

JJF

中华人民共和国国家计量技术规范

JJF XXXX-XXXX

氧指数测定仪校准规范

Calibration Specification for Oxygen Index Meter

(征求意见稿)

XXXX-XX-XX 发布

XXXX-XX-XX 实施

国家市场监督管理总局 发布

氧指数测定仪校准规范

Calibration Specification for Oxygen

Index Meter

JJFxxxx-xxxx

归口单位：全国环境化学计量技术委员会

主要起草单位：重庆市计量质量检测研究院

贵州省计量测试院

甘肃省计量研究院

参加起草单位：山东恒量测试科技有限公司

江苏天惠试验机械有限公司

本规范委托全国环境化学计量技术委员会负责解释

本规范主要起草人：

王耀弘	重庆市计量质量检测研究院
宋海龙	重庆市计量质量检测研究院
闵世俊	贵州省计量测试院
施力予	甘肃省计量研究院
冯 黎	重庆市计量质量检测研究院

参加起草人：

岳宗龙	山东恒量测试科技有限公司
李顺清	江苏天惠试验机械有限公司

目 录

引言	(II)
1 范围	(1)
2 概述	(1)
3 计量特性	(1)
3.1 气流稳定性	(1)
3.2 流量示值误差	(1)
3.3 压力示值误差	(1)
3.4 氧浓度示值误差	(1)
3.5 氧指数测量误差	(1)
3.6 氧指数测量重复性	(1)
4 校准条件	(1)
4.1 环境条件	(1)
4.2 校准用计量器具及配套设备	(2)
5 校准项目和校准方法	(2)
5.1 气流稳定性	(2)
5.2 流量示值误差	(2)
5.3 压力示值误差	(3)
5.4 氧浓度示值误差	(3)
5.5 氧指数测量误差	(3)
5.6 氧指数测量重复性	(4)
6 校准结果表达	(4)
7 复校时间间隔	(5)
附录 A 氧指数测定仪校准记录	(6)
附录 B 证书内页格式	(7)
附录 C 氧指数测定仪氧指数测量误差的测量不确定度评定示例	(8)

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》编写。

本规范的制定参考了GB/T 2406.1-2008《塑料 用氧指数法测定燃烧行为 第1部分：导则》、GB/T 2406.2-2008《塑料 用氧指数法测定燃烧行为 第2部分：室温试验等技术法规》、GB/T 5454-1997《纺织品 燃烧性能试验 氧指数法》、GB/T 8924-2005《纤维增强塑料燃烧性能试验方法 氧指数法》、JJG 257-2007《浮子流量计》及JJG 52-2013《弹性元件式一般压力表、压力真空表和真空表》等。

本规范为首次发布。

氧指数测定仪校准规

1 范围

本规范适用于基于燃烧法测量原理的氧指数测定仪的校准。

2 概述

氧指数测定仪（以下简称仪器）是指测定纺织品、塑料、纸张等产品在燃烧过程中所需最低氧浓度（体积百分比）的仪器。其工作原理是通过在不同氧浓度中一系列试样的试验，根据其燃烧特性（燃烧时间或损毁长度）测定维持燃烧时的最低氧浓度值（百分含量表示）。氧指数测定仪主要由试样夹、燃烧筒、流量计、气源以及控制系统构成。

3 计量特性

3.1 气流稳定性

气流稳定性不超过 5%。

3.2 流量示值误差

流量示值误差不超过 $\pm 2.5\%FS$ 。

3.3 压力示值误差

压力示值误差不超过 $\pm 2.5\%FS$ 。

3.4 氧浓度示值误差

氧浓度示值误差不超过 $\pm 0.5\%$ 。

3.5 氧指数测量误差

3.5.1 氧指数为 20% 以下时，氧指数测量最大允许误差不超过 $\pm 2\%$ 。

3.5.2 氧指数为 20%~35% 时，氧指数测量最大允许误差不超过 $\pm 4\%$ 。

3.5.3 氧指数为 35% 以上时，氧指数测量最大允许误差不超过 $\pm 5\%$ 。

3.6 氧指数测量重复性

氧指数测量重复性不超过 3%。

注：以上各项指标不适用于合格性判别，仅作参考。

4 校准条件

4.1 环境条件

4.1.1 环境温度：（23±2）℃。

4.1.2 相对湿度：45%~65%。

4.2 测量标准及其他设备

4.2.1 标准流量计：测量范围为（1.5~15）L/min，准确度等级不低于1级。

4.2.2 标准压力表：测量范围为（0~0.25）MPa，准确度等级不低于0.5级。

4.2.3 氮中氧气体标准物质：氧浓度约为18%，25%，35%，其定值的相对扩展不确定度不大于1%（ $k=2$ ）。

4.2.4 氧指数标准物质，氧指数为35%以下时，其定值的相对扩展不确定度不大于3%（ $k=2$ ）；氧指数为35%以上时，其定值的相对扩展不确定度不大于4%（ $k=2$ ）。

5 校准项目和校准方法

5.1 气流稳定性

通过连接管将标准流量计串联入气路，具体如图1所示。



图1 标准流量计连接示意图

启动电源，根据操作说明书要求预热仪器。打开气源开关，调节气流总流量约为10L/min，待流量稳定后读取标准流量计示值，每间隔1min重复读数，共读数7次，按公式（1）计算气流稳定性 ΔL 。

$$\Delta L = \frac{L_{max} - L_{min}}{\bar{L}} \quad (1)$$

式中：

ΔL ——气流稳定性，%；

L_{max} ——7次读数中的最大值，L/min；

L_{min} ——7次读数中的最小值，L/min；

\bar{L} ——7次读数的算术平均值，L/min。

5.2 流量示值误差

按照图 1 所示，将标准流量计串联入气路。仪器开机，根据操作说明书要求预热仪器。关闭氧气气源，打开氮气气源开关，调节气体总流量至 8L/min，待被检流量计读数稳定后重复测量 3 次，取其算术平均值作为流量测得值，按公式（2）计算流量示值误差。按上述方法，再依次调节气体总流量至 10L/min、12L/min，计算流量示值误差。取绝对值最大的 ΔQ 为流量示值误差。

$$\Delta Q = \frac{\bar{Q} - Q}{Q_N} \quad (2)$$

式中：

ΔQ ——流量示值误差，%FS；

\bar{Q} ——被检流量计 3 次测量的算术平均值，L/min；

Q ——标准流量计示值，L/min；

Q_N ——被检流量计满量程，L/min。

5.3 压力示值误差

将标准压力表连接至被检仪器，连接示意如图 2 所示，连接处应密封不漏气。

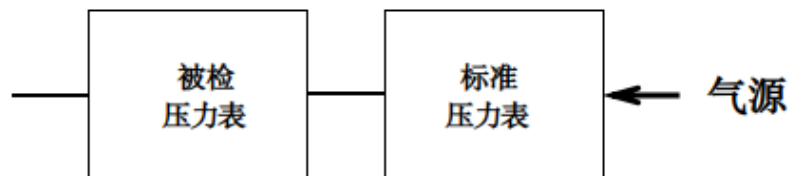


图 2 标准压力计连接示意图

仪器开机，打开气源，调节气源减压阀至标准压力表示值为 0.05MPa，待读数稳定后重复测量 3 次，取其算术平均值作为压力测得值，按公式（3）计算压力示值误差 ΔP 。按此方法再依次调节气源减压阀至标准压力表示值为 0.1MPa、0.15MPa。取绝对值最大的 ΔP 为压力示值误差。

$$\Delta P = \frac{\bar{P} - P}{P_N} \quad (3)$$

式中：

ΔP ——压力示值误差，%FS；

\bar{P} ——被检压力表 3 次测量算术平均值，MPa；

P ——标准压力表示值，MPa；

P_N ——被检压力表满量程，MPa。

5.4 氧浓度示值误差

仪器开机，根据操作说明书要求预热仪器。按照从低浓度点至高浓度点的顺序，在规定流量下将已知浓度的氮中氧气体标准物质通入仪器，待仪器氧浓度示值稳定后读数，每个点重复测量 3 次，取其算术平均值作为仪器的氧浓度测得值，按公式（4）计算氧浓度示值误差 ΔA ，取绝对值最大的 ΔA 为仪器的氧浓度示值误差。

$$\Delta A = \bar{A} - A \quad (4)$$

式中：

- ΔA —— 氧传感器的示值误差，%；
- \bar{A} —— 3 次测量的算术平均值，%；
- A —— 氧气标准物质参考值，%。

5.5 氧指数测量误差

仪器开机，待预热完毕后分别选取氧指数为 25%以下、氧指数为 25%~35%及氧指数为 35%以上的三种标准物质，分别测量其氧指数，重复测量 3 次，取其算术平均值作为仪器的氧指数测得值，按公式（5）计算仪器的氧指数测量误差 ΔOI 。

$$\Delta OI = \bar{OI} - OI_s \quad (5)$$

式中：

- ΔOI —— 氧指数测量误差，%；
- \bar{OI} —— 3 次测量的算术平均值，%；
- OI_s —— 氧指数标准物质的参考值，%。

5.6 氧指数测量重复性

仪器调至正常工作状态后，选取氧指数为 20%~35%的标准物质进行连续重复 7 次测量，按公式（6）计算其测量结果的相对标准偏差，即为氧指数测量重复性。

$$s_r = \frac{1}{\bar{OI}} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^7 (\bar{OI} - OI_i)^2}{6}} \times 100\% \quad (6)$$

式中：

- s_r —— 氧指数测量重复性，%；

OI_i ——第*i*次测得值，%；

\bar{OI} ——7次测量的算术平均值，%。

6 校准结果表达

校准结果应在校准证书或校准报告上反映，校准证书或报告至少包括以下信息：

- a) 标题，如“校准证书”或“校准报告”；
- 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) 送校单位的名称和地址；
- 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受日期；
- 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，包括名称及编号；
- 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

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 12 个月。如果对仪器的检测数据有怀疑或仪器更换主要部件及修理后应对仪器重新校准。

附录 A

氧指数测定仪校准原始记录格式

送校单位：_____ 证书编号：_____ 仪器型号：_____

仪器编号：_____ 仪器名称：_____ 制造厂商：_____

校准环境温度：_____ °C 相对湿度：_____ 校准地点：_____

校准依据：_____ 校准用标准装置：_____

1、气流稳定性

测量次数	1	2	3	4	5	6	7	稳定性 (%)
测量值 (L/min)								

2、流量示值误差

标准流量计示值 (L/min)	被校流量计示值 (L/min)			平均值 (L/min)	示值误差 (%FS)
	1	2	3		

3、压力示值误差

标准压力表示值 (MPa)	被校压力表示值 (MPa)			平均值 (MPa)	示值误差 (%FS)
	1	2	3		

4、氧浓度示值误差

参考值 (%)	示值 (%)			平均值 (%)	示值误差 (%)
	1	2	3		

5、氧指数测量误差

参考值 (%)	测量值 (%)			平均值 (%)	测量误差 (%)
	1	2	3		

6、氧指数测量重复性

参考值 (%)	测量值 (%)							重复性 (%)
	1	2	3	4	5	6	7	

JJF XXX-XXXX

--	--	--	--	--	--	--	--	--

校准员： _____

核验员： _____

日期： _____

附录 B

校准证书内页格式

校准结果

- 1、气流稳定性： _____
- 2、流量示值误差： _____
- 3、压力示值误差： _____
- 4、氧浓度示值误差： _____
- 5、氧指数测量误差： _____
- 6、氧指数测量重复性： _____

—— 以下空白 ——

附录 C

氧指数测定仪氧指数测量误差的测量不确定度评定示例

C.1 概述

C.1.1 环境条件：符合本校准规范规定的环境条件。

C.1.2 测量标准：PMMA 氧指数标准物质，氧指数 18.4%， $U_{\text{rel}}=2\%$ ， $k=2$ ；软质 PVC 氧指数标准物质，氧指数 23.3%， $U_{\text{rel}}=3\%$ ， $k=2$ ；硬质 PVC 氧指数标准物质，氧指数 44.3%， $U_{\text{rel}}=4\%$ ， $k=2$ 。

C.1.3 被校对象：氧指数测定仪。

C.1.4 测量方法：按本校准规范对仪器氧指数测量误差进行校准，先用氧指数标准物质对被校仪器进行测试，然后将被校仪器的测试值与标准物质的参考值进行比较，从而计算氧指数测定仪的示值误差。

C.2 测量模型

$$\Delta OI = \overline{OI} - OI_s \quad (\text{C.1})$$

式中：

ΔOI ——氧指数测量误差，%；

\overline{OI} ——3 次测量的算术平均值，%；

OI_s ——氧指数标准物质的参考值，%。

C.3 不确定度来源

C.3.1 氧指数标准物质的定值引入的不确定度。

C.3.2 测量重复性引入的不确定度。

C.4 标准不确定度评定

C.4.1 本示例选用的氧指数标准物质有：PMMA 氧指数标准物质，氧指数为 18.4%， $U_{\text{rel}}=2$ ， $k=2$ ；软质 PVC 氧指数标准物质，氧指数 23.3%， $U_{\text{rel}}=3$ ， $k=2$ ；硬质 PVC 氧指数标准物质，氧指数 44.3%， $U_{\text{rel}}=4$ ， $k=2$ 。因此氧指数标准物质的定值引入的不确定度按公式(C.2)计算，具体校准点氧指数标准物质的定值引入的不确定度为见表 C.1。

$$u_1 = \frac{OI \times U_{\text{rel}}}{k} \quad (\text{C.2})$$

表 C.1 氧指数标准物质的定值引入的不确定度

氧指数标准物质名称	氧指数校准点	氧指数标准物质的定值引入的不确定度 u_1
PMMA	18.4%	0.18%
软质 PVC	23.3%	0.35%
硬质 PVC	44.3%	0.88%

C.4.2 测量重复性引入的不确定度

根据规范要求，对仪器进行重复性测量 7 次，其测量结果见表 C.2。

表 C.2 各校准点重复性测量结果

氧指数标准物质名称	氧指数校准点 (%)	仪器测量值 (%)							平均值
		1	2	3	4	5	6	7	
PMMA	18.4	18.3	18.5	18.3	18.6	18.5	18.7	18.4	18.5
软质 PVC	23.3	23.5	23.9	23.3	23.4	23.8	23.6	23.4	23.6
硬质 PVC	44.3	44.5	45	45.2	44.6	44.6	44.7	44.4	44.7

单次测量结果的实验标准偏差按公式 (C.3) 计算：

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^7 (\bar{C} - C_i)^2}{6}} \times 100\% \quad (\text{C.3})$$

规范规定，常规测量时，每一个校准点重复测量 3 次，则由重复性引入的测量结果不确定度 u_2 按公式 (C.4) 计算，具体由重复性引入的测量结果不确定度 u_2 见表 C.3。

$$u_2 = \frac{s}{\sqrt{3}} \quad (\text{C.4})$$

表 C.3 重复性引入的测量结果不确定度

氧指数标准物质名称	氧指数校准点	重复性引入的测量结果不确定度 u_2
PMMA	18.4%	0.15%
软质 PVC	23.3%	0.22%
硬质 PVC	44.3%	0.29%

C.5 合成标准不确定度

根据不确定度传播律，标准物质引入的不确定度与测量重复性引入的不确定度彼此

独立不相关，则有合成标准不确定 u_c 为：

$$u_c = \sqrt{(u_1^2 + u_2^2)} \quad (C.5)$$

不确定度分量表及合成标准不确定度见表 C.2。

表 C.2 不确定度汇总表

校准点	标准不确定度分量 u_i	不确定度来源	标准不确定度	合成标准不确定度
18.4%	u_1	标准物质引入的不确定度	0.18%	0.23%
	u_2	测量重复性引入的不确定度	0.15%	
23.3%	u_1	标准物质引入的不确定度	0.35%	0.41%
	u_2	测量重复性引入的不确定度	0.22%	
44.3%	u_1	标准物质引入的不确定度	0.88%	0.93%
	u_2	测量重复性引入的不确定度	0.29%	

C.6 扩展不确定度

$$U = k \times u_c \quad (k = 2) \quad (C.6)$$

氧指数校准点 18.4%: $U=2 \times 0.23\% \approx 0.5\%$, $k=2$;

氧指数校准点 23.3%: $U=2 \times 0.41\% \approx 0.9\%$, $k=2$;

氧指数校准点 44.3%: $U=2 \times 0.93\% \approx 1.9\%$, $k=2$ 。