

中华人民共和国国家计量技术规范

JJF 2113—2024

丙烯腈气体检测仪校准规范

Calibration Specification for Gas Detectors of Acrylonitrile



2024-06-14 发布

2024-12-14 实施

国家市场监督管理总局 发布

丙烯腈气体检测仪校准规范

Calibration Specification for Gas Detectors
of Acrylonitrile

JJF 2113—2024

归口单位：全国环境化学计量技术委员会

主要起草单位：甘肃省计量研究院

广州计量检测技术研究院

济宁市计量测试所

参加起草单位：霍尼韦尔自动化控制（中国）有限公司

济南本安科技发展有限公司

大连大特气体有限公司

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：

施力予（甘肃省计量研究院）

何 欣（广州计量检测技术研究院）

孙 文（济宁市计量测试所）

杨峻涛（甘肃省计量研究院）

参加起草人：

李恩华 [霍尼韦尔自动化控制（中国）有限公司]

齐云江（济南本安科技发展有限公司）

曲 庆（大连大特气体有限公司）

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 报警功能和报警值	(1)
3.5 漂移 (限固定式检测仪)	(1)
4 校准条件	(1)
4.1 环境条件	(1)
4.2 校准用计量器具及配套设备	(1)
5 校准项目和校准方法	(2)
5.1 检测仪的调整	(2)
5.2 示值误差	(2)
5.3 重复性	(3)
5.4 响应时间	(3)
5.5 报警功能和报警值	(3)
5.6 漂移 (限固定式检测仪)	(3)
6 校准结果表达	(3)
7 复校时间间隔	(4)
附录 A 丙烯腈气体检测仪校准记录	(5)
附录 B 证书内页格式	(7)
附录 C 丙烯腈气体检测仪示值误差的测量不确定度评定	(8)

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》共同构成支持本规范制定工作的基础性系列规范。本规范的制定参考了 GB 12358—2006《作业场所环境气体检测报警仪 通用技术要求》及 GB/T 50493—2019《石油化工可燃气体和有毒气体检测报警设计标准》等标准规范。

本规范为首次发布。

丙烯腈气体检测仪校准规范

1 范围

本规范适用于测量上限不大于 $100\ \mu\text{mol/mol}$ 的丙烯腈气体检测仪的校准。

2 概述

丙烯腈气体检测仪（以下简称检测仪）主要用于检测作业场所中丙烯腈气体的浓度，通常由检测单元、信号处理单元、显示单元、报警单元等组成。检测仪的检测原理主要有电化学和光离子化（PID）等，当显示值大于报警设定值时，具有声、光或振动报警功能。按照采样方式可分为吸入式和扩散式，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： $\pm 10\%$ 。

满足其中之一即可。

3.2 重复性

重复性不大于 3% 。

3.3 响应时间

响应时间不大于 $160\ \text{s}$ 。

3.4 报警功能和报警值

具有报警功能的检测仪，在其测量范围内应具有报警设定值，当检测仪示值达到报警设定值时，应有声、光或振动报警。

3.5 漂移（限固定式检测仪）

3.5.1 零点漂移： $\pm 1\ \mu\text{mol/mol}$ 。

3.5.2 量程漂移： $\pm 10\%$ 。

注：以上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： $(15\sim 35)\ ^\circ\text{C}$ 。

4.1.2 相对湿度：不大于 85% 。

4.1.3 工作环境应无影响检测仪正常工作的电磁场及干扰气体，校准现场应保持通风并采取安全措施。

4.2 校准用计量器具及配套设备

4.2.1 气体标准物质

氮（空气）中丙烯腈有证气体标准物质，相对扩展不确定度不大于 2%， $k=2$ 。

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% 的氧气配制）。

4.2.3 秒表

电子秒表：1 h，最大允许误差 ± 0.10 s；

机械秒表：准确度等别不低于一等。

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 减压阀及气体管路

使用不易与丙烯腈气体发生反应或吸附的材质，如不锈钢阀和聚四氟乙烯管路等。

5 校准项目和校准方法

5.1 检测仪的调整

按照检测仪说明书的要求对检测仪进行预热。预热稳定后，按图 1 所示连接气体标准物质、流量计和被校仪器，扩散式检测仪不用连接旁通流量计。

校准泵吸式检测仪时，必须保证旁通流量计有气体排出。校准扩散式检测仪时，应按照检测仪使用说明书的要求调节流量。若说明书中没有明确要求，则流量一般控制在 (500 ± 50) mL/min。

使用说明书中对检测仪调整有明确要求时，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，则用零点气体调整检测仪的零点，用约为满量程 50% 的气体标准物质调整检测仪的示值。

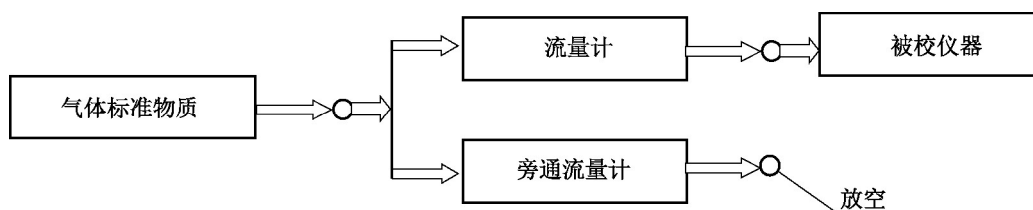


图 1 校准用设备连接示意图

5.2 示值误差

按 5.1 设置流量，分别通入浓度约为满量程 20%、50%、80% 的气体标准物质，待示值稳定后，记录检测仪示值，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 次示值的算术平均值作为检测仪各浓度点的示值。按式（1）或式（2）计算各浓度点的示值误差。

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

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

式中：

ΔC ——示值绝对误差， $\mu\text{mol/mol}$ ；

$\Delta C'$ ——示值相对误差， $\%$ ；

$\bar{C}$ ——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， $\mu\text{mol/mol}$ 。

5.3 重复性

按 5.1 设置流量，通入浓度约为满量程 50% 的气体标准物质，待示值稳定后，记录检测仪示值；通入零点气体待示值回零后，再通入上述气体标准物质。重复测量 6 次，重复性以单个测得值的相对标准偏差表示。按式 (3) 计算检测仪的重复性 s_r 。

$$s_r = \frac{1}{\bar{C}} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^6 (C_i - \bar{C})^2}{6-1}} \times 100\% \quad (3)$$

式中：

C_i ——第 i 次的示值， $\mu\text{mol/mol}$ ；

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

5.4 响应时间

按 5.1 设置流量，通入零点气体使检测仪示值回零，通入浓度约为满量程 50% 的气体标准物质，待示值稳定后，读取检测仪示值；通入零点气体使检测仪示值回零，再通入上述气体标准物质，同时启动秒表，待检测仪显示值达到稳定示值的 90% 时停止计时，记录秒表读数，重复测量 3 次，取 3 次测得值的算术平均值作为检测仪的响应时间。

5.5 报警功能和报警值

通入浓度约为报警设定值 1.5 倍的气体标准物质，当示值超过报警设定值时，观察检测仪声、光或振动报警功能是否正常，并记录检测仪报警时的示值。

5.6 漂移（限固定式检测仪）

检测仪的漂移包括零点漂移和量程漂移。

按 5.1 设置流量，通入零点气体使检测仪示值回零，记录检测仪稳定示值 C_{z0} ，再通入浓度约为满量程 80% 的气体标准物质，记录检测仪稳定示值 C_{s0} ，撤去气体标准物质。检测仪连续运行 4 h，每间隔 1 h 通入零点气体，记录检测仪稳定示值 C_{zi} ，再通入浓度约为满量程 80% 的气体标准物质，记录检测仪稳定示值 C_{si} ($i=1, 2, 3, 4$)。

按式 (4) 计算零点漂移，取绝对值最大的 ΔZ_i 作为检测仪的零点漂移。

$$\Delta Z_i = C_{zi} - C_{z0} \quad (4)$$

按式 (5) 计算量程漂移，取绝对值最大的 ΔS_i 作为检测仪的量程漂移。

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

6 校准结果表达

校准结果应在校准证书或校准报告上反映，校准证书或报告至少包括以下信息：

- 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；
- 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和应用有关时，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，包括名称及代号；
- 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检测仪的使用情况、使用者、检测仪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。如果对检测仪的检测数据有怀疑或检测仪更换主要部件及修理后，应对检测仪重新校准。

附录 A

丙烯腈气体检测仪校准记录

送校单位：_____证书编号：_____

仪器名称：_____制造厂商：_____

仪器型号：_____仪器编号：_____测量范围：_____

校准环境温度：_____℃ 相对湿度：_____％ 校准地点：_____

校准依据：_____

校准使用的主要设备：_____

1. 示值误差

气体标准物质浓度值 μmol/mol	示值 1 μmol/mol	示值 2 μmol/mol	示值 3 μmol/mol	平均值 μmol/mol	示值误差	扩展不确定度

2. 响应时间

气体标准物质浓度值 μmol/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 μmol/mol	示值 1 μmol/mol	示值 2 μmol/mol	示值 3 μmol/mol	示值 4 μmol/mol	示值 5 μmol/mol	示值 6 μmol/mol	平均值 μmol/mol	s_r

4. 报警功能及报警值

报警功能	
报警设定值 μmol/mol	报警值 μmol/mol

5. 漂移

气体标准物质浓度值	示值 μmol/mol					ΔZ _{max}	ΔS _{max}
	0 h	1 h	2 h	3 h	4 h		

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			
示值误差	气体标准物质浓度值 $\mu\text{mol/mol}$	仪器示值平均值 $\mu\text{mol/mol}$	示值误差	扩展不确定度
重复性				
响应时间				
报警功能及报警值				
零点漂移				
量程漂移				

附录 C

丙烯腈气体检测仪示值误差的测量不确定度评定

C.1 检测仪的校准

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：丙烯腈气体标准物质，相对扩展不确定度 $U_{\text{rel}}=2\%$ ， $k=2$ 。

C.1.3 被校仪器：丙烯腈气体检测仪。测量范围：（0～10） $\mu\text{mol/mol}$ 及（0～100） $\mu\text{mol/mol}$ 。

C.1.4 测量方法：检测仪预热稳定后，按照规定流量通入零点气体和浓度约为满量程 50% 的气体标准物质，调整检测仪的零点和示值。分别通入浓度约为满量程 20%、50%、80% 的气体标准物质，待示值稳定后，记录检测仪示值，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 次示值的算术平均值与气体标准物质浓度值的差值为该检测仪的示值误差。

C.2 测量模型

测量模型以示值误差的形式给出：

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

式中：

ΔC ——示值误差， $\mu\text{mol/mol}$ ；

$\bar{C}$ ——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， $\mu\text{mol/mol}$ 。

根据测量模型，各输入量的不确定度彼此不相关，则合成标准不确定度计算公式为：

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

灵敏系数：
$$c_1 = \frac{\partial \Delta C}{\partial \bar{C}} = 1, \quad c_2 = \frac{\partial \Delta C}{\partial C_s} = -1$$

则：
$$u_c(\Delta C) = \sqrt{u^2(\bar{C}) + u^2(C_s)} \quad (\text{C.3})$$

C.3 测量不确定度来源

C.3.1 丙烯腈气体标准物质定值引入的不确定度。

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、取样系统吸附等各种随机因素，体现在测量重复性中。

C.4 标准不确定度评定

C.4.1 丙烯腈气体标准物质定值引入的标准不确定度 $u(C_s)$

采用的丙烯腈气体标准物质，其定值相对扩展不确定度为 2%。包含因子 $k=2$ ，则气体标准物质定值引入的标准不确定度为：

$$u(C_s) = \frac{a}{k} = \frac{C_s \times 2\%}{2} \quad (\text{C.4})$$

对于量程 10 $\mu\text{mol/mol}$ 的检测仪：

校准点 2.02 $\mu\text{mol/mol}$ ： $u(C_s)=0.021 \mu\text{mol/mol}$ ；

校准点 5.00 $\mu\text{mol/mol}$ ： $u(C_s)=0.050 \mu\text{mol/mol}$ ；

校准点 7.97 $\mu\text{mol/mol}$ ： $u(C_s)=0.080 \mu\text{mol/mol}$ 。

对于量程 100 $\mu\text{mol/mol}$ 的检测仪：

校准点 20.0 $\mu\text{mol/mol}$ ： $u(C_s)=0.20 \mu\text{mol/mol}$ ；

校准点 49.8 $\mu\text{mol/mol}$ ： $u(C_s)=0.50 \mu\text{mol/mol}$ ；

校准点 80.5 $\mu\text{mol/mol}$ ： $u(C_s)=0.81 \mu\text{mol/mol}$ 。

C.4.2 测量重复性引入的标准不确定度 $u(\bar{C})$

对于测量范围为 (0~10) $\mu\text{mol/mol}$ 的检测仪分别通入浓度为 2.02 $\mu\text{mol/mol}$ 、5.00 $\mu\text{mol/mol}$ 、7.97 $\mu\text{mol/mol}$ 的丙烯腈气体标准物质，重复测量 10 次。对于测量范围为 (0~100) $\mu\text{mol/mol}$ 的检测仪分别通入浓度为 20.0 $\mu\text{mol/mol}$ 、49.8 $\mu\text{mol/mol}$ 、80.5 $\mu\text{mol/mol}$ 的丙烯腈气体标准物质，重复测量 10 次。具体测量数据列于表 C.1。

表 C.1 各校准点测量数据

测量范围 (0~10) $\mu\text{mol/mol}$

气体标准物质浓度值 $\mu\text{mol/mol}$	检测仪示值 $\mu\text{mol/mol}$									
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
2.02	1.9	1.9	1.8	1.8	1.9	1.8	1.7	1.8	1.8	1.7
5.00	4.9	4.8	4.8	4.7	4.7	4.8	4.7	4.6	4.7	4.5
7.97	7.8	7.9	7.7	7.8	7.5	7.6	7.6	7.5	7.4	7.4

测量范围 (0~100) $\mu\text{mol/mol}$

气体标准物质浓度值 $\mu\text{mol/mol}$	检测仪示值 $\mu\text{mol/mol}$									
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
20.0	19	18	18	19	18	18	17	18	18	18
49.8	49	48	49	49	48	47	47	46	47	47
80.5	78	78	77	76	77	76	75	74	75	75

各校准点分别按式 (C.5) 计算实验标准偏差，各校准点相应的标准不确定度可按式 (C.6) 计算：

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{10} (C_i - \bar{C})^2}{10 - 1}} \quad (\text{C.5})$$

$$u(\bar{C}) = \frac{s}{\sqrt{n}} = \frac{s}{\sqrt{3}} \quad (\text{C.6})$$

注：本规范规定，每个校准点重复测量 3 次，取 3 次示值的算术平均值作为检测仪示值，故 $n=3$ 。

各校准点的实验标准偏差 s 与标准不确定度 $u(\bar{C})$ 的计算结果见表 C.2。

表 C.2 各校准点的实验标准偏差 s 与标准不确定度 $u(\bar{C})$

测量范围 (0~10) $\mu\text{mol/mol}$

气体标准物质浓度值 $\mu\text{mol/mol}$	检测仪示值 (平均值) $\mu\text{mol/mol}$	s $\mu\text{mol/mol}$	$u(\bar{C})$ $\mu\text{mol/mol}$
2.02	1.81	0.08	0.05
5.00	4.72	0.12	0.07
7.97	7.62	0.18	0.11
测量范围 (0~100) $\mu\text{mol/mol}$			
气体标准物质浓度值 $\mu\text{mol/mol}$	检测仪示值 (平均值) $\mu\text{mol/mol}$	s $\mu\text{mol/mol}$	$u(\bar{C})$ $\mu\text{mol/mol}$
20.0	18.1	0.57	0.33
49.8	47.7	1.06	0.62
80.5	76.0	1.37	0.80

C.5 合成标准不确定度

C.5.1 标准不确定度分量汇总

各标准不确定度分量汇总见表 C.3。

表 C.3 标准不确定度一览表

测量范围 (0~10) $\mu\text{mol/mol}$

不确定度来源		灵敏系数 c_i	标准不确定度值 $\mu\text{mol/mol}$
测量重复性引入的 标准不确定度 $u(\bar{C})$	2.02 $\mu\text{mol/mol}$	1	0.05
	5.00 $\mu\text{mol/mol}$		0.07
	7.97 $\mu\text{mol/mol}$		0.11
丙烯腈气体标准物质定值 引入的标准不确定度 $u(C_s)$	2.02 $\mu\text{mol/mol}$	-1	0.021
	5.00 $\mu\text{mol/mol}$		0.050
	7.97 $\mu\text{mol/mol}$		0.080

表 C.3 (续)

测量范围 (0~100) $\mu\text{mol/mol}$			
不确定度来源		灵敏系数 c_i	标准不确定度值 $\mu\text{mol/mol}$
测量重复性引入的 标准不确定度 $u(\bar{C})$	20.0 $\mu\text{mol/mol}$	1	0.33
	49.8 $\mu\text{mol/mol}$		0.62
	80.5 $\mu\text{mol/mol}$		0.80
丙烯腈气体标准物质定值 引入的标准不确定度 $u(C_s)$	20.0 $\mu\text{mol/mol}$	-1	0.20
	49.8 $\mu\text{mol/mol}$		0.50
	80.5 $\mu\text{mol/mol}$		0.81

C.5.2 合成标准不确定度

合成标准不确定度为：

$$u_c(\Delta C) = \sqrt{u^2(\bar{C}) + u^2(C_s)} \quad (\text{C.7})$$

对于测量范围 (0~10) $\mu\text{mol/mol}$ 的检测仪：

校准点 2.02 $\mu\text{mol/mol}$ ： $u_c = 0.06 \mu\text{mol/mol}$ ；

校准点 5.00 $\mu\text{mol/mol}$ ： $u_c = 0.09 \mu\text{mol/mol}$ ；

校准点 7.97 $\mu\text{mol/mol}$ ： $u_c = 0.14 \mu\text{mol/mol}$ 。

对于测量范围 (0~100) $\mu\text{mol/mol}$ 的检测仪：

校准点 20.0 $\mu\text{mol/mol}$ ： $u_c = 0.39 \mu\text{mol/mol}$ ；

校准点 49.8 $\mu\text{mol/mol}$ ： $u_c = 0.80 \mu\text{mol/mol}$ ；

校准点 80.5 $\mu\text{mol/mol}$ ： $u_c = 1.14 \mu\text{mol/mol}$ 。

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.8) 计算：

$$U = k \cdot u_c \quad (\text{C.8})$$

对于测量范围 (0~10) $\mu\text{mol/mol}$ 的检测仪：

校准点 2.02 $\mu\text{mol/mol}$ ： $U = 0.2 \mu\text{mol/mol}$ ， $k=2$ ；

校准点 5.00 $\mu\text{mol/mol}$ ： $U = 0.2 \mu\text{mol/mol}$ ， $k=2$ ；

校准点 7.97 $\mu\text{mol/mol}$ ： $U = 0.3 \mu\text{mol/mol}$ ， $k=2$ 。

对于测量范围 (0~100) $\mu\text{mol/mol}$ 的检测仪：

校准点 20.0 $\mu\text{mol/mol}$ ： $U = 0.8 \mu\text{mol/mol}$ ， $k=2$ ；

校准点 49.8 $\mu\text{mol/mol}$ ： $U = 1.6 \mu\text{mol/mol}$ ， $k=2$ ；

校准点 80.5 $\mu\text{mol/mol}$ ： $U = 2.3 \mu\text{mol/mol}$ ， $k=2$ 。