

# 河北省地方计量技术规范

JJF (冀) XXXX—202X

## 氧弹测灰仪校准规范

Calibration Specification for Bomb Ash Meters

(报批稿)

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—XX—XX 实施

河北省市场监督管理局 发布



# 氧弹测灰仪校准规范

Calibration Specification for Bomb Ash Meters

JJF(冀)XXX—XXXX

归口单位：河北省市场监督管理局

主要起草单位：河北省产品质量监督检验研究院

河北省计量监督检测研究院

河北省产品质量安全检测技术中心

参加起草单位：中国矿业大学

本规范委托河北省产品质量监督检验研究院负责解释



本规范主要起草人:

刘 婧 (河北省产品质量监督检验研究院)

刘佩侨 (河北省计量监督检测研究院)

李雪丹 (河北省产品质量安全检测技术中心)

参加起草人:

武建伟 (河北省产品质量监督检验研究院)

张 洪 (中国矿业大学)

李 璐 (河北省产品质量监督检验研究院)

卢清梅 (河北省产品质量监督检验研究院)



# 目录

引 言.....	(II)
1 范围.....	(1)
2 概述.....	(1)
3 计量特性.....	(1)
4 校准条件.....	(2)
4.1 环境条件.....	(2)
4.2 测量标准及其他设备.....	(2)
5 校准项目及校准方法.....	(2)
5.1 校准前准备.....	(2)
5.2 称量示值误差和称量重复性.....	(2)
5.3 灰分示值误差和灰分重复性.....	(3)
6 校准结果表达.....	(3)
7 复校时间间隔.....	(4)
附录 A 称量示值误差不确定度评定示例.....	(5)
附录 B 灰分示值误差不确定度评定示例.....	(8)
附录 C 氧弹测灰仪校准原始记录参考格式.....	(11)
附录 D 校准证书(内页)参考格式.....	(12)

# 引 言

JJF 1001—2011《通用计量术语及定义》、JJF 1059.1—2012《测量不确定度评定与表示》和 JJF 1071—2010《国家计量校准规范编写规则》共同构成支撑本规范的基础性系列标准。

本规范参考了 JJG 1036—2022《电子天平》国家计量检定规程、JJG 1140—2017《工业分析仪》国家计量检定规程、DB13/T 5661—2023《煤中灰分快速测定方法 氧弹法》河北省地方标准等技术内容。

本规范为首次发布。



# 氧弹测灰仪校准规范

## 1 范围

本规范适用于基于氧弹法快速检测煤中灰分的氧弹测灰仪的校准。

## 2 概述

氧弹测灰仪（以下简称测灰仪）是用于煤中灰分检测的仪器。基本原理是把一定量的煤样放在充有一定压力氧气的特制氧弹中燃烧，以残留物的质量占煤样质量的质量分数计算煤样的灰分，以实现煤中灰分指标的快速检测。

测灰仪主要由称量系统、燃烧系统（氧弹）、控制和测试系统等组成，结构示意图，见图 1。

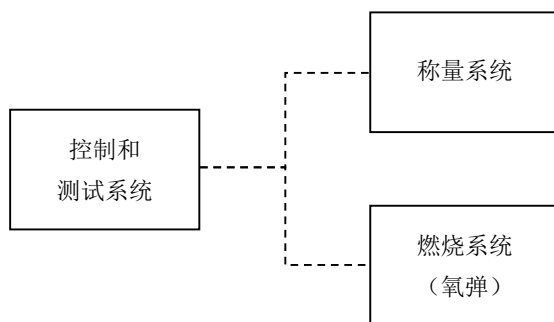


图 1 测灰仪结构示意图

## 3 计量特性

测灰仪计量特性应满足表 1 要求。

表 1 计量性能要求

计量性能	技术要求
称量示值误差	不超过 $\pm 1.0$ mg
称量重复性	$\leq 1.0$ mg
灰分示值误差	不超过 $\pm 0.90\%$
灰分重复性	$\leq 0.45\%$
注：以上指标不用于符合性判定，仅供参考。	

## 4 校准条件

### 4.1 环境条件

4.1.1 温度：(5~35)℃；

4.1.2 相对湿度：≤85%；

4.1.3 供应电源：AC (220±22) V。

4.1.4 周围无强烈振动，无强电和磁场干扰，无腐蚀气体存在。

### 4.2 测量标准及其他设备

#### 4.2.1 国家标准物质

采用国家有证标准物质“煤物理特性和化学成分分析标准物质”，灰分扩展不确定度不大于 0.30%， $k=2$ 。

4.2.2 砝码：不低于 F<sub>1</sub> 等级。

## 5 校准项目及校准方法

### 5.1 校准前准备

按照说明书的要求调整，达到正常工作状态。

### 5.2 称量示值误差和称量重复性

使用 1g、5g 和 10g 砝码对测灰仪进行校准，重复 6 次测量，计算算术平均值，按照式 (1) 和式 (2) 计算称量示值误差和称量重复性。

$$\Delta m = \bar{m} - m \quad (1)$$

式中：

$\Delta m$ —称量示值误差，g；

$\bar{m}$ —3 次称量质量的算术平均值，g；

$m$ —砝码的标准值，g。

$$L_m = m_{\max} - m_{\min} \quad (2)$$

式中：

$L_m$ —称量重复性，g；

$m_{\max}$ —称量示值最大值，g；

$m_{\min}$ —称量示值最小值，g。

### 5.3 灰分示值误差和灰分重复性

选取灰分约 10%、20% 和 30% 的煤物理特性和化学成分分析标准物质，重复测定 6 次，计算算术平均值。按照公式 (3) 和 (4) 计算灰分示值误差和灰分重复性。

$$\Delta x = \bar{x} - x \quad (3)$$

式中：

$\Delta x$ —灰分示值误差，%；

$\bar{x}$ —6 次测得值的算术平均值，%；

$x$ —标准物质的标准值，%。

$$\delta = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n - 1}} \quad (4)$$

式中：

$\delta$ —灰分重复性，%；

$x_i$ —第  $i$  次测量结果，%；

$n$ —测量次数， $n=6$ 。

## 6 校准结果表达

校准结果应在校准证书上反映。校准证书应至少包括以下信息：

- a) 标题，“校准证书”；
- b) 实验室名称和地址；
- c) 进行校准的地点（如果与实验室的地址不同）；
- d) 证书或报告的唯一性标识（如编号），每页及总页数的标识；
- e) 客户的名称和地址；
- f) 被校对象的描述和明确标识；
- 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) 校准结果及其测量不确定度的说明;
- m) 对校准规范偏离的说明;
- n) 校准证书签发人的签名、职务或等效标识以及签发日期;
- o) 校准结果仅对被校对象有效的声明;
- p) 未经实验室书面批准, 不得部分复制证书的声明。

## 7 复校时间间隔

建议复校时间间隔为 1 年。

由于复校时间间隔的长短是由测灰仪的使用情况、使用者、测灰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。

## 附录 A

## 称量示值误差不确定度评定示例

## A.1 概述

A.1.1 环境条件：温度：(5~35) °C；相对湿度：≤85%。

A.1.2 测量标准：F<sub>1</sub> 等级砝码，1 g，MPE：±0.10 mg。

A.1.3 被测对象：氧弹测灰仪的称量装置（电子天平）。

A.1.4 测量过程：用电子天平称量标准砝码，重复测量 6 次，其读数的算术平均值与砝码的标称值进行比较，即为氧弹测灰仪的称量示值误差。

## A.2 测量模型

$$\Delta m = \bar{m} - m \quad (\text{A.1})$$

式中：

$\Delta m$ —称量示值误差，g；

$\bar{m}$ —6 次称量结果的平均值，g；

$m$ —砝码的标准值，g。

## A.3 方差与灵敏系数

根据不确定度传播率：

$$u_c^2(\Delta m) = c^2(\bar{m})u^2(\bar{m}) + c^2(m)u^2(m) \quad (\text{A.2})$$

公式 (A.2) 中各输入量互不相关，则灵敏系数：

$$c(\bar{m}) = \frac{\partial \Delta m}{\partial \bar{m}} = 1$$

$$c(m) = \frac{\partial \Delta m}{\partial m} = -1$$

## A.4 标准不确定度分量

## A.4.1 测灰仪重复性引入的不确定度

天平称量的重复性，用 1 g 砝码重复测量 10 次，测量值如表 D.1 所示。

表 A.1 重复性试验数据

序号	测量值/g
1	0.9999
2	1.0000
3	0.9999
4	0.9999
5	1.0000
6	1.0000
7	1.0001
8	1.0000
9	1.0001
10	1.0000
平均值	0.99999
实验标准偏差 $s$	0.000074

实际校准时重复测量 6 次，取平均值作为测量值，则测量值的不确定度

$$u_1(\bar{m}) = \frac{s}{\sqrt{6}} = \frac{0.000074}{\sqrt{6}} = 0.000031 \text{ g}$$

#### A.4.2 测灰仪分辨力引入的不确定度

电子天平的分辨力为 0.0001 g，引入的不确定度为：

$$u_2(\bar{m}) = \frac{0.0001}{2\sqrt{3}} = 0.000029 \text{ g}$$

由于重复性引入的不确定度分量大于分辨力引入的不确定度分量，依据 JJF1033—2023 中 C.1.4，则分辨力引入的不确定度分量可以忽略。

#### A.4.3 标准砝码引入的不确定度

F<sub>1</sub> 等级的 1 g 砝码最大允许误差为±0.10 mg，按均匀分布，则：

$$u(m) = \frac{0.10}{\sqrt{3}} = 0.000058 \text{ g}$$

#### A.5 标准不确定度汇总表

输入量的标准不确定度汇总表如表 D.2 所示。

表 A.2 不确定度分量一览表

不确定度来源	灵敏系数 $c_i$	标准不确定度值 $u(x_i)$
测量重复性引入的不确定度 $u_1(\bar{m})$	1	0.000031 g
标准砝码引入不确定度 $u(m)$	-1	0.000058 g

A.6 合成标准不确定度:

$$u_c(\Delta m) = \sqrt{c^2(\bar{m})u_1^2(\bar{m}) + c^2(m)u^2(m)}$$

$$= 0.0001 \text{ g}$$

A.7 扩展不确定度

取扩展因子  $k=2$ , 则扩展不确定度  $U=k \times u_c(\Delta m)=2 \times 0.0001=0.0002 \text{ g}$ , 即 1 g

砝码称量示值误差测量结果的不确定度为:

$$U=0.0002 \text{ g}, k=2$$

## 附录 B

## 灰分示值误差不确定度评定示例

## B.1 概述

B.1.1 环境条件：温度：(5~35) °C；相对湿度：≤85%。

B.1.2 测量标准：煤物理特性和化学成分分析标准物质。

灰分：34.50%， $U=0.25\%$ ， $k=2$ 。

B.1.3 被测对象：氧弹测灰仪。

B.1.4 测量过程：对煤标准物质重复测定 6 次，其读数的算术平均值与煤物理特性和化学成分分析标准物质的标称值进行比较，即为氧弹测灰仪的灰分示值误差。

## B.2 测量模型

$$\Delta x = \bar{x} - x \quad (\text{B.1})$$

式中：

$\Delta x$ —灰分示值误差，%；

$\bar{x}$ —6 次测得值的平均值，%；

$x$ —标准物质的标准值，%。

## B.3 方差与灵敏系数

根据不确定度传播率：

$$u_c^2(\Delta x) = c^2(\bar{x})u^2(\bar{x}) + c^2(x)u^2(x) \quad (\text{B.2})$$

公式 (B.2) 中各输入量互不相关，则灵敏系数：

$$c(\bar{x}) = \frac{\partial \Delta x}{\partial \bar{x}} = 1$$

$$c(x) = \frac{\partial \Delta x}{\partial x} = -1$$

## B.4 标准不确定度分量

## B.4.1 测灰仪重复性引入的不确定度

用 34.50% 的标准物质重复测量 10 次，测量值如表 B.1 所示。



表 B.1 重复性试验数据

序号	测量值/%
1	34.53
2	34.85
3	34.79
4	34.86
5	34.89
6	34.87
7	34.85
8	34.80
9	34.59
10	34.63
平均值	34.765
实验标准偏差 $s$	0.132

实际校准时重复测量 6 次，取平均值作为测量值，则测量值的不确定度

$$u_1(\bar{x}) = \frac{s}{\sqrt{6}} = \frac{0.132}{\sqrt{6}} = 0.0539\%$$

#### B.4.2 测灰仪分辨力引入的不确定度

测灰仪分辨力为 0.01%，引入的不确定度为：

$$u_2(\bar{x}) = \frac{0.01}{2\sqrt{3}} = 0.00289\%$$

由于重复性引入的不确定度分量大于分辨力引入的不确定度分量，依据 JJF1033—2023 中 C.1.4，则分辨力引入的不确定度分量可以忽略。

#### B.4.3 标准物质引入的不确定度

由标准物质证书可知：  $U=0.25\%$ ，  $k=2$ ， 则：

$$u(x) = \frac{0.25\%}{2} = 0.125\%$$

#### B.5 标准不确定度汇总表

输入量的标准不确定度汇总表如表 B.2 所示。

表 B.2 不确定度分量一览表

不确定度来源	灵敏系数 $c_i$	标准不确定度值 $u(x_i)$
测量重复性引入的不确定度 $u_1(\bar{x})$	1	0.0539%
标准物质引入不确定度 $u(x)$	-1	0.125%

B.6 合成标准不确定度:

$$u_c(\Delta x) = \sqrt{c^2(\bar{x})u_1^2(\bar{x}) + c^2(x)u^2(x)}$$

$$= 0.14\%$$

B.7 扩展不确定度

取扩展因子  $k=2$ ，则扩展不确定度  $U=k \times u_c(\Delta x) = 2 \times 0.14\% = 0.28\%$ ，即灰分为 34.50% 的灰分示值误差测量结果的不确定度为:

$$U=0.28\%, k=2$$

## 附录 C

## 氧弹测灰仪校准原始记录参考格式

客户名称				证书编号	
客户地址				温度	℃
仪器名称		仪器型号		相对湿度	%
生产厂家		仪器编号			
校准地点					
校准依据					

仪器名称	型号规格	测量范围	不确定度/准确度等级/最大允许误差	证书编号	有效期至	上级溯源机构名称

## 1. 称量示值误差和称量重复性

砝码 标准值/g	测量值/g							称量示值 误差/mg	称量重 复性/mg
	1	2	3	4	5	6	平均值		

称量示值误差测量结果的不确定度：\_\_\_\_\_

## 2. 灰分示值误差和灰分重复性

标准值/%			
测量值/%			
平均值/%			
灰分示值误差/%			
灰分重复性/%			

灰分示值误差测量结果的不确定度：\_\_\_\_\_

校准员：\_\_\_\_\_ 核验员：\_\_\_\_\_ 校准日期：\_\_\_\_\_

## 附录 D

## 校准证书 (内页) 参考格式

校准项目		校准结果		
称量	标准值/g			
	示值误差/g			
	重复性/g			
	示值误差 不确定度			
灰分	标准值/%			
	示值误差/%			
	重复性/%			
	示值误差 不确定度			