

中华人民共和国国家计量技术规范

JJF 1433—2013

氯气检测报警仪校准规范

Calibration Specification for Chlorine Alarm Detectors

2013-10-25 发布


2014-01-25 实施

国家质量监督检验检疫总局 发布

氯气检测报警仪校准规范

Calibration Specification for

Chlorine Alarm Detectors



JJF 1433—2013

归口单位：全国环境化学计量技术委员会

主要起草单位：江西省计量测试研究院

中国计量科学研究院

河北省计量科学研究所

参加起草单位：济南长青计算机有限公司

广州分析测试中心

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：

杨禹哲（江西省计量测试研究院）

周泽义（中国计量科学研究院）

宋增良（河北省计量科学研究所）

参加起草人：

岳宗龙（济南长青计算机有限公司）

罗 军（广州分析测试中心）

目 录

引言	(II)
1 范围	(1)
2 引用文件	(1)
3 概述	(1)
4 计量特性	(1)
4.1 示值误差	(1)
4.2 重复性	(1)
4.3 响应时间	(1)
4.4 报警功能	(1)
4.5 漂移	(1)
5 校准条件	(1)
5.1 环境条件	(1)
5.2 校准用计量器具及配套设备	(2)
6 校准项目和校准方法	(2)
6.1 示值误差	(2)
6.2 重复性	(2)
6.3 响应时间	(3)
6.4 报警功能	(3)
6.5 漂移	(3)
7 校准结果表达	(3)
8 复校时间间隔	(4)
附录 A 氯气检测报警仪校准记录	(5)
附录 B 证书内页格式	(7)
附录 C 示值误差的测量结果不确定度评定	(8)

引 言

本规范以 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》为基础性系列规范进行制定。

本规范是按照 GB 12358—2006《作业场所环境气体检测报警仪 通用技术要求》及 HG/T 23006—1992《有毒气体检测报警仪技术条件及检测方法》中的技术要求和办法，以及 GB 50493—2009《石油化工可燃气体和有毒气体检测报警设计规范》中指示报警设备的选用而进行制定的。

本规范的示值误差以测量值的相对误差来表示。

本规范为首次制定。

氯气检测报警仪校准规范

1 范围

本规范适用于测量范围（0~10） $\mu\text{mol/mol}$ 至（0~1 000） $\mu\text{mol/mol}$ 氯气检测报警仪（以下简称仪器）的校准，其他用于氯气检测的仪器可参照本规范进行校准。

2 引用文件

GB 12358—2006 作业场所环境气体检测报警仪 通用技术要求

GB 50493—2009 石油 化工可燃气体和有毒气体检测报警设计规范

HG/T 23006—1992 有毒气体检测报警仪技术条件及检测方法

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 概述

仪器检测器主要有隔膜电极型、定电位电解型或/和半导体型。采样方式有扩散式和吸入式。主要结构由检测元件、放大电路、报警系统、显示器等组成。

4 计量特性

4.1 示值误差

最大允许误差： $\pm 10\%$ 。

4.2 重复性

重复性不大于3%。

4.3 响应时间

扩散式不大于60 s，吸入式不大于30 s。

4.4 报警功能

具有报警功能的仪器，报警功能应正常。

4.5 漂移

4.5.1 零点漂移： $\pm 3\%FS$ 。

4.5.2 量程漂移： $\pm 5\%FS$ 。

注：以上指标不是用于合格性判别，仅作参考。

5 校准条件

5.1 环境条件

5.1.1 环境温度： $(15\sim 35)^\circ\text{C}$ 。

5.1.2 相对湿度： $\leq 85\%$ 。

5.1.3 工作环境应无影响仪器正常工作的电磁场及干扰气体，校准现场应保持通风和

采取安全措施。

5.2 校准用计量器具及配套设备

5.2.1 气体标准物质

氯气气体标准物质，相对扩展不确定度不大于 2% ($k=2$)。

5.2.2 标准气体稀释装置：稀释误差不超过 ±1%。

5.2.3 秒表：分度值不大于 0.1 s。

5.2.4 流量控制器：流量范围 (500 ~ 1 200) mL/min 或按照仪器说明书要求，准确度级别不低于 4 级。如图 1 所示。

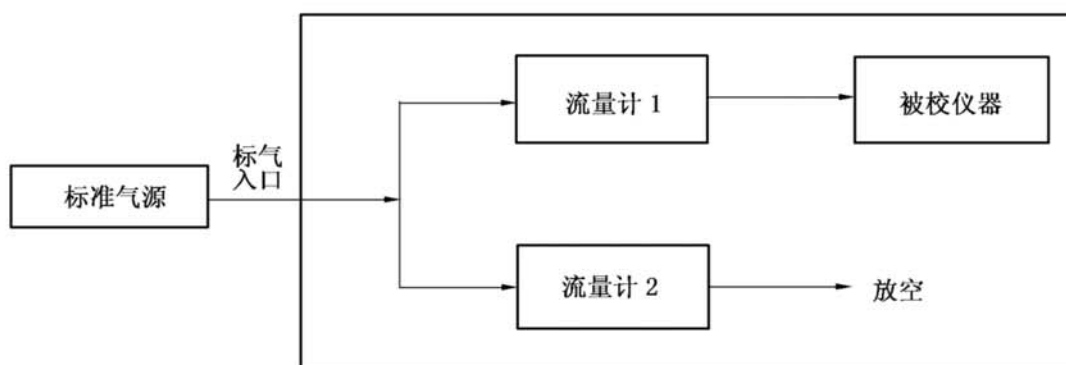


图 1 流量控制器示意图

5.2.5 零点气体：净化处理过的压缩空气或高纯氮气 (99.99%)。

5.2.6 减压阀：配套的减压阀应使用不与氯气发生反应或吸附的材质。

5.2.7 气体管路：采用不影响氯气浓度的气体管路。

6 校准项目和校准方法

6.1 示值误差

在正常工作条件下，仪器通电预热稳定后，先通入零点气体校准仪器的零点，再通入浓度约为满量程 80% 的气体标准物质校准仪器，然后分别通入浓度约为满量程 20%、40%、60%、80% 的气体标准物质，待示值稳定后，读取示值，每种浓度重复测量 3 次，取算术平均值作为仪器示值，按式 (1) 计算各浓度点的示值误差 ΔC ：

$$\Delta C = \frac{\bar{C} - C_s}{C_s} \times 100\% \quad (1)$$

式中：

\bar{C} ——每种浓度 3 次示值的算术平均值， $\mu\text{mol/mol}$ ；

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

6.2 重复性

通入浓度约为满量程 60% 左右的气体标准物质，待示值稳定后，记录仪器示值 C_i 。重复测量 6 次，重复性以单次测量的相对标准偏差表示。按式 (2) 计算仪器的重复性 s_r ：

$$s_r = \frac{1}{\bar{C}} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^6 (C_i - \bar{C})^2}{6-1}} \times 100\% \quad (2)$$

式中：

C_i ——仪器第 i 次测量的示值， $\mu\text{mol/mol}$ ；

\bar{C} ——仪器示值的算术平均值， $\mu\text{mol/mol}$ 。

6.3 响应时间

先通入零点气体使仪器示值回到零点后，再通入浓度约为满量程 60% 的气体标准物质，待示值稳定后，读取仪器示值，撤去气体标准物质，待仪器回零后，再通入上述浓度的气体标准物质，同时启动秒表，待仪器显示值到达稳定示值的 90% 时停止计时，记录秒表读数，重复测量 3 次，取 3 次测量结果的算术平均值作为仪器的响应时间。

6.4 报警功能

通入报警设定值 1.5 倍的气体标准物质，使仪器出现报警动作，观察仪器声光报警功能是否正常，记录仪器显示的报警浓度值，重复测量 3 次，3 次测量结果的算术平均值为仪器的报警动作值。

6.5 漂移

仪器的漂移包括零点漂移和量程漂移。

在正常工作条件下，仪器通电预热稳定后，通入气体校准仪器零点后，将仪器调到零点（对指针式的仪器将示值调到 5% 处），记为 C_{z0} 。再通入浓度约为满量程 60% 的气体标准气体，读取稳定示值为 C_{s0} ，而后通入零点气体。对固定式仪器连续运行 6 h，每间隔 1 h 记录仪器的零点值为 C_{zi} ，通入上述同一气体标准物质记录仪器稳定示值为 C_{si} ；对便携式仪器连续运行 1 h，按上述同样的方法，每间隔 10 min 试验并记录读数一次。按式（3）计算零点漂移：

$$\Delta Z_i = \frac{C_{zi} - C_{z0}}{R} \times 100(\%FS) \quad (3)$$

取绝对值最大的 ΔZ_i ，为仪器的零点漂移。

按式（4）计算量程漂移：

$$\Delta S_i = \frac{(C_{si} - C_{zi}) - (C_{s0} - C_{z0})}{R} \times 100(\%FS) \quad (4)$$

取绝对值最大的 ΔS_i 作为仪器的量程漂移。

式中：

R ——仪器满量程。

7 校准结果表达

校准结果应反映在校准证书或校准报告上，校准证书或报告至少包括以下信息：

- a) 标题，如“校准证书”或“校准报告”；
- b) 实验室名称和地址；

- c) 进行校准的地点（如果不在实验室内进行校准）；
- 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受日期；
- h) 如果与校准结果的有效性和应用有关时，应对抽样程序进行说明。校准环境的描述；
- i) 对校准所依据的技术规范的标识，包括名称及代码；
- 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) 校准证书或校准报告签发人的签名、职务或等效标识以及签发日期；
- 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仪器的使用情况、使用者、仪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1年。如果对仪器的检测数据有怀疑或仪器更换主要部件及修理后，应对仪器重新校准。

附录 A

氯气检测报警仪校准记录

送校单位：_____ 证书编号 _____
 仪器名称：_____ 仪器型号：_____ 仪器编号：_____
 制造厂商：_____ 测量范围：_____
 校准环境温度：_____℃ 相对湿度：_____ %
 校准用气体标准物质及主要设备：_____
 校准地点：_____

1. 示值误差、重复性

标准气体浓度值 $\mu\text{mol/mol}$	仪器示值 $\mu\text{mol/mol}$			平均值 $\mu\text{mol/mol}$	示值误差 %	重复性 %	校准不确定度

2. 响应时间

报警设定值/ $(\mu\text{mol/mol})$			
响应时间测量值/s			
响应时间平均值/s			

3. 仪器报警功能

报警设定值				仪器报警值
测量次数	1	2	3	
实测报警值				
报警功能				

4. 漂移

时间						
仪器零点值/($\mu\text{mol}/\text{mol}$)						
通入标准气体 仪器示值/($\mu\text{mol}/\text{mol}$)						
零点漂移				量程漂移		

校准员：_____

核验员：_____

校准日期：_____

附录 B

证书内页格式

校准结果

校准项目	校准结果		
	标准值	仪器示值	示值误差
示值误差			
重复性			
响应时间			
报警功能			
零点漂移			
示值漂移			

校准结果不确定度：

附录 C

示值误差的测量结果不确定度评定

C.1 概述

C.1.1 校准方法：按照本规范对仪器进行校准。

C.1.2 环境条件：符合本规范规定的环境条件。

C.1.3 测量标准：氯气气体标准物质：标准值为 $100 \mu\text{mol/mol}$ ，不确定度为 2% ， $k=2$ ；气体动态配气装置：稀释误差 $\pm 1\%$ 。

C.1.4 被校仪器：便携式氯气检测报警仪。测量范围： $(0\sim 10) \mu\text{mol/mol}$ 。

C.2 测量模型

示值误差测量模型：

$$\Delta C = \frac{\bar{C} - C_s}{C_s} \times 100\% \quad (\text{C.1})$$

式中：

ΔC ——示值误差，%；

\bar{C} ——每种浓度 3 次示值的算术平均值， $\mu\text{mol/mol}$ ；

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

C.3 不确定度来源

影响示值测量不确定度的因素有：

——氯气气体标准物质的定值不确定度；

——标准气体稀释装置引入的不确定度；

——环境条件、人员操作和被校仪器等各种随机因素引入的不确定度。

C.4 输入量的标准不确定度评定

C.4.1 氯气气体标准物质的定值不确定度引起的标准不确定度 $u_{\text{rel}}(C_{s1})$ 的评定

采用国家氯气气体标准物质，其定值相对扩展不确定度为 2% 。包含因子 $k=2$ 。

则气体标准物质的定值不确定度引起的标准不确定度分量为：

$$u_{\text{rel}}(C_{s1}) = \frac{2\%}{2} = 1.0\%$$

C.4.2 标准气体稀释引入的不确定度 $u_{\text{rel}}(C_{s2})$ 的评定

标准气体稀释的误差为 $\pm 1\%$ ，按均匀分布。故

$$u_{\text{rel}}(C_{s2}) = \frac{1.0\%}{\sqrt{3}} = 0.58\%$$

C.4.3 输入量 C_s 的相对标准不确定度 $u_{\text{rel}}(C_s)$

由于 $u_{\text{rel}}(C_{s1})$ 与 $u_{\text{rel}}(C_{s2})$ 不相关，故

$$u_{\text{rel}}(C_s) = \sqrt{u_{\text{rel}}^2(C_{s1}) + u_{\text{rel}}^2(C_{s2})} = \sqrt{(1\%)^2 + (0.58\%)^2} = 1.16\%$$

C.4.4 输入量 \bar{C} 的相对标准不确定度 $u_{\text{rel}}(\bar{C})$

由环境条件、人员操作和被校仪器等各种随机因素引入的相对标准不确定度，可采

用 A 类评定。

对被校便携式氯气检测报警仪，按其满量程 20%、40%、60%、80% 各校准点，分别通入相应浓度标准气体，每一校准点重复测量 6 次，分别得到每个校准点测量列，并按式 (C.2) 计算各校准点相对标准偏差，各校准点的具体测量数据列于表 C.1。

$$s_r = \frac{1}{\bar{C}} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^6 (C_i - \bar{C})^2}{6-1}} \times 100\% \quad (\text{C.2})$$

表 C.1 各校准点 A 类评定结果

校准点		1	2	3	4	5	6	平均值	s_r
20%FS	4	3.8	3.8	3.7	3.8	3.8	3.7	3.8	1.4%
40%FS	8	8.2	8.3	8.5	8.4	8.3	8.5	8.4	1.4%
60%FS	12	11.5	11.4	11.7	11.9	11.5	11.6	11.6	1.5%
80%FS	16	16.8	16.3	17.1	16.5	16.7	16.9	16.7	1.7%

选取最大的 s_r 为评定结果，即

$$s_{r\max} = 1.7\%$$

按本规范实际校准中，每个校准点重复测量 3 次，取算术平均值作为仪器示值，故

$$u_{\text{rel}}(\bar{C}) = \frac{s_{r\max}}{\sqrt{3}} = 0.98\%$$

C.4.5 标准不确定度汇总

标准不确定度汇总于表 C.2。

表 C.2 标准不确定度一览表

标准不确定度分量符号		不确定度来源	标准不确定度值	
$u_{\text{rel}}(C_s)$	$u_{\text{rel}}(C_{s1})$	氯气气体标准物质	1.0%	1.16%
	$u_{\text{rel}}(C_{s2})$	稀释装置引入的不确定度	0.58%	
$u_{\text{rel}}(\bar{C})$		环境条件、人员操作和被校仪器等各种随机因素引起的不确定度	0.98%	

C.5 合成标准不确定度

由测量模型：

$$\Delta C = \frac{\bar{C} - C_s}{C_s} \times 100\% = \left(\frac{\bar{C}}{C_s} - 1 \right) \times 100\% \quad (\text{C.3})$$

有

$$u_{\text{crel}}(\Delta C) \approx \sqrt{u_{\text{rel}}^2(C_s) + u_{\text{rel}}^2(\bar{C})} = 1.52\%$$

C.6 扩展不确定度

$$U_{\text{rel}} = k \times u_{\text{crel}}(\Delta C) = 3.1\% \quad (k=2)$$
