工业分析仪校准规范

Calibration Specification for

Proximate Analyzer

JJF（鄂）36-2017

归口单位:湖北省质量技术监督局

起草单位:湖北省计量测试技术研究院

本规范由起草单位负责解释

本规范主要起草人:

孟盈（湖北省计量测试技术研究院）

朱泾（湖北省计量测试技术研究院）

李腾（湖北省计量测试技术研究院）

石曙光（湖北省计量测试技术研究院）

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 空气干燥基 ..... （1）
3.2 干燥基 ..... （1）
3.3 一般分析试验煤样水分 ..... （1）
3.4 灰分 ..... （1）
3.5 挥发分 ..... （2）
4 概述 ..... （2）
5 计量特性 ..... （2）
5.1 灰分及挥发分示值误差 ..... （2）
5.2 水分、灰分及挥发分重复性 ..... （2）
5.3 衡量装置计量特性 ..... （3）
6 校准条件 ..... （3）
6.1 环境条件 ..... （3）
6.2 砝码 ..... （3）
6.3 标准物质 ..... （4）
7 校准项目和校准方法 ..... （4）
7.1 灰分及挥发分示值误差 ..... （4）
7.2 水分、灰分及挥发分重复性 ..... （5）
7.3 衡量装置示值误差 ..... （5）
7.4 衡量装置重复性 ..... （5）
8 校准结果表达 ..... （6）
9 复校时间间隔 ..... （7）
附录 A（校准原始记录参考格式） ..... （8）
附录 B（校准证书（内页）参考格式） ..... （10）
附录 C（示值误差的不确定度评定示例） ..... （11）

引言

本规范以JJF 1071-2010《国家计量校准规范编写规则》、JJF 1001-2011《通用计量术语及定义》和JJF 1059.1-2012《测量不确定度评定与表示》的规定为依据进行编写。

本规范主要参考了国家标准GB/T 30732-2014《煤的工业分析方法仪器法》、GB/T 212-2008《煤的工业分析方法》、GB/T 29164-2012《煤炭成分分析和物理特性测量标准物质应用导则》和JJG 1036-2008《电子天平检定规程》的有关校准方法和技术指标。附录A、B、C均为资料性附录。

本规范为首次制定。

工业分析仪校准规范

1 范围

本规范适用于煤的自动工业分析仪的校准，包括水分、灰分、挥发分项目的校准，对于其他项目或非自动的工业分析系统的校准，可参照本规范执行。

2 引用文件

本规范引用了下列文件：

JJG 1036-2008 电子天平检定规程

GB/T 212-2008 煤的工业分析方法

GB/T 3715-2007 煤质及煤分析有关术语

GB/T 29164-2012 煤炭成分分析和物理特性测量标准物质应用导则

GB/T 30732-2014 煤的工业分析方法仪器法

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 术语和计量单位

3.1 空气干燥基（ad）air dried basis

与空气湿度达到平衡状态的煤为基准。

3.2 干燥基（d）dry basis

即干基，以假象无水状态的煤为基准。

3.3 一般分析试验煤样水分（M_{ad}）moisture in the general analysis test sample

即空气干燥煤样水分，在规定条件下测定的一般分析煤样水分，单位以所占一般分析试验煤样的质量分数（%）表示。

3.4 灰分（A）ash

煤样在规定条件下完全燃烧后所得的残留物，单位以所占规定状态煤样的质量分数（%）表示。

3.5 挥发分（V）volatile matter

煤样在规定条件下隔绝空气加热，并进行水分校正后的质量损失，单位以所占规定状态煤样的质量分数（%）表示。

4 概述

煤的工业分析指水分、灰分、挥发分、固定碳四个项目分析的总称。工业分析仪（下称仪器）采用热重分析法，在规定的条件下称量受热过程中的试样质量，从而测定煤等有机物中的灰分和挥发分等含量，固定碳由测得的灰分、挥发分和水分计算得出。其主要特点是整个测试过程由计算机控制自动完成。仪器由加热装置、称量装置、数据采集处理系统组成。该仪器是常用的煤炭化验设备之一。

5 计量特性

5.1 灰分及挥发分示值误差

灰分及挥发分示值误差用干燥基示值误差表征，计量性能指标见表1。

5.2 水分、灰分及挥发分重复性

水分、灰分及挥发分重复性用空气干燥基重复性表征，计量性能指标见表1。

表1 工业分析仪的示值误差及重复性指标

校准项目	计量性能指标		
	灰分质量分数（%）		
	<15.0	15.0~30.0	>30.0
灰分(A_d)示值误差（%）	±0.50	±0.70	±1.00
灰分(A_{ad})重复性（%）	0.16	0.24	0.40
	挥发分质量分数（%）		
	<20.0	20.0~40.0	>40.0
挥发分(V_d)示值误差（%）	±0.80	±1.00	±1.40
挥发分(V_{ad})重复性（%）	0.24	0.40	0.64
	水分质量分数（%）		

	<5.0	5.0~10.0	>10.0
水分(M_{ad})重复性（%）	0.16	0.24	0.32

5.3 衡量装置计量特性

5.3.1 分度值（d）

指相邻两个示值之差，应不超过 0.1mg。

5.3.2 衡量装置示值误差

加载或卸载时各载荷点的示值误差应不超过表 2 中技术要求。

5.3.3 衡量装置重复性

同一载荷多次称量间的极差值为重复性，应不超过表 2 中相应载荷示值误差技术要求的绝对值。

表 2 工业分析仪衡量装置的技术要求

载荷 m（以分度值 d 表示）	衡量装置示值误差
$0 \leq m \leq 5\times10^5$	不超过±5d
$5\times10^5 < m \leq 2\times10^6$	不超过±10d
$2\times10^6 < m$	不超过±15d

注：以上指标不是用于合格性判别，仅供参考。

6 校准条件

6.1 环境条件

6.1.1 仪器工作环境应整洁，无烟尘、扬尘存在；应无强磁场、振动源与腐蚀性气体存在。

6.1.2 环境温度：（5~35）℃。

6.1.3 相对湿度：≤85%。

6.1.4 电源：电压（220±22）V；频率（50±1）Hz；动力电源配线应符合仪器最大功率的使用要求。

6.2 砝码：其扩展不确定度（k=2）不得大于被校衡量装置在该载荷下最大允许误差绝对值的1/3，磁性应符合JJG 99-2006《砝码》检定规程中规定的相应要求，

并经检定合格。

6.3 标准物质：采用国家计量行政部门批准的有证一级标物：煤物理特性和化学成分分析标准物质。标准物质应始终置于密闭的容器中，保存在阴凉干燥处。称取标准物质前应充分混匀样品，称完应立即盖紧容器盖，避免标准物质氧化和水分的显著变化。每次称取的样品量应符合标准物质证书及被校仪器说明书上的取样量要求。

7 校准项目和校准方法

7.1 灰分及挥发分示值误差

在预先干燥至质量恒定的坩埚中，称取质量符合测量要求的煤标准物质，均匀地摊平并准确称量。按仪器相应程序对干基灰分和干基挥发分分别进行测量，样品放置位置应尽量均匀分布于仪器的测试盘架中，连续进行 3 次测量，计算平均值，按公式（1）~（3）计算仪器灰分和挥发分的示值误差。

$$X_{ad}=\frac{m_x}{m_0}\times 100 \tag{1}$$

式中：

X_{ad}——空气干燥基水分、灰分或挥发分的质量分数，%；

m_x——标准物质中水分、灰分或挥发分的质量，g；

m_0——称取的标准物质的质量，g。

$$X_d=\frac{X_{ad}}{100-M_{ad}}\times 100 \tag{2}$$

式中：

X_d——干燥基灰分或挥发分的质量分数，%；

M_{ad}——空气干燥基水分的质量分数，%。

$$\Delta X=\overline{X_d}-X_s \tag{3}$$

式中：

ΔX——灰分或挥发分示值误差，%；

$\overline{X_d}$——n 次测量的干燥基灰分或挥发分的质量分数平均值，%；

X_s——标准物质的标准值，%。

7.2 水分、灰分及挥发分重复性

在预先干燥至质量恒定的坩埚中，称取质量符合测量要求的煤标准物质，均匀地摊平并准确称量。按仪器相应程序对空干基水分、空干基灰分和空干基挥发分分别进行测量，样品放置位置应尽量均匀分布于仪器的测试盘架中，连续重复测量6次，记录测量值，按公式（4）计算标准偏差，即为水分、灰分及挥发分重复性。

$$s=\sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n}\left(X_{ad\,i}-\overline{X_{ad}}\right)^2}{n-1}} \tag{4}$$

式中：

s——标准偏差，%；

n——测量次数；

$X_{ad\,i}$—— 第i次测量的空气干燥基水分、灰分或挥发分的质量分数，%；

$\overline{X_{ad}}$——n 次测量的空气干燥基水分、灰分或挥发分的质量分数平均值，%。

7.3 衡量装置示值误差

在承载支架中心放置砝码。测试时，载荷应从零载荷开始，逐渐地往上加载，直至加到天平的最大秤量，然后逐渐的卸下载荷，直到零载荷为止。载荷点由校准人员视具体情况选取，建议包括下述载荷点：空载、最小称量、仪器常用载荷点、示值误差转换点所对应的载荷（或接近示值误差转变点）、最大秤量。衡量装置示值与砝码标称值之差即为该载荷点的示值误差，按公式（5）计算。

$$E=I-L \tag{5}$$

式中：

E——衡量装置示值误差，g；

I——衡量装置示值，g；

L——砝码标称值，g。

7.4 衡量装置重复性

选取仪器常用载荷点对应的标准砝码，在仪器衡量装置上连续测量6次，测

量中每次加载前可置零。相同载荷多次测量结果的最大值与最小值之差即为衡量装置重复性，按公式（6）计算。

$$I_s = I_{\max} - I_{\min} \tag{6}$$

式中：

I_s——衡量装置重复性，g；

$I_{\max}$——多次测量结果的最大值，g；

$I_{\min}$——多次测量结果的最小值，g。

8 校准结果表达

按本规范进行校准，校准结果在校准证书上反映，原始数据格式见附录A。校准证书应包括以下信息：

a）标题："校准证书"；

b）实验室名称和地址；

c）进行校准的地点；

d）证书的唯一性标识（如证书编号）、页码及总页数的标识；

e）客户的名称和地址；

f）被校对象的描述和明确标识（如型号、编号及制造单位）；

g）校准日期，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，包括名称和代号；

j）校准所用测量标准的溯源性及有效性说明（如本次校准所用主要测量设备的名称、型号、编号、准确度等级或不确定度或最大允许误差、证书编号及有效期）；

k）校准环境的描述；

l）校准结果及其测量不确定度的说明（不确定度评定方法参照附录C，证书内页格式参照附录B）；

m）对校准规范偏离的说明（若有）；

n）校准证书签发人的签名、职务或等效标识；

o）校准结果仅对被校对象有效的声明；

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/158033052073006042