



# 北京市地方计量技术规范

JJF (京) XXXX-XXXX

## 气体稀释装置校准规范

Calibration Specification for Gas Dilution Device

(征求意见稿)

XXXX-XX-XX 发布

XXXX-XX-XX 实施

北京市市场监督管理局 发布

# 气体稀释装置校准规范

Calibration Specification for

Gas Dilution Device

JJF(京) XX-XXXX

归口单位：北京市市场监督管理局

主要起草单位：北京市计量检测科学研究院

参加起草单位：

本规范由 XXXX 负责解释

# 目 录

引言.....	(II)
1 范围.....	(1)
2 概述.....	(1)
3 计量特性.....	(1)
3.1 流量示值误差.....	(1)
3.2 稀释后浓度误差.....	(1)
3.3 重复性.....	(1)
3.4 稳定性.....	(2)
4 校准条件.....	(2)
4.1 环境条件.....	(2)
4.2 测量标准及其他设备.....	(2)
5 校准项目和校准方法.....	(2)
5.1 仪器的调整.....	(2)
5.2 流量示值误差.....	(3)
5.3 稀释后浓度误差.....	(3)
5.4 重复性.....	(4)
5.5 稳定性.....	(4)
6 校准结果表达.....	(5)
7 复校时间间隔.....	(5)
附录 A.....	(7)
附录 B.....	(9)

# 引 言

本规范依据 JJF 1001-2011《通用计量术语及定义》、JJF 1071-2010《国家计量校准规范编写规则》和 JJF 1059.1-2012《测量不确定度评定与表示》的规定而制定。本规范的校准项目和校准方法主要参考了 JJG 620-2008《临界流文丘里喷嘴检定规程》和 JJG 1132-2017《热式气体质量流量计检定规程》的相关内容，并结合气体稀释装置的技术水平及行业现状进行制定。

本规范为首次制定。

# 气体稀释装置校准规范

## 1. 范围

本规范适用于通过控制流量对气体进行定量稀释的气体稀释装置（以下简称稀释装置）的校准。其它用于气体流量控制和配比的装置，可参照本规范进行校准。

## 2. 概述

稀释装置通过控制两路气体流量，将已知浓度的组分气与稀释气按不同的比例系数连续不断地充入混合器进行混合，通过对组分气和稀释气体积流量准确测量，进而配制不同稀释比的校准混合气体。

以临界流喷嘴控制器气体稀释装置为例，稀释装置主要由气源、调压系统、控制系统、流量控制单元（喷嘴组）、混合气体系统等部分组成。其结构原理图如图 1 所示。稀释装置主要用于各种不同浓度的校准混合气配制，广泛应用于计量、环保和安监等领域。

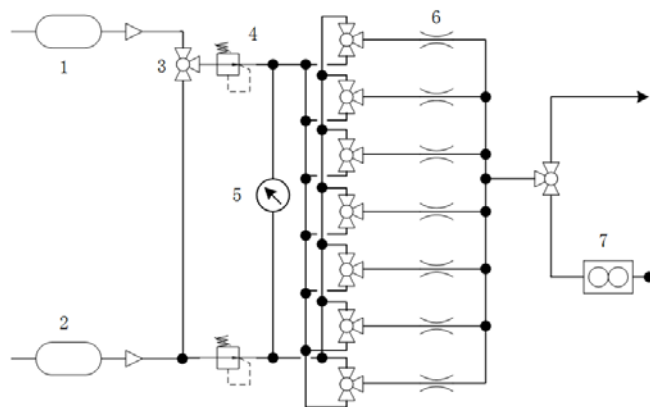


图1 临界流喷嘴控制器气体稀释装置结构原理图

1 组分气；2 稀释气；3 开关阀；4 调压器；5 差压计；6 喷嘴组；7 校准混合气

## 3. 计量特性

### 3.1 流量示值误差

采用临界流喷嘴作为流量控制器的气体稀释装置流量，最大允许误差不超过 $\pm 1.0\%$ ；采用热式气体流量计作为流量控制器的气体稀释装置，流量最大允许误差不超过 $\pm 1.0\%FS$ 。

### 3.2 稀释后浓度误差

稀释后气体浓度最大允许误差不超过 $\pm 3\%$ 。

### 3.3 重复性

流量重复性相对标准偏差不大于 $0.5\%$ 。

稀释后气体浓度重复性相对标准偏差不大于 1%。

### 3.4 稳定性

稀释浓度稳定性, 1 h 内, 不超过 1%。

注: 以上指标不适用于合格性判定, 仅供参考。

## 4. 校准条件

### 4.1 环境条件

4.1.1 环境温度: (5~35) °C。

4.1.2 相对湿度: ≤85%。

4.1.3 大气压力: (86~106) kPa。

4.1.4 供电电源: (220±22) V, (50±0.5) Hz。

### 4.2 测量标准及其他设备

#### 4.2.1 流量校准装置

可选用活塞或皂膜等气体流量标准器, 其流量范围应与被校稀释装置的流量范围相适应, 并应具有有效溯源证书。主标准器的扩展不确定度 ( $k=2$ ) 应不大于被校稀释装置最大允许误差绝对值的二分之一。

#### 4.2.2 零点气体

采用纯度不小于 99.999% 的氮气或合成空气 (其中组成合成空气的氮气与氧气纯度均应不小于 99.999%)。

#### 4.2.3 气体标准物质

NO/N<sub>2</sub> (但不限于), 范围 (1~5000) μmol/mol, 有证气体标准物质, 相对扩展不确定度不大于 1%,  $k=2$ 。

#### 4.2.4 分析仪器

用于测量稀释误差的气体分析仪: 使用量值范围内最大允许误差不超过 ±1%, 重复性不大于 0.3%;

#### 4.2.5 减压阀和气体管路

应使用不与标准气体反应且不易吸附的材质, 如不锈钢阀和聚四氟乙烯管路。

## 5 校准项目和校准方法

### 5.1 仪器的调整

校准介质选用纯氮, 在每个流量控制器校准过程中校准介质温度变化不超过 ±0.5°C。

将稀释装置和流量标准器按照图所示进行连接，控制调压阀，确保稀释装置工作在规定压力范围内。

试验前，稀释装置应在最大流量下预运行至少 5min，待介质温度、压力和流量稳定后进行校准。

## 5.2 流量示值误差

仪器通电预热稳定后，按照仪器使用说明书压力通入零点气体，例如设定 A 路流量控制器（MFC）分别约满量程 10%，20%，50%，80% 流量控制点  $F_{Ai}$ ，在控制器出口处接入标准流量计。测量并记录标准流量计稳定示值。每点连续测量 3 次，3 次的平均值为流量测量值  $F_{Ai0}$ 。按照相同的方法对 B 路流量控制器的流量进行设定和测量。按（1）、（2）式计算流量误差。

$$\Delta F_{Ai} = \frac{F_{Ai} - F_{Ai0}}{F_{Ai0}} \times 100\% \quad (1)$$

$$\Delta F_{Bi} = \frac{F_{Bi} - F_{Bi0}}{F_{Bi0}} \times 100\% \quad (2)$$

式中：

$F_{Ai}$ ——A 路流量控制器的设定值；

$F_{Ai0}$ ——A 路流量控制器的流量测量值；

$F_{Bi}$ ——B 路流量控制器的流量设定值；

$F_{Bi0}$ ——B 路流量控制器的流量测量值；

$i=1,2,3,4$ ，分别指满量程约 10%，20%，50%，80% 的流量控制点。

注：以上参数  $F_{Ai}$ 、 $F_{Ai0}$ 、 $F_{Bi}$ 、 $F_{Bi0}$  须修正到同一状态下。

## 5.3 稀释后浓度误差

分析仪预热稳定后，准备多瓶符合要求的气体标准物质，浓度范围包括被稀释和稀释后的各个浓度。用被稀释气体标准物质浓度点校准仪器。稀释装置预热稳定后，接入被稀释样品气（NO/N<sub>2</sub>）和稀释用零点气体，按照仪器的使用说明书调节好入口压力，按照设定的稀释比例进行稀释，计算设定稀释比下的浓度值，并将稀释后的气体进行分析，分析值采用单点法定值（见附录 A）。记录分析值，并将分析值与设定稀释比例计算后的浓度值按照下式进行比较，计算稀释后浓度误差。

$$\Delta C_i = \frac{C_0 - \bar{c}}{\bar{c}} \times 100\% \quad (3)$$

式中：

$\Delta C_i$ ——稀释后浓度的误差;

$\bar{C}$ ——稀释后浓度的分析值;

$C_0$ ——设定的稀释后浓度值。

## 5.4 重复性

### 5.4.1 稀释后浓度重复性

设定约为 50% 稀释比例进行稀释, 并将稀释后气体浓度进行分析, 重复设定并分析 6 次, 按式 (4) 计算稀释浓度的重复性。

$$S_r = \frac{1}{\bar{C}} \times \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (C_i - \bar{C})^2}{n-1}} \times 100\% \quad (4)$$

式中:

$s_r$ ——稀释浓度的重复性;

$C_i$ ——浓度分析值;

$\bar{C}$ ——6 次分析值的算术平均值;

$n$ ——测量次数,  $n=6$ 。

### 5.4.2 流量重复性

设定每个流量控制器 (MFC) 约为满量程 50% 的流量控制点, 用标准流量计测量其稳定流量值, 重复设定并测量 6 次, 按式 (5) 计算流量的重复性。

$$S_r = \frac{1}{\bar{F}} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (F_i - \bar{F})^2}{5}} \times 100\% \quad (5)$$

式中:

$s_r$ ——流量的重复性;

$F_i$ ——流量测量值;

$\bar{F}$ ——6 次测量值的算术平均值;

## 5.5 稳定性

设定稀释比例 60%, 接入被稀释样品气 ( $\text{NO}/\text{N}_2$ ) 和稀释零点气体, 按照仪器的使用说明调节好入口压力, 将  $\text{NO}/\text{N}_2$  稀释, 然后用分析仪测量其输出浓度。让稀释装置连续运行 1h, 每隔 15min 测量一次, 读取稳定示值 4 次, 按式 (6) 计算稀释浓度的稳定性。



$$\Delta S = \frac{|C_i - C_0|}{C_0} \times 100\% \quad (6)$$

式中:

$\Delta S$ ——稀释浓度的稳定性;

$C_i$ ——与初始值偏离最大的浓度分析值;

$C_0$ ——仪器初始值;

## 6 校准结果表达

校准结果应反映在校准证书或校准报告上,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,应对抽样程序进行说明;
- i) 对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、职务或等效标识以及签发日期;
- 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。

## 7 复校时间间隔

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

## 校准原始记录(参考)格式

委托单号\_\_\_\_\_证书编号\_\_\_\_\_

送检单位\_\_\_\_\_校准地点\_\_\_\_\_

仪器名称\_\_\_\_\_仪器型号\_\_\_\_\_

制造厂商\_\_\_\_\_仪器编号\_\_\_\_\_

## 1. 环境条件:

温度\_\_\_\_\_℃ 湿度\_\_\_\_\_%RH 大气压\_\_\_\_\_kPa 其他\_\_\_\_\_

## 2. 校准使用的主要计量器具

标准器名称	编号	测量范围	准确度等级/最大允许误差/测量不确定度	证书编号/溯源单位	有效期至

## 3. 流量示值误差

设定流量值 mL/min	流量标准装置示值 mL/min						平均值 mL/min	示值误差 %	重复性 %	扩展不确定度

## 4. 稀释后浓度示值误差

设定/计算浓度值	分析浓度值( $\mu\text{mol/mol}$ )						平均值	示值误差

## 5. 重复性

气体	测量值( $\mu\text{mol/mol}$ )						重复性 %
	1	2	3	4	5	6	

## 6. 稳定性

气体	测量值( $\mu\text{mol/mol}$ )					稳定性 %
	0 min	15min	30 min	45 min	60min	

本次示值误差测量结果的扩展不确定度为：

校准员\_\_\_\_\_核验员\_\_\_\_\_

校准日期：\_\_\_\_\_年\_\_\_\_\_月\_\_\_\_\_日

## 附录 B

### 气体稀释装置稀释后浓度示值误差测量结果的不确定度评定示例

#### 1 概述

1.1 校准方法：按照本校准规范对仪器进行校准。

1.2 环境条件：符合本校准规范规定的环境条件。

1.3 被校仪器：气体稀释装置。

#### 2 不确定度评定分析

##### 2.1 测量模型

示值误差测量模型：

从稀释装置的原理知道，在一定温度和压力下，稀释后气体的浓度与标准气体浓度和稀释比正相关，即

$$c_0 = kc_s \quad (1)$$

式中： $c_0$ ——稀释后气体浓度

$k$ ——稀释比

$c_s$ ——标准气体浓度

而且稀释比 $k$ 是依据流量比计算，即

$$k = \frac{F_s}{F_s + F_d} \quad (2)$$

式中： $F_s$ ——标准气体流量，

$F_d$ ——稀释气体流量

##### 2.2 不确定度来源

影响示值测量不确定度的因素有：

——稀释比引入的不确定度；

——标准气体引入的不确定度

——测量重复性引入的不确定度，包括：环境条件、人员操作、流量控制、取样系统附和和被校仪器的变动性等各种随机因素。

##### 2.3 标准不确定度评定

###### 2.3.1 稀释比不确定度

由式(2)可知, 稀释比 $k$ 的不确定度来源于 $F_s$ 的不确定度 $u(F_s)$ 和 $F_d$ 的不确定度 $u(F_d)$ , 即

$$u^2(k) = C_1^2 u^2(F_s) + C_2^2 u^2(F_d) \quad (3)$$

式中:

$u(k)$ ——稀释比 $k$ 的不确定度

$C_1$ —— $u(F_s)$ 的传播系数

$C_2$ —— $u(F_d)$ 的传播系数

则稀释比引入的不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(k) = \frac{u(k)}{k} \quad (4)$$

$$= \frac{\sqrt{\left(\frac{F_d}{F_s + F_d}\right)^2 u^2(F_s) + \left(-\frac{F_s}{F_s + F_d}\right)^2 u^2(F_d)}}{\frac{F_s}{F_s + F_d}}$$

$$= \frac{\sqrt{F_d^2 u^2(F_s) + F_s^2 u^2(F_d)}}{F_s (F_s + F_d)} \quad (5)$$

表 1 不同稀释比引入的不确定度 (总输出流量为 1000 mL, A、B、C 三个厂家仪器)

稀释比 (%)	A	B	C
	$u_{\text{rel}}$	$u_{\text{rel}}$	$u_{\text{rel}}$
0.5	0.2	0.5	0.5
1.0	0.6	0.7	0.6
2.0	0.2	0.1	0.2
5.0	0.3	0.3	0.6
10.0	0.6	0.6	0.6

### 2.3.2 气体标准物质的定值引入的标准不确定度

采用一氧化氮气体标准物质, 相对扩展不确定度为 1.0%, 包含因子 $k=2$ 。则气体标准物质的定值引入的标准不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(C_s) = \frac{1.0\%}{2} = 0.5\% \quad (6)$$

### 2.3.3 测量重复性引入的标准不确定度

各校准点实验标准偏差 $s_r$ , 各校准点重复性引入的标准不确定度 $u(\bar{C})$ 。

$$s_r = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{10} (C_i - \bar{C})^2}{10 - 1}} \quad (7)$$

$$u(\bar{C}) = \frac{s_r}{\sqrt{n}} = \frac{s_r}{\sqrt{3}} \quad (8)$$

重复性不大于 1%

$$u(\bar{C}) = \frac{1\%}{\sqrt{3}}$$

$$u(\bar{C}) = 0.6\%$$

## 2.4 合成标准不确定度

### 2.4.1 合成标准不确定度计算公式

合成标准不确定度按式 (5) 计算:

$$u_c^2(\Delta C) = \left(\frac{\partial \Delta C}{\partial \bar{C}}\right)^2 u^2(\bar{C}) + \left(\frac{\partial \Delta C}{\partial C_s}\right)^2 u^2(C_s) + \left(\frac{\partial \Delta C}{\partial C_k}\right)^2 u^2(C_k) \quad (9)$$

灵敏系数:

$$\frac{\partial \Delta C}{\partial \bar{C}} = 1, \quad \frac{\partial \Delta C}{\partial C_s} = -1, \quad \frac{\partial \Delta C}{\partial C_k} = 1$$

则:

$$u_c^2(\Delta C) = u^2(C_s) + u^2(\bar{C}) + u^2(C_k) \quad (10)$$

### 2.4.2 合成标准不确定度

合成标准不确定度按式 (11) 计算:

$$u_c(\Delta C) = \sqrt{u^2(C_s) + u^2(\bar{C}) + u^2(C_k)} \quad (11)$$

$$= \sqrt{0.5\%^2 + 0.6\%^2 + 0.7\%^2}$$

$$= 1.1\%$$

## 2.5 扩展不确定度

取包含因子  $k=2$ , 则各校准点示值误差的扩展不确定度按式 (12) 计算:

$$U = k \times u_c(\Delta C) \quad (12)$$

扩展不确定度为:

$$U_r = 2.2$$

