

附件 3:

石油和化工行业计量技术规范项目建议书

建议项目名称	水中挥发性有机物在线气相色谱仪校准规范		
制定或修订	<input checked="" type="checkbox"/> 制定 <input type="checkbox"/> 修订	被修订计量技术规范号	/
计量技术规范性质	<input type="checkbox"/> 检定规程 <input checked="" type="checkbox"/> 校准规范	计量技术规范类别	<input checked="" type="checkbox"/> 重点 <input type="checkbox"/> 基础
主要起草单位	中石化安全工程研究院有限公司		
联系人	肖寒	联系电话	18561539951
任务年限	2027 年	申请经费	5 万
参加单位	中石化（北京）化工研究院有限公司燕山分公司、杭州谱育科技有限公司、北京博赛德科技有限公司		
目的、意义和必要性	<p>1.指出该计量技术规范项目编制的目的、意义，解决产业的问题和编制必要性、迫切性</p> <p>石化企业是挥发性有机物排放的重要源头之一，随着 GB31570 和 GB31571（修改单）中对石化行业循环水泄漏排查要求的增加，石化行业对于水中挥发性有机物的排放监控要求也逐步提高。水中挥发性有机物监测仪需具备采样代表性高、检测灵敏度高、长时间连续运行安全稳定性高等特点，以便灵敏、准确、长周期监测水质状况。为安全生产及环保管理需要，石化行业企业对循环水系统中泄漏介质监测，外排水及监测井地下水污染物浓度监测日益重视，对水中挥发性有机物的检测也由传统人工取样、离线检测逐步向自动化方向提升。基于吹扫捕集-气相色谱技术的挥发性有机物在线气相色谱仪，由于可实现水中低浓度挥发性有机物的定性定量自动测定，已在石化企业现场得到广泛应用，且部署数量持续上升。</p> <p>目前，气相色谱相关检定校准规程有 JJG 700-2016《气相色谱仪检定规程》、JJG 1055-2009《在线气相色谱仪检定规程》等，仪器标准有 JB/T 12965-2016《水中挥发性有机物在线气相色谱仪》。但水中挥发性有机物在线气相色谱仪与常规气相色谱及现有气体分析在线气相的计量特性有较大差异，如进样端的水样体积准确性、前处理吹扫捕集模块的吹扫流量、解吸温度稳定性以及色谱部分的微氦离子检测器、整个系统的检测限、重复性等所涉及的计量特性尚未见相关规范，亟待通过制定校准规范对仪器的计量性</p>		

	<p>能加以保障。</p> <p>2.先进性和亮点、社会效益和推广应用前景</p> <p>该校准规范的建立，将使得用于石化行业循环水、地下水、外排水等水质监测场景的水中挥发性有机物含量的在线气相色谱仪的校准有据可依，填补国内相关计量技术规范空白，为水质监测数据的准确可靠提供计量保障，将产生较好的社会效益。从行业需求来看，随着挥发性有机物环保排放限值进一步收紧，以及石化过程工艺安全平稳、绿色低碳需求的不断提升，在线监测需求与日俱增，水中挥发性有机物在线气相色谱仪将得到广泛应用，校准规范的实施具有良好的推广应用前景。</p> <p>3.查新结果（国家、本行业或其他行业是否有相关技术规范）</p> <p>JJG 1055-2009《在线气相色谱仪检定规程》的适用对象、测量范围、响应时间等特性均不适用于水中挥发性有机物在线监测，国内尚无水中挥发性有机物含量的在线气相色谱仪计量检定规程或校准规范。</p>
产业链应用	<p>1.重点产业链方向</p> <p>仪器仪表。</p> <p>2.对本行业重点产业链的支撑作用</p> <p>为安全生产及环保管理需要，石化行业企业对循环水系统中泄漏介质监测，外排水及监测井地下水污染物浓度监测日益重视，对水中挥发性有机物的检测也由传统人工取样、离线检测逐步向自动化方向提升。挥发性有机物在线气相色谱仪，由于可实现水中低浓度挥发性有机物的定性定量自动测定，已逐步在石化企业现场得到广泛应用。</p> <p>本项目涉及的水中挥发性有机物在线气相色谱仪是应用在石化企业循环水、外排水、地下水等监测场景，通过在线监测水中挥发性有机物的组分和浓度，为循环水中泄漏物料情况及地下水等水质污染情况提供相关数据支撑，从而采取有效的泄漏排查和管控措施，保障石化企业循环水系统的正常运行及水质污染管控。由于该设备具备上述特点，水中挥发性有机物在线气相色谱仪已广泛被用来进行石化水冷器物料泄漏监测及外排水、地下水中挥发性有机物的监测。然而，目前还没有该设备的校准规范，无法保证测量结果的准确性和可靠性。</p> <p>建立水中挥发性有机物在线气相色谱仪校准规范能够很好地规范该类设备的校准过程，保证设备的有效性和检测结果的准确性，同时也为水中挥发性有机物在线气相色谱仪生产企业的量值溯源提供了标准依据，提高产品的竞争力，对石油化工仪器仪表的发展有良好的促进作用。</p>
范围和主要 计量特性	<p>1.计量技术规范的适用范围</p> <p>适用于采用吹扫捕集法进行前处理的水中挥发性有机物在线气相色谱仪的校准，适用检测器为氢火焰离子化检测器（FID）、微氩离子化检测器（MAID）。</p> <p>2.以典型仪器或试验设备等（注明仪器型号）为依据，提出计量特性的技术指标，包括其名称、测量范围和最大允许误差</p>

	<p>以 BCT-5800 型、EXPEC 2100、PN-8700 型等典型仪器设备的计量特性为依据，拟确定计量特性的技术指标如下：</p> <table><tr><th>序号</th><th>项目</th><th>技术要求</th></tr><tr><td>1</td><td>水样体积的准确性</td><td>≤3.0%</td></tr><tr><td>2</td><td>吹扫流量稳定性</td><td>≤1.0%</td></tr><tr><td>3</td><td>解吸温度稳定性</td><td>≤0.5℃</td></tr><tr><td>4</td><td>柱箱温度控制稳定性</td><td>≤0.5℃</td></tr><tr><td>5</td><td>重复性</td><td>≤20%（水中苯）</td></tr><tr><td>6</td><td>检测限</td><td>≤1 μg/L（水中苯）</td></tr><tr><td>7</td><td>线性</td><td>≥0.99（外标法，水中苯）</td></tr></table> <p>注：上述指标，不用于合格性判定。</p> <p>3.主要测量标准的技术指标</p> <table><tr><th>序号</th><th>校准项目</th><th>设备名称及计量器具</th></tr><tr><td>1</td><td>水样体积的准确性</td><td>量筒：测量范围（0-25）mL、（0-2）L</td></tr><tr><td>2</td><td>吹扫流量稳定性</td><td>气体流量计：测量范围为（1-100）mL/min，最小分度不大于 0.1mL/min； 秒表：分度值不大于 0.1s</td></tr><tr><td>3</td><td>解吸温度稳定性、 柱箱温度控制稳定性</td><td>秒表：分度值不大于 0.1s</td></tr><tr><td>4</td><td>检测限、重复性、 线性</td><td>甲醇中苯标准溶液，扩展不确定度 3% （k=2）</td></tr></table> <p>4.简要描述主要计量项目的技术原理</p> <p>通过设备自带采样程序采集水样，用量筒测定排水水样体积，多次测定后计算采样体积误差，从而达到校准采集水样体积准确性的目的；在设备工作吹扫流量下，将流量计串联到吹扫管出口，通过实测流量计算相对标准偏差以达到校准吹扫流量稳定性的目的；在解吸温度、柱箱温度工作范围内，选定一个常用温度点，待温度稳定后，观察并记录设备的温度示值，每分钟记录一次，记录 10 分钟，计算温度示值中最大值和最小值之差，从而达到校准温度稳定性的目的；采用甲醇中苯标准溶液加入纯水中，配制为不同浓度的水中甲苯标准溶液，通过外标法建立标准曲线，获得线性相关系数，多次测定浓度为 1-2 μg/L 的水中苯水样，以达到校准检测限及重复性的目的。</p>	序号	项目	技术要求	1	水样体积的准确性	≤3.0%	2	吹扫流量稳定性	≤1.0%	3	解吸温度稳定性	≤0.5℃	4	柱箱温度控制稳定性	≤0.5℃	5	重复性	≤20%（水中苯）	6	检测限	≤1 μg/L（水中苯）	7	线性	≥0.99（外标法，水中苯）	序号	校准项目	设备名称及计量器具	1	水样体积的准确性	量筒：测量范围（0-25）mL、（0-2）L	2	吹扫流量稳定性	气体流量计：测量范围为（1-100）mL/min，最小分度不大于 0.1mL/min； 秒表：分度值不大于 0.1s	3	解吸温度稳定性、 柱箱温度控制稳定性	秒表：分度值不大于 0.1s	4	检测限、重复性、 线性	甲醇中苯标准溶液，扩展不确定度 3% （k=2）
序号	项目	技术要求																																						
1	水样体积的准确性	≤3.0%																																						
2	吹扫流量稳定性	≤1.0%																																						
3	解吸温度稳定性	≤0.5℃																																						
4	柱箱温度控制稳定性	≤0.5℃																																						
5	重复性	≤20%（水中苯）																																						
6	检测限	≤1 μg/L（水中苯）																																						
7	线性	≥0.99（外标法，水中苯）																																						
序号	校准项目	设备名称及计量器具																																						
1	水样体积的准确性	量筒：测量范围（0-25）mL、（0-2）L																																						
2	吹扫流量稳定性	气体流量计：测量范围为（1-100）mL/min，最小分度不大于 0.1mL/min； 秒表：分度值不大于 0.1s																																						
3	解吸温度稳定性、 柱箱温度控制稳定性	秒表：分度值不大于 0.1s																																						
4	检测限、重复性、 线性	甲醇中苯标准溶液，扩展不确定度 3% （k=2）																																						
水平	<div><input type="checkbox"/>国际先进</div> <div><input checked="" type="checkbox"/>国内先进</div>																																							
国内外情况 简要说明	<p>1.与国内相关技术规范之间的关系</p> <p>JJG 1055-2009《在线气相色谱仪检定规程》只针对热导检测器（TCD）和光离子化检测器（PID）测定 C1-C6 气体的在线气相色谱仪的检定。JJG 700-2016《气相色谱仪检定规程》仅适用于实验室气相色谱仪的检定。国外也无相应的检定和校准规范。本规范的制定可填补国内空白，属于绿色低碳领域且产业急需。</p> <p>2.知识产权、涉及专利情况</p>																																							

		未发现有知识产权的问题，或涉及专利的情况。			
推荐意见		水中挥发性有机物在线气相色谱仪用于在线监测水中挥发性有机物含量，是面向石化行业循环水、外排水、地下水中挥发性有机物的专业在线监测设备。制定水中挥发性有机物在线气相色谱仪校准规范可规范同类别设备的校准过程，为检测数据准确可靠提供计量保障，十分有必要。			
主要 起草 单位	(签字、盖公章) 年 月 日	技术 委员 会	(盖公章) 年 月 日	部委托 支撑 单位	(盖公章) 年 月 日

填写说明：1.表中第 2，3，11 行，请在选定的内容上填写 “■” 的符号。
2.填写制定或修订项目中，若选择修订则必须填写被修订计量技术规范号。