



北京市地方计量技术规范

JJF (京) 152—2024

过氧化氢检测仪校准规范

Calibration Specification for Hydrogen Meter

2024-05-16 发布

2024-07-01 实施

北京市市场监督管理局发布 发布

过氧化氢检测仪校准规范

Calibration Specification for
Hydrogen Meter

JJF（京）152—2024

归口单位：北京市市场监督管理局

起草单位：北京市大兴区计量检测所

参加起草单位：北京优量云产业计量技术创新研究院

本规范委托北京市大兴区计量检测所负责解

本规范主要起草人：

张 越 (北京市大兴区计量检测所)

马京武 (北京市大兴区计量检测所)

王立军 (北京市大兴区计量检测所)

参加起草人：

曹 峥 (北京市东城区计量检测所)

寇彩霞 (泽恒计量检测(北京)有限公司)

栾国庆 (北京优量云产业计量技术创新研究院)

李雪东 (北京民海生物科技有限公司)

目 录

引 言	(II)
1 范围	(1)
2 引用文件	(1)
3 术语和计量单位	(1)
4 概述	(2)
5 计量特性	(2)
6 校准条件	(2)
7 功能性检查	(3)
8 校准项目和校准方法	(3)
9 校准结果表达	(3)
10 复校时间间隔	(3)
附录 A 测量结果的不确定度评定实例	(4)
附录 B 校准原始记录推荐表格格式	(8)
附录 C 校准证书内页格式	(9)

引 言

本规范以 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》为基础性系列规范进行制定。
本规范为首次发布。

过氧化氢检测仪校准规范

1 范围

本规范适用于测量空气中气相过氧化氢浓度(100~2000) $\mu\text{mol/mol}$ 的过氧化氢检测仪的校准。

2 引用文件

本规范引用下列文件：

JJF 1001—2011 通用计量术语及定义

JJF 1059.1—2012 测量不确定度评定与表示

JJF1071—2010 国家计量校准规范编写规则

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，其最新版本适用于本规范。

3 概述

过氧化氢检测仪的检测原理一般有电化学传感器原理、可调谐半导体激光吸收光谱原理和非分散红外吸收原理。采样方式有吸入式和扩散式两种。仪器主要由采样元件、传感器、电子电路、显示器组成。被测组分通过传感器转化为电信号，再通过电子电路转化为数字信号显示出过氧化氢浓度。

4 计量特性

示值误差。过氧化氢检测仪最大允许误差根据使用单位需求自行确定。

5 校准条件

5.1 环境条件

5.1.1 实验室环境温度：(15~30) $^{\circ}\text{C}$,相对湿度： $\leq 85\%$ 。

5.1.2 实验室内不得有明显的机械振动和电磁干扰，不得存放与实验无关的易燃、易爆和强腐蚀性气体或试剂。

5.1.3 电源应满足以下要求：电压：交流 $220\text{V} \pm 22\text{V}$ ；频率： $50\text{Hz} \pm 5\text{Hz}$ 。

5.2 校准用计量器具及配套设备

5.2.1 过氧化氢发生器：过氧化氢发生范围(100~2000) $\mu\text{mol/mol}$ ；

5.2.2 作为标准的过氧化氢检测仪($0\sim 2000$) $\mu\text{mol}/\text{mol}$, 扩展不确定度 $\leq 5.4\%$ ($k=2$)。作为标准的过氧化氢检测仪必须经区域内组织的比对, 并获得满意结果, 方可进行过氧化氢浓度示值误差的校准。用 n 台作为标准的过氧化氢检测仪对同一过氧化氢发生器在隔离舱内发生的稳定被测对象进行测量, 取这些测量结果的平均值作为标准值, 同时分别给 n 台作为标准的过氧化氢检测仪赋值。

5.2.3 隔离舱: 隔离舱应具有良好的气密性, 防止气相过氧化氢发生泄漏; 具备可视的观察窗、固定过氧化氢检测仪测量探头的支架; 容积在 $(0.05\sim 0.5)\text{cm}^3$ 。

5.2.4 过氧化氢溶液: 浓度 $30\%\sim 50\%$, 使用分析纯、去离子水配置。

6 校准方法

6.1 外观检查

过氧化氢检测仪应标有名称、规格型号、制造厂名、出厂编号等, 各旋钮、按键应能正常操作。

6.2 过氧化氢检测仪校准

过氧化氢检测仪校准原理图如图 1 所示。

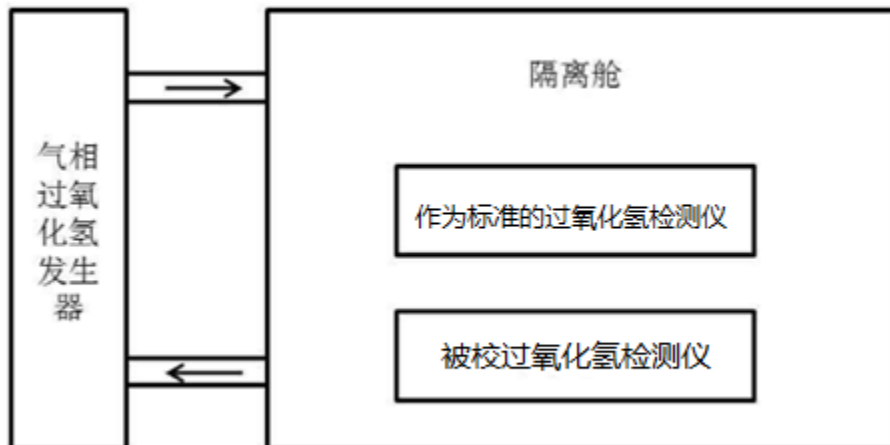


图 1 过氧化氢检测仪校准原理图

将被校过氧化氢检测仪与作为标准用的过氧化氢检测仪置于隔离舱内, 关闭舱门。设置过氧化氢溶液加液速率, 气相过氧化氢发生器将过氧化氢溶液气化送入隔离舱内, 气相过氧化氢在发生器与隔离舱内循环, 最终使隔离舱内的气相过氧化氢浓度达到稳定状态后开始校准。选取被校过氧化氢检测仪测量范围的 20%、50%和 80%附近 3 个浓度值作为校准点, 也可根据客户要求选择校准点。

校准过程中, 通过作为标准使用的过氧化氢检测仪实时检测隔离舱内气相过氧

化氢浓度,待示值稳定后,记录作为标准的过氧化氢检测仪示值 c_s 和被校过氧化氢检测仪示值 c_m , 每间隔 1min 记录 1 组数据,共记录 6 组($i=1,2,3,4,5,6$), 取 6 组数据的示值误差的平均值作为该点附近的示值误差, 计算公式为:

$$\Delta c_r = \frac{c_m - c_s}{c_s} \times 100\% \quad (1)$$

$$\overline{\Delta c_r} = \frac{\sum_{i=1}^6 \Delta c_{ri}}{6} \quad (2)$$

式中: Δc_r —测量结果的示值误差, %;

c_m —被校过氧化氢检测仪示值, $\mu\text{mol/mol}$;

c_s —作为标准用的过氧化氢检测仪示值, $\mu\text{mol/mol}$ 。

校准完成后, 应排空隔离舱内的气相过氧化氢。

6.3 重复上述步骤, 实现各个校准点的校准。

7 校准结果表达

经校准的过氧化氢检测仪发给校准证书(内页格式见附录)

8 复校时间间隔

由使用单位根据实际使用情况自主决定, 建议不超过 6 个月。

附录 A

测量结果的不确定度评定实例

A.1 概述

A.1.1 环境条件: (15~30)℃,相对湿度: ≤85%。

A1.2 测量对象: 过氧化氢检测仪

A1.3 测量方法: 将过氧化氢发生器、被校仪器、作为标准用的过氧化氢检测仪放置于隔离舱内, 关闭舱门。将气相过氧化氢送入隔离舱内, 气相过氧化氢在发生器和隔离舱内循环, 最终使隔离舱内气相过氧化氢浓度达到稳定状态, 开始校准。记录被校仪器示值和作为标准使用的过氧化氢检测仪示值, 每个浓度点测量 6 组数据。

A.2 测量模型

示值误差表示为:

$$\Delta c_{ri} = \frac{c_{mi} - c_{si}}{c_{si}} \times 100\% \quad (3)$$

$$\overline{\Delta c_r} = \frac{\sum_{i=1}^6 \Delta c_{ri}}{6} \quad (4)$$

式中: $\overline{\Delta c_r}$ —平均示值误差, %;

c_{mi} —第 i 次测量被校过氧化氢检测仪示值, $\mu\text{mol/mol}$;

c_{si} —第 i 次测量作为标准用的过氧化氢检测仪示值, $\mu\text{mol/mol}$ 。

A.3 标准不确定度分量的计算

由测量模型可以得到, 不确定度的来源主要包括: 被校过氧化氢检测仪量值引入的不确定度分量和作为标准使用的过氧化氢检测仪引入的不确定度分量。其中, 被校过氧化氢检测仪测量值引入的不确定度分量主要由被校过氧化氢检测仪测量重复性和读数分辨力引入。

A.3.1 示值误差测量重复性引入的不确定度分量 $u(\overline{\Delta c_r})$

对其中一个浓度附近, 重复测量 6 次, 得到标准偏差:

$$s = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^{n=6} (\Delta c_{ri} - \overline{\Delta c_r})^2}$$

重复测量引入的不确定度为:

$$u(\overline{\Delta c_r}) = \frac{s}{\sqrt{6}}$$

测量及计算结果如下:

表 1 浓度 1200 $\mu\text{mol/mol}$ 附近点测量结果

测量次数	1	2	3	4	5	6
c_{si} ($\mu\text{mol/mol}$)	1228.7	1231.3	1227.1	1226.7	1227.5	1229.0
c_{mi} ($\mu\text{mol/mol}$)	1250	1260	1270	1265	1270	1275
Δc_{ri} (%)	1.73	2.33	3.50	3.12	3.46	3.74
$\overline{\Delta c_r}$ (%)	2.98					
s (%)	0.78					
$u(\overline{\Delta c_r})$ (%)	0.32					

表2 浓度 600 $\mu\text{mol/mol}$ 附近点测量结果

测量次数	1	2	3	4	5	6
c_{si} ($\mu\text{mol/mol}$)	617.8	609.5	605.7	615.1	611.5	628.2
c_{mi} ($\mu\text{mol/mol}$)	643	625	615	635	627	645
Δc_{ri} (%)	4.08	2.54	1.54	3.34	2.53	2.67
$\overline{\Delta c_r}$ (%)	2.78					
s (%)	0.86					
$u(\overline{\Delta c_r})$ (%)	0.35					

表3 浓度 300 $\mu\text{mol/mol}$ 附近点测量结果

测量次数	1	2	3	4	5	6
c_{si} ($\mu\text{mol/mol}$)	326.1	321.5	315.5	322.7	328.6	325.3
c_{mi} ($\mu\text{mol/mol}$)	366	357	350	361	368	355
Δc_{ri} (%)	12.24	11.04	10.94	11.87	11.99	9.13
$\overline{\Delta c_r}$ (%)	11.20					
s (%)	1.14					
$u(\overline{\Delta c_r})$ (%)	0.47					

A.3.2 作为标准的过氧化氢检测仪引入的不确定度分量 $u(c_s)$

本规范规定的过氧化氢检测仪标准装置的相对标准测量不确定度为

$$u_r(c_s) = 2.7\%$$

A.5 合成标准不确定度及扩展不确定度

合成标准不确定度:

$$u_c = \sqrt{u(\Delta c_r)^2 + u_r(c_s)^2}$$

$$u_{c1200} = 2.8\%$$

$$u_{c600} = 2.8\%$$

$$u_{c300} = 2.8\%$$

扩展不确定度:

$$U = ku_c = 5.6\%, k = 2$$

$$U_{1200} = 5.6\%, k = 2$$

$$U_{600} = 5.6\%, k = 2$$

$$U_{300} = 5.6\%, k = 2$$

附录 B

校准原始记录参考格式

送检单位		证书编号	
制造厂		仪器型号	
仪器编号		校准员	
温度		核验员	
相对湿度		校准日期	

一、外观检查：_____

二、示值误差

测量点	测量次数	1	2	3	4	5	6	平均值
1	浓度标准值							
	被校仪器							
	$\Delta c_{ri}(\%)$							
2	浓度标准值							
	被校仪器							
	$\Delta c_{ri}(\%)$							
3	浓度标准值							
	被校仪器							
	$\Delta c_{ri}(\%)$							

三、校准结果

标准值	示值	误差	不确定度

附录 C

校准证书内页格式

校准项目	校准结果			
示值误差	标准值	示值	误差	不确定度

校准环境条件： 温度： ℃； 湿度： %RH
