



新疆维吾尔自治区地方计量技术规范

JJF (新) 112—2023

微量残炭测定仪校准规范

Calibration Specification for Micro-Carbon Residue Testers

2023-12-18 发布

2024-06-18 实施

新疆维吾尔自治区市场监督管理局 发布

微量残炭测定仪校准规范

Calibration Specification for Micro-Carbon

Residue Testers

JJF(新)112—2023

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：

乌鲁木齐市检验检测中心（乌鲁木齐市粮油质量监测站）

新疆生产建设兵团质量技术评价中心

若羌县质量与计量检测所

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：

黄翠萍（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）

穆克然木·阿布利孜（新疆维吾尔自治区计量测试研究院）

参加起草人：

邓 涛（乌鲁木齐市检验检测中心（乌鲁木齐市粮油质量监
测站））

郭付魁（乌鲁木齐市检验检测中心（乌鲁木齐市粮油质量监
测站））

谷天雨（新疆生产建设兵团质量技术评价中心）

常春花（若羌县质量与计量检测所）

目 录

引言	(II)
1 范围	(1)
2 引用文件	(1)
3 概述	(1)
4 计量特性	(2)
5 校准条件	(2)
5.1 环境条件	(2)
5.2 测量标准及其他设备	(3)
6 校准项目和校准方法	(3)
6.1 控温误差和控温稳定性	(3)
6.2 示值误差	(4)
6.3 重复性	(5)
6.4 流量示值误差	(5)
6.5 计时误差	(5)
7 校准结果表达	(6)
8 复校时间间隔	(6)
附录 A 微量残炭测定仪校准记录参考格式	(7)
附录 B 校准证书内页格式	(9)
附录 C 示值误差的测量不确定度评定示例	(11)

引 言

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》共同构成本规范制订的基础性系列规范。

在编制过程中，本规范主要参考了：GB/T 17144-2021《石油产品 残炭的测定 微量法》的技术要求和试验方法。

本规范为首次发布。

微量残炭测定仪校准规范

1 范围

本规范适用于采用微量法测定石油产品残炭含量在 0.10%~30.0%（质量分数）的微量残炭测定仪的校准。

2 引用文件

本规范引用了下列文件：

JJF 1071—2010《国家计量校准规范编写规则》

GB/T 17144—2021《石油产品 残炭的测定 微量法》

凡是注明日期的引用文件，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（包括所有的修改单）适用于本规范。

3 概述

微量残炭测定仪的工作原理为：将已称重的试样放入一个样品管中，然后将装有样品管的样品管支架（如图 1 所示）放入成焦炉（如图 2 所示）内，在规定的时间内以可控方式于惰性气流（氮气）下加热到 500 ℃。加热过程中易挥发物质随氮气排出，残留的炭质型残渣质量占原样品质量的百分数即为油品的残炭值。

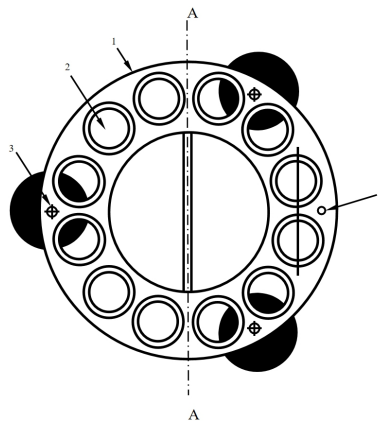


图 1 样品管支架示意图

1—样品管支架；2—均匀分布的 12 个孔（样品管松散摆放）；3—支脚小螺钉（3 个）—钢自定心垫圈（每个支脚 1 个）；4—指示标记，样品管位置参考。

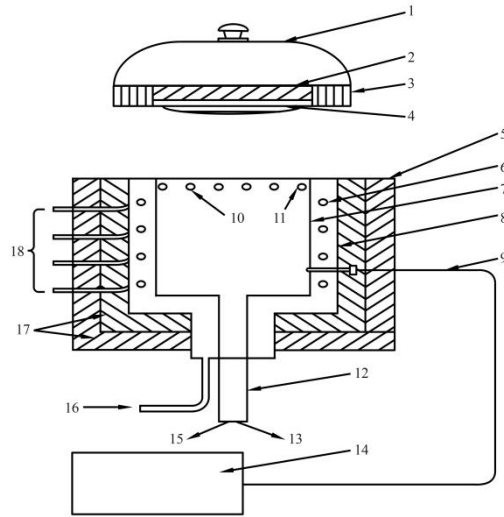


图 2 成焦炉结构示意图

1—顶盖；2—绝热层；3—陶瓷圆环；4—304 不锈钢顶塞球面；5—成焦炉；6—加热盘管剖面；7—圆柱形内壳体；8—圆柱形外壳体；9—热电偶导线；10—系列进气口（直径为 1 mm）；11—氮气入口；12—不锈钢排气管；13—冷凝物；14—微处理机控制系统；15—烟气；16—氮气供给入口；17—绝热材料（两层）；18—圆形加热盘管，700W 两组；

4 计量特性

仪器的计量特性见表 1。

表 1 计量特性

序号	校准项目	技术指标	
1	控温误差	不超过 $\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$	
2	控温稳定性	$\leq 2\text{ }^{\circ}\text{C}$	
3	示值误差	$c_s \leq 5\%$ 时	不超过 $\pm 0.5\%$
		$c_s > 5\%$ 时	不超过 $\pm 10\%$
4	重复性	$c_s \leq 5\%$ 时	$\leq 0.3\%$
		$c_s > 5\%$ 时	$\leq 5\%$
5	流量示值误差	不超过 $\pm 5.0\%$	
6	计时误差	不超过 $\pm 0.5\text{ s}$	
注：以上所有指标不是用于合格性判别，仅供参考。			

5 校准条件

5.1 环境条件

5.1.1 环境温度（15~35） $^{\circ}\text{C}$ ；相对湿度不大于 85%。

5.1.2 仪器的工作台面应平整、牢固，无明显机械振动，周围无灰尘、腐蚀性气体、强电场和强磁场的干扰，避免阳光直射。

5.2 测量标准及其他设备

5.2.1 测量标准

校准应使用经国家计量行政部门批准的有证标准物质。

表 2 有证标准物质

序号	标准物质名称	标准物质残炭含量范围	扩展不确定度
1	油品残炭标准物质	$\leq 5.0\%$	$U \leq 0.1\%$, $k=2$ 。
2	油品残炭标准物质	$> 5.0\%$	$U \leq 0.3\%$, $k=2$ 。

5.2.2 其他设备

5.2.2.1 数字温度计：温度测量范围不低于 600 °C，分辨力优于 0.1 °C，最大允许误差 ± 0.6 °C。

5.2.2.2 皂膜流量计：测量范围：(0~1) L/min，准确度等级不低于 1.0 级；

5.2.2.3 秒表：分度值不大于 0.01 s。

5.2.2.4 电子天平：分度值不大于 0.1 mg 的 O 级电子天平。

注：以上所用设备均应经有效的计量溯源后使用。

6 校准项目和校准方法

6.1 控温误差和控温稳定性

把样品管支架从成焦炉内取出，并拆下仪器下端的收集器，将数字温度计的测温探头插入到成焦炉内使其与被检仪器控温热电偶测量端处于同一截面，然后用隔热棉塞堵下端圆孔并盖上顶盖。启动仪器，通氮气吹扫。当成焦炉温度升至 500 °C 后，恒温 15 min。在 15 min 内，每 3 min 分别记录一次被检仪器显示温度和数字温度计读数，连续记录 5 次，按公式 (1) 计算控温误差，按公式 (2) 计算控温稳定性。

$$\Delta T = \bar{T}' - \bar{T} \quad (1)$$

式中：

ΔT —— 控温误差，°C；

\bar{T}' —— 被检仪器温度读数平均值，°C；

\bar{T} ——数字温度计读数平均值, °C;

$$\delta = T_{\max} - T_{\min} \quad (2)$$

式中:

δ ——控温稳定性, °C;

T_{\max} ——数字温度计 5 次读数的最大值, °C;

T_{\min} ——数字温度计 5 次读数的最小值, °C;

6.2 示值误差

按照仪器使用说明书的要求开机预热, 待仪器稳定后, 在测量范围 $\leq 5\%$ 和测量范围 $> 5\%$ 两个范围内分别选取一种标准物质进行测量。首先称量洁净的样品管, 记录其质量为 m_1 , 取适量的标准物质至已称重的样品管底部, 尽量避免样品沾在样品管壁上, 再称量盛有样品的样品管, 记录其质量为 m_2 。将装有试样的样品管放入样品管支架上, 一起放入成焦炉内, 盖好顶盖, 设置好条件后开始测量。测量结束后, 待样品管冷却至室温后, 称量样品管质量, 记录其质量为 m_3 , 按公式 (3) 计算标准物质的残炭值。重复测量 3 次, 取 3 次测量的算术平均值作为残炭含量测定结果。

$$c = \frac{m_3 - m_1}{m_2 - m_1} \times 100\% \quad (3)$$

式中:

c ——标准物质残炭测定值, %;

m_1 ——空样品管的质量, g;

m_2 ——空样品管加标准物质的质量, g;

m_3 ——空样品管加残炭质量, g。

当测量范围 $\leq 5\%$ 时, 按公式 (4) 计算仪器示值误差 Δc 。当测量范围 $> 5\%$ 时, 按公式 (5) 计算仪器示值误差 Δc_r 。

$$\Delta c = \bar{c} - c_s \quad (4)$$

$$\Delta c_r = \frac{\bar{c} - c_s}{c_s} \times 100\% \quad (5)$$

式中:

\bar{c} ——3次残炭测量值的算术平均值，%；

c_s ——标准物质的认定值，%。

6.3 重复性

根据6.2中所得数据，当测量范围 $\leq 5\%$ 时，按公式（6）计算仪器测量重复性 s ，当测量范围 $> 5\%$ 时，按公式（7）计算仪器测量重复性 s_r 。

$$s = c_{\max} - c_{\min} \quad (6)$$

$$s_r = \frac{c_{\max} - c_{\min}}{\bar{c}} \times 100\% \quad (7)$$

式中：

c_{\max} ——3次测量值的最大值，%；

c_{\min} ——3次测量值的最小值，%；

\bar{c} ——3次测量值的算术平均值，%。

6.4 流量示值误差

将仪器流量计的出口与皂膜流量计的入口相连。启动仪器，通入氮气，将仪器流量计分别调节到150 mL/min和600 mL/min，分别记录皂膜流量计和仪器流量示值。每个流量点重复测量测3次，按公式（8）计算流量示值误差 Δq 。取 Δq 绝对值最大者作为此项目的校准结果。

$$\Delta q = \frac{q_y - \bar{q}_s}{\bar{q}_s} \times 100\% \quad (8)$$

式中：

q_y ——流量计的刻度流量，mL/min；

\bar{q}_s ——流量计在刻度状态下的实际流量平均值，mL/min；

6.5 计时误差

对于可自动控制吹扫时间和恒温时间的微量残炭测定仪，将恒温时间设置为15 min，开始恒温的同时启动秒表，仪器恒温计时结束时停止秒表计时，记录秒表读数，重复测量两次，按公式（9）计算计时误差。

$$\Delta t = t - \bar{t}_0 \quad (9)$$

式中：

Δt ——计时误差，s；

以上内容仅为本文档的试下载部分，为可阅读页数的一半内容。如要下载或阅读全文，请访问：<https://d.book118.com/995340324143011112>