

黑龙江省地方计量技术规范

JJF（黑）XXX—2025

乙腈气体检测仪校准规范

Calibration Specification for acetonitrile gas detector

（审定稿）

20××—××—××发布

20××—××—××实施

黑 龙 江 省 市 场 监 督 管 理 局 发 布

乙腈气体检测仪 校准规范

Calibration Specification for
acetonitrile gas detector

JJF（黑）XX—2025

归口单位：黑龙江省市场监督管理局

起草单位：黑龙江省计量检定测试研究院

本规范委托黑龙江省计量检定测试研究院负责解释

本规范主要起草人：

吴辰琥（黑龙江省计量检定测试研究院）
于志鹏（黑龙江省计量检定测试研究院）
卢炳瑄（黑龙江省计量检定测试研究院）
迟彧靓（黑龙江省计量检定测试研究院）
曲洪波（黑龙江省计量检定测试研究院）
张 涛（黑龙江省计量检定测试研究院）
张葳葳（黑龙江省计量检定测试研究院）

参加起草人：

于亚洲（黑龙江省计量检定测试研究院）
巴彩一（黑龙江省计量检定测试研究院）
原 赫（黑龙江省计量检定测试研究院）

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)
5 校准条件	(1)
5.1 校准环境条件	(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 检测仪的调整	(2)
6.2 示值误差	(3)
6.3 重复性	(3)
6.4 响应时间	(4)
6.5 报警功能和报警值	(4)
7 校准结果表达	(4)
7.1 校准记录	(4)
7.2 校准结果的表达	(4)
8 复校时间间隔	(5)
附录 A 乙腈标准气体的制备方法	(6)
附录 B 乙腈气体检测仪校准记录格式(推荐性)	(7)
附录 C 乙腈气体检测仪校准证书内页格式(推荐性)	(8)
附录 D 乙腈气体检测仪示值误差校准结果不确定度评定示例	(9)

引 言

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》共同构成支撑本规范制定工作的基础性系列规范。共同构成本规范制定工作的基础性系列计量技术法规。

本规范主要参考了 JJG 693—2011《可燃气体检测报警器》、JJF 2113—2024《丙烯腈气体检测仪校准规范》、GB 12358—2024《作业场所环境气体检测报警仪通用技术要求》。

本规范为首次发布。

乙腈气体检测仪校准规范

1 范围

本规范适用于乙腈气体检测仪的校准。

2 引用文件

本规范引用下列文件：

JJG 693—2011 可燃气体检测报警器

JJF 2113—2024 丙烯腈气体检测仪校准规范

GB 12358—2024 作业场所环境气体检测报警仪通用技术要求

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（包括所有修改单）适用于本规范。

3 概述

乙腈气体检测仪（以下简称“检测仪”）适用于作业场所中乙腈气体浓度的检测。检测仪的检测原理主要有电化学式、红外吸收式、光离子化（PID）式等。检测仪按照采样方式可分为扩散式、泵吸式两大类。检测仪一般由检测单元、信号处理单元、显示单元、报警单元等组成。

4 计量特性

乙腈气体检测仪的计量性能指标要求见表 1。

表 1 计量性能指标

主要校准项目	计量性能要求	
示值误差	±10%（标准值）或±5%（满量程）	
重复性	≤2%	
响应时间	扩散式	≤60s
	泵吸式	≤30s
注：以上所有计量特性技术指标仅提供参考，仅作参考。		

5 校准条件

5.1 环境条件

5.1.1 环境温度：（15~35）℃。

5.1.2 相对湿度：不大于 85%。

5.1.3 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。

5.2 校准用计量器具及配套设备

5.2.1 乙腈纯度标准物质

乙腈纯度标准物质，相对扩展不确定度不大于 0.4%（ $k=2$ ）。

5.2.2 乙腈气体发生装置（液态有机溶剂动态配气装置）

乙腈气体发生装置（液态有机溶剂动态配气装置），相对扩展不确定度不大于 0.7%（ $k=2$ ）。

5.2.3 零点气体

采用纯度为 99.999%的氮气。

5.2.4 秒表

测量范围（0~3600）s，最大允许误差 ± 0.10 s；

5.2.5 微量进样器

进样量 1 μ L，相对扩展不确定度 3.0%（ $k=2$ ）

5.2.6 流量计

测量范围(0.1~1)L/min，流量计的准确度级别不低于 4.0 级。

5.2.7 减压阀及气体管路

使用不易与乙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。

6 校准项目和校准方法

6.1 检测仪的调整

按照检测仪说明书上的要求对检测仪进行预热。检测仪通电预热稳定后，按照图 1 所示连接气路。扩散式检测仪无需连接旁通流量计。

根据被校检测仪的采样方式使用流量控制器，控制被校检测仪所需要的流量。校准扩散式检测仪时，应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 $\pm$ 50)mL/min。校准泵吸式检测仪时，必须保证旁通流量计有气体排出。

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;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%的标准气体调整检测仪的示值。

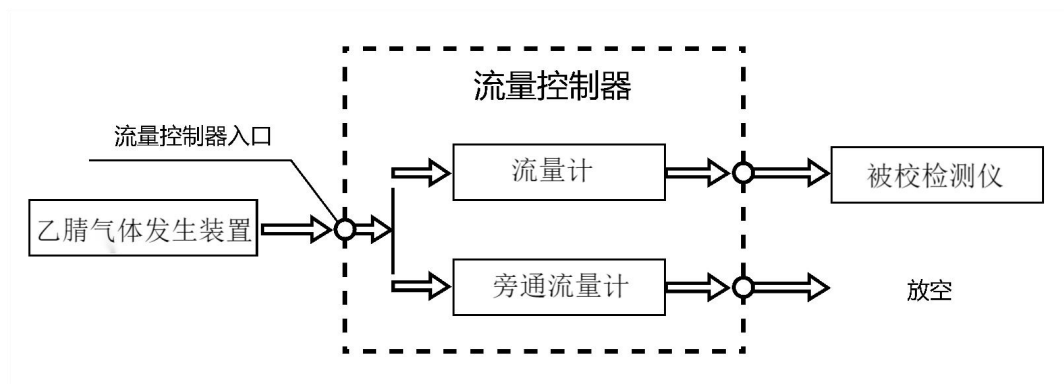


图 1 校准用设备连接示意图

6.2 示值误差

按照检测仪说明书的要求对检测仪进行预热,待检测仪稳定后按图 1 所示连接气体标准物质、流量计和被校检测仪。校准泵吸式检测仪时,应保证旁通流量计有气体放出。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。流量宜控制在 $(500 \pm 50) \text{ mL/min}$ 。用零点气体调整检测仪的零点,用满量程 50%的气体标准物质调整检测仪的示值。

分别通入浓度约为满量程 20%、50%、80%的气体标准物质,待示值稳定后记录示值,每种浓度测量 3 次,取算术平均值作为检测仪示值。按式(1)计算示值误差:

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

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

式中:

ΔC ——示值引用误差误差, %;

$\Delta C'$ ——示值相对误差, %;

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

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

R ——检测仪满量程, $\mu \text{ mol/mol}$ 。

6.3 重复性

通入浓度约为满量程 50%左右的标准气体,待读数稳定后,读取并记录检测仪的显示值,然后通入零点气体使检测仪的显示值回零,再通入上述浓度的标准气体。重复测量 6 次,按(2)式计算。

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

式中: s_r ——测量重复性;

C_i ——第 i 次测量的测得结果, mg/L;

$\bar{C}$ ——测得结果的算术平均值, mg/L;

n ——测量次数。

6.4 响应时间

通入零点气体调整检测仪零点后,通入浓度约为检测上限 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,再通入上述浓度的标准气体,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,3 次测量结果的算术平均值为检测仪的响应时间。

6.5 报警功能及报警值

通入浓度约为报警设定值 1.5 倍的标准气体,当示值超过报警设定值时,观察仪器声、光或振动报警功能是否正常,并记录仪器报警时的示值。

7 校准结果表达

7.1 校准记录

校准记录推荐格式参见附录 B。

7.2 校准结果的处理

校准证书由封面和校准数据组成。校准证书内页推荐格式见附录 C。证书上的信息至少包括以下内容:

- a) 标题:“校准证书”;
- b) 实验室名称和地址;
- c) 进行校准的地点(如果与实验室地点不同);
- d) 证书的唯一性标识(如编号),每页及总页数的标识;
- e) 客户的名称和地址;

- f) 被校仪器的描述和明确标识（如型号、产品编号等）；
- g) 进行校准的日期；
- h) 校准所依据的技术规范的标识，包括名称和代号；
- i) 校准所用测量标准的溯源性及有效性说明；
- j) 校准环境的描述；
- k) 校准结果及其测量不确定度说明；
- l) 校准员及核验员的签名；
- m) 校准证书批准人的签名、职务或等效说明；
- 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，不得部分复制证书的声明；
- p) 对校准规范的偏离的说明。

8 复校时间间隔

建议复校时间间隔不超过12个月。

由于复校时间间隔的长短是由仪器的使用情况、使用者、仪器本身质量等诸因素所决定的，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。

附录 A

乙腈标准气体的制备方法

A.1 概述

乙腈具有毒性、刺激性和易燃性，沸点约为 81.6°C ，在常温下为无色透明液体。

A.2 制备用计量器具及配套设备

乙腈气体发生装置（液态有机溶剂动态配气装置，以下简称“装置”）：相对扩展不确定度不大于 0.7%， $k=2$ ；

乙腈纯度标准物质，分子量 41.05 g/mol 、纯度 99.7%，相对扩展不确定度不大于 0.4% ($k=2$)；

微量进样器，相对扩展不确定度 3.0%， $k=2$ ；

通风橱、橡胶手套、防护眼镜。

A.3 配制乙腈标准气体的操作步骤

A.3.1 装置系统开机、自检结束后，触摸屏亮起。装置预热 30 分钟。

A.3.2 系统吹扫与零点校准

在预热期间，持续通入高纯氮气，吹扫气路 15 分钟。

预热完成后，通入高纯氮气，进行“零点校准”。

A.3.3 设置目标气体参数

在系统中输入乙腈的分子量和纯度；

输入想要配制的乙腈气体的浓度值并选择单位；

设置输出气体总流量 500 mL/min 。

A.3.4 进样

使用微量进样器吸取 $(1\sim 10)\mu\text{L}$ 乙腈纯度标准物质。将样品推入装置进样口，进样后并立刻密封进样口。

A.3.5 汽化与稳定

样品注入后，乙腈纯度标准物质会在装置内部的汽化室中加热汽化，并与高纯氮气体混合，形成高浓度的乙腈气体。装置稳定后，装置会自动将高浓度的乙腈气体与主稀释气路的高纯氮气体进行第二次精确混合与稀释，得到目标浓度。

附录B

乙腈气体检测仪校准记录格式（推荐性）

委托单位		记录编号	
仪器名称		温 度	
型号规格		相对湿度	
出厂编号		校准依据	
制 造 厂		校准地点	
校准人员		校准日期	
核验人员		备 注	

校准使用的计量标准器具

标准器名称	型号/规格	测量范围	不确定度/ 准确度等级/ 最大允许误差	证书编号及 有效期

一 示值误差

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	扩展不确定度

二 重复性

标准气体 浓度值 $\mu\text{mol/mol}$	示值 1 $\mu\text{mol/mol}$	示值 2 $\mu\text{mol/mol}$	示值 3 $\mu\text{mol/mol}$	示值 4 $\mu\text{mol/mol}$	示值 5 $\mu\text{mol/mol}$	示值 6 $\mu\text{mol/mol}$	平均值 $\mu\text{mol/mol}$	S_r

三 响应时间

标准气体浓度值 $\mu\text{mol/mol}$	响应时间/s			
	1	2	3	平均值

四 报警功能及报警值

报警功能	☐ 声报警正常； ☐ 光报警正常； ☐ 振动报警正常。		
报警设定值 $\mu\text{mol/mol}$	报警值 $\mu\text{mol/mol}$		
校准员：	核验员：		

附录 C

乙腈气体检测仪校准证书内页格式（推荐性）

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 $\mu\text{mol/mol}$	示值误差 $\mu\text{mol/mol}$	扩展不确定度 $k=2$
重复性				
响应时间				
报警功能及 报警值				

附录 D

乙腈气体检测仪示值误差校准结果不确定度评定示例

D.1 乙腈气体检测仪相对示值误差校准结果不确定度评定

D.1.1 被校仪器：乙腈检测仪，测量范围（0~100） $\mu\text{mol/mol}$ 。

D.1.2 测量标准：乙腈纯度标准物质：标准值为 99.7%，相对扩展不确定度 0.4%， $k=2$ ；
乙腈气体发生装置（液态有机溶剂动态配气装置）：相对扩展不确定度不大于 0.7%， $k=2$ ；

微量进样器：进样量 1 μL ，相对扩展不确定度 3.0%， $k=2$ 。

D.1.3 环境条件：环境温度（15~35） $^{\circ}\text{C}$ ；相对湿度不大于 85%。

D.1.4 测量方法：依据本规范规定进行校准。

D.1.5 测量模型

测量模型以相对示值误差的形式给出：

$$\Delta C_{\text{rel}} = \frac{\bar{C} - C_s}{C_s} \times 100\%$$

式中：

ΔC_{rel} ——相对示值误差，%；

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

C_s ——标准气体浓度值， $\mu\text{mol/mol}$ 。

D.1.6 不确定度计算公式

由于各输入量的不确定度之间彼此不相关，有：

$$u_c^2 = c_1^2 u^2(\bar{C}) + c_2^2 u^2(C_s)$$

灵敏系数为：

$$c_1 = \frac{\partial \Delta c}{\partial \bar{C}} = \frac{1}{C_s} \quad c_2 = \frac{\partial \Delta c}{\partial C_s} = \frac{\bar{C}}{C_s^2}$$

式中：

$u(\bar{C})$ ——3 次测量结果平均值引入的标准不确定度；

$u(C_s)$ ——标准气体浓度值引入的标准不确定度。

D.1.7 标准不确定度分量评定

D.1.7.1 被校检测仪测量重复性引入的标准不确定度

检测仪以 $20\mu\text{mol/mol}$ 校准点为例进行 10 次重复性测量, 测量值为: $18.6\mu\text{mol/mol}$, $18.7\mu\text{mol/mol}$, $17.8\mu\text{mol/mol}$, $18.9\mu\text{mol/mol}$, $18.8\mu\text{mol/mol}$, $18.4\mu\text{mol/mol}$, $19.2\mu\text{mol/mol}$, $18.1\mu\text{mol/mol}$, $18.7\mu\text{mol/mol}$, $18.6\mu\text{mol/mol}$, 平均值为 $18.6\mu\text{mol/mol}$ 。

对其计算实验标准偏差为:

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{10} (C_i - \bar{C})^2}{10 - 1}} = 0.40 \mu\text{mol/mol}$$

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 $n=3$, 相对示值误差校准结果重复性引入的标准不确定度分量为:

$$u_1(\bar{C}) = \frac{s}{\sqrt{n}} = \frac{s}{\sqrt{3}} = 0.23\mu\text{mol/mol}$$

D.1.7.2 标准气体及其他设备引入的标准不确定度

D.1.7.2.1 乙腈纯度标准物质定值引入的不确定度 $u_{\text{rel}}(C_{s1})$

采用的乙腈纯度标准物质, 相对扩展不确定度为 0.4%, 包含因子 $k=2$ 。则乙腈纯度标准物质的定值引入的标准不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(C_{s1}) = \frac{0.4\%}{2} = 0.20\%$$

D.1.7.2.2 乙腈气体发生装置引入的不确定度 $u_{\text{rel}}(C_{s2})$

采用的乙腈气体发生装置, 相对扩展不确定度为 0.7%, 包含因子 $k=2$ 。则乙腈气体发生装置引入的标准不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(C_{s2}) = \frac{0.7\%}{2} = 0.35\%$$

D.1.7.2.3 微量进样器引入的不确定度 $u_{\text{rel}}(C_{s3})$

采用的微量进样器 $1\mu\text{L}$, 相对扩展不确定度为 3%, 包含因子 $k=2$ 。则微量进样器 $1\mu\text{L}$ 的定值引入的标准不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(C_{s3}) = \frac{3\%}{2} = 1.5\%$$

各分量彼此相互独立, 标准气体及其他设备引入的标准不确定度合成按下式进行计

算:

$$u_{\text{rel}}(C_s) = \sqrt{u_{\text{rel}}^2(C_{s1}) + u_{\text{rel}}^2(C_{s2}) + u_{\text{rel}}^2(C_{s3})} = 1.6\%$$

$$u(C_s) = u_{\text{rel}}(C_s) \cdot C_s = 0.32 \mu\text{mol/mol}$$

D.1.7.3 标准不确定度汇总

20 $\mu\text{mol/mol}$ 校准点相对标准不确定度分量汇总见表 C.1

表 C.1 20 $\mu\text{mol/mol}$ 校准点相对标准不确定度分量汇总表

序号	不确定度来源	校准点	标准不确定度符号	标准不确定度 $\mu\text{mol/mol}$	灵敏系数 c_i $(\mu\text{mol/mol})^{-1}$
1	被校检测仪重复性引入	20 $\mu\text{mol/mol}$	$u_{\text{rel}}(\bar{C})$	0.23	0.05
2	标准气体及其他设备引入	20 $\mu\text{mol/mol}$	$u_{\text{rel}}(C_s)$	0.32	-0.047

以上各项标准不确定度互不相关, 则合成相对标准不确定度为:

$$u_{\text{crel}}(\Delta C) = \sqrt{c_1^2 u_{\text{rel}}^2(\bar{C}) + c_2^2 u_{\text{rel}}^2(C_s)} = 1.9\%$$

D.1.8 扩展不确定度

取包含因子 $k=2$, 则 20 $\mu\text{mol/mol}$ 校准点相对示值误差校准结果的相对扩展不确定度为:

$$U_{\text{rel}} = k \cdot u_{\text{crel}}(\Delta C) = 3.8\%$$

D.2 乙腈气体检测仪引用示值误差校准结果不确定度评定

D.2.1 被校检测仪: 乙腈检测仪, 测量范围 (0~100) $\mu\text{mol/mol}$ 。

D.2.2 测量标准: 乙腈纯度标准物质: 标准值为 99.7%, 相对扩展不确定度 0.4%, $k=2$;
乙腈气体发生装置 (液态有机溶剂动态配气装置): 相对扩展不确定度不大于 0.7%, $k=2$;

微量进样器: 进样量 1 μL , 相对扩展不确定度 3.0%, $k=2$ 。

D.2.3 环境条件: 环境温度 (15~35) $^{\circ}\text{C}$; 相对湿度不大于 85%。

D.2.4 测量方法: 依据本规范中的规定。

D.2.5 测量模型

测量模型以引用示值误差的形式给出: $\Delta C = \frac{\bar{C} - C_s}{R} \times 100\%$

式中:

ΔC —— 引用示值误差, %;

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

C_s ——标准气体浓度值, $\mu\text{mol/mol}$;

R ——被检仪器满量程, $\mu\text{mol/mol}$ 。

D.2.6 不确定度计算公式

各影响量的灵敏系数计算:

$$c_1 = \frac{\partial \Delta C}{\partial \bar{C}} = 1 \quad c_2 = \frac{\partial \Delta C}{\partial C_s} = -1$$

D.2.7 标准不确定度分量评定

D.2.7.1 被校检测仪测量重复性引入的标准不确定度

检测仪以 $80\mu\text{mol/mol}$ 校准点为例进行 10 次重复性测量, 测量值为:

$76.5\mu\text{mol/mol}$, $74.4\mu\text{mol/mol}$, $75.8\mu\text{mol/mol}$, $77.2\mu\text{mol/mol}$, $76.9\mu\text{mol/mol}$,
 $78.1\mu\text{mol/mol}$, $77.8\mu\text{mol/mol}$, $76.2\mu\text{mol/mol}$, $74.2\mu\text{mol/mol}$, $74.8\mu\text{mol/mol}$, 平均值为
 $76.2\mu\text{mol/mol}$ 。

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{10} (C_i - \bar{C})^2}{10 - 1}} = 1.4 \mu\text{mol/mol}$$

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 $n=3$, 引用示值误差校准结果重复性引入的相对标准不确定度分量为:

$$u(\bar{C}) = \frac{s}{\sqrt{n}} = \frac{s}{\sqrt{3}} = 0.8 \mu\text{mol/mol}$$

$$u_{\text{rel}}(\bar{C}) = \frac{u(\bar{C})}{R} \times 100\% = 0.8\%$$

D.2.7.2 标准气体及其他设备引入的标准不确定度

D.2.7.2.1 乙腈纯度标准物质定值引入的不确定度 $u_{\text{rel}}(C_{s1})$

采用的乙腈纯度标准物质, 相对扩展不确定度为 0.4%, 包含因子 $k=2$ 。则乙腈纯度标准物质的定值引入的标准不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(C_{s1}) = \frac{0.4\%}{2} = 0.20\%$$

D.2.7.2.2 乙腈气体发生装置引入的不确定度 $u_{\text{rel}}(C_{s2})$

采用的乙腈气体发生装置，相对扩展不确定度为 0.7%，包含因子 $k=2$ 。则乙腈气体发生装置引入的标准不确定度为：

$$u_{\text{rel}}(C_{s2}) = \frac{0.7\%}{2} = 0.35\%$$

D.2.7.2.3 微量进样器引入的不确定度 $u_{\text{rel}}(C_{s3})$

采用的微量进样器 1 μL ，相对扩展不确定度为 3%，包含因子 $k=2$ 。则微量进样器 1 μL 的定值引入的标准不确定度为：

$$u_{\text{rel}}(C_{s3}) = \frac{3\%}{2} = 1.5\%$$

各分量彼此相互独立，标准气体及其他设备引入的标准不确定度合成按下式进行计算：

$$u_{\text{rel}}(C_s) = \sqrt{u_{\text{rel}}^2(C_{s1}) + u_{\text{rel}}^2(C_{s2}) + u_{\text{rel}}^2(C_{s3})} = 1.6\%$$

D.2.7.3 合成标准不确定度

80 $\mu\text{mol/mol}$ 校准点标准不确定度分量汇总见表 C. 2

表 C. 2 80 $\mu\text{mol/mol}$ 校准点引用标准不确定度分量汇总表

序号	不确定度来源	校准点	标准不确定度符号	标准不确定度 %	灵敏系数 c_i
1	被校检测仪重复性引入	80 $\mu\text{mol/mol}$	$u(\bar{C})$	0.8	1.0
2	标准气体及其他设备引入	80 $\mu\text{mol/mol}$	$u(C_s)$	1.6	-1.0

以上各项标准不确定度互不相关，则合成标准不确定度为：

$$u_c(\Delta C) = \sqrt{c_1^2 u^2(\bar{C}) + c_2^2 u^2(C_s)} = 1.8\%$$

D.2.8 扩展不确定度

取包含因子 $k=2$ ，则 80 $\mu\text{mol/mol}$ 校准点引用示值误差校准结果的相对扩展不确定度为：

$$U = k \cdot u_c(\Delta C) = 3.6\%$$

