

**甘 肃 省 地 方 计 量 技 术 规 范**

JJF（甘）XXXX－2024

生物降解分析仪校准规范

**Calibration Specification for Biodegradation Analyzers**

#### （报批稿）

小标宋 二号

2024－XX－XX发布 XXXX－XX－XX实施

**甘 肃 省 市 场 监 督 管 理 局**发 布

生物降解分析仪校准规范

**Calibration Specification for Biodegradation Analyzers**

JJF（甘）XXXX－XXXX

 归口单位：甘肃省市场监督管理局

 主要起草单位：甘肃省计量研究院

永靖县计量检定所

参加起草单位：夏河县质量计量检验检测所

合作市质量计量检验检测所

本规范委托起草单位负责解释

本规范主要起草人：

吴喜军 （甘肃省计量研究院）

许文卜 （甘肃省计量研究院）

张锡林 （永靖县计量检定所）

参加起草人：

马瑞丽 （夏河县质量计量检验检测所）

董云青 （合作市质量计量检验检测所）

王旖旎 （甘肃省计量研究院）

薛 诚 （北京林电伟业电子技术有限公司）

目 录

[引言 II](#_Toc177762827)

[1 范围 1](#_Toc177762828)

[2 引用文件 1](#_Toc177762829)

[3 术语和定义 1](#_Toc177762830)

[3.1 最终需氧生物分解 1](#_Toc177762831)

[3.2 堆肥化 1](#_Toc177762832)

[3.3 崩解 1](#_Toc177762833)

[4 概述 1](#_Toc177762834)

[5 计量特性 2](#_Toc177762835)

[5.1温度技术要求 2](#_Toc177762836)

[5.2 流量误差与重复性 2](#_Toc177762837)

[5.3 二氧化碳示值误差、测量重复性与响应时间 2](#_Toc177762838)

[5.4 氧气示值误差、测量重复性与响应时间 2](#_Toc177762839)

[6 校准条件 2](#_Toc177762840)

[6.1 环境条件 2](#_Toc177762841)

[6.2 测量标准及其他设备 3](#_Toc177762842)

[7 校准项目和校准方法 3](#_Toc177762843)

[7.1 校准项目 3](#_Toc177762844)

[7.2 校准方法 3](#_Toc177762845)

[7.3数据处理 5](#_Toc177762846)

[8 校准结果表达 8](#_Toc177762847)

[9 复校时间间隔 8](#_Toc177762848)

[附录A 生物降解仪校准记录（式样） 9](#_Toc177762849)

[附录B 校准证书校准结果内容 11](#_Toc177762850)

[附录C 温度偏差校准测量不确定度评定 13](#_Toc177762851)

[附录D 流量示值误差测量不确定度评定 15](#_Toc177762852)

[附录E 二氧化碳浓度示值误差测量不确定度评定 17](#_Toc177762853)

[附录F 氧气浓度示值误差测量不确定度评定 19](#_Toc177762853)

引 言

本规范依据JJF1071-2010《国家计量校准规范编写规则》、JJF1001-2011《通用计量术语及定义》和JJF1059.1-2012《测量不确定度评定与表示》有关规定而制定。

本规范为首次制定。

生物降解分析仪校准规范

# 1  范围

本规范适用于测量材料在受控的堆肥条件下，产生二氧化碳量来确定材料的生物分解能力和崩解程度的生物降解分析仪的校准（以下简称分析仪）。

# 2  引用文件

本规范引用了下列文件：

JJG 365 电化学氧测定仪

JJG 635 一氧化碳、二氧化碳红外气体分析器

JJG 1037 涡轮流量计

JJF 1101 环境试验设备温度、湿度参数校准规范

GB/T 19277.1 受控堆肥条件下材料最终需氧生物分解能力的测定采用测定释放的二氧化碳的方法第1部分：通用方法

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，

其最新版本适用于本规范。

# 3  术语和定义

3.1 最终需氧生物分解 ultimate aerobic biodegradation [GB/T19277.1-2011,3.1]

 在有氧条件下，有机化合物被微生物分解为二氧化碳（CO2）、水（H2O）及其所含元素的矿化无机盐以及新的生物质。

3.2 堆肥化 composting [GB/T19277.1-2011,3.2]

 产生堆肥的一种需氧处理方法。

注：堆肥是混合生物分解得到的有机土壤调节剂。该混合物主要由植物残余组成，有时也含有一些有机材料和一定的无机物。

3.3 崩解 disintegration [GB/T19277.1-2011,3.3]

材料物理断裂成为极其细小的碎片。

# 4  概述

分析仪是用于在需氧堆肥条件下检测材料的生物降解性的仪器。其测量原理为将材料置于受控的堆肥条件下，通过测定其排放的二氧化碳量来确定最终需氧生物分解能力和崩解程度。在试验中连续监测、定期测量实验容器和空白的容器产生的二氧化碳，累计产生的二氧化碳量。试验材料在试验中实际产生的二氧化碳量与该材料可以产生的二氧化碳的理论量之比为生物分解百分率。生物降解仪由反应容器、搅拌系统、温度控制系统、传感器单元、氧气和二氧化碳传感器等组成。生物降解仪由反应容器、搅拌系统、温度控制系统、传感器单元、氧气和二氧化碳传感器等组成。

# 5  计量特性

## 5.1 温度技术要求

 温度偏差：±2℃

温度均匀度：≤2℃

温度波动度：±0.5℃

## 5.2 流量误差与重复性

流量最大允许误差：±2%；

流量重复性：不大于最大允许误差绝对值的1/3。

## 5.3 二氧化碳示值误差、测量重复性与响应时间

二氧化碳浓度最大允许误差：±5%FS；

二氧化碳测量重复性：≤2%；

二氧化碳响应时间：≤60s。

## 5.4 氧气示值误差、测量重复性与响应时间

氧气浓度最大允许误差：±3%FS；

氧气测量重复性：≤1%；

氧气响应时间：≤60s。

注1：若未配置氧气可不做此项。

2：以上指标不是用于合格性判别，仅作参考。

# 6  校准条件

## 6.1 环境条件

6.1.1环境温度：5℃～40℃；相对湿度：≤ 85%；

6.1.2分析仪不应受阳光直射、强烈振动和电磁干扰。分析仪各部件应连接可靠、无松动。室内无强气流及腐蚀性气体，并保证良好的通风状态。

## 6.2 测量标准及其他设备

 测量标准技术指标见表1

表1 测量标准技术

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 序号 | 名称 | 技术要求 |
| 1 | 温度测量标准 | 测量范围不小于（0～100）℃, 分辨率不低于 0.01℃, 最大允许误差：±（0.15℃+0.002|*t*|），通道传感器数量不少于 9 个。 |
| 2 | 气体流量计 | 测量范围(6～2000)mL/min，优于1.0级 |
| 3 | 秒表 | 分度值不大于0.1s |
| 4 | 氮中二氧化碳气体标准物质 | 标准气体的相对扩展不确定度应不大于 2.0%（*k*=2） |
| 5 | 氮中氧气体标准物质 | 标准气体的相对扩展不确定度应不大于 1.0%（*k*=3） |
| 6 | 零点气体为高纯氮 | 纯度不低于99.99% |

# 7  校准项目和校准方法

## 7.1 校准项目

校准项目主要包括特性温度偏差，温度波动度，温度均匀度，流量误差与重复性，二氧化碳示值误差、重复性与响应时间，氧气示值误差、重复性与响应时间。

## 7.2 校准方法

7.2.1 按照生物降解分析仪说明书的要求，对分析仪进行校准前开机预热，待预热稳定后进行校准。

7.2.2 温度校准

7.2.2.1 温度校准点的选择

温度校准点一般选择为 58℃,也可根据用户实际需求选择其他温度点。

7.2.2.2 温度测量点的位置

传感器布放位置为分析仪校准时的测量点，应布置在分析仪工作空间的3个不同层面上，称为上、中、下3层。中层为通过工作空间几何中心的平行于底面的校准工作面，各测量点位置与分析仪内壁的距离为各边长的 1/10，遇风道时，此距离可加大，但不应超过500mm。如果分析仪带有样品架或样品车时，下层测量点可布放在样品架或样品车上方10mm处。

传感器测量点布放位置也可根据用户实际需求进行布置。

7.2.2.3 温度测量点的数量

传感器测量点布放位置用 1，2，3等数字表示。

当分析仪工作室容积不大于2m3时，温度测量点为9个，O点位于中层几何中心，如图1所示。



图1 试验箱容积≤2m3布点图

当分析仪工作室容积大于2m3时，温度测量点为15个，M、O、N点分别位于上、中、下层的中心，如图2所示。



图 2 试验箱容积＞2m3布点图

按照7.2.2.2、7.2.2.3规定布放温度传感器，将分析仪设定到校准温度，开启运行。分析仪达到稳定状态后开始记录各测定点温度，记录时间间隔为2min，30min内共记录16组数据，或根据分析仪运行状态和用户校准需求确定时间间隔和数据记录次数，并在原始记录和校准证书中进行说明。

如果在规定的稳定时间之前能够确定分析仪工作区域内温度已经达到稳定，也可以提前记录。稳定时间需以分析仪达到稳定状态为主要判断标准，应在分析仪达到稳定状态后才开始进行校准。

7.2.3 流量校准

将标准流量计与分析仪流量计的出口端相连，接管尽可能短。调整系统流量至其设定值,重复测量不少于3次。

7.2.4 二氧化碳浓度校准

按照仪器使用说明书的要求对仪器进行预热稳定以及零点和示值的调整。将标准气体通过气瓶阀门与系统相连，系统流量控制调整至其设定值，校准时必须保证流量控制器中的流量放空。

7.2.5 氧气浓度校准

 分析仪的氧气浓度常用校准点不少于3点（一般选择在量程的20%，50%，80%附近3点），其他量程应选择20%、80%附近2点。分析仪示值从低氧浓度点到高氧浓度点的顺序校准。

## 7.3 数据处理

7.3.1 温度数据处理

7.3.1.1温度偏差

 Δ*t*max=*t*max-*t*s (1)

 Δ*t*min=*t*min-*t*s (2)

式中：

Δ*t*max— 温度上偏差，℃；

Δ*t*min— 温度下偏差，℃；

 *t*max— 各测量点规定时间内测量的最高温度，℃；

 *t*min— 各测量点规定时间内测量的最低温度，℃；

 *t*s— 分析仪设定温度，℃。

7.3.1.2 温度波动度

 分析仪在稳定状态下，工作空间各测量点30min内（每2min测试一次）实测最高温度与最低温度之差的一半，冠以“±”号，取全部测量点中变化量最大值作为温度波动度校准结果。

 $∆t\_{f}=\pm max\left[（t\_{jmax}−t\_{jmin}）/2\right]$ （3）

 式中：

 Δ*t*f— 温度波动度，℃；

 *t*jmax — 测量点j在*n*测量中的最高温度，℃；

*t*jmin — 测量点j在*n*测量中的最低温度，℃。

7.3.1.3 温度均匀度

 分析仪在稳定状态下，工作空间各测量点30min内（每2min测试一次）每次测量中实测最高温度与最低温度之差的算术平均值。

 $∆t\_{u}=\sum\_{i=1}^{n}（t\_{imax}−t\_{imin}）/n$ （4）

 式中：

 Δ*t*u— 温度均匀度，℃；

 *t*imax — 测量点i在*n*测得的最高温度，℃；

*t*imin — 测量点i在*n*测得的最低温度，℃。

7.3.2 流量数据处理

当流量计调整系统流量至其设定值，重复测量不少于3次。按式（5）、式（6）计算流量误差*E*q 、按式（7）计算流量的重复性*E*r。

$E\_{q}=\frac{q\_{o}−q\_{s}}{q\_{max}}×100\%$ （5）

*E*q — 流量示值引用误差，%；

*q*0 — 流量计的刻度流量,mL/min；

*q*N — 流量计在刻度状态下的实际流量, mL/min；

*q*max — 流量计的上限刻度流量。

 $E\_{i}=\frac{\sum\_{j=1}^{n}E\_{ij}}{n}$ （6）

 $E\_{r}=\sqrt{\frac{1}{n−1}\sum\_{}^{}\left(E\_{q}−E\_{i}\right)^{2}}$ （7）

*E*r — 流量的重复性，%；

*E*i — 第i次系统流量计的引用误差，%。

7.3.3 二氧化碳数据处理

7.3.3.1 示值引用误差

 依次通入浓度约为分析仪量程上限值约20%，50%和80%的标准气体，待读数稳定后，记录示值*A*i。重复测量3次。按式（8）计算分析仪各浓度点的示值引用误差Δe作为仪器的示值引用误差。

Δe = $\frac{\overbar{A}−A\_{s}}{R}×100\%$ （8）

$\overbar{ A}=\frac{\sum\_{n=1}^{3}A\_{i}}{3}$ （9）

 式中：

 $\overbar{A}$ — 各浓度测试点仪器显示值的算术平均值；

 $A\_{s}$ — 标准气体的浓度值；

 *R* — 分析仪的测量范围上限值（以下相同）

7.3.3.2 重复性

 通入浓度约为分析仪量程上限值50%的标准气体，待读数稳定后，记录仪显示值*A*i，然后通入零点气。待分析仪稳定后，再通入上述浓度的标准气体，重复上述测量6次。重复性以单次测量的相对标准偏差来表示。按式（10）计算仪器的重复性*s*r:

 $s\_{r}=\frac{1}{\overbar{A}}\sqrt{\frac{\sum\_{i=1}^{6}(A\_{i}−\overbar{A})^{2}}{5}}×100\%$ （10）

 $\overbar{A}=\frac{\sum\_{n=1}^{6}A\_{i}}{6}$ （11）

 式中：

 *A*i — 各次测量的分析仪的显示值；

 $\overbar{A}$ — 分析仪显示值的算术平均值。

7.3.3.3 响应时间

通入浓度约为 分析仪量程上限值 50%的标准气体，待分析仪稳定后，记录读数。然后通入零点气，待分析仪稳定后，再通入上述浓度的标准气体，同时启动秒表开始计时，当分析仪的显示达到上一次稳定值 90%时停表，秒表所显示的时间即为相应时间。重复测量 3 次， 取算术平均值作为分析仪二氧化碳的响应时间。

7.3.4 氧气数据处理

7.3.4.1 示值误差

依次通入浓度约为分析仪量程上限值 20%、50%和 80%的氮中氧标准气体，待读数稳定后，记录示值*C*i。重复测量 3 次。更换不同氧浓度的标准气体，逐点校准，每点重读校准3次，取算术平均值，按式（12）计算示值误差Δ*y*。

 Δ*y* =$\overbar{C\_{i}}−C\_{s}=\frac{\overbar{C\_{i}}−C\_{s}}{FS}×100\%FS$ （12）

式中：

$\overbar{C\_{i}}$ — 分析仪示值的平均值，n为检定点序号；

Cs — 标准气体的含氧量；

FS — 被检分析仪的满量程。

取各点中绝对值最大的Δy值作为仪器的示值误差检定结果。

7.3.4.2 重复性

 通入浓度约为量程50%的氮中氧标准气体，待示值稳定后,记录示值Ci。然后通入零点气,待仪器稳定后，再通入上述浓度的标准气体，重复检定6次，重复性以单次测量的显贵标准偏差RSD表示。按式（13）计算分析仪的重复性。

 $RSD=\frac{1}{\overbar{C}}×\sqrt{\frac{\sum\_{i=1}^{n}(C\_{i}−\overbar{C})^{2}}{n−1}}×100\%$ （13）

 式中：

 *C*i — 分析仪第i次测量的示值；

 $\overbar{C}$ — 分析仪示值的平均值；

 *n* — 测量次数。

7.3.4.3响应时间

通入零点气体校准零点后，再通入浓度为量程80%左右的氮中氧标准气体，用秒表测定从通入标准气体开始到分析仪示值变化至被测气体稳定示值90%所需要的时间，重复测量3次，取算数平均值为分析仪氧气的响应时间。

# 8 校准结果表达

8.1 校准结果处理

经校准的生物降解分析仪出具校准证书，校准证书应符合JJF1071—2010中5.12的要求，并给出各校准项目名称和测量结果以及测量不确定度。校准原始记录（参考）格式见附录A，校准证书内容及内页（参考）格式见附录B。

8.2 校准结果的不确定度

生物降解分析仪校准结果的不确定度按JJF 1059.1的要求评定，校准结果不确定度评定示例见附录C、附录D、附录E、附录F。

# 9 复校时间间隔

建议生物降解分析仪复校时间间隔不超过12个月。

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，送校单位可根据实际使用情况自主决定复校时间间隔。

# 附录 A

校准原始记录参考格式

客户名称 任务单号

制造厂/商 出厂编号

型号规格/测量范围 准确度等级/MPE：

主要标准器名称 测量范围

最大允许误差/不确定度

证书编号

证书有效日期至 年 月 日

客户地址

校准所依据/参照的技术文件（代号、名称）：JJF(甘)xxxx-2024《生物降解分析仪》校准规范

校准的环境条件 温度 ℃ 湿度 %RH 主要标准器使用后工作状况 □正常□不正常

校准项目 主要标准器使用前工作状况 □正常□不正常

校准地点

|  |
| --- |
| 一、 温度参数校准 |
| 温度设定值： |
| 次数 | 实测值 |
| 位 1 | 位 2 | 位 3 | 位 4 | 位 5 | 位 6 | 位 7 | 位 8 | 位 O |
| 1 |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| 2 |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| 3 |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| 4 |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| 5 |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| 6 |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| 7 |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| 8 |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| 9 |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| 10 |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| 11 |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| 12 |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| 13 |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| 14 |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| 15 |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| 16 |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| 最大值 |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| 最小值 |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| 上偏差 |  | 下偏差 |  | 均匀度 |  | 波动度 |  |
| 不确定度 |  |

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 上 层

|  |
| --- |
| 2143 |

门 | 中 层

|  |
| --- |
| O |

门传感器布点图 | 下 层

|  |
| --- |
| 5687 |

门 |
| 二、流量示值误差与重复性 |
| 设定值 | 实测值 | 平均值 | 示值误差 | 重复性 |
|  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |
| 不确定度 |  |
| 三、 传感器示值误差及响应时间 |
| 传感器类型 | 标准值 | 仪器示值 | 响应时间 |
| 1 | 2 | 3 | 平均值 | 示值误差 | 1 | 2 | 3 | *t* |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| 四、传感器示值重复性 |
| 传感器类型 | 标准值 | 仪器示值 | 平均值 | 重复性 |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| 不确定度 |  |

校准员： 核验员： 校准日期： 年 月 日

# 附录 B

# 校准证书内容及内页（参考）格式

B.1 校准证书应至少包括以下信息：

a）标题：“校准证书”；

b）实验室的名称和地址；

c）进行校准的地点（如果与实验室的地址不同）；

d）证书的唯一性标识（如编号），每页及总页数的标识；

e）送校单位的名称；

f) 被校对象的描述和明确标识；

g) 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；

h) 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；

i) 校准所依据的技术规范的标识，包括名称及代号；

j) 本次校准所用测量标准的溯源性及有效性说明；

k) 校准环境的描述；

l) 校准结果及测量不确定度的说明；

m）对校准规范的偏离的说明；

n）校准证书或校准报告签发人的签名、职务或等效标识；

o）校准结果仅对校准对象有效的声明；

p）未经校准实验室书面批准，不得部分复制校准证书的声明。

B2 校准证书校准结果参考格式

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 校准项目 | 校准结果 | 校准结果的扩展不确定度（*k*=2） |
| 温度设定值： 58℃ | 上偏差 |  |  |
| 下偏差 |  |
| 均匀度 |  |
| 波动度 |  |
| 流量示值误差 |  |  |
| 流量示值重复性 |  |
| 传感器示值误差(CO2) |  |  |  |
|  |  |
|  |  |
| 传感器示值误差(O2) |  |  |  |
|  |  |
|  |  |
| 传感器示值重复性(CO2) |  |  |
| 传感器示值重复性(O2) |  |  |
| 传感器响应时间(CO2) |  |  |
| 传感器响应时间(O2) |  |  |
| 上 层

|  |
| --- |
| 2143 |

门 | 中 层

|  |
| --- |
| O |

门传感器布点图 | 下 层

|  |
| --- |
| 5687 |

门 |

以下空白

# 附录 C

温度偏差测量结果的不确定度评定

1 概述

1.1评定依据：JJF1059.1《测量不确定度评定与表示》

1.2温度测量标准由温度传感器和数字温度显示仪表组成。按规范要求， 所有温度校准点

16 次温度测量中的实测最高或最低温度与设定温度值之差为该温湿度试验设备的温度上偏差或温度下偏差。

2 评定模型

2.1测量模型

Δ*t*max=*t*max-*t*s

式中：

Δ*t*max— 温度上偏差，℃；

*t*max— 各测量点规定时间内测量的最高温度，℃；

*t*s— 分析仪设定温度，℃。

2.2 灵敏系数

 c1 = ∂$∆t\_{max}$/∂$t\_{max}$=1

 c2 = ∂$∆t\_{max}$/∂*t*s=-1

3 标准不确定度来源

3.1 测量重复性引入的标准不确定度*u*1；

3.2 温度标准器分辨力引入的标准不确定度*u*2；

3.3 温度标准器量值溯源引入的标准不确定度*u*3；

3.4 温度标准器短期稳定性引入的不确定度*u*4；

4 标准不确定度的评定

4.1温度测量重复性引入的标准不确定度*u*1

生物降解分析仪的温度波动、控温不稳定性等均会导致被校低温保存箱示值与标准器测得的不重复，采用A类评定方法。

在 58℃校准点重复测量 10 次，读取 10 次最大值，结果参看表1

 表 1 温度测量结果 （单位为℃)

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 次数 | *t*max1 | *t*max2 | *t*max3 | *t*max4 | *t*max5 | *t*max6 | *t*max7 | *t*max8 | *t*max9 | *t*max10 |
| 测量值 | 58.33 | 58.75 | 59.12 | 58.67 | 58.39 | 58.78 | 59.13 | 58.68 | 58.77 | 59.05 |

用贝塞尔公式分别计算单次的实验标准差：

 *s*（x）=＝0.28℃；

实际测量中以单次测量值的平均值作为测量结果，则

*u*1= *s*（x）=0.28℃

4.2 温度标准器分辨力引入的标准不确定度*u*2的评定

温度标准器分辨力为0.01℃，采用B类评定方法，区间半宽a=0.005℃，服从均匀分布，置信因子*k* =$\sqrt{3}$，则*u*2= 0.005℃/$\sqrt{3}$≈0.003℃

4.3温度标准器量值溯源引入的标准不确定度*u*3

*u*3主要由温度采集仪量值传递引入，其测量不确定度为*U*=0.06℃（*k* = 2），*u*3= 0.06℃/2=0.03℃

4.2.2 标准器稳定性引入的标准不确定度分量*u*4

本标准器相邻两次校准温度修正值最大变化 0.10℃,假设按均匀分布，由此引入的标准不确定度分量*u*4=0.10/$\sqrt{3}$≈0.06℃

4.3 标准不确定度一览表见表C.1 所示。

表C.1标准不确定度一览表

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 符号 | 不确定度来源 | 标准不确定分量/℃ | 分布 |
| *u*1 | 温度测量重复性 | 0.28 | 正态 |
| *u*2 | 温度标准器分辨力 | 0.003 | 均匀 |
| *u*3 | 量值传递 | 0.03 | 正态 |
| *u*4 | 短期稳定性 | 0.06 | 均匀 |

5 合成标准不确定度的评定

以上各分量相互独立不相关，故合成标准不确定度为：

$$u\_{c}=\sqrt{\sum\_{i=1}^{4}u\_{i}^{2}}=0.29℃$$

6 扩展不确定度的评定

取包含因子*k*=2，则扩展不确定度为

$U=2×u\_{c}$=0.58℃≈0.6℃

# 附录 D

流量示值误差测量结果的不确定度评定

1 概述

1.1评定依据：JJF1059.1《测量不确定度评定与表示》

1.2按规范要求，将标准流量计与降解测试系统流量计的出口端相连，调整系统流量至设定值，重复测量不少于 3 次，计算流量误差。

2 评定模型

2.1测量模型

 $∆E\_{q}=\frac{q\_{0}−q\_{s}}{q\_{max}}×100\%$

3 灵敏系数

$c\_{1}=\frac{∂∆E\_{q}}{∂q\_{0}}=\frac{1}{q\_{max}}$

$c\_{2}=\frac{∂∆E\_{q}}{∂q\_{s}}=−\frac{1}{q\_{max}}$

4 标准不确定度分量

4.1 流量测量重复性引入的标准不确定度*u*1

选取一台流量计上限为 2000mL/min 的仪器进行校准。选取 300mL/min 流量校准点重

复测量 6 次， 记录数据。数据如表 D.1（单位为 mL/min）。

表 D.1 流量测量结果

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 次数 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
| 测量值 | 302.92 | 302.69 | 302.78 | 303.01 | 302.83 | 302.74 |

根据贝塞尔公式则计算出标准偏差*s*(q) = 0.12mL/min

实际测量 3 次，则引入的标准不确定度分量$u\_{1}=\frac{s(q)}{\sqrt{2}} $= 0.07 mL/min。

4.2标准器引入的标准不确定分量*u*2

标准器的准确定等级为0.5级，假设服从均匀分布，则标准器引入的标准不确定度分量*u*2 =$\frac{0.5\%}{\sqrt{3}}×302.83$ mL/min ≈0.88 mL/min

5 标准不确定度分量汇总表

标准不确定度分量汇总表见表 D.2。

表 D.2 标准不确定度分量汇总表

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 标准不确定度分量 | 不确定度来源 | 标准不确定度（mL/min） |
| *u1* | 流量测量重复性 | 0.07 |
| *u2* | 标准器准确度等级 | 0.88 |

6 合成标准不确定度

由于*u*1 、*u*2 相互独立，则合成标准不确定度*u*c

*u*c = $\sqrt{c\_{1}^{2}u\_{1}^{2}+c\_{2}^{2}u\_{2}^{2}}$ ≈0.05%

7 扩展不确定度

取包含因子*k* = 2 ,流量示值误差测量不确定度为：*U* = *k*×*u*c =2×0.05%

8 不确定度报告

流量示值误差校准结果的扩展不确定度： *U* = 0.1% *k* = 2

# 附录 E

二氧化碳浓度示值误差测量结果的不确定度评定

1 概述

按规范要求，依次通入一定浓度的氮中二氧化碳标准气体，待读数稳定后，记录系统显示值。重复测量 3 次，计算各浓度点示值误差。

2 测量模型

$ ∆E\_{A}=\frac{\overbar{A}−A\_{S}}{R}×100\%$

3 灵敏系数

$c\_{1}=\frac{∂∆E\_{A}}{∂\overbar{A}}=\frac{1}{R}$

$c\_{2}=\frac{∂∆E\_{A}}{∂\overbar{A}}=−\frac{1}{R}$

4 标准不确定度分量

4.1二氧化碳测量重复性引入的标准不确定度*u*1

选取一台二氧化碳浓度测量范围上限值为 50000μmol/mol 的系统进行校准。通入浓 度值为 25000μmol/mol 的氮中二氧化碳标准气体重复测量 6 次，记录数据。数据如表 E.1（单位为 μmol/mol）。

表 E.1 二氧化碳浓度值测量结果

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 次数 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
| 测量值 | 24896 | 24912 | 24900 | 24886 | 24925 | 24934 |

根据贝塞尔公式则计算出标准偏差s(A) =18.3μmol/mol

实际测量 3 次，则引入的标准不确定度分量$u\_{1}=\frac{s(A)}{\sqrt{3}} $= 10.6μmol/mol。

4.2标准器引入的标准不确定分量*u*2

氮中二氧化碳标准气体证书给出的不确定度为 *U*rel=1%，包含因子 *k*=2。则标准气体定值引入的标准不确定度分量*u*2 =$\frac{1\%}{2}×25000$μmol/mol =125μmol/mol

5 标准不确定度分量汇总表

标准不确定度分量汇总表见表 E.2。

表 E.2 标准不确定度分量汇总表

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 标准不确定度分量 | 不确定度来源 | 标准不确定度(μmol/mol ） |
| *u*1 | 二氧化碳测量重复性 | 10.6 |
| *u*2 | 标准气体浓度定值 | 125 |

6 合成标准不确定度

由于*u*1 、*u*2 相互独立，则合成标准不确定度*uc*

*u*c = $\sqrt{c\_{1}^{2}u\_{1}^{2}+c\_{2}^{2}u\_{2}^{2}}$≈0.25%

7 扩展不确定度

取包含因子*k* = 2 ,二氧化碳浓度示值误差测量不确定度为：*U*=*k* ×*uc* =2×0.25%

8 不确定度报告

二氧化碳浓度示值误差校准结果的扩展不确定度：*U*=0.5% *k* = 2

# 附录 F

氧传感器浓度示值误差测量不确定度评定示例

1 概述

按规范要求，依次通入一定浓度的氮中氧标准气体，待读数稳定后，记录系统显示值。重复测量 3 次，计算各浓度点示值误差。

2 测量模型

$$∆E\_{C}=\frac{\overbar{C}−C\_{S}}{R}=100\%$$

3 灵敏系数

$c\_{1}=\frac{∂∆E\_{C}}{∂\overbar{C}}=\frac{1}{R}$

$$c\_{2}=\frac{∂∆E\_{C}}{∂C\_{S}}=−\frac{1}{R}$$

4 标准不确定度分量

4.1 氧浓度测量重复性引入的标准不确定度*u*1

选取一台氧浓度测量范围上限值为 25%mol/mol 的系统进行校准。通入浓度约为 12.5%mol/mol 的氮中氧标准气体重复测量 6 次，记录数据。 数据如表 F.1（单位为

mol/mol）。

表F.1 氧浓度值测量结果

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 次数 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
| 测量值 | 12.7% | 12.7% | 12.7% | 12.7% | 12.6% | 12.6% |

根据贝塞尔公式则计算出标准偏差s(C) =0.052%mol/mol

实际测量 3 次，则引入的标准不确定度分量$u\_{1}=\frac{s(C)}{\sqrt{3}} $= 0.03%mol/mol。

4.2 标准器引入的标准不确定度分量*u*2

氮中氧标准气体证书给出的不确定度为 *U*rel=1%，包含因子*k*=3。则标准气体定值引入的标准不确定度分量$u\_{2}= \frac{1\%}{3}×12.5$%mol/mol=0.042% mol/mol。

5 标准不确定度分量汇总表

标准不确定度分量汇总表见表 F.2。

表 F.2 标准不确定度分量汇总表

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 标准不确定度分量 | 不确定度来源 | 标准不确定度（mol/mol ） |
| *u*1 | 氧浓度测量重复性 | 0.03% |
| *u*2 | 标准气体浓度定值 | 0.042% |

6 合成标准不确定度

由于*u*1 、*u*2 相互独立，则合成标准不确定度*uc*

 $u\_{c}=\sqrt{c\_{1}^{2}u\_{1}^{2}+c\_{2}^{2}u\_{2}^{2}}$≈0.21%

7 扩展不确定度

取包含因子*k* = 2 ,二氧化碳浓度示值误差测量不确定度为：*U*=*k*×*u*c =0.5%

8 不确定度报告

二氧化碳浓度示值误差校准结果的扩展不确定度： *U* = 0.5% *k* = 2

JJF（甘）XXXX-2024