

**新疆维吾尔自治区地方计量技术规范**

**JJF（新）\*\*－20\*\***

**氟化氢气体检测仪校准规范**

**Calibration Specification for the Hydrogen Fluoride Gas Detectors**

**202× -××-××发布 202×-××-××实施**

**新 疆 维 吾 尔 自 治 区 市 场 监 督 管 理 局 发 布**

**氟化氢气体检测仪校准规范**

**JJF（新）×—202×**

**Calibration Specification for Hydrogen Fluoride Gas**

**Detectors**

**归 口 单 位：**新疆维吾尔自治区市场监督管理局

**主要起草单位：**新疆维吾尔自治区计量测试研究院

**参加起草单位：**塔城地区质量与计量检测所

哈密市质量与计量检测所

 乌鲁木齐市检验检测中心（乌鲁木齐市粮油质量检测站）

本规范委托新疆维吾尔自治区物理化学计量技术委员会负责解释

**本规范主要起草人：**

刘俊泽 (新疆维吾尔自治区计量测试研究院)

于晓龙 (新疆维吾尔自治区计量测试研究院)

徐丽丽 (新疆维吾尔自治区计量测试研究院)

**参加起草人：**

李 东（塔城地区质量与计量检测所）

李 璐（哈密市质量与计量检测所）

谭武峰（喀什地区计量检定所）

贾 腾（乌鲁木齐市检验检测中心（乌鲁木齐市粮油质量检测站））

**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 （2）

4.4 报警功能检查 （2）

4.5 零点漂移 （2）

4.6 量程漂移 （2）

5 校准条件 （2）

5.1 环境条件 （2）

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 （3）

6.1 外观及工作正常性检查 （3）

6.2 报警功能检查 （3）

6.3 校准前的准备 （3）

6.4 示值误差 （3）

6.5 重复性 （4）

6.6 响应时间 （4）

6.7 漂移 （4）

7 校准结果表达 （5）

8 复校时间间隔 （6）

附录A 氟化氢气体检测仪原始记录格式 （7）

附录B 校准证书的内容 （8）

附录C 氟化氢气体检测仪示值误差测量不确定度评定示例 （9）

# 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》、JJF1059.1—2012《测量不确定度评定与表示》和GB/T50493-2019《石油化工可燃气体和有毒气体检测报警设计规范》为主要编写依据。

 本规范为首次发布。

**氟化氢气体检测仪校准规范**

**1**  范围

本规范适用于测量范围（0～20）μmol/mol氟化氢气体检测仪的校准。

**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 50493-2019 石油化工可燃气体和有毒气体检测报警设计规范

JJF(陕) 096-2022 氟化氢气体检测报警器校准规范

JJF(石化) 047-2021 氟化氢气体检测报警器校准规范

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

氟化氢是基础化工产品用于工业生产氢氟酸，生产无机氟化物、铀加工、金属加工以及玻璃工业中刻蚀剂等。氟化氢气体检测仪（以下简称检测仪）是检测氟化氢气体浓度的仪器。一般而言，又将具有报警功能的氟化氢气体检测仪称为氟化氢气体检测报警器。

检测仪按使用方式可以分为固定式和便携式，按采样方式分为扩散式和吸入式。检测仪主要是由检测元件、放大电路、警报器、指示器等部件组成。检测仪传感器检测原理主要有电化学型等。

**4**  计量特性

4.1 示值误差

绝对误差：±2μmol/mol。

4.2 重复性

应不大于5%。

4.3 响应时间

扩散式检测仪不大于120s，吸入式检测仪不大于90s。

4.4 报警功能检查

具有报警功能的检测仪，报警功能应正常。

4.5 零点漂移

连续运行30 min,零点漂移应不大于：±2%FS。

4.6 量程漂移

连续运行30 min,量程漂移应不大于：±3%FS。

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。

**5** 校准条件

5.1 环境条件

5.1.1 环境温度：(0～40)℃

5.1.2 环境湿度：＜80%RH

5.1.3 周围无电磁干扰，无干扰气体，通风，注意毒害防护。

5.2 校准用计量器具及配套设备

5.2.1 气体标准物质

采用由国家计量行政部门批准的，浓度约为检测仪满量程20%、50%和80%的氟化氢气体有证标准物质，其相对扩展不确定度不大于3%（*k*=2）。

5.2.2 秒表：分辨力不大于0.1s。

5.2.3 流量控制器：流量范围不小于500 mL/min,准确度级别不低于4级。

5.2.4 零点气：高纯氮气（99.99%）

5.2.5 减压阀和气路

使用与气体标准物质钢瓶配套的减压阀和不影响气体浓度的管路，如聚四氟乙烯或不锈钢管材。

5.2.6 校准罩

扩散式检测仪应有合适的校准罩。

**6** 校准项目和校准方法

6.1 外观及工作正常性检查

目视检查检测仪的外观及附件，装置应具有下列标识：名称、型号、制造厂名（或公司名）、出厂编号及相应的警示标志等，主机及配件齐全，应附有制造厂的说明书，传感系统表面不得有明显划痕。

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

6.2 报警功能检查

检查并记录氟化氢气体检测仪报警动作值，观察检测仪报警功能应正常。

6.3 校准前的准备

按照氟化氢气体检测仪使用说明书的要求对氟化氢气体检测仪进行预热，在零点气中调整检测仪零点。

通入气体标准物质时，氟化氢气体检测仪按照图1所示连接气路。根据被校检测仪的采样方式使用流量控制器，控制被校气体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，一定要保证流量控制器的旁通流量计有气体放出。



图1 校准原理图

6.4 示值误差

 通入零点气体使仪器示值回零，再依次通入浓度分别为量程上限值20%、50%和80%左右的标准气体，待示值稳定后记录检测仪的示值。每个校准点重复测量3次，取3次测量的平均值作为测量值，按式（1）计算检测仪的示值误差：

 （1）

式（1）中

—示值误差，μmol/mol；

—检测仪三次示值的算术平均值，μmol/mol；

 —气体标准物质的标准值，μmol/mol。

6.5 重复性

通入零点气体使仪器示值回零，再通入浓度约为满量程50%左右的标准气体，待读数稳定后记录检测仪的示值。重复上述测量步骤6次，分别记录读数，按式(3)计算的相对实验标准偏差为重复性:

  （3）

式中：

sr— 单次测量的相对实验标准偏差，%；

 — 检测仪第i次测量的示值，μmol/mol；

 — 重复测量6次的示值平均值，μmol/mol；

 n — 测量次数，n=6。

6.6 响应时间

通入零点气体使仪器示值回零，再通入浓度约为量程50%左右的标准气体，读取稳定数值后，撤去标准气体，待示值归零。再通入上述浓度的标准气体，同时用秒表记录从通气瞬间到检测仪示值升至上述稳定值90%所用的时间，即为检测仪的响应时间。重复上述步骤3次，取算术平均值作为检测仪的响应时间。

6.7 漂移

检测仪的漂移包括零点漂移和量程漂移。

通入零点气体，记录稳定示值*AZ*1，然后撤去零点气体，接着通入浓度约为检测仪量程50%左右的标准气体，记录稳定示值*A*S1，然后撤去标准气体。每间隔5 min重复上述步骤一次，连续运行30 min，每次记录检测仪的示值*AZi*及*ASi*，按式(4)计算零点漂移:

  (4)

式中：

 — 零点漂移，%FS；

 — 检测仪通入零点气体后第1次测量的示值，μmol/mol；

 — 检测仪通入零点气体后第i次测量的示值，μmol/mol；

 — 检测仪量程，μmol/mol。

取绝对值最大的作为检测仪的零点漂移。

按式(5)计算量程漂移:

  (5)

式中：

— 量程漂移，%FS；

— 检测仪通入标准气体后第1次测量的示值，μmol/mol；

— 检测仪通入标准气体后第i次测量的示值，μmol/mol；

取绝对值最大的作为检测仪的量程漂移。

7 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 接受日期；

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，校准员、核验员的签名以及校准日期；

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，不得部分复制证书或报告的声明。

8 复校时间间隔

仪器复校时间间隔由使用者根据仪器的使用情况、仪器本身性能等因素所决定，推荐复校时间间隔不超过1年。在相邻两次校准期间，如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

氟化氢气体检测仪原始记录格式

委托单位： 证书编号：

仪器名称： 生产厂家：

量程： 型号/规格： 出厂编号：

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 标准器名称 | 型号/规格 | 编号 | 测量范围 | 不确定度/准确度 | 证书编号 | 有效日期 |
|  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |
| 校准依据： |

环境温度： ℃ 环境湿度： ﹪RH 校准地点：

1. 外观及通电检查
2. 报警功能 报警动作值

3、示值误差

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 标准值μmol/mol | 仪器示值μmol/mol | 平均值μmol/mol | 绝对误差μmol/mol |
| 1 | 2 | 3 |
|  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |

4、重复性 μmol/mol

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 标准值 | 示值1 | 示值2 | 示值3 | 示值4 | 示值5 | 示值6 | 平均值 | 重复性(%) |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |

5、响应时间

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 标准气体浓度值μmol/mol |  响 应 时 间s | 平均值s |
| 1 | 2 | 3 |
|  |  |  |  |  |

6、漂移

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 时间 | 0min | 5min | 10min | 15min | 20min | 25min | 30min |
| 零点示值 |  |  |  |  |  |  |  |
| 测量示值 |  |  |  |  |  |  |  |
| 零点漂移： | 示值漂移： |

7、不确定度：

校准员： 核验员： 校准日期：

附录B

校准证书的内容

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 校准项目 | 参考指标 | 校准结果 |
| 1、示值误差 |  | 标准值 | 平均值 | 示值误差 |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
| 2、重复性 |  |  |
| 3、响应时间 |  |  |
| 4、报警功能 |  |  |  |
| 5、零点漂移 |  |  |
| 6、量程漂移 |  |  |
| 7、不确定度 |  |

校准内容结束

附录C

氟化氢气体检测仪示值误差测量不确定度评定示例

C.1 概述

C.1.1 测量依据: 氟化氢气体检测仪校准规范

C.1.2环境条件：温度(0～40)℃,相对湿度＜80%

C.1.3 测量标准：氟化氢气体标准物质，相对不确定度*U*rel =3%,包含因子 *k*=2。

C.1.4被测对象： 氟化氢气体检测仪示值误差,最大允许误差±2 μmol/mol,量程（0～20）μmol/mol。

C.1.5测量过程：通入三种不同浓度的氟化氢气体标准物质。读取被测仪器稳定示值,重复测量3次,用3次测量的平均值计算仪器相对误差，取最大相对误差为氟化氢气体检测仪示值误差或用3次测量的平均值减去标准物质浓度计算氟化氢气体检测仪绝对误差。

C.1.6 评定结果的使用:在符合上述条件下的测量结果,一般可直接使用本不确定度的评定结果。

C.2 测量模型



式中: —被测气体检测检测仪示值误差（μmol/mol）

 —被测气体检测检测仪三次测量的算术平均值（μmol/mol）

—氟化氢气体标准物质浓度（μmol/mol）

C.2.1灵敏系数





C.2.2传播律公式：因各输入量彼此独立不相关，合成标准不确定度为



C.3 输入量的标准不确定度分析和评定

C.3.1输入量的标准不确定度的评定

输入量的标准不确定度来源是：（1）氟化氢气体检测仪的测量重复性；（2）仪器分辨力。下面分别予以评定。

C.3.1.1 氟化氢气体检测仪的测量重复性引入的标准不确定度,可通过连续测量得到测量列,采用A类方法进行评定。

取一台氟化氢气体检测仪,选择10.0 μmol/mol的氟化氢气体检测仪气体标准物质,连续测量10次,得到测量列(单位：μmol/mol)：

10.2，10.1，10.0，10.1，10.1，10.0 ，9.9，10.1，10.2，9.9





按校准规范要求，仪器示值误差以3次测量的算术平均值进行计算，则测量重复性引入的标准不确定度为:

 =s/=0.11 μmol/mol/=0.06 μmol/mol

C.3.1.2氟化氢气体检测仪读数分辨率的标准不确定度。

氟化氢气体检测仪的分度值为0.1 μmol/mol,按均匀分布计算，



读数分辨率的标准不确定度小于测量重复性引入的标准不确定度，取重复性引入的标准不确定度。

C.3.1.3输入量的标准不确定度的标准不确定度：

C.3.2输入量AS的标准不确定度的评定

输入量AS的标准不确定度主要来源于标准气体定值的不确定度，可根据证书给出定值不确定度来评定，因此采用B类方法来评定

标准气体为国家二类标准物质，其不确定度*U*rel=3%，包含因子*k*=2，此值可按正态分布估计,且认为充分可靠。

则其标准不确定度



C.4标准不确定度汇总表

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 标准不确定度分量 | 不确定度来源 | 标准不确定度(μmol/mol) | *c*i | |*c*i|*u*(A)(μmol/mol) |
|  | 测量重复性 | 0.06 | 1 | 0.06 |
|  | 标准气体的不确定度 | 0.15 | -1 | 0.15 |

C.5 合成标准不确定度的计算



C.6 扩展不确定度的评定

C.6.1取包含因子*k*=2，则扩展不确定度为：

*U*=2×0.16 μmol/mol=0.3 μmol/mol

C.6.2根据氟化氢气体检测仪气体校准规范的规定，常规测量应对氟化氢气体检测仪仪器的量程中其他两个点进行测量，其测量不确定度见下表：

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 测量点(μmol/mol) | 不确定度分量(μmol/mol) | *u*c(μmol/mol) | *U*，*k*=2(μmol/mol) |
| 重复性分量*u*1() | 分辨率分量*u*2() |  |  |
| 4.0 | 0.06 | 0.03 | 0.06 | 0.06 | 0.08 | 0.2 |
| 16.0 | 0.07 | 0.03 | 0.07 | 0.24 | 0.25 | 0.5 |

C.7 测量不确定度的报告与表示

测量点4.0 μmol/mol，*U* =0.2 μmol/mol，*k*=2

测量点10.0 μmol/mol，*U* =0.2 μmol/mol，*k*=2

测量点16.0 μmol/mol，*U* =0.5 μmol/mol，*k*=2

**JJF（新）×－202×**

**新疆维吾尔自治区**

**地方计量校准规范**

**氟化氢气体检测仪校准规范**

**JJF(新)** **××－202×**

**新疆维吾尔自治区市场监督管理局发布**

\*

**版权所有 不得翻印**

\*

**880mm×1230mm 16开本**

**202×年×月第×版 202×年×月第×次印刷**

**印数 1-100**