

JJF(纺织)

中华人民共和国纺织行业计量技术规范

JJF(纺织)067—2016

纺织品甲醛含量测定仪校准规范

Calibration Specification of Tester for
Formaldehyde Content of Textiles

2016-05-18 发布

2016-10-01 实施

中国纺织工业联合会 发布

**纺织品甲醛含量测定仪
校准规范**

**Calibration Specification of Tester for
Formaldehyde Content of Textiles**

JJF(纺织)067—2016

归口单位：纺织计量技术委员会

主要起草单位：浙江省纺织计量站

南通宏大实验仪器有限公司

浙江省纺织测试研究院

杭州市质量技术监督检测院

参加起草单位：温州市大荣纺织仪器有限公司

泉州市美邦仪器有限公司

温州方圆仪器有限公司

本规范委托纺织计量技术委员会负责解释

本规范主要起草人：

陈建华（浙江省纺织计量站）
钱士新（南通宏大实验仪器有限公司）
邓丽芬（杭州市质量技术监督检测院）
袁海萍（浙江省纺织测试研究院）
胡有杰（浙江省纺织计量站）
潘勇华（浙江省纺织测试研究院）

参加起草人：

邵宪锦（温州市大荣纺织仪器有限公司）
黄光平（泉州市美邦仪器有限公司）
陈 泽（温州方圆仪器有限公司）

目 录

引言 (Ⅱ)

1 范围..... (1)

2 引用文件..... (1)

3 术语..... (1)

4 概述..... (1)

5 计量性能要求..... (1)

6 通用技术要求..... (2)

7 主机校准..... (2)

附录 A 甲醛含量的工作曲线 (5)

附录 B 氧化钛滤光片校准曲线 (6)

附录 C 甲醛测定仪定波长下的透射比示值误差不确定度评定 (7)

附录 D 纺织品甲醛含量测定仪原始记录 (9)

引 言

本规范依照 GB/T 2912.1—2009《纺织品 甲醛的测定 第1部分：游离和水解的甲醛（水萃取法）》GB 18401—2010《国家纺织产品基本安全技术规范》、JJG 178—2007《紫外、可见、近红外分光光度计》、GB/T 27025—2008《检测和校准实验室能力的通用要求》起草。

本规范为首次发布。

纺织品甲醛含量测定仪校准规范

1 范围

本规范规定了纺织品甲醛含量测定仪的校准方法,适用于新制造、使用中和修理后的纺织品甲醛含量测定仪(以下简称测定仪)的校准。

2 引用文件

本规范引用了下列文件:

JJG 178—2007 紫外、可见、近红外分光光度计

GB/T 2912.1—2009 纺织品 甲醛的测定 第1部分:游离和水解的甲醛(水萃取法)

GB 18401—2010 国家纺织产品基本安全技术规范

凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本规范;凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本规范。

3 术语

3.1 透射比 transmittance

透射光强度(I_t)与入射光强度(I_0)之比。

3.2 吸光度 absorbance

入射光强度(I_0)与透射光强度(I_t)之比的对数。

4 概述

纺织品甲醛含量测定仪包括:具有波长412 nm段的分光光度计或具有同样功能的光学仪器为主机,并具有按照标准要求对该波长吸光度要素参与的甲醛含量自动计算的功能软件所设计制造的,用于按GB/T 2912.1—2009要求的自动测定纺织品中甲醛含量值的仪器。

5 计量性能要求

5.1 仪器的工作波长

5.1.1 工作波长示值误差为 ± 1 nm。

5.1.2 工作波长重复性误差为 ≤ 0.5 nm。

5.2 透射比最大允许误差

仪器透射比最大允许误差为 $\pm 0.5\%$ 。

5.3 透射比重复性

仪器透射比重复性要求 $\leq 0.2\%$ 。

6 通用技术要求

6.1 安全性能

仪器的绝缘电阻应不低于 20 MΩ。

6.2 标志

仪器应有下列标志：名称、型号、编号、制造厂名、出厂日期、工作电源电压、频率。国产仪器应有制造生产许可标志及编号。

6.3 外观

仪器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，电缆线的接插件均能紧密配合且接地良好。

仪器应能平稳地置于工作台上，样品架定位稳定正确。

指示器刻线粗细均匀、清晰，数字显示清晰完整，可调节部件不应有卡滞、突跳及显著的空回。

7 主机校准

7.1 主机校准条件

7.1.1 校准用设备见表 1。

表 1 校准用设备表

序号	计量器具名称	主要技术要求规格型号，精度等级，分度值或不确定度
1	氧化钛滤光片	$U=0.3\text{ nm}$ ， $k=2$
2	兆欧表	500 V，10 级
3	万用表	不低于 2.5 级

注：甲醛标准溶液建议在国家标准物质中心购买具有证书的标准甲醛。

7.1.2 环境条件

7.1.2.1 温度：(10~35)℃。

7.1.2.2 相对湿度不大于 85%。

7.1.2.3 电源满足市电要求。

7.1.2.4 仪器不应受强光直射，放置仪器的工作台应平稳，周围无强磁场、电场干扰，无强气流及腐蚀性气体。

7.2 主机校准项目

仪器的首次校准、后续校准及使用中校准项目见表 2。

表 2 校准项目一览表

序号	校准项目	首次校准	后续校准	使用中校准
1	通用技术要求	+	+	+
2	波长示值误差与重复性	+	+	+
3	透射比示值误差与重复性	+	+	+

表 2 (续)

序号	校准项目	首次校准	后续校准	使用中校准
4	电源电压的适应性	+	—	—
注：“+”为必检项目，“—”为可选项目。				

7.3 主机校准方法

7.3.1 通用技术要求的检查

7.3.1.1 安全性能

仪器应具有良好的绝缘和接地保护。用 500 V 兆欧表，测量仪器电源进线端与机壳（或接地端子）间的绝缘电阻。测试时电源插头不接入电网，电源开关置于接通位置，用导线将电源插头的相线与零线短路，用兆欧表读取电源插头的相线与仪器接地端子之间的绝缘电阻。

7.3.1.2 外观和标志

按 6.2~6.3 的要求，目视、手动检查。

7.3.2 波长最大允许误差及波长重复性

7.3.2.1 校准步骤

a) 非自动扫描仪器

使用滤光片标准物质，选择仪器的透射比或吸光度测量方式。在 412 nm 波长点用空气作空白调整仪器透射比为 100% (0A)，插入挡光板调整透射比为 0%，然后将标准物质垂直置于样品光路中，读取标准物质的光度测量值，在 412 nm 波长校准点测出标准物质的透射比或吸光度，求出相应的透射比谷值或吸光度峰值波长 λ_i ，连续测量 3 次。

b) 自动扫描仪器

使用滤光片标准物质时，采用透射比或吸光度测量方式，根据设定的扫描参数用空气作空白进行仪器的基线校正，用挡光板进行暗电流校正，然后将标准物质垂直置于样品光路中，设置合适的记录范围，连续扫描 3 次，分别检出（或测量）透射比谷值或吸光度峰值波长 λ_i 。

7.3.2.2 结果计算

对每个测量波长，按照公式 (1) 计算波长示值误差：

$$\Delta\lambda = \bar{\lambda} - \lambda_s \tag{1}$$

式中：

$\bar{\lambda}$ ——3 次测量的平均值；

λ_s ——波长标准值。

按照公式 (2) 计算波长重复性：

$$\delta_\lambda = \lambda_{\max} - \lambda_{\min} \tag{2}$$

式中：

λ_{\max} ， λ_{\min} ——分别为 3 次测量波长的最大值与最小值。

7.3.3 透射比最大允许误差和重复性

7.3.3.1 校准步骤

用氧化钛滤光片在 412 nm 处测量透射比 3 次。

7.3.3.2 结果计算

按公式 (3) 计算透射比示值误差：

$$\Delta T = \bar{T} - T_s \quad (3)$$

式中：

\bar{T} ——3 次测量的平均值；

T_s ——透射比标准值。

按照公式 (4) 计算透射比重复性：

$$\delta_T = T_{\max} - T_{\min} \quad (4)$$

式中：

T_{\max} , T_{\min} ——3 次测量透射比的最大值与最小值。

7.4 软件部分数据处理的符合判断

必要时，应对仪器进行软件部分数据处理的符合判断。

7.4.1 标准物质

标准物质选用具有计量传递功能的甲醛原液，即按照 GB/T 2912.1—2009 中规定方法制得，用蒸馏水或三级水将 3.8 mL 质量浓度约 37% 的甲醛溶液稀释至 1 L，用标准方法测定甲醛原液浓度，记录该标准原液的精确浓度，有效期为四周。

7.4.2 软件数据处理的符合判断

将已知甲醛含量的溶液置于所校准的甲醛含量测试仪中测得的甲醛含量读数与前述已知值进行比较。建议采用已知甲醛溶液含量为 75 mg/kg，测 5 次，读数最大偏差 ≤ 8 mg/kg 时判断为符合。

7.5 校准结果的处理

7.5.1 新制造的仪器应全面按 7.2 表 2 中的首次校准项目进行校准并符合 7.4 的要求。后续校准、使用中校准，原则上按表 2 中的后续校准和使用中校准的内容进行，必要时按首次校准要求进行。

7.5.2 按本规范校准合格的仪器，发给校准证书，并以校准结果中最低级别注为仪器合格级别；若应检项目中，有一项指标不符合要求，即判为不合格，发给校准结果通知书，并注明不合格项目。

7.6 校准周期

校准周期一般不超过 1 年，在此期间内，仪器经修理或对测量结果有怀疑时，应及时进行校准。

附录 A

甲醛含量的工作曲线

以甲醛含量 (mg/kg) 为横坐标，吸光度为纵坐标的 $y=a+bx$ 形式的函数图像，用于描述吸光度与甲醛含量的关系的工作曲线，见图 A. 1。

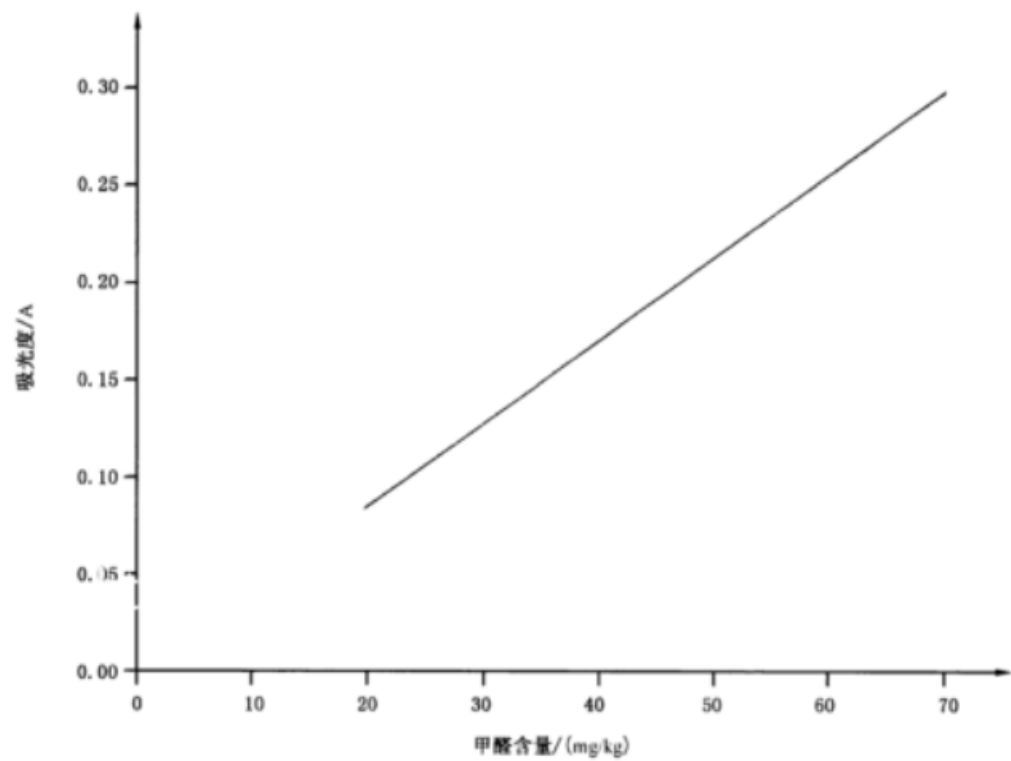


图 A. 1 甲醛含量的工作曲线

附录 B

氧化钛滤光片校准曲线

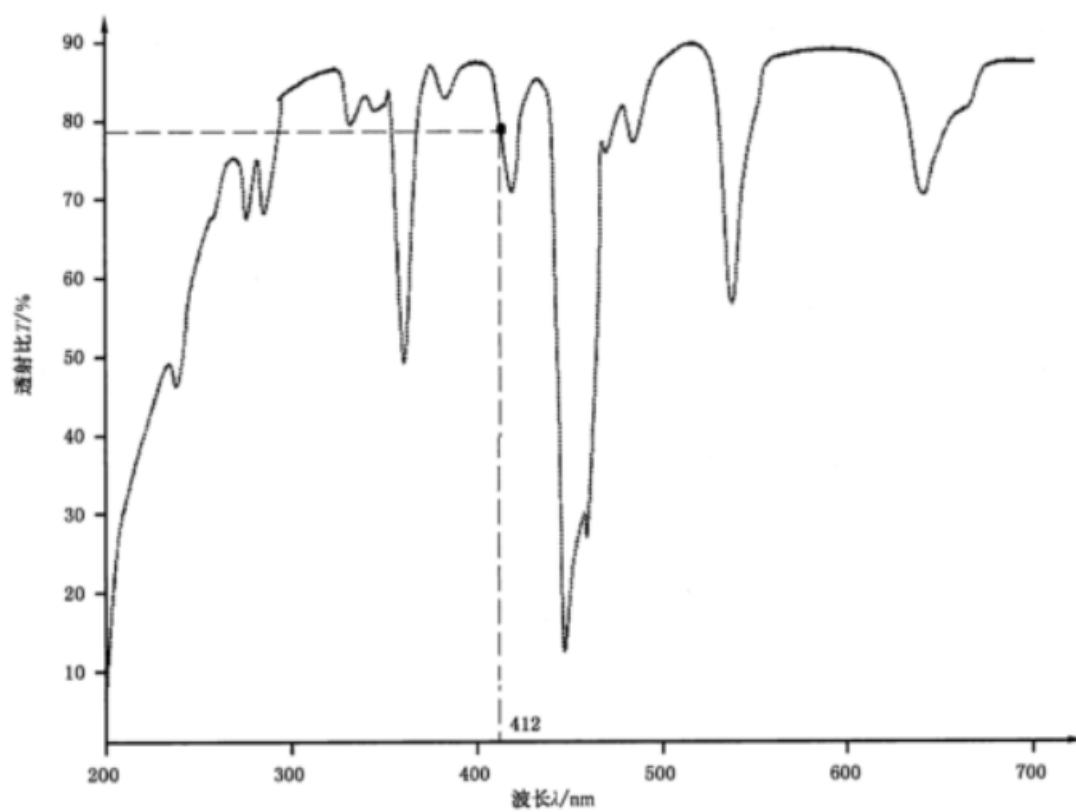


图 B.1 氧化钛滤光片的校准曲线 (由计量校准证书提供)

附录 C

甲醛测定仪定波长下的透射比示值误差不确定度评定

C.1 概述

- C.1.1 测量依据：JJF（纺织）067—2016《纺织品甲醛含量测定仪校准规范》。
- C.1.2 环境条件：温度（10~35）℃，相对湿度≤85%。
- C.1.3 测量标准：氧化钛滤光片，透射比标称值 80%，不确定度 $U=0.3\%$ ($k=2$)。
- C.1.4 被测对象：甲醛测定仪。
- C.1.5 测量过程：使用氧化钛滤光片标准物质，在波长为 412 nm 处，用空气作空白调整仪器透射比为 100%（0A），插入挡光板调整透射比为 0%，然后将标准物质垂直置于样品光路中，读取标准物质的光度测量值，在 412 nm 波长校准点测出标准物质的透射比，重复测量 3 次，3 次的算术平均值即为仪器透射比的测量值。
- C.1.6 评定结果的使用：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。

C.2 测量模型

$$\Delta T = \overline{T} - T_s \tag{C.1}$$

式中：
 ΔT ——透射比示值误差；
 \overline{T} ——透射比示值的算术平均值；
 T_s ——透射比标准滤光片的实际值。

C.3 输入量的标准不确定度评定

C.3.1 输入量 T 的标准不确定度 $u(\overline{T})$ 的评定

输入量 \overline{T} 的不确定度来源主要是甲醛测定仪的测量重复性，可以通过连续测量得到的测量列，采用 A 类方法进行评定。

用所校甲醛测定仪，选 412 nm 处透射比标称值为 80% 的透射比标准滤光片，连续测量 10 次，得到 10 个测量数据：

序号	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
测量值%	80.6	81.2	80.1	79.4	79.2	80.7	81.8	81.4	80.3	79.8

$$\overline{T} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n T_i = 80.45\%$$

单次实验标准差为 $s(\overline{T}) = \sqrt{\frac{\sum (T_i - \overline{T})^2}{n-1}} = 0.86\%$

在重复性条件下连续测量 3 次，以 3 次测量算术平均值为测量结果，实验标准差为：

$$s(\overline{T}) = s / \sqrt{3} = 0.50\%$$

输入量 \overline{T} 的标准不确定度为：

$$u(\overline{T}) = s(\overline{T}) = 0.50\%$$

C.3.2 输入量 T_s 的标准不确定度 $u(T_s)$ 的评定

输入量 T_s 的不确定度主要来源于透射比标准滤光片的定值不确定度，可根据给出的定值不确定度来评定，因此采用 B 类方法进行评定。

透射比标准滤光片的透射比定值的不确定度为 0.3%，包含因子 $k=2$ 。

当被测透射比在 80%（不确定度可能最大）的情况下，标准不确定度为：

$$u(T_s) = a/k = 0.15\%$$

C.4 合成标准不确定度的评定

$$u_c(\Delta T) = \sqrt{u(T)^2 + u(T_s)^2} = 0.53\%$$

C.5 扩展不确定度的评定

取包含因子 $k=2$ ，则扩展不确定度如下：

扩展不确定度为 $U = 2u_c(\Delta T) = 1.06\%$

C.6 测量不确定度的报告与表示

甲醛测定仪定波长下的透射比示值误差不确定度的扩展不确定度为：

$$U = 1.1\%, k=2$$

附录 D

纺织品甲醛含量测定仪原始记录

记录编码：

委托单位：_____地 址：_____
制 造 厂：_____型号规格：_____设备编号：_____
校准地点：_____温 度：_____℃相对湿度：_____ %RH
被校仪器设备状态：_____准确度等级：_____
校准日期：_____年_____月_____日 证书编号：_____
校准依据：

表 D.1 校准所用主要计量器具

名称	范围	不确定度/准确度/最大允许误差	证书编号	有效期至
氧化钛滤光片	(200~900) nm	$U=0.3\text{ nm}, k=2$		
甲醛标准溶液	(8~15) mg/kg	BW3450, 10.5 mg/mL, 2 mL		
兆欧表		500 V, 10 级		
万用表		2.5 级		

表 D.2 校准数据

序 号	校准项目	技术要求	实测结果		
1	外 观	符合 6.3 条要求			
2	电气安全性	绝缘电阻 $\geq 20\text{ M}\Omega$			
3	波 长	$(412\pm 1)\text{ nm}$			
			平均值：		
4	波长示值误差	$\pm 1\text{ nm}$			
5	波长重复性	$\leq 0.5\text{ nm}$	最大值：		
			最小值：		
			重复性误差：		
6	透射比最大允许误差	$\pm 0.5\%$			
			平均值：		

表 D.2 (续)

序 号	校准项目	技术要求	实测结果	
7	透射比最大 允许误差	$\leq 0.2\%$	最大值：	
			最小值：	
			重复性误差：	
8	甲醛标准溶液 校正误差	$\leq 8\text{ mg/kg}$	1	
			2	
			3	
			4	
			5	
			平均值	
不确定度表达：				

校准单位: _____ 校准员: _____ 审核员: _____
