JJG

中华人民共和国国家计量检定规程

JJG 365-XXXX

电化学氧测定仪

Electrochemical Oxygen Meter (征求意见稿)

XXXX-XX-XX 发布

XXXX-XX-XX 实施

国家市场监督管理总局发布

电化学氧测定仪检定规程

Verification Regulation of **Electrochemical Oxygen Meter**

JJG 365—XXXX 代替 JJG365—2008

归口单位:全国环境化学计量技术委员会

起草单位:中国计量科学研究院

河北省计量监督检测研究院

本规程委托全国环境化学计量技术委员会负责解释

本规程主要起草人:

张培壮(中国计量科学研究院)

李春瑛 (中国计量科学研究院)

宋增良(河北省计量监督检测研究院)

参加起草人:

郝静坤(中国计量科学研究院)

目 录

引言	引音······		(II)
1	1 范围	•••••••••••••	(1)
2	2 概述	•••••••••••••••••	(1)
3	3 计量性能要求	•••••••••••••••••	(1)
4	4 通用技术要求	•••••••••••	(2)
4.1	4.1 外观及功能性检查		(2)
4.2	4.2 绝缘电阻		(2)
4.3	4.3 绝缘强度	••••••••••••	(2)
4.4	4.4 报警功能检查 ·······	••••••••••••	(2)
5	5 计量器具的控制	•••••••••••••	(2)
5.1	5.1 检定条件	••••••••••••	(2)
5.2	5.2 检定项目	•••••••••••	(3)
5.3	5.3 检定方法	••••••••••••	(3)
5.4	5.4 检定结果的处理	•••••••••••	(7)
5.5	5.5 检定周期······	••••••	(7)
附表	附录 A 检定记录 ······		(8)
附表	附录 B 检定证书、检定结果通知书	5(内页)格式	(10)

引言

JJF 1001-2011《通用计量术语及定义》、JJF 1002-2010《国家计量检定规程编写规则》、JJF 1059.1-2012《测量不确定度评定与表示》共同构成制定本检定规程的基础性系列规范。

本规程的计量技术项目主要参考了 GB12358-2006 《作业环境气体检测报警仪通用技术要求》、GB/T 25923-2010《在线气体分析器技术条件》、GB/T 43503-2023 《天然气 氧气含量的测定 电化学法》等技术规范。本规程是对 JJG365-2008 《电化学氧分析仪》的修订,与 JJG365-2008 相比,除编辑性修改外主要技术变化如下:

- ----修改了计量性能要求,单独列出了环境氧报警仪的技术指标,并给出了特殊量程的技术指标要求(见第3章):
- ----修改了通用技术要求,删除了"国产仪器应有制造计量器具许可证标志及编号";
 - ----对于环境氧报警仪增加了报警功能检查(见4.4);
- ——修改了氮中氧气体标准物质的相对扩展不确定度及包含因子的表述,将 2008 版中相对扩展不确定度不大于 1% (k=3),修改为"氮中氧气体标准物质的相对扩展不确定度不大于 1% (k=2)";(见 5)
- -----删除绝缘强度检定项目,同时删除绝缘强度测试仪及绝缘强度检定方法的表述;
 - ----修改了检定证书/检定结果通知书内页信息及格式(见附录)。

本规程历次版本发布情况为:

----JJG365-2008;

----JJG365-1998。

电化学氧测定仪检定规程

1 范围

本规程适用于含氧量测量下限不小于 0.1%的电化学氧测定仪的首次检定、后续检定和使用中的检查。电化学氧测定仪包括氧气分析仪、氧气报警仪。

本规程不适用于矿井下使用的电化学氧测定仪。

2 概述

电化学氧测定仪(以下简称仪器)主要用于石油化工、冶金工业、环境监测、医疗卫生、航空航天、电子工业、新材料制造领域中生产和应用的气体及环境空气中氧含量的测量。该类仪器为电化学原理,包括:原电池法、燃料电池法、库仑电量法等以电化学原理为检测单元的气体氧分析器。

该仪器通常由电化学氧传感器(液体或固体电解质)、气路单元和电子显示单元组成。依据气体采样方式分为泵吸入式、正压输送式、扩散式三种类型。测量程序如图 1 所示:



图 1 电化学氧测定仪测量程序图

3 计量性能要求

计量性能要求见表 1。

计量性能要求 氧气分析仪 氧气报警仪 检定项目 测量区间* 测量区间* 0~5% ≤30% >30% 示值误差 $\pm 2\%FS$ $\pm 3\%FS$ $\pm 2\%FS$ 重复性 1% 1% 吸入式: 30s 响应时间 30s 扩散式: 60s

表 1 计量性能要求

JJG 365-XXXX

	零点漂移	±1%FS	±1%FS				
漂移	量程漂移	±1%FS	±1%FS				
注: 测量区间* = 仪器测量最大值 - 仪器测量最小值							

注:测量区间*= 仪器测量最大值 - 仪器测量最小值 "FS"为被检仪器的满量程(或测量区间)

4 通用技术要求

4.1 外观及结构

- 4.1.1 仪器不应有影响其正常工作的外观损伤。制造的仪器表面镀、涂层均匀,无明显擦伤、毛刺和粗糙不平,各部件结合处应平整。
- 4.1.2 仪器各紧固件应牢固可靠; 铭牌及标志应清楚, 应标明仪器名称、型号、编号、制造厂名称及工作环境条件。
- 4.1.3 对于扩散式仪器,应带有检定用扩散罩。

4.2 通电检查

仪器通电、通气后,能正常工作。各调节器调节正常,显示器应清晰、稳定地显示测量值。

使用电池供电的仪器, 应有电量显示或欠压提示功能。

4.3 绝缘电阻

对于使用交流电源的仪器,电源相线对地的绝缘电阻不小于 $40M\Omega$ 。

4.4 报警功能检查

对于环境氧报警功能的仪器,应具有报警设定值,当显示值达到低报警值或高报警值时,应有声、光或振动或报警电信号输出功能。

5 计量器具控制

计量器具控制包括首次检定、后续检定以及使用中的检验。

- 5.1 检定条件
- 5.1.1 检定环境条件
- 5.1.1.1 环境温度: (10~30) ℃, 检定过程中波动小于±2℃。
- 5.1.1.2 相对湿度: ≤85%。
- 5.1.1.3 应无影响仪器正常工作的电磁场及检测精度的干扰气体。
- 5.1.2 检定用标准器及配套设备要求

5.1.2.1 气体标准物质

检定电化学氧测定仪时,氮中氧气体标准物质的相对扩展不确定度应不大于 1% (k=2)。

5.1.2.2 零点气体

零点气体为高纯氮,纯度不低于99.99%。

5.1.2.3 流量计

流量计准确度级别不低于 4.0 级,测量范围: $(0\sim1)$ L/min。

- 5.1.2.4 秒表: 分度值不大于 0.1s。
- 5.1.2.5 绝缘电阻表: 500V, 10级。
- 5.1.2.6 与检定用气体钢瓶配套使用的气体减压阀、压力表。
- 5.1.2.7 气体管路:采用不影响气体检测精度的管路材料,例如:不锈钢或聚四氟乙烯材质。

5.2 检定项目

检定项目如表 2 所示。

检定项目	首次检定	后续检定	使用中检查
外观及结构	+	+	+
通电检查	+	+	+
绝缘电阻	+	_	_
示值误差	+	+	+
重复性	+	+	_
响应时间	+	+	+
零点漂移	+	_	_
量程漂移	+	_	_
报警功能检查	+	+	+

表 2 检定项目一览表

- 2. 当仪器更换传感器及维修后仪器计量性能有重大影响,其后续检定按首次检定进行。
- 3. 只有环境氧报警仪需要检查报警功能。

5.3 检定方法

5.3.1 外观及结构

用手感目察法,按4.1要求进行。

5.3.2 通电检查

注:1."+"为需要检定; "一"为可不检定。

按 4.2 要求进行。

5.3.3 绝缘电阻的检定

仪器不连接供电电源,但接通电源开关。将绝缘电阻表的一个接线端子接到电源插 头的相线上,另一接线端子接到仪器的接地端(或机壳)上,用绝缘电阻表测量仪器的 绝缘电阻。

5.3.4 检定气路及流量的控制与要求

5.3.4.1 检定气路示意图

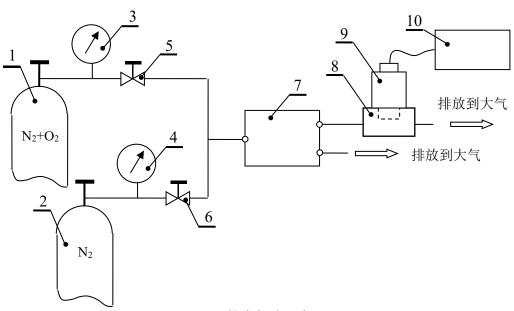


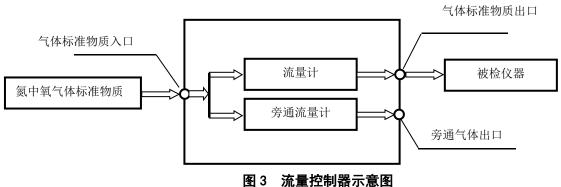
图 2 检定气路示意图

1一氮中氧气体标准物质; 2一零点气体; 3、4一压力表; 5、6一调节阀;

7-流量计;8-隔气帽;9-氧电极;10-氧测定仪。

5.3.4.2 流量控制系统示意图

将标准气体通过气瓶阀门与流量控制系统相连,由流量控制系统调节到仪器所需流 量大小, 检测流量的稳定性。流量控制示意图见图 3:



5.3.4.3 气体流量的要求

检定仪器时,应根据被检定仪器采样方式不同,使用流量控制器控制不同的气体流量。检定泵吸入式仪器时,必须保证流量控制器中的旁通流量计有流量放空。正压输送式、扩散式仪器流量应根据仪器说明书的要求。如果说明书没有明确的要求,则应控制在 300ml/min,流量波动小于±20ml/min 范围。

5.3.5 示值误差

5.3.5.1 仪器的调整

按照仪器使用说明书的要求对仪器进行预热稳定后,通入零点气体(如果量程低点不为零,则通入测量区间 20%附近的气体标准物质)和满量程 80%附近的气体标准物质对仪器进行调整。

5.3.5.2 仪器的检定点

仪器的检定点为满量程的 20%、50%、80%附近 3 点。有多个量程的仪器,主量程检定三个点后,其他量程应选择 20%、80%附近 2 点进行检定。

- 5.3.5.3 在规定的流量下,将已知浓度的氮中氧气体标准物质通入仪器,待示值稳定后 (一般从通气到读数的时间不得少于该仪器响应时间的 3 倍)读数。
- 5.3.5.4 更换不同氧浓度的气体标准物质。逐点检定,每点重复检定 3 次,取算术平均值,按式(1)计算示值误差 ΔA_i 。

$$\Delta A_i = \frac{\overline{A_i} - A_s}{R} \times 100 \% FS \tag{1}$$

式中: $\overline{A_i}$ ——各浓度点仪器示值的算数平均值, mol/mol;

 A_s ——气体标准物质的氧浓度值,mol/mol;

R ——被检仪器的量程,mol/mol(以下同)。

5.3.6 重复性

通入浓度约为量程 50%左右的氮中氧气体标准物质,待示值稳定后,记录仪器示值 A_i 。重复检定 6 次。按式(2)计算仪器的重复性。有多个量程的仪器,只对主量程进行此项目进行检定。

$$RSD = \frac{1}{A} \times \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n} (A_i - \overline{A})^2}{n-1}} \times 100\%$$
 (2)

式中: RSD——单次测量的相对标准偏差;

 A_i —— 仪器第 i 次测量的示值,mol/mol;

 \overline{A} ——仪器示值的算数平均值,mol/mol;

n ——测量次数 (*n*=6)。

5.3.7 响应时间

通入零点气体调整仪器零点后,按 5.3.4.3 中规定的流量向仪器通入浓度为量程 80%的氮中氧气体标准物质,用秒表测定从通入气体标准物质开始到仪器示值变化至被测气体稳定示值 90%所需的时间,重复测量 3 次,取算术平均值为仪器的响应时间。有多个量程的仪器,只对主量程进行此项目进行检定。

5.3.8 零点漂移和量程漂移

在仪器的最高量程,通入零点气体,记录稳定示值为 A_{z0} ;再通入含量约为量程 80%的氮中氧气体标准物质,记录稳定示值 A_{s0} 。对电池供电的仪器,每间隔 15min,重复上述步骤记录 1 次,连续检定 1h; 对电源供电的仪器,每间隔 1h,重复上述步骤记录 1 次,连续检定 4h,分别记录仪器稳定示值的 A_{zi} 、 A_{si} 。 有多个量程的仪器,只对主量程进行此项目进行检定。

按式(3)计算第 i 次零点漂移:

$$\Delta Z_i = \frac{(A_{zi} - A_{zo})}{R} \times 100 \,\% FS \tag{3}$$

式中: ΔZ_i 一一第 i 次零点漂移;

 A_{zi} ——零点第 i 次示值:

 A_{20} ——零点初次示值。

按式(4)计算第 i 次量程漂移:

$$\Delta S_{i} = \frac{(A_{si} - A_{zi}) - (A_{so} - A_{zo})}{R} \times 100 \% FS$$
 (4)

式中: ΔS_i 一一第 i 次示值漂移;

Asi——通入气体标准物质后第 i 次示值;

 A_{s0} ——通入气体标准物质后初次示值;

 A_{zi} ——零点第 i 次示值;

 A_{z0} ——零点初次示值。

取各次中绝对值最大的 ΔZ_i 、 ΔS_i 作为仪器的零点漂移和量程漂移检定结果。

5.3.8 报警功能检查

对于环境氧报警仪进行报警功能检查,通入浓度 12%左右的氮中氧气体标准物质, 当显示值达到低报警设定值时,观察声、光或振动或报警电信号输出功能是否正常,并 记录报警时的示值;重复操作 3 次,取 3 次的算数平均值为仪器的低报警值。再通入浓 度 25%左右的氮中氧气体标准物质,当显示值达到高报警设定值时,观察声、光或振动 或报警电信号输出功能是否正常,并记录报警时的示值。重复操作 3 次,取 3 次的算数 平均值为仪器的高报警值。

5.4 检定结果的处理

按本规程规定,检定合格的仪器发给检定证书,不合格的仪器发给检定结果通知书,并注明不合格项目。

5.5 检定周期

仪器的检定周期一般为1年。如果对仪器的检测数据有怀疑或仪器更换了氧传感器等主要部件及修理后应及时送检。

附录 A

电化学氧测定仪检定记录格式

送检单位:						
仪器名称	:		制	造厂商:		
仪器型号	`:		仪	器编号:		
测量范围	:		传	感器类型:		
环境温度:℃ 环境湿度:					%RH	
检定日期	·		接	收日期:		
检定用气	体标准物质:					
1. 外观2	及结构:					
2. 通电标	<u> </u>					
3. 绝缘时	电阻:			_ΜΩ		
4. 报警项	力能					
	报警功能		实	测报警值/%0	2	报警值/%О2
低报						
高报						
5. 示值证	吴差					
仪器	气体标准		仪器	示值 A _i %O ₂		
量程	物质氧含					示值误差△△
R 量 A_s 1			2	3	%O 2	%FS
%	%O ₂					

6. 重复性

仪器	仪器示值 A _i %O ₂							
量程							平均值 📶	重复性误差 RSD
R	1	2	3	4	5	6	%O ₂	%
<u>%</u>								

7. 响应时间

 仪器				
量程		响应时间 $\frac{1}{t}$		
R	1	2	3	s
%				

8. 漂移

8.1 零点漂移

仪器						
量程						零点漂移△Z
R	0	1	2	3	4	%FS
<u>%</u>						

8.2 量程漂移

仪器						
量程			量程漂移△S			
R	0	1	2	3	4	%FS
%						

检	定	员:	
核	兦	昂.	

附录 B

检定证书、检定结果通知书(内页)格式

B.1 检定证书、检定结果通知书第 2 页格式

证书编号 xxxxx-xxxxx

检定机构授权说明						
检定环境条件及地温度: 湿度:	b点: ℃ 地点: % RH 其它:					
检定使用的计量基	基(标)准装置(含	标准物质)				
名称	测量范围	不确定度/ 准确度等级	证书编号	证书有效期至 (YYYY-MM-DD)		

B.1 检定证书第 3 页格式

证书编号 ×××××-××××

检定结果

校准项目	技术指标	检定结果	结果判定
外观及结构			
通电检查			
绝缘电阻			
报警功能			
示值误差			
重复性			
响应时间			
零点漂移			
示值漂移			

以下空白

B.1 检定结果通知书第 3 页格式

证书编号 xxxxx-xxxxx

检定结果

校准项目	技术指标	检定结果	结果判定
外观及结构			
通电检查			
绝缘电阻			
报警功能			
示值误差			
重复性			
响应时间			
零点漂移			
示值漂移			

注: 检定不合格项为

以下空白