



新疆维吾尔自治区地方计量技术规范

JJF（新）149—2024

氮气检测仪校准规范

Calibration Specification for Nitrogen Gas Detectors

新疆维吾尔自治区市场监督管理局 发布

氮气检测仪校准规范

Calibration Specification for Nitrogen
Gas Detectors

JJF(新)149—2024

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：乌鲁木齐市农产品质量安全检测中心

阿克苏地区检验检测中心

新疆维吾尔自治区市场监督审核评价中心

昌吉回族自治州检验检测中心

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：

常新春（新疆维吾尔自治区计量测试研究院）

赵立（新疆维吾尔自治区计量测试研究院）

李紫霜（新疆维吾尔自治区计量测试研究院）

吕警（乌鲁木齐市农产品质量安全检测中心）

参加起草人：

刘晓红（阿克苏地区检验检测中心）

杨艳霞（新疆维吾尔自治区市场监督审核评价中心）

罗惠利（昌吉回族自治州检验检测中心）

目 录

目 录	(I)
引 言	(II)
1 范围	(1)
2 引用文件	(1)
3 术语和定义	(1)
4 概述	(1)
5 计量特性	(1)
5.1 示值误差	(2)
5.2 重复性	(2)
5.3 响应时间	(2)
5.4 报警功能	(2)
6 校准条件	(2)
6.1 环境条件	(2)
6.2 校准用计量器具及配套设备	(2)
7 校准项目和校准方法	(3)
7.1 校准前的准备	(3)
7.2 报警功能	(3)
7.3 示值误差	(3)
7.4 重复性	(4)
7.5 响应时间	(4)
8 校准结果表达	(5)
9 复校时间间隔	(5)
附录 A 氮气检测仪校准原始记录参考格式	(6)
附录 B 校准证书内页格式	(7)
附录 C 氮气检测仪示值误差测量不确定度评定	(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》共同构成支撑本规范制定工作的基础性系列规范。

本规范的制定参考了 JJG 365-2008 《电化学氧测定仪》、GB 12358—2006 《作业场所环境气体检测检测仪 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》技术法规。

本规范为首次发布。

氮气检测仪校准规范

1 范围

本规范适用于减氧法原理测量氮气含量的氮气检测仪的校准。

2 引用文件

本规范引用下列文件：

JJG 365 电化学氧测定仪

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 术语和定义

减氧法 the method of subtracting the oxygen concentration value

认为氮气与氧气浓度之和为 100%mol/mol, 通过减去氧气浓度测量值而获到氮气浓度值的间接测量方法。

4 概述

氮气检测仪（以下简称检测仪）主要用于检测作业场所环境中氮气含量。检测仪的检测原理是采用电化学氧传感器测量氧气浓度值，再通过电子单元减氧计算得到氮气浓度值。检测仪主要由采样单元、检测单元、信号处理、显示单元等组成，采样方式为扩散式或泵吸入式，工作原理如图 1。

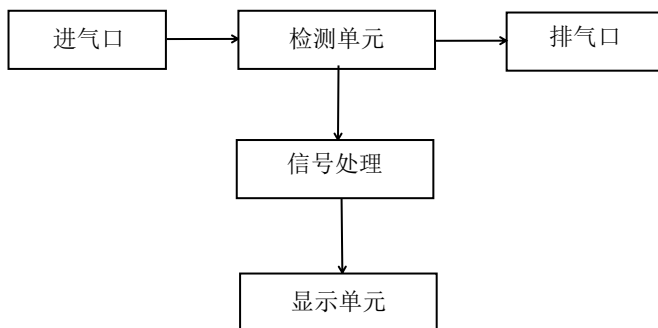


图 1 检测仪工作原理图

5 计量特性

5.1 示值误差

见表1

表1 示值误差

氮气浓度/(%mol/mol)	最大允许误差/(%mol/mol)
20	± 2
76、85、94	± 1

通入高纯氮气(99.999%mol/mol)时,检测仪示值应不低于99.5%mol/mol。

5.2 重复性

不大于0.5%。

5.3 响应时间

不大于30 s。

5.4 报警功能

具有报警功能的检测仪,当检测仪示值达到报警设定值时,应有报警或提示信号输出。

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: (5~40)℃,校准过程中波动不超过 $\pm 2^\circ\text{C}$ 。

6.1.2 相对湿度: $\leq 85\%$ 。

6.1.3 大气压: (80~106) kPa, 应保持通风。

6.2 校准用计量器具及配套设备

6.2.1 气体标准物质

采用氮中氧或氧中氮国家有证气体标准物质(简称标准气体),如表2。

表2 标准气体

名称	浓度/(%mol/mol)	不确定度 ($k=2$)
氮中氧	6、15、24、80	$U_{\text{rel}} \leq 1\%$
氧中氮	20、76、85、94	

上述氧中氮标准气体可用高纯氧(99.999 %mol/mol)和高纯氮动态配制,配制出的标准气体的相对扩展不确定度应不大于1 % (包含因子 $k=2$)。

6.2.2 高纯氮气

氮气浓度不低于 99.999%mol/mol。

6.2.3 秒表

最大允许误差不超过 ± 0.10 s/h。

6.2.4 流量控制器

由两个气体流量计组成，每个流量计最大流量不低于 1 L/min，准确度等级不低于 4 级。

6.2.5 减压阀和气体管路

使用与气体标准物质钢瓶配套的减压阀。减压阀、管路材料对被测气体应无吸附及化学反应。

7 校准项目和校准方法

7.1 校准前的准备

按照使用说明书的要求对检测仪进行预热，预热稳定后，按图 2 所示连接气体标准物质、流量计和被校检测仪。测量时，应根据检测仪采样方式的不同，使用流量控制器控制气体流量。测量泵吸入式检测仪时，必须保证流量控制器的旁通流量计有流量放空。扩散式检测仪流量应根据检测仪说明书的要求。如果说明书没有明确的要求，则应控制在 300 mL/min，流量波动小于 ± 20 mL/min。按照使用说明书要求对检测仪进行零点 and 示值的调整。

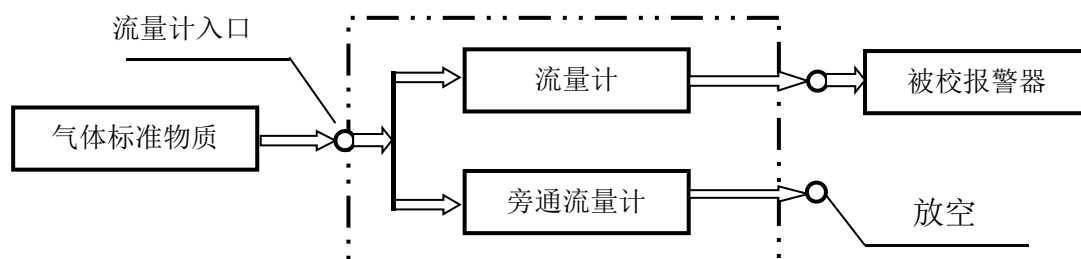


图 2 校准气路连接示意图

7.2 报警功能

对具有报警功能的检测仪，通入浓度大于报警设定值的标准气体，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。

7.3 示值误差

分别通入氮气浓度约为 76%mol/mol、85%mol/mol、94%mol/mol 的标准气体和高纯氮

气体。对于测量下限低于 20%mol/mol 的检测仪，还应再通入氮气浓度约为 20%mol/mol 的标准气体。每种浓度重复测量 3 次，取 3 次的算术平均值作为检测仪的示值。

按公式 (1)、(2) 计算氮气各浓度点的示值误差 ΔC 。

$$C_s = 100 - C'_s \quad (1)$$

$$\Delta C = \bar{C} - C_s \quad (2)$$

式中：

C_s ——氮气浓度值，%mol/mol；

C'_s ——氮中氧标准气体中氧气浓度值，%mol/mol；

$\bar{C}$ ——3 次示值的算术平均值，%mol/mol；

ΔC ——各浓度点的示值误差，%mol/mol。

7.4 重复性

通入氮气浓度约为 85 %mol/mol 的标准气体，待示值稳定后，记录检测仪示值。重复测量 6 次，按公式 (3) 计算检测仪重复性 s_r 。

$$s_r = \frac{1}{\bar{C}} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^6 (C_i - \bar{C})^2}{5}} \times 100\% \quad (3)$$

式中：

C_i ——检测仪第 i 次测量的示值，%mol/mol；

$\bar{C}$ ——检测仪 6 次测量的算术平均值，%mol/mol；

s_r ——检测仪重复性，%。

7.5 响应时间

通入氮气浓度约为 76%mol/mol 的标准气体，对于测量下限低于 20%mol/mol 的氮气检测仪，应通入氮气浓度约为 20%mol/mol 的标准气体。待示值稳定后，读取下限稳定值。撤去标准气体，通入高纯氮气，读取上限稳定值，计算下限至上限间 90% 的值作为停止计时的检测仪示值。在下限标准气体转换到上限标准气体时启动秒表，读取下限示值到停止计时示值的时间，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。

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。

校准原始记录格式见附录A，校准证书内页格式见附录B，测量不确定度评定示例见附录C。

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，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

氮气检测仪校准原始记录参考格式

委托单位: _____ 证书编号: _____

仪器名称: _____ 型号: _____ 仪器编号: _____

制造厂商: _____ 大气压: _____ 环境温度: _____ 湿度: _____

校准依据: _____ 校准地点: _____

本次校准使用的主要标准器:

名称	型号	编号	测量范围	不确定度	溯源机构、 证书编号	有效期

校准员: _____ 核验员: _____ 校准日期: _____

一、报警功能: ☐ 正常 ☐ 不正常 报警浓度值 _____ %mol/mol

二、示值误差 _____ (%mol/mol)

氮气浓度值	示值			平均值	示值误差	不确定度 $U_{(k=2)}$
	1	2	3			

三、重复性

氮气浓度值 %mol/mol	示值 %mol/mol						重复性 (%)
	1	2	3	4	5	6	

四、响应时间

氮气浓度值 %mol/mol	响应时间 (s)			平均值 (s)
	1	2	3	

附录 B

校准证书内页格式

校准项目	校准结果			
报警功能及报警值				
示值误差	氮气浓度值	平均值	示值误差	不确定度
重复性				
响应时间				

附录 C

氮气检测仪示值误差测量不确定度评定

C.1 概述

C.1.1 测量依据：本校准规范

C.1.2 环境条件：温度（5～40）℃，波动小于±2℃；相对湿度≤85%；

大气压（80～106）kPa。

C.1.3 测量标准：氮中氧气体标准物质，相对不确定度 $U_{\text{rel}}=1\%$, $k=2$

C.1.4 被测对象：减氧法测量原理的氮气检测仪,测量范围（70～100）%mol/mol。

C.1.5 测量方法：通入三种不同浓度的氮中氧气体标准物质，读取被测检测仪稳定示值,重复测量 3 次,用 3 次测量的平均值计算检测仪示值误差。

C.2 测量模型

C.2.1 测量模型

$$\Delta C = \bar{C} - (100 - C'_s)$$

式中：

ΔC ——氮气检测仪示值误差；

$\bar{C}$ ——3 次测量的算术平均值；

C'_s ——氮中氧标准气体中氧气的浓度值；

C.2.2 灵敏系数

$$c_1 = \frac{\partial \Delta C}{\partial \bar{C}} = 1 \qquad c_2 = \frac{\partial \Delta C}{\partial C'_s} = -1$$

C.2.3 传播律公式

因各输入量彼此独立不相关，所以合成标准不确定度为：

$$u_c(\Delta C) = \sqrt{c_1^2 u^2(\bar{C}) + c_2^2 u^2(C'_s)}$$

C.3 全部输入量的标准不确定度分析和评定

C.3.1 输入量 $\bar{C}$ 的标准不确定度 $u(\bar{C})$ 的评定

输入量 $\bar{C}$ 的标准不确定度来源是：（1）氮气检测仪的测量重复性；（2）数字分辨率。下面分别予以评定。

C.3.1.1 氮气检测仪的测量重复性,可通过连续测量得到测量列,采用 A 类方法进行评定。

取一台氮气检测仪,选择 15%mol/mol 的氮中氧标准气体,连续测量 10 次,得到测量列如下 (单位: %mol/mol) :

84.8, 84.9, 84.9, 84.8, 84.9, 84.7, 84.9, 84.8, 84.9, 85.0

$$\bar{C} = \frac{1}{10} \sum_{i=1}^{10} C_i = 84.86\% \text{mol/mol}$$

$$\text{单次实验标准差 } s = \sqrt{\frac{\sum (C_i - \bar{C})^2}{n-1}} = 0.08\% \text{mol/mol}$$

按规范要求, 检测仪示值误差以 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:

$$u_1(\bar{A}) = s/\sqrt{3} = 0.05\% \text{mol/mol}$$

C.3.1.2 数字式检测仪由分辨力引入的不确定度

氮气检测仪最小显示分辨力为 0.1%mol/mol, 此值可按均匀分布估计, 且认为其充分可靠, 因其值小于重复性引入的不确定度, 故可以忽略不计。

C.3.1.3 输入量 $\bar{C}$ 的标准不确定度 $u(\bar{C})$:

$$u(\bar{C}) = 0.05\% \text{mol/mol}$$

C.3.2 输入量 C'_s 的标准不确定度 $u(C'_s)$ 的评定

输入量 C'_s 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 $U_{\text{rel}}=1\%$, 包含因子 $k=2$, 此值可按正态分布估计, 充分可靠则其标准不确定度为: $u(C'_s) = 1\% \div 2 \times 15 = 0.075\% \text{mol/mol}$

C.4 标准不确定度汇总表

表 1 标准不确定度汇总

标准不确定度分	不确定度来源	标准不确定度	概率分布	c_i	$ c_i u(C_i)$
$u(\bar{C})$	测量重复性	0.05%mol/mol	正态	1	0.05%mol/mol
$u(C'_s)$	标准气体的不	0.075%mol/mol	正态	-1	0.075%mol/mol

C.5 合成标准不确定度的计算

合成标准不确定度由 C.2.3 条得

$$u_c(\Delta C) = \sqrt{\sum_{i=1}^2 u_i^2(C_i)} = \sqrt{(0.05)^2 + (0.075)^2} = 0.09\% \text{mol/mol}$$

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：

$$U=2 \times 0.09=0.2\% \text{mol/mol}$$

C.6.2 参照上述不确定度评定方法，其他测量值示值误差的测量不确定度见表 2。

表 2 其他测量值示值误差的扩展不确定度

测量点 %mol/mol	不确定度分量(%mol/mol)		$u_c(\% \text{mol/mol})$	$U(\% \text{mol/mol}) \quad k=2$
	$ c_i u(\bar{C})$	$ c_i u(C'_s)$		
76	0.09	0.12	0.15	0.3
94	0.03	0.03	0.04	0.1

C.7 测量不确定度的报告与表示

测量范围（70~100）%mol/mol 的氮气检测仪示值误差的扩展不确定度：

测量点 76%mol/mol $U=0.3\% \text{mol/mol}$ $k=2$

测量点 85%mol/mol $U=0.2\% \text{mol/mol}$ $k=2$

测量点 94%mol/mol $U=0.1\% \text{mol/mol}$ $k=2$

新疆维吾尔自治区
地方计量校准规范

氮气检测仪校准规范

JJF(新) 149—2024

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

2025 年 X 月第 1 版 2025 年 X 月第 1 次印刷

印数 1-100