

中华人民共和国国家计量技术规范

JJF XXX-XXXX

氟化氢气体检测报警器校准规范

Calibration Specification for Gas Detectors and Alarms of
Hydrogen Fluoride

(征求意见稿)

202X-XX-XX 发布

202X-0X-XX 实施

国家市场监督管理总局发布

氟化氢气体检测报警器

校准规范

JJFXXX-XXXX

Calibration Specification for Gas

Detectors and Alarms of Hydrogen Fluoride

归口单位：全国环境化学计量技术委员会

主要起草单位：上海市检验检测认证有限公司

济宁市质量计量检验检测研究院

中国计量科学研究院

山东恒量测试科技有限公司

参加起草单位：上海市计量测试技术研究院有限公司

山东斯诺电子有限公司

本规范委托全国环境化学计量技术委员会负责解释

本规范主要起草人：

（上海市检验检测认证有限公司）

（济宁市质量计量检验检测研究院）

（中国计量科学研究院）

（山东恒量测试科技有限公司）

参加起草人：

（上海市计量测试技术研究院有限公司）

（山东斯诺电子有限公司）

目 录

引言	(II)
1 范围	(1)
2 概述	(1)
3 计量特性	(1)
3.1 示值误差	(1)
3.2 重复性	(1)
3.3 响应时间	(1)
3.4 报警功能和报警设定值	(1)
3.5 漂移（限固定式报警器）	(1)
4 校准条件	(1)
4.1 环境条件	(1)
4.2 测量标准及其他设备	(2)
5 校准项目和校准方法	(2)
5.1 报警器的调整	(2)
5.2 示值误差	(3)
5.3 重复性	(3)
5.4 响应时间	(4)
5.5 报警功能和报警设定值	(4)
5.6 漂移	(4)
6 校准结果表达	(5)
7 复校时间间隔	(5)
附录 A 氟化氢气体检测报警器校准记录	(6)
附录 B 校准证书内页格式	(8)
附录 C 氟化氢气体检测报警器示值误差的测量不确定度评定示例	(9)

引 言

JJF 1071 《国家计量校准规范编写规则》、JJF 1001《通用计量术语及定义》、JJF 1059.1 《测量不确定度评定与表示》共同构成支撑本规范制定工作的基础性系列规范。

本规范的制定主要参考了GB 12358—2024 《作业场所环境气体检测报警仪器通用技术要求》 编制而成。

本规范为首次发布。

氟化氢气体检测报警器校准规范

1 范围

本规范适用于浓度测量上限不大于 $100\mu\text{mol/mol}$ 的氟化氢气体检测报警器的校准。

2 概述

氟化氢气体检测报警器（以下简称报警器）主要用于检测作业场所环境中氟化氢气体的浓度。通常由气路单元、检测单元、信号处理单元、显示单元或报警单元等组成。检测原理主要有电化学原理和半导体原理等。按照采样方式可分为泵吸式和扩散式，按照使用方式可分为固定式和便携式。

3 计量特性

3.1 示值误差

绝对误差： $\pm 2\ \mu\text{mol/mol}$

相对误差： $\pm 20\%$ 。

满足其中之一即可。

3.2 重复性

不大于 5% 。

3.3 响应时间

不大于 160s 。

3.4 报警功能和报警动作值

具有报警功能的报警器，应具有报警设定值。当示值达到报警设定值时，应有声、光或振动报警。

3.5 漂移（限固定式报警器）

3.5.1 零点漂移： $\pm 3\%\text{FS}$ 。

3.5.2 量程漂移： $\pm 5\%\text{FS}$ 。

注：以上各项指标不是用于合格性判别，仅作参考。

4 校准条件

4.1 环境条件

4.1.1 环境温度：(5~40)℃。

4.1.2 相对湿度：≤85 %。

4.1.3 工作环境应无影响报警器正常工作的电磁场及干扰气体，应保持通风并采取安全措施。

4.2 测量标准及其他设备

4.2.1 气体标准物质

空气(氮)中氟化氢有证气体标准物质，相对扩展不确定度不大于3%， $k=2$ 。当采用气体稀释装置时，稀释后的标准气体的相对扩展不确定度应不大于3%， $k=2$ 。

4.2.2 零点气体

采用纯度为99.999%的氮气或合成空气（由纯度为99.999%的氮气和99.999%的氧气配置）。

4.2.3 电子秒表

1h，最大允许误差为±0.10s。

4.2.4 流量计

测量范围（0~1.5）L/min，准确度级别不低于4.0级。

4.2.5 减压阀、气体管路

应使用不易与氟化氢气体发生反应或吸附的材质，如聚四氟乙烯管路、硅烷化处理的不锈钢阀和不锈钢管路。

5 校准项目和校准方法

5.1 报警器的调整

按照报警器说明书的要求对报警器进行预热，预热稳定后按图1所示连接。校准泵吸式报警器时，必须保证旁通流量计有气体放出。校准扩散式仪器时，不需要连接旁通流量计，并按照报警器使用说明书的要求调节流量。若说明书中没有明确要求，则流量一般调节至（500±50）mL/min。

使用说明书中对报警器的调整有明确要求时，按照说明书的要求调整零点和示值；若说明书中没有明确要求，则用零点气体和浓度约为满量程80%的气体标准物质调整报警器的零点和示值。（若有需要，则应多次通入浓度约为满量程

80 %的气体标准物质来调整报警器示值)。

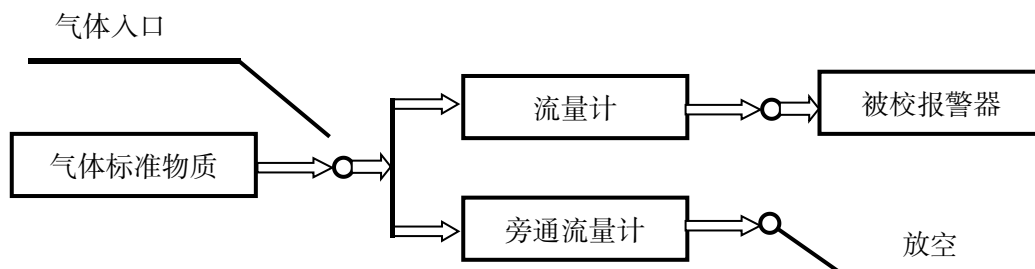


图 1 校准连接示意图

5.2 示值误差

按5.1设置流量，依次通入浓度约为满量程 20 %、50 %、80 %的气体标准物质，待报警器的读数稳定后记录示值，然后通入零点气体待示值回零后，再通入上述气体标准物质。每点重复测量3次，取3次测量的算术平均值 $\bar{x}$ 作为各点的示值，按式（1）或式（2）计算报警器各点的示值误差 Δx 或 Δx_r 。

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

$$\Delta x_r = \frac{\bar{x} - x_s}{x_s} \times 100\% \quad (2)$$

式中：

Δx ——绝对误差， $\mu\text{mol/mol}$ ；

Δx_r ——相对误差，%；

$\bar{x}$ ——3次测量的算术平均值， $\mu\text{mol/mol}$ ；

x_s ——气体标准物质浓度值， $\mu\text{mol/mol}$ 。

5.3 重复性

通入浓度约为满量程 50 %的气体标准物质，待报警器的读数稳定后记录示值，然后通入零点气体使报警器的示值回零，再通入上述浓度的气体标准物质。重复测量 6 次，重复性以单个测得值的标准偏差 s_r 表示。按式（3）计算报警器的重复性。

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

式中：

x_i ——第 i 次测量的测得值， $\mu\text{mol/mol}$ ；

$\bar{x}$ —— n 次测量的算术平均值， $\mu\text{mol/mol}$ ；

n ——测量次数。

5.4 响应时间

通入零点气体使报警器示值回零后，通入浓度约为满量程 50 % 的气体标准物质，读取稳定后的示值；然后通入零点气体使报警器的示值回零，再通入上述浓度的气体标准物质，同时用秒表记录从通入气体标准物质瞬时起到检测仪显示稳定值 90 % 时的时间，重复测量 3 次，取 3 次测量的算术平均值作为报警器的响应时间。

5.5 报警功能和报警设定值

通入浓度约为 1.5 倍报警设定值的气体标准物质，当示值达到报警设定值时，观察报警器声、光或振动报警功能是否正常，并记录报警器的报警设定值。

5.6 漂移

固定式报警器的漂移包括零点漂移和量程漂移。

通入零点气体，待读数稳定后记录报警器的示值 x_{z0} ，再通入浓度约为满量程 80 % 的气体标准物质，待读数稳定后，记录报警器的示值 x_{s0} ，撤去气体标准物质，通入零点气体，待报警器的示值回零后撤去零点气体。固定式报警器连续运行 4h，每间隔 1 小时重复上述步骤一次，分别记录通入零点气体稳定后的示值 x_{zi} 和通入浓度约为满量程 80 % 的气体标准物质稳定后的示值 x_{si} ($i=1, 2, 3, 4$)。

按式(4)计算零点漂移 ΔZ_i ，取绝对值最大的 ΔZ_i 作为报警器的零点漂移。

$$\Delta Z_i = \frac{x_{zi} - x_{z0}}{R} \times 100\% \quad (4)$$

按式(5)计算量程漂移，取绝对值最大的 ΔS_i 作为报警器的量程漂移。

$$\Delta S_i = \frac{(x_{si} - x_{zi}) - (x_{s0} - x_{z0})}{R} \times 100\% \quad (5)$$

式中：

R ——报警器满量程, $\mu\text{mol/mol}$ 。

6 校准结果表达

校准结果应在校准证书上反映, 校准证书应至少包括以下信息:

- a) 标题: “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 (如编号), 每页及总页数的标识;
- e) 送校单位的名称和地址;
- f) 被校对象的描述和明确标识;
- g) 进行校准的日期, 如果与校准结果的有效性和应用有关时, 应说明被校对象的接收日期;
- h) 如果与校准结果的有效性或应用有关时, 应对被校样品的抽样程序进行说明;
- i) 校准所依据的技术规范的标识, 包括名称及编号;
- j) 本次校准所用测量标准的溯源性及有效性说明;
- k) 校准环境的描述;
- l) 校准结果及测量不确定度的说明;
- m) 对校准规范的偏离的说明;
- n) 校准证书或校准报告签发人的签名、职务或等效标识;
- o) 校准结果仅对被校对象有效的声明;
- p) 未经实验室书面批准, 不得部分复制证书的声明。

7 复校时间间隔

由于复校时间间隔的长短是由报警器的使用情况、使用者、报警器本身质量等因素所决定, 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, 建议不超过 12 个月。

如果对报警器的检测数据有怀疑或报警器更换了主要部件及修理后, 应对报警器重新校准。

附录 A

氟化氢气体检测报警器校准记录

送校单位：_____ 记录编号：_____

报警器名称：_____ 制造厂商：_____

报警器型号：_____ 报警器编号：_____ 测量范围：_____

温度：_____℃ 相对湿度：_____ % 校准地点：_____

校准依据：_____

校准使用的主要设备：

名称	编号	测量范围	不确定度或准确度等级 或最大允许误差	证书编号	有效期至

1 示值误差

气体标准物质浓度值 $\mu\text{mol/mol}$	示值 $\mu\text{mol/mol}$			平均值 $\mu\text{mol/mol}$	绝对误差	相对误差
	1	2	3			

2 响应时间

气体标准物质浓度值 $\mu\text{mol/mol}$	响应时间/s			
	1	2	3	平均值

3 重复性

气体标准物质浓度值 $\mu\text{mol/mol}$	示值 $\mu\text{mol/mol}$						平均值 $\mu\text{mol/mol}$	重复性
	1	2	3	4	5	6		

4 报警功能及报警值

报警功能	报警设定值 $\mu\text{mol/mol}$

5 漂移

时间	0 h	1h	2h	3h	4h	零点漂移	量程漂移
零点 $\mu\text{mol/mol}$							
示值 $\mu\text{mol/mol}$							

示值误差校准结果的扩展不确定度：

校准员：_____核验员：_____校准日期：_____

附录 B

校准证书内页格式

校 准 结 果

校准项目	校准结果			
示值误差	气体标准物质浓度值 ($\mu\text{mol/mol}$)	报警器示值 ($\mu\text{mol/mol}$)	示值误差 ($\mu\text{mol/mol}$)	扩展不确定度($k=2$)
重复性				
响应时间				
报警功能及报警设定值				
零点漂移				
量程漂移				
备注				

附录 C

氟化氢气体检测报警器示值误差的测量不确定度评定示例

C.1 测量条件及测量方法

C.1.1 环境条件：符合本规范规定的环境条件。

C.1.2 测量标准：氟化氢气体标准物质：相对扩展不确定度不大于 3%， $k=2$ 。

C.1.3 被校报警器：氟化氢气体检测报警器。以测量范围：(0 ~ 10) $\mu\text{mol/mol}$ 为例。

C.1.4 测量方法：

按照报警器使用说明书中的要求，报警器预热稳定后，分别通入零点气体和浓度约为满量程 80 % 的气体标准物质，调整报警器的零点和示值。依次通入浓度约为满量程 20 %、50 %、80 % 的气体标准物质，待报警器的读数稳定后记录示值，然后通入零点气体待示值回零后，再通入上述气体标准物质。每点重复测量 3 次，3 次测量的算术平均值与标准气体浓度值的差值为该报警器的示值误差。

C.2 测量模型

示值误差测量模型如式：

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

式中：

Δx ——示值误差， $\mu\text{mol/mol}$ ；

$\bar{x}$ ——3次测量的算术平均值， $\mu\text{mol/mol}$ ；

x_s ——气体标准物质浓度值， $\mu\text{mol/mol}$ 。

C.3 测量不确定度的来源

C.3.1 测量标准引入的不确定度。

C.3.2 测量重复性引入的不确定度。环境条件、人员操作、流量控制、取样系统吸附和被校检测仪等各种随机因素，体现在测量重复性中。

C.4 标准不确定度的评定

C.4.1 测量标准即气体标准物质的定值引入的标准不确定度 $u(x_s)$ 的评定

根据校准规范，标准气体的相对扩展不确定度不大于3%，包含因子 $k=2$ 。以标准气体的相对扩展不确定度等于3%为例，标准气体定值引入的标准不确定度为：

$$u(x_s) = \frac{x_s \times 3\%}{2} \quad (\text{C.1})$$

各校准点标准气体的定值引入的标准不确定度 $u(x_s)$ 计算结果见表C.1。

表C.1 各校准点标准气体定值引入的标准不确定度 $u(x_s)$

测量范围 $\mu\text{mol/mol}$	标准气体浓度值 $\mu\text{mol/mol}$	$u(x_s)$ $\mu\text{mol/mol}$
(0 ~ 10)	3.2	0.048
	5.3	0.080
	8.1	0.12

C.4.2 测量重复性引入的标准不确定度 $u(x)$

对于测量范围为 (0 ~ 10) $\mu\text{mol/mol}$ 的报警器，依次通入浓度约为 3.2 $\mu\text{mol/mol}$ 、5.3 $\mu\text{mol/mol}$ 、8.1 $\mu\text{mol/mol}$ 的氟化氢标准气体，重复测量 10 次。各校准点测量结果见表C.2。

表C.2 各校准点测量结果

测量范围 $\mu\text{mol/mol}$	标准气体浓度值 $\mu\text{mol/mol}$	示值 $\mu\text{mol/mol}$									
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
(0 ~ 10)	3.2	3.6	3.7	3.8	3.5	3.5	3.6	3.8	3.4	3.5	3.7
	5.3	5.6	5.7	5.5	5.4	5.7	5.8	5.7	5.6	5.5	5.9
	8.1	8.7	8.6	8.5	8.8	8.9	9.0	8.8	8.6	8.7	8.9

各校准点分别按式(C.3)计算标准偏差，相应各校准点的标准不确定度可按式(C.4)计算。

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{10} (x_i - \bar{x})^2}{10-1}} \quad (\text{C. 3})$$

$$u(\bar{x}) = \frac{s}{\sqrt{n}} = \frac{s}{\sqrt{3}} \quad (\text{C. 4})$$

注：实际校准时，每个校准点重复测量 3 次，取 3 次测量的算术平均值作为报警器示值，故 $n=3$ 。

各校准点的标准偏差 s 与标准不确定度 $u(\bar{x})$ 的计算结果见表 C. 3。

表 C. 3 各校准点的实验标准偏差 s 与标准不确定度 $u(\bar{x})$ 的计算结果

单位：μmol/mol

测量范围 μmol/mol	气体标准物质浓度值 μmol/mol	平均值 μmol/mol	s μmol/mol	$u(\bar{x})$ μmol/mol
(0 ~ 10)	3.2	3.6	0.137	0.080
	5.3	5.6	0.151	0.087
	8.1	8.8	0.158	0.092

C. 5 合成标准不确定度

C. 5.1 标准不确定度汇总

标准不确定度汇总于表 C.4。

表 C. 4 标准不确定度分量汇总表

测量范围 μmol/mol	不确定度来源	标准气体浓度值 μmol/mol	标准不确定度 分量	标准不确定度值 μmol/mol
(0 ~ 10)	标准气体定值引入 的标准不确定度	3.2	$u(x_i)$	0.048
		5.3		0.080
		8.1		0.12
	测量重复性引入的	3.2	$u(\bar{x})$	0.080
		5.3		0.087

	标准不确定度	8.1	0.092
--	--------	-----	-------

C.5.2 合成标准不确定度

各输入量的不确定度彼此不相关，则相对合成标准不确定度为：

$$u_c(\Delta x) = \sqrt{c_1^2 u^2(\bar{x}) + c_2^2 u^2(x_s)}$$

灵敏系数：

$$c_1 = \frac{\partial \Delta x}{\partial \Delta x} = 1, \quad c_2 = \frac{\partial \Delta x}{\partial \Delta x_s} = -1$$

则：

$$u_c(\Delta x) = \sqrt{u^2(\bar{x}) + u^2(x_s)} \quad (\text{C.5})$$

测量范围：(0 ~ 10) μmol/mol；

校准点 3.2 μmol/mol： $u_c = 0.10 \mu\text{mol/mol}$ ；

校准点 5.3 μmol/mol： $u_c = 0.12 \mu\text{mol/mol}$ ；

校准点 8.1 μmol/mol： $u_c = 0.16 \mu\text{mol/mol}$ 。

C.6 扩展不确定度

取包含因子 $k=2$ ，则各校准点示值误差的扩展不确定度按式(C.6)计算：

$$U = k \cdot u_c(\Delta x) \quad (\text{C.6})$$

校准点 3.2 μmol/mol： $U = 0.2 \mu\text{mol/mol}$ ， $k=2$ ；

校准点 5.3 μmol/mol： $U = 0.3 \mu\text{mol/mol}$ ， $k=2$ ；

校准点 8.1 μmol/mol： $U = 0.4 \mu\text{mol/mol}$ ， $k=2$ 。