ICS 17.020

CCS A 61

Calibration specification for phosphine gas detection alarms

**T/SXICS**

**团体标准**

T/SXICS XXX─XXXX

磷化氢气体检测报警仪校准规范

20XX-XX-XX发布 20XX-XX-XX实施

**山西省仪器仪表学会** 发 布

目录

**1 范围1**

**2.规范性引用文件1**

**3.概述1**

**4.校准项目1**

**5.通用技术要求1**

**6.计量器具控制2**

**7.校准项目及校准方法2**

**8.校准周期4**

**附录A（磷化氢气体检测报警仪浓度示值误差测量结果不确定度评定示例）5**

**附录B（校准内页格式）**8

前 言

本文件按照GB/T 1.1─2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件由山西省仪器仪表学会提出并归口。

本文件起草单位：山西仲测计量研究院有限公司、晋中市综合检验检测中心、山西鼎诺科技开发有限公司、山西普宇检验检测中心有限公司、山西泰能标物科技有限公司。

本文件主要起草人：杨伟敏、李荣、武国强、刘阳、李玉刚、徐文彦、霍永杰、芦思尧、田永亮、隋祺祺。

### 磷化氢气体检测报警仪校准规范

1 范围

本规范适用于测量范围不超过200 μmol/mol的磷化氢气体检测报警仪(以下简称“仪器”)的校准。

2 规范性引用文件

GB 12358-2006《作业场所环境气体检测报警仪 通用技术要求》

GB50493-2019《石油化工可燃气体和有毒气体检测报警设计标准》

JJF 1888-2020 《氯化氢气体检测报警器校准规范》

JJF 1071-2010 《国家计量校准规范编写规则》

3 概述

磷化氢气体检测报警仪(以下简称仪器)主要用于检测作业场所环境中磷化氢气体的浓度。仪器的检测原理主要有半导体型、离子检测法、电化学法等。仪器主要由检测单元、信号处理单元、报警单元和显示单元等部分组成。当仪器显示值大于报警设定值时,具有声、光或振动报警。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。

4 校准项目

4.1 示值误差

4.2 重复性

4.3 响应时间

4.4 漂移：零点漂移和量程漂移

5 通用技术要求

5.1 外观及通电检查

5.1.1 仪器不应有影响其正常工作的外观损伤。新制造的仪器的表面应光洁平整，漆色镀层均匀，无剥落锈蚀现象。

5.1.2 仪器名称、型号、制造厂名称、出厂时间、编号、防爆标志及编号等应齐全、清楚。

5.1.3 仪器通电后，仪器应能正常工作，显示部分应清晰、完整。

5.1.4 便携式仪器各按键应能正常操作和控制。

5.1.5 固定式仪器应有遥控控制功能并且可以正常调节。

5.2 报警功能及报警动作值检查： 仪器的声光报警应正常。

6 计量器具控制

6.1 校准条件

校准环境条件

环境温度：（15~40 ）℃；相对湿度：<85%;

通风良好，无干扰被测气体。

6.2 校准用设备

6.2.1 气体标准物质

氮中磷化氢气体标准物质，其相对扩展不确定度应不大于4 % (*k*=2)。

当采用气体稀释装置时,稀释后的标准气体的相对扩展不确定度应满足上述要求

6.2.2 流量控制器

流量范围应不小于500 mL/min,流量计的准确度级别不低于4级。

6.2.3 零点气体：高纯氮气(氮气纯度不低于99.99%)。

6.2.4 秒表：分度值不大于0.1s。

6.2.5 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材料，如聚四氟乙烯等。

7 校准项目及校准方法

7.1 外观及通电检查

用目察、手感按4.1要求进行。

7.2 仪器的调整

按照仪器的使用说明书进行零点和示值调整。调整3次后，在后面的校准过程中不得再次调整。

7.3 报警功能及报警动作值的检查

通入大于报警设定点浓度的气体标准物质，使仪器出现报警动作，观察仪器声光报警是否正常，并记录仪器报警时的示值。重复测量3次，取算术平均值为仪器的报警动作值。

7.4 示值误差

仪器通电预热稳定后，连接气路。根据被检仪器的采样方式使用流量控制器，依据使用说明书要求的流量，控制被检仪器所需要的流量。若说明书未规定流量大小，则控制气体流量在（200±15）mL/min，然后分别通入浓度约为满量程20%，60%，80%的气体标准物质,记录仪器稳定示值，每点重复测量3次。按式(1)计算每点ΔC，取绝对值最大的*ΔC*为示值误差。对多量程的仪器，根据仪器量程选用相应的气体标准物质。

 （1）

式中:**—**仪器示值的算术平均值;

*C*0**—**通入仪器气体标准物质的浓度值;

*R***—**仪器满量程。

7.5 重复性

仪器预热稳定后，通入约为满量程60 %的气体标准物质，记录仪器稳定示值Ci，撤去气体标准物质。在相同条件下重复上述操作6次，按式(2)计算的相对标准偏差为重复性:

 （2）

式中:*S*r**—**单次测量的相对标准偏差;

**—**6次测量的平均值;

*C*i**—**第i次的示值。

7.6 响应时间

通入零点气体调整仪器零点后，再通入浓度约为满量程60 %的气体标准物质，读取稳定示值，停止通气，让仪器回到零点。再通入上述气体标准物质，同时启动秒表，待示值升至上述稳定值的90 %时，停止秒表，记下秒表显示的时间。按上述操作方法重复测量3次，取算术平均值为仪器的响应时间。

7.7 漂移

仪器的漂移包括零点漂移和量程漂移。

通入零点气至仪器示值稳定后，记录仪器显示值*Z*0，然后通入浓度约为满量程60%的气体标准物质，待读数稳定后，记录仪器示值*S*0，撤去标准气体。便携式仪器连续运行6 h，每间隔1 h重复上述步骤一次，固定式仪器连续运行12 h，每间隔2 h重复上述步骤一次；同时记录仪器显示值*Z*i及*S*i(i=1，2，3，4，5，6)。按式(3)计算零点漂移。

 （3）

取绝对值最大的Δ*Z*i，作为仪器的零点漂移。

按式(4)计算量程漂移:

 （4）

取绝对值最大的Δ*S*i为仪器的量程漂移。

8 校准周期

建议仪器的校准周期一般不超过1年。

对仪器测量数据有怀疑、仪器更换了主要部件或修理后应及时送检。

附录A

**磷化氢气体检测报警仪浓度示值误差测量结果不确定度评定示例**

**A.1、概述：**

A,1.1 测量依据： 本文件

JJF1059.1-2012《测量不确定度评定与表示》

A.1.2环境条件： 温度：（15~40）℃，湿度：＜85 %RH

通风良好，无干扰被测气体。

A.1.3测量标准：

表A.1

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 测量标准 | 型号 | 测量范围 | 扩展不确定度 |
| 氮中磷化氢  气体标准物质 | BWQ（0955） | 0.6μmol/mol | *U*rel=2%(*k*=2) |

A.1.4测量对象：

表A.2

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 被校设备 | 型号 | 测量范围 | 分度值 |
| 磷化氢检测仪 | GD-70D | （0～1.5）μmol/mol | 0.01μmol/mol |

A.1.5测量过程：将气体探测器充分预热，设置通气流量为500mL/min，通入标气，待探测器数据稳定以后，读取探测器的浓度值。

**A.2 测量模型及不确定度分析**

A.2.1测量模型



式中： —气体探测器浓度示值误差，%FS；

—气体探测器示值的算数平均值，μmol/mol；

*C*0—通入仪器气体标准物质的浓度值，μmol/mol。

*R*—气体探测器的量程，μmol/mol

A.2.2 灵敏系数

各输入量间互不相关，所以：

灵敏系数*c*： ，

A.2.3不确定度分析

磷化氢气体检测报警器浓度示值误差测量结果不确定度来源主要与测量重复性、仪器分辨力以及标准气体有关。

**A.3 标准不确定度评定**

A.3.1被测仪器引入的标准不确定度

A.3.1.1 测量重复性引入的标准不确定度

将气体探测器通入浓度为0.6μmol/mol的气体标准物质，在重复性条件下，独立测量10次浓度值，测量结果见表A.3。

表A.3

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *i*/次数 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 |
| *C*i / μmol/mol | 0.62 | 0.61 | 0.65 | 0.58 | 0.62 | 0.63 | 0.61 | 0.61 | 0.57 | 0.59 |

标准偏差：

实际校准时以三次测量结果的平均值作为测量结果，故测量重复性引入的标准不确定度：

A.3.1.2 被测仪器分辨力引入的标准不确定度

从探测器的使用说明书上可知，分辨力为0.01μmol/mol，此即为区间全宽，按均匀分布计算，被校仪器分辨力引入的标准不确定度为：



根据JJF1033-2023可知：在不确定度评定过程中，当测量重复性引入的不确度分量大于被校仪器的分辨力所引入的不确定度分量时，可以不考虑分辨力所引入的不确定度分量。因为大于，故舍去，只考虑。

所以，

A.3.2标准气体（或稀释后的气体）引入的标准不确定度

由标准气体的溯源证书可以得到，气体的扩展不确定度为*U*rel=2%（*k*=2），所以：

**A.4 合成标准不确定度**

A.4.1不确定度分量汇总表

表A.4

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 不确定度来源 | 标准不确定度 | 灵敏系数*c*i/（μmol/mol）-1 | |
| 测量重复性引入的标准不确定度 | 0.014μmol/mol | *c*1 | 0.667 |
| 溯源引入的标准不确定度 | 0.006μmol/mol | *c*2 | -0.667 |

A.4.2合成标准不确定度



**A.5 扩展不确定度**

取包含因子*k*=2，则：

**A.6 测量不确定度计算**

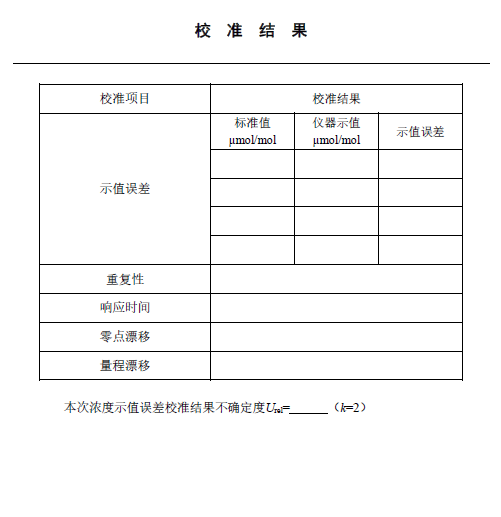
根据同样的方法，对不同量程及不同浓度点的磷化氢气体检测报警仪的测量不确定度进行计算，结果如下表。

表A.5

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 测量范围 | 测量点  /（μmol/mol） | 不确定度分量/（μmol/mol） | | *U*rel（*k*=2）  % |
| 测量重复性引入的标准不确定度 | 标准气体引入的标准不确定度 |
| （0~10）μmol/mol | 2 | 0.007 | 0.02 | 0.03 |
| 5 | 0.011 | 0.04 | 0.07 |
| 8 | 0.017 | 0.06 | 0.11 |
| （0~100）μmol/mol | 20 | 0.21 | 0.15 | 2.8 |
| 50 | 0.38 | 0.38 | 2.6 |
| 80 | 0.51 | 0.80 | 1.9 |

附录B

## 校准证书内页格式

****