

**新疆维吾尔自治区地方计量技术规范**

**JJF（新）×× －2023**

**石油产品库仑氯分析仪校准规范**

**Calibration Specification for Petroleum Products**

**Coulomb Chlorine Analyzers**

**2023-××-××发布 2023-××-×× 实施**

**新 疆 维 吾 尔 自 治 区 市 场 监 督 管 理 局 发布**

**石油产品库仑氯分析仪**

**JJF(新)XX—202X**

**校准规范**

**Calibration Specification for Petroleum**

**Products Coulomb Chlorine Analyzers**

**归 口 单 位：**新疆维吾尔自治区市场监督管理局

**主要起草单位：**新疆维吾尔自治区计量测试研究院

**参加起草单位：**乌鲁木齐石化公司研究院

 阿克苏地区计量检定所

 昌吉州计量检定所

本规范委托新疆维吾尔自治区物理化学计量技术委员会负责解释

本规范主要起草人：

曹 峰（新疆维吾尔自治区计量测试研究院）

霍 丽（新疆维吾尔自治区计量测试研究院）

李 磊（新疆维吾尔自治区计量测试研究院）

参加起草人：

原 雯（乌鲁木齐石化公司研究院）

刘少杰（阿克苏地区计量检定所）

罗惠利（昌吉州计量检定所）

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 (2)

5.1 环境条件 (2)

5.2校准用标准物质及设备 (2)

6 校准项目和校准方法 (2)

6.1 外观及通电检查 (2)

6.2 示值误差 (2)

6.3 重复性 (3)

7 校准结果 (4)

7.1 校准记录 (4)

7.2 校准证书 (4)

8 复校时间间隔 (4)

附录 A (5)

附录B (6)

附录C (8)

## 引 言

JJF1071《国家计量校准规范编写规则》、JJF 1001《通用计量术语及定义》、JJF1059.1-2012《测量不确定度评定与表示》共同构成支持本规范制定工作的基础性系列规范。

本规范制定中参考了GB/T 18612-2011《原油有机氯含量测定仪》技术规范。本规范为首次发布。

**石油产品库仑氯分析仪校准规范**

1 范围

本规范适用于采用微库仑滴定原理石油产品库仑氯分析仪的校准。

2 引用文件

本规范引用以下文件：

JJF 1321-2011元素分析仪校准规范

GB/T18612-2011原油有机氯含量测定仪

凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本规范；凡是不注明日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本规范。

3 概述

石油产品库仑氯分析仪(以下简称仪器)适用于原油及其产品中氯含量的测量，其原理是样品被载气带入裂解管中和氧气充分燃烧，其中的有机氯转化为氯化物,由载气带入滴定池，被电解液吸收发生如下反应Cl-+Ag+ →AgCl↓。消耗的银离子由微库仑计通过电解补充，发生如下反应Ag→Ag++e,根据反应所需电量，按照法拉第电解定律计算出试样中的氯含量。仪器由微库仑分析仪主机，气化装置、燃烧装置、滴定池、进样器、数据处理单元等组成。

4计量特性

仪器的计量特性见表1

表1 仪器的计量特性

|  |
| --- |
| 计量特性 |
| 测量范围 | C≤10.0 mg/L | 10.0 mg/L＜C≤100 mg/L | C＞100 mg/L |
| 示值误差 | 不超过±0.5 mg/L | 不超过±8% | 不超过±6% |
| 重复性 | ≤0.3 mg/L | ≤3% | ≤3% |
| 注：1.当仪器测量浓度C＞10 mg/L时，仪器的示值误差为相对示值误差。 2.以上计量特性要求仅供参考，不作为判定依据。 |

5 校准条件

## 5.1 环境条件

5.1.1 环境温度：(15～40)℃。

5.1.2 相对湿度：不大于80%。

5.1.3供电电压(220±22)V，频率(50±1)Hz；周围无强烈震动，无强电、磁场干扰。

## 5.2校准用标准物质及设备

5.2.1氯含量标准物质：选择适用的国家有证标准物质。

|  |
| --- |
| 氯含量标准物质 |
| 浓度范围 | C≤10.0 mg/L | 10.0mg/L＜C≤100mg/L | C＞100mg/L |
| 不确定度(*U*/*k*=2) | ≤0.25 mg/L | （0.25～1.5）mg/L | (1.5～12) mg/L |

5.2.2微量进样器：量程10 μL，最大允许误差±12%；量程50 uL，最大允许误差±8%。

6 校准项目和校准方法

## 6.1 外观及通电检查

6.1.1 外观及结构

 仪器应标明制造单位名称、仪器型号和编号及制造日期，附件应齐全，并附使用说明书。

6.1.2 通电检查

仪器的显示应清晰完整。各调节器部件应能正常工作，各紧固件应无松动。仪器通电后应能正常工作。

## 6.2 示值误差

仪器开机预热，待仪器稳定工作后，按照使用需求选择不同测量范围内的氯含量标准物质。在同一测量范围内选取高中低三个测量点，按照仪器操作程序进样测量，重复测量3次，记录仪器示值。标准物质浓度C≤10.0 mg/L时，按式(1)计算示值误差；标准物质浓度C＞10.0 mg/L时，按式(2)计算示值误差。

=- (1)

  (2)

式中：

——仪器的示值误差，mg/L；

——仪器的相对示值误差，%；

——三次测量结果的算术平均值，mg/L；

——标准物质的标准值，mg/L。

## 6.3 重复性

在6.2的测量条件下，按使用需求选取同一测量范围内50%浓度的标准溶液重复测量6次，记录仪器测量值。标准物质浓度C≤10.0 mg/L时，按照式(3)计算重复性；标准物质浓度C＞10.0 mg/L时，按照式(4)计算重复性*S*。

**  (3)

 **  (4)

式中：

—六次测量的算术平均值；

—第i次的示值

—测量次数

7 校准结果

## 7.1 校准记录

校准记录应详细记录测量数据和计算结果，记录格式见附录A。

## 7.2 校准证书

 校准证书由封面和校准数据组成，经校准的仪器应出具校准证书，校准证书中应包括的信息及推荐的校准证书内页格式见附录B。

当客户要求时，可以根据计量特性进行符合性判断，并将结论列入校准证书。进行符合性判定应考虑不确定度。

8 复校时间间隔

 建议复校时间间隔一般不超过1年。如果仪器经修理、更换重要性能的附件，对仪器性能怀疑时应重新校准。

附录 A

**石油产品库仑氯分析仪校准记录**

委托单位： 证书编号：

仪器名称： 仪器编号：

制造厂家： 仪器型号： \_

量程： 温度： ℃ 相对湿度： %

校准依据： 校准地点：

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 主标准器名称 | 型号 | 编号 | 测量范围 | 不确定度 | 证书编号 | 有效期 |
|  |   |  |   |  |   |  |
|  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |

**一、外观及通电检查：**

**二、示值误差**

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 标准值 | 测量值 | 示值误差 | 不确定度 |
| 1 | 2 | 3 |  |  |
|   |   |  |   |  |  |   |
|   |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |
|   |  |  |  |  |  |  |

**三、重复性**

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 标准值 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |  | Sr（%） |
|   |  |  |  |  |  |  |   |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |

校准员： 核验员 ： 校准日期：

附录B

 **校准证书的内容**

B.1 校准证书至少包含以下信息

a)标题：“校准证书”：

b)实验室名称和地址；

c)进行校准的地点（如不在实验室内进行校准应明确现场校准的地点）；

d)校准证书编号，页码及总页数的标识；

e)校准单位校准专用章；

f)送校单位的的名称和地址；

g)被校仪器的描述和明确标识：仪器的制造单位、名称、型号及出厂编号；

h)校准日期；

i）校准所依据的技术规范的名称及代码；

j)本次校准所用的主要计量标准器具（包括标准物质）的名称，测量范围、不确定度或准确度等级或最大允许误差、证书编号及有效期；

k)校准时的环境温度、相对湿度；

l)校准结果及其测量不确定的说明；

m)校准人与核验人的签名；

n)校准证书批准人的签名与职务；

0)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，不得部分复制证书的声明。

B.2

校准证书（内页）格式

|  |
| --- |
| 校准所依据的技术规范（代号、名称）： |
| 校准环境条件及地点:温度： 湿度： 其他： 地点： |
| 校准使用的主要标准器 | 名称 | 编号 | 测量范围 | 不确定度或准确度或最大允许误差 | 证书编号 | 证书有效期 |
|  |  |  |  |  |   |  |
|  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |
| **校准项目** | **校准结果** |
| 外观及通电检查 |  |
| 示值误差 | 标准值 | 测量平均值  | 示值误差 |  不确定度*U*(*k*=2) |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
| 重复性 |  |

附录C

示值误差的不确定度评定示例

C.1 测量方法

C.1.1测量依据：JJF(新)××-2023石油产品库仑氯分析仪校准规范。

C.1.2 测量标准：氯含量标准物质。

C.1.3 被测对象：石油产品库仑氯分析仪。

C.1.4测量过程：按照本规范6.2。

C.2 测量模型

标准溶液浓度C≤10.0mg/L时，按式(1)计算示值误差；

=- (1)

标准溶液浓度C＞10mg/L时，按式(2)计算示值误差；

 (2)

式中：

——仪器的示值误差，mg/L；

——仪器的相对示值误差，%；

——三次测量结果的算术平均值，mg/L；

——标准溶液的标准值，mg/L。

C.2.2 灵敏系数

    标准溶液浓度C≤10.0mg/L时

  标准溶液浓度C＞10mg/L时

C2.3 传播律公式

因各输入量彼此独立不相关，所以合成标准不确定度为：



C3. 全部输入量的标准不确定度分析和评定

C3.1 被测仪器示值引入的标准不确定度的评定

 标准溶液浓度*C*≤10.0 mg/L时， 重复测量6次得到如下的测量列：

1.2 mg/L， 1.3 mg/L，1.1 mg/L， 1.2 mg/L，1.2 mg/L， 1.1 mg/L，

mg/L

 **mg/L

测量值取3次测量的算术平均值，则测量示值误差引入的标准不确定度分量为：

 =0.06 mg/L

C3.2 输入量的标准不确定度的评定

输入量的标准不确定度的来源有两个，一个是标准物质的标准值引入的标准不确定度分量，二是微量进样器引入的标准不确定度分量。

C3.2.1标准物质的标准值引入的标准不确定度分量

氯含量测定用标准物质，其不确定度*U*=0.11 mg/L，包含因子*k*=2，则其引起的标准不确定度为：



C3.2.2微量进样器引入的标准不确定度分量

由微量进样器校准证书得到的不确定度为：*U*rel=1.4%(*k*=2)，则：



因和彼此独立不相关，则：

 

全部输入量的标准不确定度汇总见附表1。

附表1 标准不确定度汇总表

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 标准不确定度分量 | 不确定度来源 | 标准不确定度值 |  |  |
|  | 测量重复性引入的不确定度 | 0.06 mg/L | 1 | $0$.06 mg/L |
|  | 标准物质引入的标准不确定度 | $0$.06 mg/L | -1 | 0.06 mg/L |

C4. 合成标准不确定度的评定

合成标准不确定度为：



C5. 扩展不确定度的评定

取包含因子*k*=2，则扩展不确定度为：

 *U*=2×0.08 mg/L=0.2 mg/L

C6. 其他测量点不确定度评定

参照上述不确定度评定方法，其他测量点的测量不确定度见附表2。

附表2 其他氯含量测量点的不确定度

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 测量点($mg/L $) | 不确定度分量  | *u*c | *U**k*=2 |
|  |  |
| 5.07 | 0.09 mg/L | 0.09 mg/L | 0.12 mg/L | 0.2 mg/L |
| 10.05 | 0.12 mg/L | 0.14 mg/L | 0.15 mg/L | 0.3 mg/L |
| 30.0 | 0.58% | 1.4% | 1.5% | 3.0% |
| 50.0 | 0.58% | 1.2% | 1.3% | 2.6% |
| 99.9 | 0.58% | 1.0% | 1.2% | 2.4% |
| 300 | 0.69% | 1.1% | 1.3% | 2.6% |
| 499 | 0.87% | 1.0% | 1.3% | 2.6% |
| 999 | 0.87% | 0.92% | 1.3% | 2.6% |