

JJF (皖)

安徽省地方计量技术规范

JJF (皖) 133—2022

二硫化碳气体检测仪校准规范

Calibration Specification for Carbon disulfide Gas Detectors

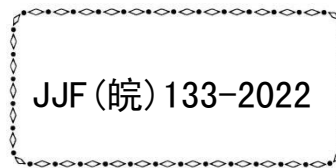
2022-08-22 发布

2022-09-30 实施

安徽省市场监督管理局 发布

二硫化碳气体检测仪校准规范

Calibration Specification for Carbon
disulfide Gas Detectors



归口单位：安徽省市场监督管理局

主要起草单位：安徽省计量科学研究院

参加起草单位：安徽宣城金宏化工有限公司

亳州市计量检查测试所

本规范委托安徽省医化计量技术委员会负责解释

本规范主要起草人：

郝 玮（安徽省计量科学研究院）

刘永杰（安徽省计量科学研究院）

宁海峰（安徽省计量科学研究院）

参加起草人：

田 晓（安徽省计量科学研究院）

房 子（安徽省计量科学研究院）

韩兴明（安徽宣城金宏化工有限公司）

刘云飞（安徽省计量科学研究院）

靳向阳（亳州市计量检查测试所）

目 录

引言	(II)
1 范围	(1)
2 引用文件	(1)
3 术语和计量单位	(1)
3.1.1 报警设定值	(1)
3.1.2 响应时间	(1)
3.2.1 气体浓度的的单位及符号	(1)
3.2.2 时间的单位及符号	(1)
4 概述	(1)
5 计量特性	(2)
6 校准条件	(2)
7 校准项目和校准方法	(2)
8 校准结果表达	(4)
9 复校时间间隔	(5)
附录 A 二硫化碳气体检测仪校准原始记录格式 (推荐)	(6)
附录 B 二硫化碳气体检测仪校准证书内页格式 (推荐)	(7)
附录 C 二硫化碳气体检测仪不确定度评定示例	(8)

引 言

JJF1001《通用计量术语及定义》、JJF1071《国家计量校准规范编写规则》和JJF1059.1《测量不确定度评定与表示》共同构成本规范制订的基础性系列规范。本规范在参考了GB 12358-2006《作业场所环境气体检测报警仪通用技术要求》和GB/T 50493-2019《石油化工可燃气体和有毒气体检测报警设计规范》等文件的基础上，结合国内二硫化碳气体检测仪的质量现状制订。

本规范为首次发布。

二硫化碳气体检测仪校准规范

1 范围

本规范适用于测量范围(0~2000) $\mu\text{mol/mol}$ 的二硫化碳气体检测仪(以下简称检测仪)的校准。

2 引用文件

本规范引用了以下文件:

JJG 695-2019 硫化氢气体检测仪

JJF 1059.1 测量不确定度评定与表示

GB 12358-2006 作业场所环境气体检测报警仪通用技术要求

GB/T 50493-2019 石油化工可燃气体和有毒气体检测报警设计规范

凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于该规范;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 术语和计量单位

3.1 术语

3.1.1 报警设定值 alarm set point

预先设定的报警浓度值。报警设定值分为一级报警设定值和二级报警设定值。

3.1.2 响应时间 response time

在试验条件下,从探测器接触被测气体至达到稳定指示值的时间。通常达到稳定指示值 90%的时间为响应时间,恢复到稳定指示值 10%的时间为恢复时间。

3.2 计量单位

3.2.1 气体浓度的的单位及符号

计量单位:微摩尔每摩尔,符号: $\mu\text{mol/mol}$ 。

3.2.2 时间的单位及符号

计量单位:分或秒,符号: min 或 s。

4 概述

检测仪是检测二硫化碳气体浓度的仪器,广泛使用于石油、化工、纺织等行业,具有报警功能的检测仪又称为检测报警器。检测仪按使用方式分为固定式和便携式,按采

样方式分为扩散式和吸入式。检测仪主要由检测元件、放大电路、警报器、指示器等部件组成。检测仪检测原理主要有电化学、热导和光离子化 (PID) 等。

5 计量特性

5.1 示值误差

最大示值误差： $\pm 2\mu\text{mol/mol}$ 或 $\pm 10\%$ (满足其一即可)。

5.2 重复性

不大于 2%。

5.3 响应时间

不大于 60s。

5.4 报警功能

具有报警功能的检测仪，当显示值大于报警设定值时，应有声、光或振动报警。

注：以上指标不做合格判定依据，仅供校准及测量不确定度评定时参考。

6 校准条件

6.1 环境条件

6.1.1 环境温度： $(-10\sim 40)^\circ\text{C}$ 。

6.1.2 环境湿度：不大于 85%RH。

6.1.3 周围无干扰气体。

6.2 校准用设备

6.2.1 气体标准物质

二硫化碳气体有证标准物质，相对扩展不确定度不大于 3%， $k=2$ 。

当采用气体稀释装置时，稀释后的标准气体应满足上述相对扩展不确定度要求。

6.2.2 零点气 (稀释气)：清洁空气或高纯氮气。

6.2.3 秒表：分度值不大于 0.1s。

6.2.4 流量控制器：流量范围不小于 $(0\sim 1000)\text{ mL/min}$ ，准确度级别不低于 4 级。

6.2.5 减压阀及气体管路：应使用不与二硫化碳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。

6.2.6 校准罩：扩散式检测仪应有合适的校准罩。

7 校准项目和校准方法

7.1 外观及通电检查

7.1.1 外观检查

目视检查检测仪的外观及附件，应有以下标识：名称、型号、制造厂名、出厂编号及相应的警示标志等，主机及配件齐全，检测仪不应有影响正常工作的外观损伤。

7.1.2 通电检查

检测仪的控制和调节机构应灵活可靠，各部件应安装牢固，能确保正常工作。通电后显示功能应正常，显示器应显示清晰。

7.2 校准前的准备工作

按照使用说明书要求对检测仪进行预热，需要调整的检测仪按照使用说明书方法进行调整。通入气体标准物质时，按照图 1 所示连接气路。根据检测仪的采样方式使用流量控制器控制检测仪所需要的流量。校准扩散式检测仪时，流量的大小依据使用说明书要求的流量。校准吸入式检测仪时，要保证流量控制器的旁通流量计有气体放出。

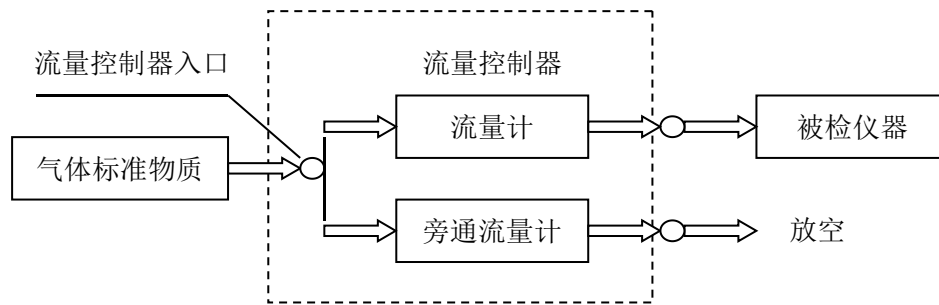


图 1 流量控制器的示意图

7.3 示值误差

在正常工作条件下，检测仪通电预热稳定后，先通入零点气体调整检测仪的零点，再通入浓度约为满量程 80% 的气体标准物质调整检测仪示值，然后分别通入浓度约为满量程 20%、50%、80% 的气体标准物质。或者使用稀释装置稀释高浓度的标准气体物质，分别稀释出相对应浓度的气体标准物质。等示值稳定后读数，每种浓度分别重复测量 3 次，取算术平均值作为检测仪示值。按式（1）和式（2）计算各浓度点的示值误差。

$$\Delta C = \bar{C} - C_0 \quad (1)$$

$$\Delta C_r = \frac{\bar{C} - C_0}{C_0} \times 100 \% \quad (2)$$

式中：

ΔC ——示值误差， $\mu\text{mol/mol}$ ；

ΔC_r ——相对示值误差，%；

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

C_0 ——气体标准物质浓度值， $\mu\text{mol/mol}$ 。

7.4 重复性

通入零点气体使检测仪示值回零，通入浓度约为满量程 50%浓度的气体标准物质，等示值稳定后读取示值，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 (3) 计算检测仪的重复性。

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

式中：

S_r ——重复性，%；

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

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

n ——测量次数， $n = 6$ 。

7.5 响应时间

通入零点气体使检测仪示值回零，再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。撤去气体标准物质，检测仪回零后，再通入上述浓度的气体标准物质，同时启动秒表，待检测仪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 次秒表读数的算术平均值作为检测仪的响应时间。

7.6 报警功能

通入高于报警设定值浓度的气体标准物质，使检测仪出现报警动作，观察检测仪声、光或振动报警功能是否正常。

8 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”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收日期;
- h) 如果与校准结果的有效性应用有关时, 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。

9 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, 建议不超过 1 年。

附录 A

二硫化碳气体检测仪校准原始记录格式 (推荐)

校准证书号: _____

共 页 第 页

送校单位: _____ 仪器名称: _____ 出厂编号: _____

生产厂家: _____ 型号规格: _____ 准确度: _____

被校仪器状态(完好“√”): _____ 校准前: _____ 校准后: _____

校准依据: _____ 环境条件: 温度: _____ °C 相对湿度: _____ %

标准器名称	型号规格	准确度	出厂编号	有效期

A.1 外观及通电检查: _____

A.2 示值误差和重复性(单位: $\mu\text{mol/mol}$)

C_0	C_i						\bar{C}	ΔC	ΔC_r (%)	S_r (%)	μ_A (%)	μ_B (%)	$U_{rel, k=2}$ (%)

A.3 响应时间(单位: s)

测量值: 1 _____ 2 _____ 3 _____ 平均值 _____

A.4 报警功能

 声、光或振动报警正常 声、光或振动报警不正常测量不确定度: _____ 校准地点: 本实验室 _____ 现场 _____

校准员: _____ 核验员: _____ 校准日期: _____ 年 月 日

附录 B

二硫化碳气体检测仪校准证书内页格式 (推荐)

B.1 外观及通电检查: _____

B.2 示值误差: _____

B.3 重复性: _____

B.4 响应时间: _____

B.5 报警功能: _____

示值误差校准结果的不确定度: _____

本证书所列校准结果均可溯源至复现 (SI) 单位的中国国家计量基准。

校准结果不确定度的评估和表述均符合 JJF1059.1 (等同于 ISO GUM) 的要求。

1. 被校准检测仪修理后, 应立即进行校准。
2. 在使用过程中, 如对被校准检测仪的技术指标产生怀疑, 请重新校准。

附录 C

二硫化碳气体检测仪不确定度评定示例

C.1 概述

C.1.1 校准方法：按照本校准规范对检测仪进行校准。

C.1.2 环境条件：符合本校准规范规定的环境条件。

C.1.3 测量标准：二硫化碳气体标准物质：不确定度为 $U_{\text{rel}}=3\%$ ($k=2$)。

C.1.4 被测对象：二硫化碳气体检测仪，测量范围：(0~100) $\mu\text{mol/mol}$ 。

C.1.5 测量方法：在正常工作条件下，检测仪通电预热稳定后，先通入零点气体调整检测仪的零点，再通入浓度约为满量程 80% 的气体标准物质调整检测仪示值，然后分别通入浓度约为满量程 20%、50%、80% 的气体标准物质。等示值稳定后读数，每种浓度分别重复测量 3 次，取算术平均值作为检测仪示值。

C.2 数学模型

$$\Delta C_r = \frac{\bar{C} - C_0}{C_0} \times 100 \% \quad (\text{C.1})$$

式中：

ΔC_r ——相对示值误差，%；

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

C_0 ——气体标准物质浓度值， $\mu\text{mol/mol}$ 。

C.3 灵敏系数

灵敏系数： $|c_i| = 1$ 。

C.4 不确定度评定

C.4.1 不确定度的来源有以下方面：

C.4.1.1 测量重复性引入的不确定度。

C.4.1.2 分辨率引入的不确定度。

C.4.1.3 稀释装置引入的不确定度。

C.4.1.4 气体标准物质定值引入的不确定度分量。

注：其他因素如环境温度、大气压力等不影响气体流出时的含量，不考虑。

C.4.2 不确定度评定

C.4.2.1 由测量重复性引入的标准不确定度 (μ_1)

检测仪依次通入浓度为 19.8 $\mu\text{mol/mol}$ 、49.8 $\mu\text{mol/mol}$ 、80.1 $\mu\text{mol/mol}$ 的二硫化碳气体标准物质, 重复测量 6 次, 具体测量数据列于表 C.1, 各校准点分别按式 (C.2) 计算相对标准偏差, 相应各校准点的相对标准不确定度按式 (C.3) 计算, 具体计算结果列于表 C.1。

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

$$\mu_1 = \frac{S_r}{\sqrt{n}} = \frac{S_r}{\sqrt{3}} \quad (\text{C.3})$$

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

表 C.1 各校准点测量数据与测量重复性引入的不确定度计算结果 $\mu\text{mol/mol}$

气体标准物质浓度值	测量值						平均值	S_r	μ_1
19.8	19.1	18.8	18.7	19.2	18.8	18.9	18.9	0.94%	0.54%
49.8	50.4	50.1	50.2	50.4	50.7	50.9	50.5	0.54%	0.31%
80.1	79.5	79.5	79.6	79.2	78.9	78.4	79.2	0.53%	0.31%

C.4.2.2 分辨率引入的不确定度 (μ_2)

检测仪的分辨率为 0.1 $\mu\text{mol/mol}$, 按均匀分布, 则校准点的相对标准不确定度按式 (C.4) 计算, 具体计算结果列于表 C.2。

$$\mu_2 = \frac{0.1\mu\text{mol/mol}}{2\sqrt{3}C_0} \times 100\% \quad (\text{C.4})$$

表 C.2 各校准点分辨率引入的不确定度计算结果

标准值 ($\mu\text{mol/mol}$)	μ_2 (%)
19.8	0.15
49.8	0.06
80.1	0.04

因为各校准点分辨率引入的不确定度均小于测量重复性引入的标准不确定度, 所以不考虑分辨率引入的不确定度分量。

C.4.2.3 稀释装置引入的不确定度分量(仅对于存在稀释时适用):

稀释装置引入的不确定度, 根据校准证书给出的定值不确定度进行评定, 本次测量没有用到稀释装置, 不考虑稀释装置引入的不确定度分量。

C.4.2.4 气体标准物质定值引入的不确定度 (μ_3)

采用二硫化碳气体标准物质, 其定值相对扩展不确定度为 3%, 包含因子 $k=2$, 则气体标准物质定值引入的相对标准不确定度按式 (C.5) 计算:

$$\mu_3 = \frac{3\%}{2} = 1.5\% \quad (\text{C.5})$$

C.4.2.5 合成标准不确定度 (μ_{crel})

表 C.3 相对标准不确定度一览表

标准不确定分量		不确定度来源	相对标准不确定度	灵敏系数 $ c_i $	$ c_i \mu_i$ μmol/mol
μ_1	19.8	测量重复性	0.54%	$ c_1 = 1$	0.54%
	49.8		0.31%		0.31%
	80.1		0.31%		0.31%
μ_3		气体标准物质定值	1.5%	$ c_3 = 1$	1.5%

各校准点的相对合成标准不确定度按式 (C.6) 计算:

$$\mu_{\text{crel}} = \sqrt{c_1^2 u_1^2 + c_3^2 u_3^2} \quad (\text{C.6})$$

$$\text{校准点 } 19.8 \mu\text{mol/mol: } \mu_{\text{crel}} = \sqrt{(0.54\%)^2 + (1.5\%)^2} = 1.6\%$$

$$\text{校准点 } 49.8 \mu\text{mol/mol: } \mu_{\text{crel}} = \sqrt{(0.31\%)^2 + (1.5\%)^2} = 1.5\%$$

$$\text{校准点 } 80.1 \mu\text{mol/mol: } \mu_{\text{crel}} = \sqrt{(0.31\%)^2 + (1.5\%)^2} = 1.5\%$$

C.4.2.6 相对扩展不确定度 (U_{rel})

取包含因子 $k=2$, 二硫化碳气体检测仪相对扩展不确定度按式 (C.7) 计算:

$$U_{\text{rel}} = k \mu_{\text{crel}} \quad (\text{C.7})$$

$$\text{校准点 } 19.8 \mu\text{mol/mol: } U_{\text{rel}} = 2 \times 1.6\% = 3.2\%$$

$$\text{校准点 } 49.8 \mu\text{mol/mol: } U_{\text{rel}} = 2 \times 1.5\% = 3.0\%$$

$$\text{校准点 } 80.1 \mu\text{mol/mol: } U_{\text{rel}} = 2 \times 1.5\% = 3.0\%$$

