

环境在线监测设备检定中常见问题探讨

2017-11-07 23:24 肖引

科教导刊

📖 订阅

2017年26期

📌 收藏

📱

💬

👤

★

关键词：[量程](#) [标准溶液](#) [不确定度](#)

肖引

摘 要 随着环境问题的日益突出，越来越多的企业选择使用在线监测设备来监测和上报排放数据，但由于行业发展还在摸索，制造工艺尚不成熟，在对在线监测设备的检定过程中出现一些仪器与规程不相匹配的情况。笔者对数年来检定工作中出现的常见问题及解决方案进行了总结，为相关检定人员提供参考。

关键词 环境在线监测设备 量程 标准溶液 不确定度 统筹方法

中图分类号：X830.2 文献标识码：A DOI：10.16400/j.cnki.kjdkz.2017.09.014

Discussion on Common Problems in Verification of Environmental On-line Monitoring Equipment

XIAO Yin

(Yichang Metrological Verification and Testing Institute, Yichang, Hubei 443000)

Abstract As environmental issues become increasingly prominent, more and more enterprises choose to use the online monitoring equipment for monitoring and reporting of emissions data, but due to the development of the industry is still groping, manufacturing technology is not mature, the emergence of some instruments and procedures do not match the situation in the verification process of on-line monitoring equipment. This paper summarizes the common problems and solutions in the verification work in the last few years, and provides reference for the relevant verification personnel.

Keywords environmental on-line monitoring equipment; range; standard solution; uncertainty; overall planning method

当前，在我国经济的快速发展中，由于受到环境因素的影响，使经济步伐的发展脚步逐渐变得缓慢下来，随着国家和人民认识对环境问题认识程度的提高，国家对环境问题监管越来越严，环境问题越来越受到企业的重视。监管只能通过数据说话，环境在线监测设备应运而生。在本地，使用环境在线监测设备的企业有百余家，主要设备有COD在线监测仪，氨氮在线监测仪和总磷在线监测仪，笔者从事该项检定工作三年多，对本地区数十家企业进行了检定，碰到了一些问题，有一些收获和感悟，现将环境在线监测设备检定中常见问题及解决方案总结如下。

1 仪器量程的确定

在JJG 1012-2006《化学需氧量（COD）在线自动监测仪》中标准溶液的浓度规定为50mg/L，150mg/L和500mg/L，与仪器的量程无关。在JJG 631-2013《氨氮自动监测仪》 JJG 1094-2013《总磷总氮水质在线分析仪》明确规定了标准溶液浓度的选择由仪器的量程决定，因而对于这两种仪器而言仪器的使用量程直接影响检定过程。在常规仪器的检定过程中，我们往往从仪器的铭牌上确定仪器的量程进而进行检定。笔者在对在线监测仪器检定过程中发现，许多本地企业的在线COD监测仪无法测到500mg/L这个浓度或者数据严重失真，需要企业重新购置试剂才能进行检定；而对于氨氮和总磷的检定，如果仅按照仪器铭牌上的量程或者仪器默认的量程来检定，不仅增加检定机构的检定成本，而企业也普遍认为最终的测量结果对他们的意义不大，同时在我们检定过程中往往出现超出他们排放标准的数据，需要企业向环保局报备，给企业带来了一些不便。

针对检定过程中出现的上述问题，笔者积极与企业沟通。经过对本地数十家拥有在线监测设备的企业进行走访发现，安装在线监测设备的企业绝大多数是在企业的污水处理站，有着相对成熟稳定的处理设备和工艺，在线监测设备是用于对处理过的废水进行监测并向环保局上传各项指标的数据，COD、氨氮、总磷的数据都处于相对比较低且比较稳定的数值范围。

针对在线监测设备测量方法和使用环境的特殊性，笔者认为可以按照企业的需要更改量程，现在的常用COD、氨氮、总磷都具有手动更改量程的功能，仪器上面一般只写了仪器能使用的最大量程。在确定仪器的使用量程时，我们计量检定人员不能仅从铭牌上读取仪器的量程或者随意选取一个量程，应当通过与企业人员及维保单位沟通，同时翻阅企业上传至环保部门的相关数据，综合考虑企业的实际需求，选择合适的量程进行检定，并以此量程作为仪器的使用量程。在氨氮和总磷检定时按照检定规程的要求检定，对合格的仪器出具检定证书。

对于在线COD而言，如果企业不能满足测量规程中规定的高浓度的条件，笔者认为计量人员可以设置合适的量程，选择合适的标准溶液进行测定，如企业长期测量100mg/L左右的污水，则可将量程设置为（5-300）mg/L，选择50mg/L、

杂志排行

- | | | |
|----|------------------|----------|
| 1 | 《办公室业务》 | 2023年20期 |
| 2 | 《中国市场》 | 2023年32期 |
| 3 | 《戏剧之家》 | 2023年30期 |
| 4 | 《国际护理学杂志》 | 2023年20期 |
| 5 | 《北方药学》 | 2023年8期 |
| 6 | 《佳木斯职业学院学报》 | 2023年7期 |
| 7 | 《财会学习》 | 2023年32期 |
| 8 | 《天津教育·上》 | 2023年9期 |
| 9 | 《科技与创新》 | 2023年22期 |
| 10 | 《佳木斯大学学报（自然科学版）》 | 2023年2期 |

100mg/L和150mg/L测定仪器的示值误差，以100mg/L浓度测定仪器的示值稳定性，这样的测量结果更具代表性。因未能检全检定规程中的所有项目，所以对于结果能够满足要求的COD在线监测仪仍应当出具校准证书。endprint

2 标准溶液的选择

在三种仪器的检定规程中均对标准试剂的不确定度提出了要求，其中COD和总磷的要求为不确定度不大于3%（k=2），氨氮的要求为不确定度不大于2%（k=2）。目前大多数省级以下计量检定机构不具备配制标准溶液的资质，获取途径以购买标准溶液为主，除特别定制外，市场上销售的标准溶液为特定浓度。而检定过程中每一种仪器都对应三种不同浓度的标准溶液，每个地区企业在线监测设备的使用量程不尽相同，因此需要更多浓度的标准溶液，这就要求我们在检定时稀释。因为稀释所用的刻度吸管、容量瓶等玻璃器具及稀释过程中温度变化都会引入不确定度。因此我们采购标准溶液时，都应当以购置标准溶液的不确定度为基础对稀释后溶液的不确定度进行评定，看是否都能满足规程的要求。笔者以500mg/L标准物质不确定度为U=1%（k=2）溶液稀释至10mg/L为例，对稀释后溶液不确定度分析如下：

稀释至10mg/L标准溶液需用250ml容量瓶和5ml单标线移液管。所用容量瓶和单标线移液管均为A级，稀释过程中不确定度来源分别为：由标准溶液引入的不确定度分量，由容量瓶引入的不确定度分量，由单标线移液管引入的不确定度分量，由温度变化引入的不确定度分量。

由标准溶液引入的不确定度分量
标准物质不确定度为U=1%（k=2），属于B类评定，服从正态分布，则：
由容量瓶引入的不确定度分量
250ml容量瓶容量允差为±0.15ml，半宽为0.15ml，属于B类评定，服从均匀分布，容量瓶读书引起的不确定度相对太小，忽略不计，则不确定度为：
则
由单标线移液管引入的不确定度分量
5ml移液管容量允差为±0.015ml，半宽为0.015ml，属于B类评定，服从均匀分布，则移液管示值误差引入不确定度为：
由移液管读数误差引入的不确定度为：
因此单标线移液管引入的不确定度分量为：
由温度变化引入的不确定度分量
温度变化控制在2.0℃，水的膨胀系数为0.0021，属于B类评定，服从均匀分布，则不确定度为：
合成不确定度
取 k=2，则扩展不确定度评定为
 $U=k\times u_c=2\times 0.69\%L=1.4\%$
500mg/L标准溶液稀释至以下常用浓度不确定度评定分量表如表1，表2所示，当初始浓度为1000mg/L或其它浓度时不确定度评定结果基本与表1、表2一致。

根据仪器规程的要求，COD和总磷标准溶液不确定度优于U=3%（k=2），氨氮标准溶液不确定度优于U=2%（k=2），结合表1、表2，在采购标准溶液时，COD和总磷标准溶液不确定度应不大于U=2%（k=2），氨氮标准溶液不确定度应不大于U=1%（k=2）。

3 实际操作中的统筹方法

计量人员在参照检定规程检定环境在线监测设备时往往会头疼，因为这三种设备检定时间长，可操作性较差，且经常出现检定结果不理想，需要对仪器重新校正后再进行检定的情况，这就使得原本就不高的工作效率变得更低。笔者从事过三年多的在线监测设备检定工作，现将统筹检定这三种仪器的步骤总结如下：

（1）在线监测设备使用在污水站，工作环境一般欠佳，这就使得我们在检定之前与企业或维保单位联系做好前期的准备工作，提前对仪器进行校零和量程校正，同时确保取水端到仪器中间管路无明显杂质，避免在检定过程中杂质影响检定结果。

（2）将三种仪器都调为手动进样模式，根据经验，三种仪器中COD在线监测仪每次做样需要五十分钟左右，氨氮和总磷每次做样需要四十分钟左右。在COD在线监测仪检定规程和氨氮在线监测仪检定规程中都要求在三十分钟做一次样，连续做四个小时，分别检定四个小时之内仪器的零点漂移和稳定性，笔者认为此两项指标都应当以时间作为参考因素，因此在检定的前四个小时可以对COD在线监测仪零点漂移，期间对氨氮的稳定性，总磷的重复性进行检定。在进行上述检定做样的同时，按照检定规程的要求对仪器的绝缘电阻等指标进行检定。

（3）从规程可以看出，三种仪器技术指标之间都存在数据共用的情况，因此三种仪器的示值误差都只需要六个样品的数据，在这一步中，对示值误差所需要的六个样品进行检测。

（4）此时氨氮检定已经完成，将COD和总磷调为自动进样模式，取样时间间隔设为一小时，检查打印设备是否正常，设置自动打印模式。取消自动校正模式，如果有些仪器不能取消零点自动校正模式，则可将现在做样的初始时间调为零点，确保做标准样品期间仪器不进行自动校正动作，避免校正后影响测量结果。连续运行24小时，设置好之后检定人员可以离开，以打印纸上记录的数据作为检定的原始数据。

参考文献

[1] 金丽莎，孙海林，刘伟等.JJG 1012-2006化学需氧量（COD）在线自动监测仪[S].2006.
[2] 丁敏，龚飞雁，谢陆云等.JJG 631-2013 氨氮自动监测仪[S].2013.

[3] 林桢, 张潇, 王静等.JJG 1094-2013 总磷总氮水质在线分析仪[S].2013.

[4] 杜书利, 张志清, 谢军燕等.JJG 196-2006常用玻璃量器[S].2006.

[5] 叶德培, 赵峰, 施昌燕等.JJF 1059.1-2012测量不确定度评定与表示[S].2012.endprint

猜你喜欢

量程 标准溶液 不确定度

- 小麦籽粒中氮、磷、钾测定质量控制研究 安徽农学通报(2021年1期) 2021-02-07
- 定值痕量溶解CH4标准实验溶液的配制试验研究 科技创新导报(2020年5期) 2020-06-11
- 石灰性土壤阳离子交换量测定的不确定度的评估 科技视界(2016年18期) 2016-11-03
- 浮标式氧气吸入器氧气流量计示值误差测量不确定度评定 科技视界(2016年21期) 2016-10-17
- 液态物料定量灌装机灌装量误差测量结果的不确定度评定 科学与财富(2016年28期) 2016-10-14
- 一道电学题目的联想 理科考试研究·高中(2016年8期) 2016-05-14
- 电流和电压用电表组方法测量 基层建设(2015年36期) 2015-10-21
- 影响离子色谱分析准确性的几个因素 科技与创新(2015年17期) 2015-09-11
- 小议环境监测质量准确度的控制 科技与创新(2014年12期) 2014-08-28
- 两场争论带来的思考 中小学实验与装备(2009年3期) 2009-08-28



科教导刊
2017年26期

科教导刊的其它文章

- “互联网+”时代高职院校烹饪教师教学能力提升路径
- 思想政治教育概念、理论的梳理及国外研究概况
- 职业教育有效推行现代学徒制的策略与途径
- 刑法视野下的高校知识产权管理改革
- “易懂化”职业技术教育目标的实践探讨
- 需要层次理论在中小学教师管理中的应用