

**JJF**（兵工民品） 0019－2022

中华人民共和国工业和信息化部

兵工民品计量技术规范

20XX－XX－XX实施

化学发光法氮含量测定仪校准规范

Calibration Specification for Chemiluminescent Nitrogen Content Analyzers

（报批稿）

布

发

中华人民共和国工业和信息化部

20XX－XX－XX发布

化学发光法氮含量测定仪校准规范

**Calibration Specification for Chemiluminescent Nitrogen Content Analyzers**

**JJF**（兵工民品） 0019－2022

归 口 单 位：中国兵器工业标准化研究所

主要起草单位：黑龙江华安精益计量技术研究院有限公司

参与起草单位：黑河市检验检测中心

国防科技工业2311二级计量站

中国兵器工业集团航空弹药研究院有限公司

哈尔滨飞机工业集团有限责任公司

本规范技术条文委托起草单位负责解释

本规范主要起草人：

段长生（黑龙江华安精益计量技术研究院有限公司）

王文英（黑龙江华安精益计量技术研究院有限公司）

王暖强（黑河市检验检测中心）

参加起草人：

王新爽（国防科技工业2311二级计量站）

肖力洋（中国兵器工业集团航空弹药研究院有限公司）

吴珊珊（国防科技工业2311二级计量站）

张 明（哈尔滨飞机工业集团有限责任公司）

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 测量标准及其他设备………………………………………………………………（2）

6 校准项目和校准方法…………………………………………………………………（2）

6.1 校准项目……………………………………………………………………………（2）

6.2 校准方法……………………………………………………………………………（2）

7 校准结果表达…………………………………………………………………………（4）

8 复校时间间隔…………………………………………………………………………（4）

附录A 原始记录格式……………………………………………………………………（5）

附录B 校准证书内页格式………………………………………………………………（6）

附录C 测量不确定度评定示例…………………………………………………………（7）

引 言

本规范依据JJF 1071-2010《国家计量校准规范编写规则》、JJF 1059.1-2012《测量不确定度评定与表示》编写。

本规范为首次发布。

化学发光法氮含量测定仪校准规范

1 范围

本规范适用于测定轻质烃、发动机燃料和其他油品中总氮含量的化学发光法氮含量测定仪（以下简称测定仪）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

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（包括所有的修改单）适用于本规范。

3 概述

1. 测定仪广泛应用于测定成品油、原油、馏分油和石油气等石油化工产品的总氮含量。测定仪样品经高温裂解氧化反应，其中的氮化物定量地转化为NO，去水分后进入反应室，亚稳态的NO在反应室内与O3反应，转化为激发态的NO2\*。当激发态的NO2\*跃迁到基态时发射出光子，光信号由光电倍增管按特定波长检测接收，根据信号强度可以定量分析氮含量。测定仪主要由进样单元、高温裂解单元、干燥单元、反应室、检测单元和显示单元组成。测定仪的组成示意图如图1所示。

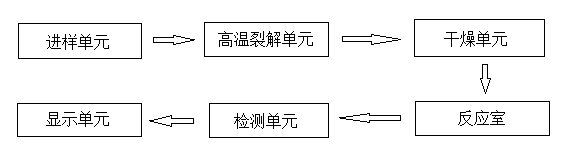


图1 测定仪的组成示意图

4 计量特性

4.1 测定仪计量特性

测定仪计量特性见表1。

表1 测定仪计量特性

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 氮含量 | （0.2～1.0]mg/L | （1.0～50]mg/L | （50～100]mg/L | （100～3000）mg/L |
| 最大允许误差 | ±0.1 mg/L | ±10% | ±8% | ±6% |
| 测量重复性 | ≤0.1mg/L | ≤10% | ≤5% | ≤3% |
| 注：以上指标不用于合格性判别，仅供参考。 | | | | |

4.2 外观和工作正常性

测定仪应具有名称、型号、制造厂、出厂编号等标识。测定仪各部件齐全且连接良好，各旋钮及按键应能正常工作，电脑控制功能应正常，无影响使用性能的缺陷。

5 校准条件

5.1 环境条件

5.1.1 环境温度：（10～35）℃。

5.1.2 相对湿度：≤80%。

5.1.3 电源电压及频率：电压（220±22）V，频率（50±0.5）Hz。

5.1.4 测定仪应置于平稳无振动的工作台上，周围无灰尘、腐蚀性气体、强电场或强磁场干扰，测定仪接地良好，且避免光线直射。

5.2 测量标准及其他设备

5.2.1 有证标准物质

根据被校准测定仪的测量范围，选择适用的烃基中氮含量国家有证标准物质。

氮含量*x*<1.0mg/L，不确定度不大于0.05 mg/L（*k*=2）；

氮含量1.0mg/L≤*x*<5 mg/L，不确定度不大于0.08 mg/L（*k*=2）；

氮含量5mg/L≤*x*≤10 mg/L，不确定度不大于0.2 mg/L（*k*=2）；

氮含量10mg/L<*x*≤100 mg/L，不确定度不大于1.2 mg/L（*k*=2）；

氮含量*x*＞100 mg/L，不确定度范围（6～20）mg/L（*k*=2）。

5.2.2 微量进样器：（0～50）μL，最大允许误差±4%。

6 校准项目和校准方法

6.1 校准项目

6.1.1 外观和工作正常性检查

6.1.2 氮含量示值误差

6.1.3 氮含量测量重复性

6.2 校准方法

6.2.1 外观和工作正常性检查

采用目视检查和手动检查方法，符合4.2的要求。

6.2.2 氮含量示值误差

测定仪开机预热，待测定仪稳定工作后，按说明书校准测定仪曲线，使其进入正常工作状态。根据测定仪的测量范围选择适合的氮含量国家有证标准物质，一般选择测定仪测量范围上限、下限和中间浓度附近的三个氮含量国家有证标准物质对测定仪进行校准。也可以根据客户要求选择适合浓度的氮含量国家有证标准物质进行校准，校准点不得少于三个。每个浓度点重复测量3次，记录测定仪所测量标准物质的浓度值，测定仪校准原始记录格式见附录A。当测定仪使用范围在*x*<1.0 mg/L，按式（1）计算示值误差；当测定仪使用范围在*x*≥1.0 mg/L，按式（2）计算测定仪示值误差。

 （1）

 （2）

式中：

——测定仪的示值误差，mg/L；

——测定仪的相对示值误差，%；

——3次测量值的算术平均值，mg/L；

——标准物质的标准值，mg/L。

6.2.3 氮含量测量重复性

在6.2.1的测量条件下，根据测定仪的使用范围，选取测定仪使用范围中间浓度的氮含量标准物质重复测量7次，记录测定仪所测量标准物质的浓度值。当测定仪使用范围在*x*<1.0 mg/L，按式（3）计算测量重复性；当测定仪使用范围*x*≥1.0 mg/L，按式（4）计算测量重复性。

*s*= （3）

 （4）

式中：

*s*——测量重复性，mg/L；

——测量重复性(以相对形式表示)，%；

——7次测量值的算术平均值，mg/L；

——单次测量值，mg/L；

*n*——测量次数，*n*=7。

7 校准结果表达

校准结束后出具校准证书，推荐校准证书内页格式见附录B，校准证书应符合JJF 1071-2010《国家计量校准规范编写规则》中5.12的要求。校准证书应准确、客观的报告校准结果。校准结果用校准数据的形式给出，并给出测量不确定度，不确定度评定实例见附录C。

8 复校时间间隔

由于复校时间间隔的长短是由测定仪的使用情况、使用者、测定仪本身质量等因素所决定，因此送校单位可根据实际使用情况自主决定复校时间间隔，建议不超过一年。

附录**A**

化学发光法氮含量测定仪校准原始记录格式

证书编号原始记录编号

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 送校单位名称： | | | | | | |
| 仪器名称： | | 仪器型号： | | | 仪器编号： | |
| 制造厂： | | 环境温度： | | | 环境湿度： | |
| 校准依据方法： | | | | | | |
| 校准用主要计量标准器和有证标准物质： | | | | | | |
| 氮含量测定  用标准物质 | 标准物质编号 | | 标准值/（mg/L） | 扩展不确定度 | | 有效期 |
|  | |  |  | |  |
| 微量进样器 | 型号 | | 编号 | 扩展不确定度 | | 有效期 |
|  | |  |  | |  |

一、外观和工作正常性检查

二、示值误差

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 标准物质标准值/(mg/L) | 测量值/(mg/L) | | | 平均值/(mg/L) | 示值误差 | 扩展不确定度*U*  (*k*=2) |
| 1 | 2 | 3 |
|  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |

三、测量重复性

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 标准物质标准值/(mg/L) | 测量值/(mg/L) | | | | | | | 相对标准偏差/% |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |

校准地点：

校准员： 核验员： 授权签字人：

附录**B**

校准证书内页格式

一、外观和工作正常性检查

二、示值误差

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 标准值（mg/L） | 示值（mg/L） | 示值误差 | 扩展不确定度（*k*=2） |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |

三、测量重复性

附录**C**

氮含量示值误差测量不确定度评定示例

**C**.1 概述

按6.2.1进行示值误差的校准。采用标准物质标准值为10.0mg/L的氮含量国家有证标准物质，不确定度*U*=0.2mg/L（*k*=2）。

**C**.2 测量模型

按照式（C.1）计算示值误差。

 （C.1）

式中：

——测定仪的示值误差，mg/L；

——测定仪的相对示值误差，%；

——3次测量值的算术平均值，mg/L；

——标准物质的标准值，mg/L。

**C**.3 各分量不确定度来源与评定

C.3.1 标准不确定度分量来源及其描述

各标准不确定度分量来源及其描述见表C.1。

表C.1 标准不确定度分量来源及其描述

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 标准不确定度分量 | 不确定度来源 | 分量描述 |
|  | 测量结果平均值引入的相对标准不确定度 | 测量重复性引入的相对标准不确定度分量 |
| 读数分辨力引入的相对标准不确定度 |
|  | 测量点的标准值引入的相对标准不确定度 | 标准物质标准值引入的相对标准不确定度 |
| 微量进样器引入的相对标准不确定度 |

C.3.2 输入量的标准不确定度的评定

输入量的标准不确定度分量的来源有两个，一是测量重复性引入的不确定度分量；二是读数分辨力引入的不确定度分量。

C.3.3 测量重复性引入的不确定度分量

选择一台性能稳定、工作正常的测定仪，用标准值为10.0mg/L氮含量标准物质，对测定仪连续进行7次测量，所得测量数据如下（mg/L）：9.78、10.01、9.85、10.02、9.77、9.79、10.06。计算得到平均值为9.90mg/L；单次测量的实验标准差为0.128mg/L。

在示值误差的校准时，校准结果采用重复测量3次的算术平均值，由测量重复性引入的相对标准不确定度为：



由于测定仪读数分辨力引入的不确定度远小于测定仪测量重复性引入的不确定度，因此本例忽略未考虑。

则测量重复性引入的不确定度分量为：



C.3.4 输入量的标准不确定度的评定

输入量的标准不确定度分量的来源有两个，一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。

C.3.4.1 标准物质标准值引入的标准不确定度

该不确定度分量来源于氮含量标准物质标准值的不确定度，采用标准物质证书中给出的不确定度*U*=0.2mg/L（*k*=2），则标准不确定度为：



C.3.4.2 微量进样器引入的标准不确定度

微量进样器的最大允许误差为±4%，假设为均匀分布，则微量进样器引入的标准不确定度为：



和彼此独立不相关，则标准不确定度为：



**C**.4 标准不确定度分量

氮含量示值误差标准不确定度分量来源及其描述见表C.2。

表C.2 标准不确定度分量来源及其描述

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 标准不确  定度分量 | 不确定度来源 | 标准不确定度分量 |
|  | 测量结果平均值引入的不确定度 | 0.75% |
|  | 测量点的标准值引入的标准不确定度 | 2.5% |

**C**.5 合成标准不确定度

各不确定度分量独立，则合成标准不确定度为：



**C**.6 扩展不确定度

取包含因子*k*=2，并根据，则该浓度点氮含量测量示值误差的扩展不确定度为*U*=5%。

说明: endline

**JJF （**兵工民品**）** 0019－2022

中华人民共和国工业和信息化部

兵工民品计量技术规范

化学发光法氮含量测定仪校准规范

JJF（兵工民品）0019－2022

版权所有 不得翻印