

贵州省地方计量技术规范

JJF (黔) 65-2022

一氧化氮和二氧化氮检测仪校准规范

Calibration Specification for Nitric Oxide and Nitrogen Dioxide

2022-12-12 发布

2023-03-12 实施

贵州省市场监督管理局 发布

一氧化氮和二氧化氮检测 仪校准规范

Calibration Specification for Nitric Oxide
and Nitrogen Dioxide

JJF(黔) 65—2022

归口单位：遵义市市场监督管理局

主要起草单位：遵义市产品质量检验检测院

盘州市检验检测中心

参加起草单位：贵州矿安科技有限公司

本规范由遵义市产品质量检验检测院负责解释

本规范主要起草人：

陆植枢（遵义市产品质量检验检测院）

周 海（遵义市产品质量检验检测院）

王 玎（盘州市检验检测中心）

参加起草人：

万 江（遵义市产品质量检验检测院）

尹昌园（遵义市产品质量检验检测院）

杨亚玉（遵义市产品质量检验检测院）

魏海滨（贵州矿安科技有限公司）

目 录

引言	(II)
1 范围	(1)
2 引用文件	(1)
3 概述	(1)
4 计量特性	(2)
4.1 示值误差	(2)
4.2 重复性	(2)
4.3 响应时间	(2)
5 校准条件	(2)
5.1 环境条件	(2)
5.2 校准使用的设备	(2)
6 校准项目和校准方法	(2)
6.1 校准项目	(2)
6.2 校准方法	(2)
7 校准结果表达与处理	(4)
7.1 校准记录	(4)
7.2 校准结果的处理	(4)
8 复校时间间隔	(5)
附录 A 校准记录格式	(6)
附录 B 校准证书内页格式	(7)
附录 C 测量结果不确定度评定示例	(8)

引 言

本规范依据 JJF 1071-2010《国家计量校准规范编写规则》、JJF 1001-2011《通用计量术语及定义》和 JJF 1059.1-2012《测量不确定度评定与表示》，并参考了 JJG 551-2021《二氧化硫气体检测仪》、GB 12358-2006《作业场所环境气体检测报警器通用技术要求》进行编制。

一氧化氮和二氧化氮检测仪校准规范

1 范围

本规范适用于作业场所中一氧化氮检测仪和二氧化氮检测仪（以下简称检测仪）的校准。

2 引用文件

本规范引用了下列文件：

JJG 551-2021 二氧化硫气体检测仪

GB 12358-2006 作业场所环境气体检测报警仪通用技术要求

凡是注明日期的引用文件，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 概述

检测仪的测量原理一般有电化学式、光学式、半导体式。电化学式是以离子导电为基础进行测量的；光学式是根据光学原理进行测量的；半导体式是根据半导体电阻变化而进行测量的。采样方式分为泵吸式和扩散式。

检测仪由检测单元、信号处理单元、显示单元及报警单元组成。检测仪原理见图 1。

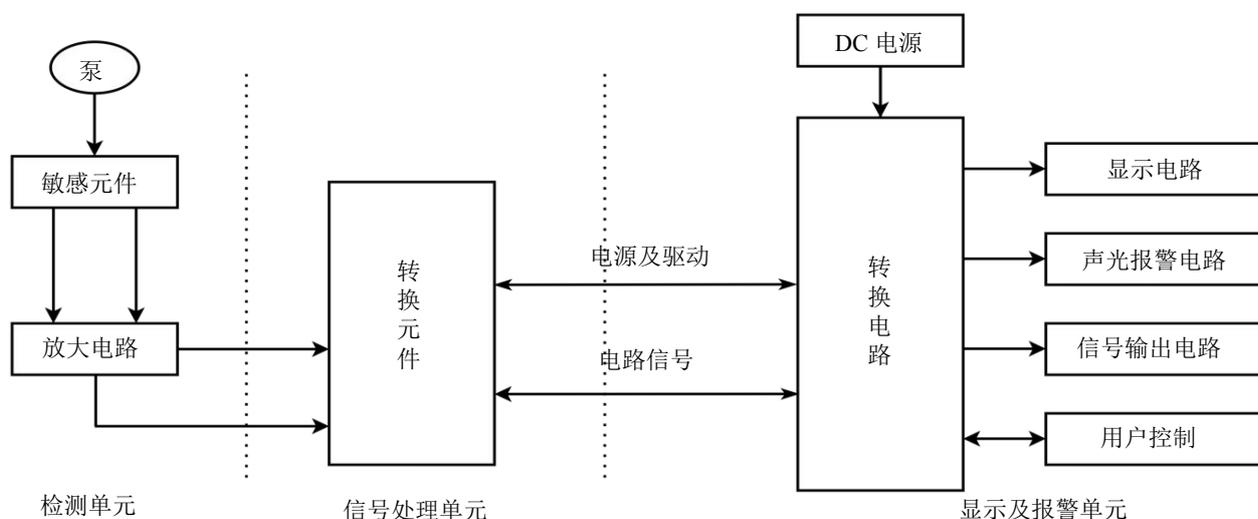


图 1 检测仪原理图

4 计量特性

4.1 示值误差

检测仪示值的最大允许误差为 $\pm 5\%FS$ 或 $\pm 10\%$ ，满足其中之一即可。

4.2 重复性

检测仪重复性 $\leq 5\%$ 。

4.3 响应时间

检测仪响应时间 ≤ 60 s。

注：以上技术指标不用于合格性判定，仅供参考。

5 校准条件

5.1 环境条件

5.1.1 环境温度：(15~35)℃。

5.1.2 相对湿度： $\leq 85\%$ 。

5.1.3 应无影响检测仪正常工作的电磁场及检测准确度的干扰气体。

5.2 校准使用的设备

校准使用的主要设备及其它配套设备见表 1。

表 1 校准使用的主要设备及其它配套设备

序号	设备名称	技术要求
1	气体标准物质	采用与检测仪所测气体种类相同的国家有证气体标准物质，气体标准物质浓度为满量程的 20%、40%、60%；扩展不确定度 $U_r \leq 2\%$ ($k=2$)。标准气样值与标准气样标称值的允许偏离不超过 $\pm 10\%$ 。
2	零点气体	高纯氮（纯度不低于 99.99%）。
3	转子流量计	测量范围：(60~600) mL/min；准确度等级：4.0 级及以上。
4	秒表	分辨力不小于 0.01 s。

6 校准项目和校准方法

6.1 校准项目

示值误差、重复性、响应时间。

6.2 校准方法

6.2.1 校准前准备

6.2.1.1 外观及通电检查

检测仪不应有影响其正常工作的外观损伤。通电后检测仪的数据显示清晰、完整。

6.2.1.2 标志与标识检查

检测仪的名称、型号、制造厂、防爆标志及编号等应齐全、清楚。

6.2.2 示值误差

检测仪在校准环境条件下放置 2 h 后预热 15 min 以上方可进行校准。校准泵吸式检测仪时, 应保证旁通流量计有气体排出。校准扩散式检测仪时, 按照检测仪说明书的要求调节流量。分别通入零点气和满量程 60% 的气体标准物质, 调整检测仪零点和线性。在整个校准过程中不得再调整。检测仪的示值误差校准按图 2 所示的方式连接。

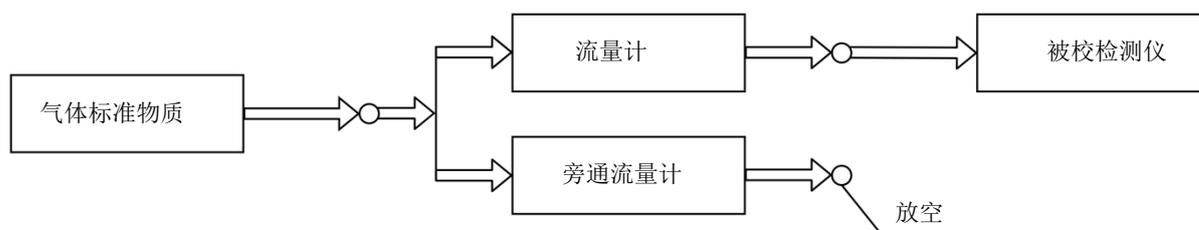


图 2 检测仪校准连接示意图

按照说明书的要求控制流量, 分别通入浓度值为满量程 20%、40%、60% 的气体标准物质, 待读数稳定后, 记录检测仪示值。每点测量 3 次, 取其算术平均值为检测仪的示值, 各校准点的示值误差按式 (1) 或式 (2) 计算:

$$\Delta C = \bar{C} - C \quad (1)$$

$$\Delta C_r = \frac{\bar{C} - C}{C} \times 100\% \quad (2)$$

式中:

ΔC —— 检测仪各校准点的绝对误差, $\mu\text{mol/mol}$;

ΔC_r —— 检测仪各校准点的相对误差, %;

\bar{C} —— 检测仪各校准点 3 次示值的平均值, $\mu\text{mol/mol}$;

C —— 气体标准物质的浓度值, $\mu\text{mol/mol}$ 。

6.2.3 重复性

通入浓度为满量程 40% 的气体标准物质，检测仪重复性校准按图 2 所示的方式连接。重复测量 6 次，重复性按式 (3) 进行计算。

$$s_r = \frac{1}{\bar{C}} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (C_i - \bar{C})^2}{n-1}} \times 100\% \quad (3)$$

式中：

s_r ——单次测量的相对标准偏差，%；

\bar{C} ——6 次示值的算术平均值， $\mu\text{mol/mol}$ ；

C_i ——检测仪第 i 次的示值， $\mu\text{mol/mol}$ ；

n ——测量次数。

6.2.4 响应时间

通入零点气体使检测仪示值回到零点，通入浓度为满量程 60% 的气体标准物质，读取稳定示值，撤去气体标准物质。待检测仪回零后，再次通入上述浓度的气体标准物质，同时启动秒表，待示值升至上述稳定值的 90% 时，停止秒表，记下秒表显示的时间。按上述操作方法重复测量 3 次，取 3 次测量的算术平均值为检测仪的响应时间。

7 校准结果表达与处理

7.1 校准记录

校准记录格式参见附录 A。

7.2 校准结果的处理

校准证书内页格式参见附录 B，校准证书应至少包括以下内容：

- a) 标题，如“校准证书”；
- 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（如证书编号），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（如型号、产品编号等）；
- g) 进行校准的日期或校准证书的生效日期；
- h) 校准所依据的技术规范的标识，包括名称和代号；

- i) 校准所用测量标准的溯源性及有效性说明;
- j) 校准环境的描述;
- k) 校准结果及测量不确定度的说明;
- l) 校准员及核验员的签名;
- m) 校准证书批准人的签名;
- n) 校准结果仅对被校对象有效的声明;
- o) 未经实验室书面批准, 不得部分复制证书或报告的声明。

8 复校时间间隔

由于复校时间间隔的长短是由检测仪的使用情况、使用者、检测仪本身质量等诸因素所决定的, 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。建议复校时间间隔不超过 12 个月。

附录 A

校准记录格式

共 页 第 页

1、送校单位信息									
送校单位名称				地 址					
2、被校计量器具信息									
计量器具名称				制造厂					
规格型号				出厂编号					
其 它									
3、本次校准使用的计量标准器信息									
计量标准器名称		不确定度/准确度等级 /最大允许误差		测量范围		标准器 证书编号	有效期至		
4、校准环境条件及地点									
地点				温度/℃					
				相对湿度/%		其它			
5、校准依据									
6、校准项目									
序号	校准项目	校准结果							
6.1	示值误差	测量次数 气体标准物质浓度值	测量值			平均值	示值误差		
			1	2	3		绝对	相对	
6.2	重复性	气体标准物质 浓度值	显示值						重复性
			1	2	3	4	5	6	
6.3	响应时间	气体标准物质 浓度值	测得值				平均值	响应 时间	
			1	2	3				

校准结果不确定度： $U=$ (k=2)。

校准员：

核验员：

校准日期：

年

月

日

附录 B

校准证书内页格式

证书编号：

校准结果

序号	校准项目	校准结果			
		气体标准物质 浓度值	示值平均值	示值误差	
				绝对	相对
1	示值误差				
2	重复性				
3	响应时间				

示值误差测量结果不确定度 $U=$ ($k=$)。

注：1、本证书校准结果仅对该计量器具有效；

2、本证书封面未加盖校准专用章无效；

3、未经本校准实验室书面授权，不得部分复制本证书。

附录 C

测量结果不确定度评定示例

C.1 概述

C.1.1 测量依据：JJF(黔)65-2022 一氧化氮和二氧化氮检测仪。

C.1.2 测量环境条件：温度(15~35)℃。相对湿度：≤85%。

C.1.3 测量设备：一氧化氮或二氧化氮气体标准物质，其相对扩展不确定度 $U_r \leq 2\%$ ($k=2$)。

C.1.4 测量对象：一氧化氮或二氧化氮检测仪，量程为(0~100) μmol/mol，检测仪示值的最大允许误差为：±5%FS 或 ±10%。

C.1.5 测量方法：按照说明书的要求控制流量，分别通入浓度值为满量程 20%、40%、60%的气体标准物质，待读数稳定后，记录检测仪示值。每点测量 3 次，取其算术平均值为检测仪的示值，计算各校准点的示值误差。

C.2 测量模型

C.2.1 测量模型可用式 (C.1) 表示：

$$\Delta C = \bar{C} - C \quad (\text{C.1})$$

式中：

ΔC ——检测仪各校准点的示值误差，μmol/mol；

\bar{C} ——检测仪各校准点 3 次示值的平均值，μmol/mol；

C ——气体标准物质的浓度值，μmol/mol。

C.2.2 灵敏度系数

考虑各分量彼此独立，不确定度传播律公式为式 (C.2)：

$$u_c^2 = c_1^2 u^2(\bar{C}) + c_2^2 u^2(C) \quad (\text{C.2})$$

灵敏系数：

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

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

C.2.3 标准不确定度的主要来源

标准不确定度的主要来源：包括检测仪示值重复性测量引入的标准不确定度，检测仪的分辨力引入的标准不确定度，气体标准物质的测量误差引入的标准不确定度。

C.3 各输入量的标准不确定度评定

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

C.3.1.1 检测仪的测量重复性引入的标准不确定度分量 $u_1(\bar{C})$ ，在重复性条件下，在校准点为满量程的40%上重复测量10次，重复性试验测量结果见表C.1。

表 C.1 重复性试验测量结果

测量序号	1	2	3	4	5
示值 ($\mu\text{mol/mol}$)	41	41	40	42	41
测量序号	6	7	8	9	10
示值 ($\mu\text{mol/mol}$)	40	41	41	42	40

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (C_i - \bar{C})^2}{n-1}} = 0.74 \mu\text{mol/mol}$$

在实际测量中，连续测量3次，以平均值作为测量结果，则其平均值的标准不确定度为：

$$u_1(\bar{C}) = \frac{s}{\sqrt{3}} = 0.43 \mu\text{mol/mol}$$

C.3.1.2 检测仪的分辨力引入的标准不确定度分量 $u_2(\bar{C})$ ，采用B类方法进行评定。

由检测仪说明书可知，检测仪分辨力为 $1 \mu\text{mol/mol}$ ，即区间半宽度为 $a=0.5 \mu\text{mol/mol}$ ，假设为均匀分布，取 $k=\sqrt{3}$ ，则：

$$u_2(\bar{C}) = \frac{0.5}{\sqrt{3}} = 0.3 \mu\text{mol/mol}$$

重复性引入的标准不确定度分量和分辨力引入的标准不确定度取其较大者作为不确定度分量，则：

$$u(\bar{C}) = 0.43 \mu\text{mol/mol}$$

C.3.2 输入量 C 的标准不确定度 $u(C)$ 的评定

由气体标准物质证书可知， $U_r=2\%$ ， $k=2$ 则其标准不确定度分量为：

$$u_r(C) = \frac{U_r}{k} = 1\%$$

当测量点为 40 $\mu\text{mol/mol}$ 时, 则:

$$u(C) = 0.40 \mu\text{mol/mol}$$

C.4 合成标准不确定度评定

C.4.1 标准不确定度分量一览表见表 C.2

表 C.2 标准不确定度分量一览表

序号	不确定度分量来源	评定方法	符号	u_i 的值	c_i	$ c_i \cdot u(x_i)$
1	检测仪的测量重复性	A 类	$u(\bar{C})$	0.43 $\mu\text{mol/mol}$	1	0.43 $\mu\text{mol/mol}$
2	气体标准物质的测量误差	B 类	$u(C)$	0.40 $\mu\text{mol/mol}$	-1	0.40 $\mu\text{mol/mol}$

C.4.2 合成标准不确定度评定计算

示值误差测量时, 输入量各标准不确定度分量间不相关, 则合成标准不确定度按式 (C.3) 计算。

$$u_c = \sqrt{c_1^2 u^2(\bar{C}) + c_2^2 u^2(C)} \quad (\text{C.3})$$

$$u_c = 0.59 \mu\text{mol/mol}$$

C.5 扩展不确定度评定

取包含因子 $k=2$, 则扩展不确定度按式 (C.4) 计算。

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

$$U = 1.2 \mu\text{mol/mol}$$
