

**新疆维吾尔自治区地方计量技术规范**

**JJF（新）×× －2023**

**微机盐含量测定仪校准规范**

 **Calibration Specification for Salt Content Meters**

**2023-××-××发布 2023-××-×× 实施**

**新 疆 维 吾 尔 自 治 区 市 场 监 督 管 理 局 发布**

**微机盐含量测定仪校准规范**

**JJF（新）×—202×**

**Calibration Specification for Salt Content Meters**

**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）

陈 强（新疆维吾尔自治区计量测试研究院）

侯泰安（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）

4.1 示值误差………………………………………………………………………（1）

4.2 重复性…………………………………………………………………………（1）

5 校准条件…………………………………………………………………………（1）

5.1 校准环境条件…………………………………………………………………（1)

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…………………………………………………………………………（2）

7 校准结果…………………………………………………………………………（3）

8 复校时间间隔……………………………………………………………………(4）

附录A 盐含量标准溶液的配制方法……………………………………………（5） 附录B 微机盐含量测定仪校准记录格式………………………………………（7）

附录C 校准证书的内容…………………………………………………………（8）

附录D 不确定度评定示例………………………………………………………（9）

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SY/T0536-2008《原油盐含量的测定电量法》技术规范。本规范为首次发布。

**微机盐含量测定仪校准规范**

**1 范围**

本规范适用于微库仑滴定原理的微机盐含量测定仪的校准。

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 》

 SY/T0536-2008《原油盐含量的测定电量法》技术规范

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**

微机盐含量测定仪(以下简称仪器)适用于原油及其产品中盐含量的测量，其原理是在含有一定量银离子的醋酸电解液中，样品中的氯离子与银离子发生如下反应：Cl-+Ag+ →AgCl↓。后续反应消耗的银离子由电解电极产生，通过测量电解银离子消耗的电量，根据法拉第定律计算出试样中的盐含量。仪器由进样单元、滴定单元、库仑计、数据处理单元等组成。

**4计量特性**

表1 仪器的计量性能

|  |
| --- |
| 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＞10.0 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（以下设备及标准物质均应取得有效溯源证书）

5.2.1标准物质和试剂：氯化钠纯度标准物质，相对扩展不确定度不超过 0.05%（*k*=2） ，或盐含量测定用有证标准物质，相对扩展不确定度不超过3%(*k*=2)。

5.2.2分析天平：天平准确度为 级，分度值不大于 0.1 mg。

5.2.3移液管、容量瓶：A 级

5.2.4微量进样器：量程10μL，最大允许误差±12%；量程50uL，最大允许误差±8%。

5.2.5盐含量标准溶液：配制方法见附录 A。

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，按照使用需求选择配制不同浓度的盐含量标准溶液，在同一测量范围内选取该测量范围最大值的20%，50%和100%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。标准溶液浓度C≤10.0 mg/L时，按式(1)计算示值误差；标准溶液浓度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。标准溶液浓度C≤10.0 mg/L时，按照式(3)计算重复性；标准溶液浓度C＞10.0 mg/L时，按照式(4)计算重复性。

** (3)

** (4)

式中：

——仪器重复性，mg/L；

——仪器重复性，%；

—六次测量的算术平均值，mg/L；

—第i次的示值，mg/L；

—测量次数，*n*=6；

**7 校准结果表达**

校准结果应在校准证书或校准报告上反映。校准证书应至少包含以下信息：

1. 标题：“校准证书”或校准报告；
2. 实验室名称和地址；
3. 进行校准的地点（如果与实验室的地址不同）；
4. 证书或报告的唯一性标识（如编号），每页及总页数的标识；
5. 送校单位的名称和地址；
6. 被校仪器的制造单位、名称、型号及编号；
7. 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收日期；
8. 如果与校准结果的有效性和应用有关时，应对被校样品的抽样程序进行说明；
9. 校准所依据的技术规范的标识，包括名称及代号；
10. 校准所用测量标准的溯源性及有效性说明；
11. 校准环境的描述；
12. 校准结果及其测量不确定度的说明；
13. 对校准规范偏离的说明（若有）；
14. 校准证书或校准报告签发人的签字、职务或等效标识；
15. 校准结果仅对被校对象有效的声明；
16. 未经实验室书面批准，部分复制校准证书或校准报告无效的声明。

**8 复校时间间隔**

建议复校时间间隔一般不超过1年。当对仪器进行了维修、更换重要部件或对性能有怀疑时，应重新校准。

由于复校时间间隔的长短是由仪器的使用情况、使用者、仪器本身质量等诸因素所决定的，因此，送校单位也可根据实际使用情况自主决定复校时间间隔。

## 附录A

盐含量标准溶液的配制方法

A.1配制用试剂及设备

A1.1.1实验环境

温 度：（15~25）℃。

相对湿度：不大于 80%。

试剂

实验用水；符合 GB/T6682-2008 中二级水要求。二级纯水的配制方法引用于实验室二级反渗透纯化水制备操作规程。

氯化钠纯度有证标准物质。

正丁醇（分析纯） ，甲醇（分析纯）

A1.1.2仪器和玻璃量器

天平：天平准确度为 级，分度值不大于 0.1 mg。移液管、容量瓶：A 级

A.2 混合醇溶液的配制

将正丁醇：甲醇：水按 630:370:3（体积）的比例混合均匀备用。 该配置方法引用于SY/T0536-2008《原油盐含量的测定电量法》技术规范。

A.3 氯化钠标准溶液（10.0 g/L）的配制

将氯化钠纯度标准物质放在铂坩埚内，经 (500±10)℃下干燥 6小时，取出放在干燥器中，冷却至室温，准确称取 1.0000 g用 25 mL 水溶解后转移至 100 mL 容量瓶中，再用混合醇溶液稀释至刻度，摇匀备用。

A.4盐含量标准溶液的配制

A.4.1盐含量标准溶液（100.0 mg/L）的配制

用移液管移取 1 mL 氯化钠标准溶液（10.0 g/L）于 100 mL 容量瓶中，加入 25 mL 水， 然后用混合醇溶液定容。

A.4.2盐含量标准溶液（10.0 mg/L）的配制

用移液管移取 10 mL 盐含量标准溶液（100.0 mg/L）于 100 mL 容量瓶中，加入 25 mL

水，然后用混合醇溶液定容。

A.4.3盐含量标准溶液（1.0 mg/L）的配制用移液管移取 5 mL 盐含量标准溶液（100.0 mg/L）于 500 mL 容量瓶中，加入 125 mL

水，然后用混合醇溶液定容。

A.4.4其他浓度盐含量标准溶液参照上述步骤配制。

附录B

微机盐含量测定仪校准记录

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C

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 |  |
| 备注 |  |

附录D

示值误差的不确定度评定示例

D.1 测量方法

D.1.1 测量依据：JJF(新)XXX-2023微机盐含量测定仪校准规范。

D.1.2测量标准：氯化钠纯度标准物质配制适用的标准溶液。

D.1.3被测对象：微机盐含量测定仪。

D.1.4 测量过程：按照本规范6.2。

D.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＞10.0mg/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。

D.2.2 灵敏系数

  标准溶液浓度C≤10.0mg/L时

  标准溶液浓度C＞10.0mg/L时

D2.3 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：

  

 D.3 全部输入量的标准不确定度分析和评定

仪器示值重复性引入的标准不确定度*u*()；测量点的标准溶液引入的标准不确定度:包括有证标准物质的不确定度、称量引入的标准不确定度以及稀释引入的标准不确定度，微量进样器引入的标准不确定度分量。

D.3.1 被测仪器示值引入的标准不确定度*u*()的评定

 标准溶液浓度C≤10.0 mg/L时， 选择5.0mg/L的盐含量标准溶液，重复测量6次得到如下的测量列：

5.2 mg/L， 5.3 mg/L，5.1 mg/L， 5.2 mg/L，5.0mg/L， 5.3 mg/L，

 =＝5.2 mg/L

**0.12mg/L

测量值取3次测量的算术平均值，则测量重复性引入的标准不确定度分量为：

 0.07mg/L

D.3.2 标准物质引入的标准不确定度的评定

盐含量测定用标准物质的扩展不确定度为 *U*rel=0.02%，*k*=2则其引起的标准不确定度为：

==0.0005mg/L

D.3.3称量引入的标准不确定度

用分度值 *d*=0.1 mg 的分析天平称量 1.0000 g 标准物质，天平检定分度值 *e*=1 mg，示

值误差在≤50 g 时，最大允许误差为±0.5*e*，按均匀分布，取 *k*=

3

，在称量时天平一次作为空盘，一次作为毛重称量，则天平称量引入的不确定度为：

 

 0.002mg/L

D.3.4稀释引入的标准不确定度

将氯化钠纯度标准物质放在铂坩埚内，经 (500±10)℃下干燥 6小时，取出放在干燥器中，冷却至室温。准确称取 1.0000 g，用 25 mL 水溶解并定量转移至 100 mL 容量瓶中，再用混合醇液稀释至刻度，摇匀备用；再取上述盐溶液 1 mL 于 100 mL 容量瓶中， 加入 25 mL 水，然后用混合醇溶液稀释至刻度。该混合盐标准溶液的浓度为 100.0 mg/L。再取上述 100.0 mg/L 盐溶液 5mL于 100 mL 容量瓶中，加入 25 mL水，用混合醇溶液稀释至刻度。该混合盐标准溶液的浓度为 5.0 mg/L。

D.3.4.1 1 mL A 级单标线移液管最大允许误差为±0.008 mL，按均匀分布计算:

0.023mg/L

D.3.4.2 10 mL A 级单标线移液管最大允许误差为±0.020 mL，按均匀分布计算：

 0.006mg/L

D.3.4.3 100 mL A 级容量瓶的容量允差为±0.10mL，按均匀分布计算 0.003 mg/L

D.3.4.4 稀释引入的标准不确定度

由于稀释过程中 3 次使用 100 mL 的容量瓶进行定容，使用 1 mL 和10mL的单标线移液管各1次，且单次操作不相关，因此标准溶液稀释引入的标准不确定度：

 mg/L

D.3.5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：*Urel*=1.4%(*k*=2)，则：

=0.035mg/L

5.0mg/L 盐含量标准溶液的标准不确定度

0.04 mg/L

D.4 合成标准不确定度

全部输入量的标准不确定度汇总见表D.1。

D.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 | *ci* |  |
| *u*() | 测量重复性引入的不确定度 | 0.07mg/L | 1 | 0.07mg/L |
|  | 测量点的标准值引入的不确定度 | 0.04mg/L | -1 | 0.04mg/L |

D.5 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*=2×0.08mg/L=0.2mg/L

D.6 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表D.2。

 D.2 其他盐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 |
|  |  |
| 2.0 | 0.06mg/L | 0.02mg/L | 0.06 mg/L | 0.1 mg/L |
| 10.0 | 0.11mg/L | 0.09 mg/L | 0.15mg/L | 0.3 mg/L |
| 20.0 | 0.6% | 0.9% | 1.1% | 2.2% |
| 50.0 | 0.6% | 0.9% | 1.1% | 2.0% |
| 100 | 0.6% | 0.7% | 0.9% | 1.8% |
| 200 | 0.7% | 0.7% | 1.0% | 2.0% |
| 500 | 0.7% | 0.7% | 1.0% | 2.0% |
| 1000 | 0.8% | 0.7% | 1.1% | 2.2% |

 \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

**JJF（新）xx－xxxx**

**新疆维吾尔自治区**

**地方计量校准规范**

**微机盐含量测定仪校准规范**

**JJF(新)xx－xxxx**

**新疆维吾尔自治区市场监督管理局发布**

\*

**版权所有 不得翻印**

\*

**880mm×1230mm 16开本**

**202x年xx月第x版 202x年xx月第x次印刷**

**印数 1-100**