 并煮沸约2 min~3 min至溶液透明。冷却后, 加入0.1 g水杨酸或0.4 g氯化锌保存。

A.1.6 甲醛标准储备溶液: 取2.8 mL含量为36%~38%甲醛溶液, 放入1 L容量瓶中, 加水稀释至刻度。此溶液1 mL约相当于1 mg甲醛。其准确浓度用碘量法标定。

A.1.7 碘酸钾标准溶液 $[c(1/6 \text{KI}O_3) = 0.1000 \text{ mol/L}]$: 准确称量3.5667 g经105 °C烘干2 h的碘酸钾(优级纯), 溶解于水, 移入1 L容量瓶中, 再用水定容至1000 mL。

A.1.8 0.1 mol/L盐酸溶液: 量取82 mL浓盐酸加水稀释至1000 mL。

A.2 甲醛标准储备溶液的标定

精确量取20.00 mL待标定的甲醛标准储备溶液, 置于250 mL碘量瓶中。加入20.00 mL碘溶液 $[c(1/2 I_2) = 0.1000 \text{ mol/L}]$ 和15 mL 1 mol/L氢氧化钠溶液, 放置15 min。加入20 mL 0.5 mol/L硫酸溶液, 再放置15 min, 用 $[c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0.1000 \text{ mol/L}]$ 硫代硫酸钠溶液滴定, 至溶液呈现淡黄色时, 加入1 mL 0.5%淀粉溶液继续滴定至恰使蓝色褪去为止, 记录所用硫代硫酸钠溶液体积(V_2), mL。同时用水作试剂空白滴定, 记录空白滴定所用硫代硫酸钠标准溶液的体积(V_1), mL。甲醛溶液的浓度用公式(A.1)计算:

$$c = \frac{(V_1 - V_2) \times c_1 \times 15}{20} \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

c ——甲醛标准溶液浓度, mg/mL;

V_1 ——试剂空白消耗 $[c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0.1000 \text{ mol/L}]$ 硫代硫酸钠的体积, mL;

V_2 ——甲醛标准储备溶液消耗 $[c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0.1000 \text{ mol/L}]$ 硫代硫酸钠的体积, mL;

c_1 ——硫代硫酸钠标准溶液的摩尔浓度, mol/L;

15——与1mL硫代硫酸钠 $[c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0.1000 \text{ mol/L}]$ 相当的以毫克表示的甲醛的质量;

20——所取甲醛标准储备溶液的体积, mL。

标准和空白滴定各重复两次, 两次滴定体积之差不超过0.05 mL, 否则重新滴定。

A.3 硫代硫酸钠标准溶液的标定

精确量取25.00 mL碘酸钾标准溶液[$c(1/6 \text{ KIO}_3) = 0.1000 \text{ mol/L}$]，于250 mL碘量瓶中，加入75 mL新煮沸后冷却的水，加3 g碘化钾及10 mL 1 mol/L盐酸溶液，摇匀后放入暗处静置3 min。用硫代硫酸钠标准溶液滴定析出的碘，至淡黄色，加入1 mL 0.5% 淀粉溶液呈蓝色。再继续滴定至蓝色刚刚褪去，即为终点，记录所用硫代硫酸钠溶液体积，其准确浓度用式(A.2)计算：

$$c = \frac{0.1000 \times 25.00}{V} \dots\dots\dots (A.2)$$

式中：

c ——硫代硫酸钠标准溶液的浓度，mol/L；

V ——所用硫代硫酸钠溶液的体积，mL。

平行滴定两次，所用硫代硫酸钠溶液体积相差不能超过0.05 mL，否则应重新做平行测定。

A.4 甲醛工作曲线绘制

A.4.1 甲醛标准溶液

临用时，将甲醛标准储备液用甲醛吸收溶液(1支甲醛试剂(一)用水稀释至10 mL)稀释成1.000 mg/L浓度，放置30 min后，用于配制系列标准浓度(表A.1)。此标准溶液可稳定24 h。

表A.1 甲醛标准系列

管号	1	2	3	4	5	6	7
甲醛标准溶液体积 mL	0	0.3	0.6	1.5	3.0	4.5	6.0
吸收液体积 mL	10	9.7	9.4	8.5	7.0	5.5	4.0
甲醛浓度 mg/L	0	0.03	0.06	0.15	0.30	0.45	0.60

A.4.2 甲醛工作曲线绘制

室温条件下，向各管中分别加入1支甲醛试剂(二)，摇匀，放置15 min后，用19 mm圆形比色瓶，以试剂空白作参比，测定各管吸光度。以甲醛浓度为横坐标，吸光度为纵坐标绘制工作曲线。