JJF

**中华人民共和国国家计量技术规范**

 JJF xxxx－202x

**氮气吹扫浓缩仪校准规范**

Calibration Specification for Termovap Sample Concentrators

（征求意见稿）

202x－xx－xx 发布 202x－xx－xx 实施

**国家市场监督管理总局**发布

氮气吹扫浓缩仪校准规范

**JJF ××××**─**××××**

Calibration Specification for Termovap

Sample Concentrators

 归口单位：全国新材料与纳米计量技术委员会

主要起草单位：南京市计量监督检测院

参加起草单位：

本规范委托全国新材料与纳米计量技术委员会负责解释

本规范主要起草人：

参加起草人：

目 录

引言 （II）

1 范围 （1）

2 引用文件 （1）

3 术语和计量单位 （1）

3.1 温度偏差 （1）

3.2 温度均匀度 （1）

3.3 温度波动度 （1）

4 概述 （1）

5 计量特性 （2）

6 校准条件 （3）

6.1 环境条件 （3）

6.2 测量标准 （3）

7 校准项目和校准方法 （3）

7.1 外观及功能检查 （3）

7.2 温度偏差 （3）

7.3 温度均匀度 （4）

7.4 温度波动度 （4）

7.5 流量示值误差 （4）

8 校准结果表达 （5）

8.1 校准结果处理 （5）

8.2 校准结果的测量不确定度 （5）

9 复校时间间隔 （5）

附录A 校准原始记录格式 （6）

附录B 校准证书（内页）格式 （7）

附录C 测量不确定度评定示例 （8）

引 言

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》和JJF 1059.1《测量不确定度评定与表示》 共同构成支撑本规范制定工作的基础性系列规范。校准方法及计量特性等主要参考了JJF1101-2019《环境试验设备温度、湿度参数校准规范》。

本规范为首次发布。

氮气吹扫浓缩仪校准规范

## 1 范围

本规范适用于水浴加热氮气吹扫浓缩仪、干体加热氮气吹扫浓缩仪的校准。

## 2 引用文件

本规范引用了下列文件：

JJF 1101-2019 环境试验设备温度、湿度参数校准规范

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 术语和计量单位

JJF 1101-2019中界定的及以下术语和定义适用于本规范。

###### 3.1 温度偏差 temperature deviation

氮气吹扫浓缩仪稳定状态下，工作空间各测量点在规定时间内实测最高温度和最低温度与设定温度的上下偏差。温度偏差包含温度上偏差和温度下偏差。

###### 3.2 温度波动度 temperature fluctuation

氮气吹扫浓缩仪稳定状态下，在规定的时间间隔内，工作空间任意一点温度随时间的变化量。

###### 3.3 温度均匀度temperature uniformity

氮气吹扫浓缩仪稳定状态下，工作空间在某一瞬时任意两点温度之间的最大差值。

## 4 概述

氮气吹扫浓缩仪又称氮气吹干仪、自动快速浓缩仪（以下简称“氮吹仪”），能够将氮气快速、连续、可控地吹到加热样品表面，实现大量样品的快速浓缩。氮吹仪代替传统的旋转蒸发仪对样品进行浓缩已经被越来越多的人认可并接受。

氮吹仪一般分为干式和水浴，水浴加热通常是把需要加热的试管放置于盛水的烧杯中，热源对水加热，水再把热量传至试管，属于间接加热过程，不同于干式的直接接触热源加热；干浴式的加热载体有铝块孔式干浴、铝珠浴、细黄沙浴之分，这里面常用的就是铝块孔式加热。水浴加热升温慢降温也慢，而且加热温度不超过100℃，是一种"温和"的加热方式；干式加热法升温快降温快，加热温度可以高达180℃左右，两种加热方式适用于不同的物质样品。

在新材料研发领域，标准物质和标准品的制备及前处理中都用氮气吹扫浓缩来制备浓缩样品，材料研发的前处理实验中，主要是将氮气吹入加热样品的表面进行样品浓缩。被广泛应用于关键材料制备、标准物质研制、标准品定量等材料前处理，配合液相、气相及质谱分析试验，属于新材料领域前处理试验的重要计量器具。

氮吹仪主要组成如图1所示。



图1 氮吹仪示意图

## 5 计量特性

氮吹仪各项计量特性指标见表1。

表1 氮吹仪的主要计量特性指标

|  |  |
| --- | --- |
| 计量特性 | 计量特性指标 |
| 温度偏差 | 干体式 | 室温～150 ℃：±3.0 ℃ |
| 水浴式 | 室温～95 ℃：±2.0℃ |
| 温度均匀度 | 干体式 | ≤2.0 ℃ |
| 水浴式 | ≤1.0 ℃ |
| 温度波动度 | 干体式 | ≤2.0 ℃ |
| 水浴式 | ≤1.0℃ |
| 流量示值误差 | ±5%  |
| 注：以上技术指标不用于合格判别，仅供参考。 |

## 6 校准条件

###### 6.1 环境条件

###### 6.1.1 环境温度：（15~35）℃；

###### 6.1.2 相对湿度：≤85%。

注：上述条件与制造商的产品规定不一致时，以产品说明书规定的环境条件为准。

###### 6.2 测量标准

6.2.1　多通道温度测试仪

测量范围0～200℃，分辨力不低于0.1℃，最大允许误差为±0.1 ℃。

###### 6.2.2 气体标准流量计

测量范围：（0.01～10）L/min，1.0级。

## 7 校准项目和校准方法

###### 7.1外观及功能检查

仪器应具有名称、型号、制造厂、出厂编号等标识。

仪器各部件齐全且连接良好，软件控制能正常工作，无影响使用性能的缺陷。

###### 7.2温度偏差

氮吹仪测温点布置如图2所示。O点位于工作区的几何中心，其余各测温点到氮吹仪内壁的距离为各自边长的1/10。将氮吹仪设定到校准温度，开启运行。氮吹仪达到稳定状态开始记录各测量点温度，每2 min 记录一次，在30 min内共测量16次，或根据氮吹仪运行状况和用户校准需求确定时间间隔和记录次数，并在原始记录和校准证书中说明。温度稳定时间以说明书为依据，说明书中没有给出的，一般按以下原则执行：温度达到设定值±1 ℃区间，连续2 min显示温度波动不超过1.5℃，按公式（1）温度上偏差，按（2）计算温度下偏差。

|  |
| --- |
|  C:\Users\User\AppData\Local\Temp\WeChat Files\19d2d9c45884d0e8b43fc703e98972a.png |

图2 氮吹仪测温点布置图

 （1）

 （2）

式中：

——温度上偏差，℃；

——温度下偏差，℃；

——各测量点规定时间内测量的最高温度，℃；

——各测量点规定时间内测量的最低温度，℃；

——设备设定温度，℃。

###### 7.3温度均匀度

氮吹仪在稳定状态下，工作时间各测量点30 min内（每2 min测量一次），每次测量中实测最高温度与最低温度之差的算术平均值，按公式（3）计算温度均匀度。

 （3）

式中：

——温度均匀度，℃；

——各测量点在第*i*次测量的最高温度，℃；

——各测量点在第*i*次测量的最低温度，℃；

*n*——测量次数。

###### 7.4温度波动度

氮吹仪在稳定状态下，工作空间各测量点30min内（每2 min测量一次）实测温度最高温度与最低温度之差的一半，冠以“±”号，取全部测量中变化量的最大值作为温度波动度的校准结果，按公式（4）计算温度波动度。

 （4）

式中：

——温度波动度，℃；

——测量点*j*在*n*次测量中的最高温度，℃；

——测量点*j*在*n*次测量中的最低温度，℃；

###### 7.5流量示值误差

将被检仪器的出气口与气体标准流量计的入气口相连，开启氮吹仪，调节氮吹仪流量到相应的校准点。待流量稳定后，在工况条件下读取气体标准流量计示值3次，并与氮吹仪刻度流量示值比较，按公式（5）计算流量示值误差。

 （5）

式中：

——流量示值误差，%；

——氮吹仪校准点的刻度流量示值，L/min；

——气体标准流量计3次流量测量值的算术平均值，L/min。

## 8 校准结果表达

###### 8.1 校准结果处理

经校准后的氮吹仪应核发校准证书，校准证书应符合JJF 1071—2010中5.12的要求，并给出各校准项目名称和测量结果以及扩展不确定度。校准原始记录格式（推荐性表格）见附录A，校准证书内页格式（推荐性表格）见附录B。

###### 8.2 校准结果的测量不确定度

氮吹仪校准结果的测量不确定度按JJF 1059.1—2012的要求评定，校准结果测量不确定度评定示例见附录C。

## 9 复校时间间隔

由于复校时间间隔的长短是由氮吹仪的使用情况、使用者、氮吹仪本身质量等诸因素所决定的，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，复校时间间隔建议不超过1年。

## 附录A

校准原始记录格式

（推荐性表格）

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 名称 |  | 型号规格 |  |
| 制造厂商 |  | 出厂编号 |  |
| 委托单位 |  | 地址 |  |
| 温度 |  | 湿度 |  |
| 记录编号 |  | 校准日期 |  |
| 校准员 |  | 核验员 |  |

1. 外观及功能检查

|  |  |
| --- | --- |
| □ 符合要求 | □不符合要求 |

1. 温度偏差、温度波动度和温度均匀度

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 时间/min | 0 | 2 | 4 | 6 | 8 | 10 | 12 | 14 | 16 | 18 | 20 | 22 | 24 | 26 | 28 | 30 |
| 不同测温点测量值/℃ | O |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| A |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| B |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| C |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| D |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| 设备设定温度*T*s/℃ |  |
| 最高温度/℃ |  |
| 最低温度/℃ |  |
| 温度上偏差/℃ |  |
| 温度下偏差/℃ |  |
| 温度均匀度/℃ |  |
| 温度波动度/℃ |  |
| 温度校准扩展不确定度*U*/℃（*k*=2） |  |

1. 流量示值误差

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| / L/min | / L/min | / L/min | /% | / %（*k*=2） |
| 1 | 2 | 3 |
|  |  |  |  |  |  |  |

## 附录B

校准证书（内页）格式

（推荐性表格）

|  |  |
| --- | --- |
| 校准项目 | 校准结果 |
| 外观及功能检查 | □ 符合要求 □ 不符合要求 |
| 温度上偏差/℃ |  |
| 温度下偏差/℃ |  |
| 温度均匀度/℃ |  |
| 温度波动度/℃ |  |
| 温度偏差扩展不确定度*U*/℃（*k*=2） |  |
| 流量示值误差/% |  |
| 流量示值误差扩展不确定度*U*/℃（*k*=2） |  |

校准员： 核验员：

## 附录C

测量不确定度评定示例

C.1 温度偏差测量不确定度评定

C.1.1 测量方法

氮吹仪测温点布置如图2所示。O点位于工作区的几何中心，其余各测温点到氮吹仪内壁的距离为各自边长的1/10。将氮吹仪设定到校准温度，开启运行。氮吹仪达到稳定状态开始记录各测量点温度，每2 min 记录一次，在30 min内共测量16次，按公式（C.1）和公式（C.2）计算温度偏差。

C.1.2 测量模型

 （C.1）

 （C.2）

式中：

——温度上偏差，℃；

——温度下偏差，℃；

——各测量点规定时间内测量的最高温度，℃；

——各测量点规定时间内测量的最低温度，℃；

——设备设定温度，℃。

C.1.3不确定度来源

测量重复性引入的标准不确定度，分辨力引入的标准不确定度和多通道温度测试仪引入的不确定度。

C.1.4标准不确定度分量评定

C.1.4.1测量重复性引入的标准不确定度分量

使用多通道温度测试仪在校准点为90℃的10次测量结果见表C.1。

表C.1 多通道温度测试仪测量结果

|  |  |
| --- | --- |
| 校准项目 | 测量值（） |
| 温度（℃） | 90.2 | 90.8 | 90.6 | 90.4 | 90.6 | 90.3 | 90.1 | 90.7 | 90.5 | 90.6 |

则单次测量结果的标准差：

℃

实际校准时温度上偏差和温度上偏差分别是以各测量点规定时间内测量的最高温度和最低温度为基础计算的，则由测量重复性引入的标准不确定度分量为：

℃

C.1.4.2分辨力引入的标准不确定度分量

多通道温度测试仪的最小分辨力为0.1 ℃，区间半宽a=0.05 ℃，按均匀分布，取包含因子*k*=，由此引入的标准不确定度分量为：

℃

C.1.4.3多通道温度测试仪引入的标准不确定度分量

多通道温度测试仪的最大允许误差为±0.1℃，假设其服从均匀分布，取包含因子*k*=，则由校准装置引入的标准不确定度分量为：

℃

C.5标准不确定度一览表

标准不确定度一览表见表C.2。

表C.2温度偏差校准结果标准不确定度一览表

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 不确定度来源 | 分量 | 标准不确定度分量/℃ |
| 测量重复性 |  | 0.225 |
| 分辨力 |  | 0.029 |
| 校准装置 |  | 0.058 |

C.6合成标准不确定度

由于各不确定度间互不相关，合成标准不确定度为：

℃

C.7扩展不确定度

取包含因子*k*=2，则扩展不确定度为：

℃

C.2 流量示值误差测量不确定度评定

C.2.1 测量方法

将被检仪器的出气口与气体标准流量计的入气口相连，开启氮吹仪，调节氮吹仪流量到相应的校准点。待流量稳定后，在工况条件下读取气体标准流量计示值3次，并与氮吹仪刻度流量示值比较，按公式（C.3）计算流量示值误差。

C.2.2 测量模型

 （C.3）

式中：

——流量示值误差，%；

——氮吹仪校准点的刻度流量示值，L/min；

——气体标准流量计3次流量测量值的算术平均值，L/min。

C.2.3 合成标准不确定度计算公式

依据不确定度传播律，当各不确定度间不相关时，，则

 （C.4）

由公式（C.3）得

C.2.4 不确定度来源

不确定度来源包括：

a）气体标准流量计测量重复性引入的标准不确定度；

b）气体标准流量计分辨力引入的标准不确定度；

c）气体标准流量计最大允许误差引入的标准不确定度。

C.2.5 标准不确定度分量评定

C.2.5.1 气体标准流量计测量重复性引入的标准不确定度

使用气体标准流量计在流量点为0.5 L /min的10次测量结果见表C.3。

表C.3气体标准流量计测量结果

|  |  |
| --- | --- |
| 校准项目 | 测量值（） |
| 温度（L/min） | 0.51 | 0.52 | 0.51 | 0.52 | 0.51 | 0.52 | 0.51 | 0.52 | 0.51 | 0.52 |

则单次测量结果的标准差如下：

 L/min

 实际测试时在重复性条件下连续测量3次，以3次测量的算术平均值作为结果，则由气体标准流量计测量重复性引入的标准不确定度分量为：

 L/min

C.2.5.2 气体标准流量计分辨力引入的标准不确定度

气体标准流量计的最小分辨力为0.01 L/min，区间半宽a=0.005 L/min，按均匀分布处理，取包含因子*k*=，由此引入的标准不确定度分量为：

 L/min

C.2.5.3 气体标准流量计最大允许误差引入的标准不确定度

所用气体标准流量计为1.0级，对应的最大允许误差为±1.0%，为0.515 L/min，按均匀分布处理，包含因子取*k*=，由此引入的标准不确定度分量为：

 L/min

C.2.5.4 灵敏系数的计算

将表C.3中数据代入灵敏系数计算公式，则灵敏系数的计算结果如下：

(L/min)-1

C.2.6 标准不确定度一览表

标准不确定度一览表见表C.4。

表C.4流量示值误差测量结果标准不确定度一览表

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 被测量 | 不确定度来源 | 标准不确定分量 | 灵敏系数 | 输出量的标准不确定度分量 |
| 采样流量示值误差 |  | 0.0031 L/min | -1.8852 (L/min)-1 | 0.005844 |
|  | 0.0029 L/min | 0.005467 |
|  | 0.0030 L/min | 0.005656 |

C.2.7 合成标准不确定度

由于各不确定度间互不相关，则由公式（C.4）可得合成标准不确定度为：

C.2.8 扩展不确定度

取包含因子*k*=2，则扩展不确定度为：

————————————————————