

中华人民共和国工业和信息化部
石油和化工计量技术规范

JJF（石化）××××—××××

固体氧化性试验仪（重量法）校准规范

Calibration Specification for Oxidizing solid Gravimetric
Test Device
(报批稿)

××××—××—××发布

××××—××—××实施

中华人民共和国工业和信息化部发布

固体氧化性试验仪 （重量法）校准规范

Calibration Specification for Oxidizing
solid Gravimetric Test Device

JJF（石化）××—××××

归口单位：中国石油和化学工业联合会

主要起草单位：浙江省化工产品质量检验站有限公司

参加起草单位：宁波海关技术中心

浙江方易检测技术有限公司

本规范委托全国石油和化工行业计量技术委员会负责解释

本规范主要起草人：

方 路（浙江省化工产品质量检验站有限公司）
吴燕芳（浙江省化工产品质量检验站有限公司）
罗渊文（浙江省化工产品质量检验站有限公司）
宋志杨（浙江省化工产品质量检验站有限公司）
任 斌（浙江省化工产品质量检验站有限公司）
许丹红（浙江省化工产品质量检验站有限公司）
王焕维（浙江省化工产品质量检验站有限公司）

参加起草人：

俞雄飞（宁波海关技术中心）
黄秋华（浙江方易检测技术有限公司）
饶正梁（浙江方易检测技术有限公司）

目 录

引 言..... II

1 范围..... 1

2 引用文件..... 1

3 概述..... 1

4 计量特性..... 4

5 校准条件..... 4

5.1 环境条件..... 4

5.2 测量标准及其他设备..... 4

6 校准项目和校准方法..... 4

6.1 校准项目 4

6.2 校准方法..... 4

7 校准结果..... 6

7.1 校准记录..... 6

7.2 校准证书..... 6

7.3 不确定度 6

8 复校时间间隔..... 6

附录 A 固体氧化性试验仪（重量法）校准记录格式..... 7

附录 B 固体氧化性试验仪（重量法）校准证书的内页格式..... 9

附录 C 计时器示值误差测量结果不确定度评定示例..... 9

附录 D 质量示值误差测量结果不确定度评定示例..... 13

引言

本规范依据 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》、JJF 1059.1-2012《测量不确定度评定与表示》等基础性系列规范进行编制。

本规范主要参考 SN/T 4898-2017《危险品 固体氧化性试验方法 重量法》和联合国《试验和标准手册》(第七修订版)制定。

本规范为首次发布。

固体氧化性试验仪（重量法）校准规范

警告：实验人员应有实验室工作的实践经验，操作时应按要求佩戴防护器具。实验过程应在防爆环境中进行，实验用仪器应配有自然空气流通和爆炸缓冲装置。

1 范围

本规范适用于固体氧化性试验仪（重量法）（以下简称试验仪）的校准。

2 引用文件

本规范引用了下列文件：

JJF 1071-2010 国家计量校准规范编写规则

联合国《试验和标准手册》（第七修订版）

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 概述

依据联合国《试验和标准手册》（第七修订版），试验仪主要由点火源、试验板、支撑结构、挡风板、质量测量装置和计时器等组成，该试验仪主要用于测量一种固体物质在与一种可燃物质完全混合的情况下，提高后者燃烧速率或燃烧强度的潜在能力。试验时将待评估的受试物质与干纤维素按 1:1 和 4:1 的质量混合后进行，将这些混合物的燃烧速率（质量损耗速率）与标准要求配比的过氧化钙和纤维素参考混合物的燃烧速率加以比较，以确定该物质的氧化性能力。试验仪示意图见图 1，试验板和点火金属线示意图见图 2，支撑结构和挡风板见图 3。

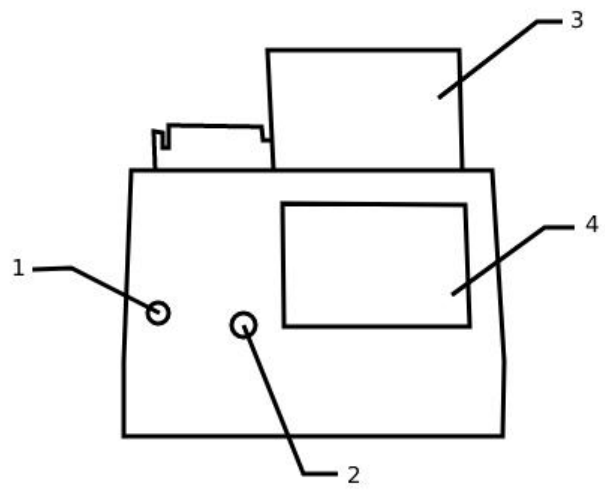


图 1 试验仪示意图

1—急停开关；2—开关按钮；3—挡风板；4—显示屏（质量、时间）

单位为毫米

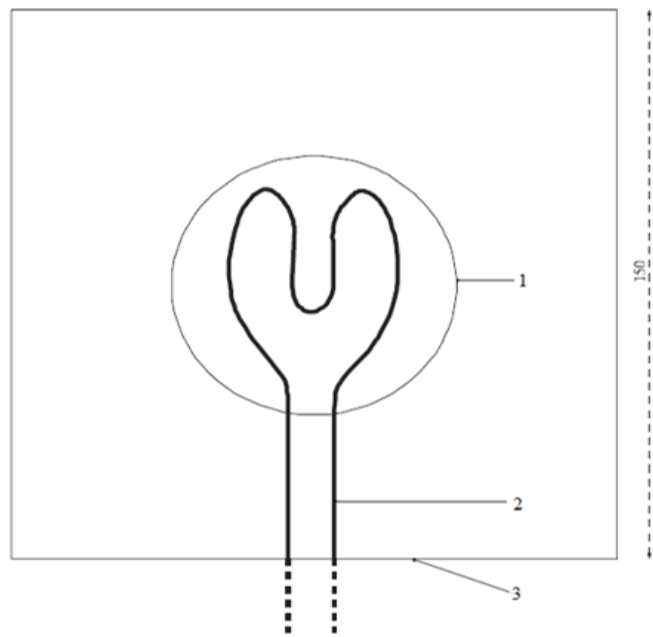


图 2 试验板和点火金属线示意图

1—圆锥堆垛（基底）；2—加热线；3—试验板

单位为毫米

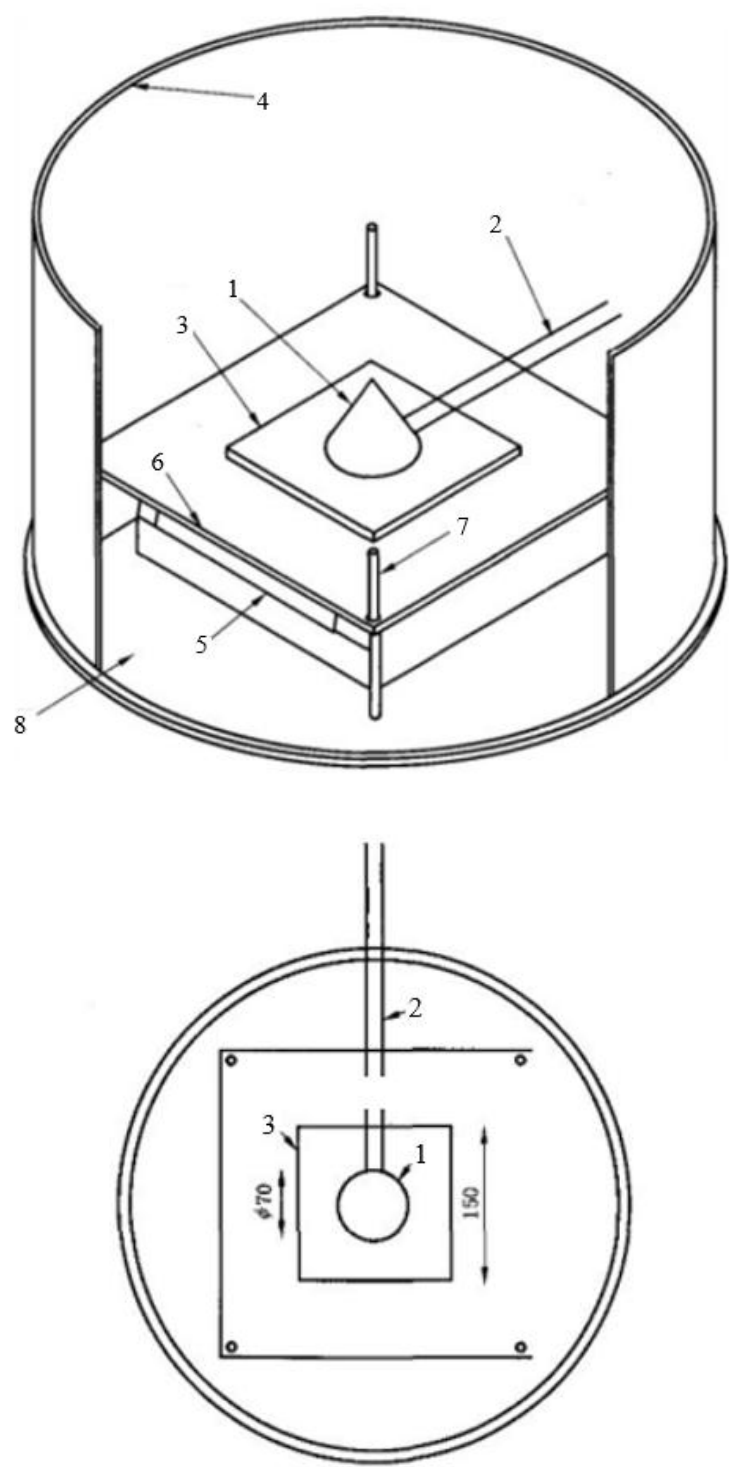


图 3 支撑结构和挡风板示意图

1—圆锥堆垛；2—加热线；3—试验板；4—挡风板；5—带连接界面的质量测量装置；6—定位板；

7—用于将定位板（6）和试验板（3）固定在质量测量装置规定位置的导杆；8—基板

4 计量特性

具体计量特性见表 1。

表 1 试验仪计量特性一览表

序号	项目	技术要求
1	计时器示值误差/s	MPE: ± 0.5
2	质量示值误差/g	MPE: ± 0.1
注 1: MPE 为最大允许误差。 注 2: 以上指标不是用于合格性判别, 仅供参考。		

5 校准条件

5.1 环境条件

5.1.1 温度条件

环境温度: (5~30) °C。

5.1.2 湿度条件

相对湿度: 低于 80%。

5.2 测量标准及其他设备

测量标准及其他设备见表 2。

表 2 校准项目和测量标准

序号	校准项目	测量标准名称及技术要求
1	计时器示值误差	电子秒表: 测量范围 (0~9999) s, 分辨力 0.01 s, MPE 为 ± 0.07 s。
2	质量示值误差	砝码: 克组 (1~100) g, F ₁ 等级。

6 校准项目和校准方法

6.1 校准项目

试验仪的校准项目见表 2。

6.2 校准方法

6.2.1 校准前准备

6.2.1.1 仪器和设备

数显卡尺:量程(0~50)cm, 分辨力 0.1mm;

数显角度尺: 量程(0~360)°, 分辨力 0.1°;

上述所有仪器和设备应通过检定或校准符合要求

6.2.1.2 外观检查

检查试验仪的外壳表面, 漆面不应有脱落现象, 控制器件和各连接部件应配套齐全、完好, 能正常运转。

6.2.1.3 漏斗检查

使用数显卡尺对漏斗内直径进行检测, 测量结果应为 70 mm; 使用数显角度尺对漏斗的角度进行检测, 测量结果应为 60°。

6.2.1.4 数据记录系统检查

使用电子秒表对试验仪的记录时频进行检测, 测量结果应至少为 5 Hz。

6.2.1.5 惰性金属线检查

试验仪的惰性金属线不应有明显的折痕、破损或其他影响校准工作正常进行的缺陷。更换新的惰性金属线时, 使用数显卡尺测量惰性金属线长度, 长度应为 (30 ± 1) cm; 使用数显卡尺测量惰性金属线直径, 直径应 ≤ 1 mm; 如惰性金属线长度、直径要求不同, 可根据实际情况进行检查。

6.2.2 计时器示值误差

进行 300 s 时间计时器示值误差的测量, 同时记录校准用电子秒表时间示值 t_1 和试验仪计时器记录的时间示值 t_2 , 试验仪计时器的示值误差:

$$\Delta t = t_2 - t_1 \quad (1)$$

式中:

Δt ——试验仪计时器的示值误差, s;

t_1 ——校准用电子秒表时间示值, s;

t_2 ——试验仪计时器时间示值, s。

重复测量 3 次, 计算出 3 次测量结果的算术平均值, 结果保留到 0.01s。

6.2.3 质量示值误差

试验仪质量测量装置去皮后进行 20 g 质量示值误差的测量, 同时记录校准用标准

砝码示值 m_1 和试验仪质量测量装置的示值 m_2 ，试验仪质量测量装置的示值误差：

$$\Delta m = m_2 - m_1 \quad (2)$$

式中：

Δm ——试验仪质量测量装置的质量示值误差，g；

m_1 ——标准砝码示值，g；

m_2 ——试验仪质量测量装置的示值，g。

重复测量 3 次，计算出 3 次测量结果的算术平均值，结果保留到 0.01g。

7 校准结果

7.1 校准记录

校准记录应详尽记录测量数据和计算结果，推荐的校准记录格式见附录 A。

7.2 校准证书

经校准的试验仪应出具校准证书，校准结果应在校准证书上反映。校准证书包括的信息应符合 JJF 1071-2010 中 5.12 的要求，推荐的校准证书的内页格式见附录 B。

7.3 不确定度

校准证书应给出各校准项目的扩展不确定度，评定示例见附录 C、附录 D。

8 复校时间间隔

由于复校时间间隔的长短是由试验仪的使用情况、使用者、试验仪本身质量等诸多因素决定的。因此，送校单位可根据实际使用情况自主决定复校的时间间隔，建议一般不超过 1 年。

附录 A

固体氧化性试验仪（重量法）校准记录格式

共 页 第 页

基本信息						
委托单位		原始记录号		校准证书号		
仪器名称		规格型号		设备编号		
制造厂商		环境温度	℃	相对湿度	%	
校准前检查						
外观	1. 外壳、漆面无脱落是□ 否□ 2. 控制器件和连接部件齐全、完好是□ 否□ 3. 试验仪能正常运转 是□ 否□					
漏斗	1. 内直径/mm: 符合□不符合□ 2. 角度/°: 符合□ 不符合□					
数据记录系统	数据记录时频/Hz: 符合□不符合□					
惰性金属线	1. 惰性金属线完好、无折痕是□ 否□ 2. 长度/cm: 符合□不符合□ 3. 直径/mm: 符合□不符合□					
校准结果						
项目		1	2	3	平均值	扩展不确定度(k=2)
计时器示值误差/s	t_1				/	/
	t_2				/	/
	Δt					
质量示值误差/g	m_1				/	/
	m_2				/	/
	Δm					
标准器						
名称	编号	证书号	测量范围	有效期	不确定度或准确度等级或最大允许误差	
技术依据	JJF (石化) ××××—××××《固体氧化性试验仪（重量法）校准规范》					

校准地点		校准日期	年	月	日
备注					

校准员：

核验员：

附录 B

固体氧化性试验仪（重量法）校准证书的内页格式

证书编号××××××—××××					
校准机构授权说明					
校准的技术依据 JJF (石化) ××××—××××《固体氧化性试验仪（重量法）校准规范》					
校准环境条件及地点					
地点					
环境温度	℃	相对湿度	%	其他	
校准使用的计量（基）标准装置					
名称	测量范围	不确定度/准确度等级/最大允许误差	计量（基）标准证书编号	有效期至	
校准结果					
序号	项目	技术要求	校准结果		
			测量值	扩展不确定度 ($k=2$)	
1	计时器示值误差/s	MPE: ± 0.5			
2	质量示值误差/g	MPE: ± 0.1			
备注					

附录 C

计时器示值误差测量结果不确定度评定示例

C.1 校准方法

校准方法如本规范的 6.2.2。

C.2 测量模型

计时器示值误差的数学模型见式 (C.1)：

$$\Delta t = t_2 - t_1 \quad (\text{C.1})$$

式中：

Δt ——计时器示值误差，s；

t_1 ——校准用电子秒表示值，s；

t_2 ——试验仪计时器时间示值，s。

方差和灵敏系数：

由式 (C.1) 得方差传播公式：

$$u^2(\Delta t) = c_1^2 u^2(t_1) + c_2^2 u^2(t_2) \quad (\text{C.2})$$

式中：

$u(\Delta t)$ ——示值误差的测量不确定度；

$u(t_1)$ ——由电子秒表引入的不确定度；

$u(t_2)$ ——由试验仪计时器引入的不确定度。

因为 $c_1 = \frac{\partial \Delta t}{\partial t_1} = -1$, $c_2 = \frac{\partial \Delta t}{\partial t_2} = 1$,

所以式 (C.2) 简化为：

$$u^2(\Delta t) = u^2(t_1) + u^2(t_2) \quad (\text{C.3})$$

令 $u_c = u(\Delta t)$, $u_1 = u(t_2)$, $u_2 = u(t_1)$,

则式 (C.3) 简化为：

$$u_c^2 = u_1^2 + u_2^2 \quad (\text{C.4})$$

式中：

u_c ——计时器示值误差的测量不确定度；

u_1 ——由试验仪计时器引入的不确定度分量；

u_2 ——由电子秒表引入的不确定度分量。

C.3 测量结果不确定度的评定

C.3.1 标准不确定度的来源

计时器示值误差测量标准不确定度的来源主要有试验仪计时器引入的不确定度分量 u_1 和电子秒表引入的标准不确定度分量 u_2 。

C.3.2 试验仪计时器引入的标准不确定度分量 u_1

C.3.2.1 测量重复性引入的不确定度分量 u_{11}

记录试验仪计时器 300 s 时电子秒表的显示值，测量结果见表 C.1。

表 C.1 时间测量结果

次数	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
计时器时间 示值 t_2/s	300.06	299.97	300.01	300.06	300.03	299.93	300.05	300.03	299.99	299.92
计时器示值 误差 $\Delta t/s$	0.06	-0.03	0.01	0.06	0.03	-0.07	0.05	0.03	-0.01	-0.08

计算时间示值的算术平均值：

$$\overline{\Delta t} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \Delta t_i = 0.005 \text{ s} \quad (\text{C.5})$$

采用贝塞尔公式计算单次测量的实验标准偏差 $s(\Delta t_i)$ ：

$$s(\Delta t_i) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (\Delta t_i - \overline{\Delta t})^2}{n-1}} = 0.05 \text{ s} \quad (\text{C.6})$$

式中：

Δt_i ——第 i 次测量结果，s；

Δt ——10 次测量结果的平均值，s；

n ——测量次数。

实际测量以 3 次测量的平均值作为测量结果，故标准不确定度：

$$u_{11} = \frac{S(\Delta t_i)}{\sqrt{3}} = 0.03 \text{ s} \quad (\text{C.7})$$

C.3.2.2 计时器分辨力引入的标准不确定度 u_{12}

计时器读数的分辨力为 0.01 s，区间半宽为 0.005 s，估计为均匀分布， $k=\sqrt{3}$ ，故：

$$u_{12} = \frac{0.005}{\sqrt{3}} = 0.003 \text{ s} \quad (\text{C. 8})$$

$$u_1 = \sqrt{u_{11}^2 + u_{12}^2} = 0.03 \text{ s} \quad (\text{C. 9})$$

C. 3. 3 电子秒表引入的标准不确定度分量 u_2

电子秒表的最大允许误差为 $\pm 0.07 \text{ s}$ ，区间半宽度为 0.07 s，估计为均匀分布， $k=\sqrt{3}$ ，故：

$$u_2 = \frac{0.07 \text{ s}}{\sqrt{3}} \approx 0.04 \text{ s} \quad (\text{C. 10})$$

C. 3. 4 标准不确定度分量汇总

标准不确定度分量汇总见表 C. 2.

表 C. 2 标准不确定度分量分量表

标准不确定度分量	不确定度来源	标准不确定度值/s
u_1	试验仪计时器	0.03
u_2	电子秒表	0.04

C. 3. 4 合成标准不确定度

各标准不确定度分量相互独立，合成标准不确定度为：

$$\begin{aligned}
 u_c &= \sqrt{u_1^2 + u_2^2} \\
 &= \sqrt{0.03^2 + 0.04^2} \text{ s} \\
 &= 0.05 \text{ s} \quad (\text{C. 11})
 \end{aligned}$$

C. 3. 5 扩展不确定度

扩展不确定度 $U = ku_c$ ，取包含因子 $k=2$ ，测量结果的扩展不确定度为：

$$U = ku_c = 2 \times 0.05 \text{ s} = 0.10 \text{ s} \quad (k=2) \quad (\text{C. 12})$$

附录 D

质量示值误差测量结果不确定度评定示例

D.1 校准方法

校准方法如本规范的 6.2.3。

D.2 测量模型

质量示值误差的测量模型见式 (D.1)：

$$\Delta m = m_2 - m_1 \quad (\text{D.1})$$

式中：

Δm ——试验仪质量测量装置的质量示值误差，g；

m_1 ——标准砝码示值，g；

m_2 ——试验仪质量测量装置的质量示值，g。

方差和灵敏系数：

由式 (D.1) 得方差传播公式：

$$u^2(\Delta m) = c_1^2 u^2(m_1) + c_2^2 u^2(m_2) \quad (\text{D.2})$$

式中：

$u(\Delta m)$ ——示值误差的测量不确定度；

$u(m_1)$ ——由校准用标准砝码引入的不确定度；

$u(m_2)$ ——由试验仪质量测量装置引入的不确定度。

$$\text{因为 } c_1 = \frac{\partial \Delta m}{\partial m_1} = -1, c_2 = \frac{\partial \Delta m}{\partial m_2} = 1,$$

所以式 (D.2) 简化为：

$$u_c^2(\Delta m) = u^2(m_1) + u^2(m_2) \quad (\text{D.3})$$

$$\text{令 } u_c = u(\Delta m), u_1 = u(m_2), u_2 = u(m_1)$$

则式 (D.3) 简化为：

$$u_c^2 = u_1^2 + u_2^2 \quad (\text{D.4})$$

式中：

u_c ——示值误差的测量不确定度；

u_1 ——由试验仪质量测量装置引入的不确定度分量；

u_2 ——由标准砝码引入的不确定度分量。

D.3 质量示值误差测量结果不确定度的评定

D.3.1 标准不确定度来源

试验仪质量示值误差标准不确定度的来源主要有试验仪质量测量装置引入的标准不确定度分量 u_1 和标准砝码引入的标准不确定度分量 u_2 。

D.3.2 试验仪质量测量装置引入的标准不确定度分量 u_1

试验仪质量测量装置引入标准不确定度的来源主要有测量重复性引入的标准不确定度分量 u_{11} 和试验仪质量测量装置分辨力引入的标准不确定度分量 u_{12} 。

D.3.2.1 测量重复性引入的标准不确定度 u_{11}

记录试验仪质量测量装置称量 20 g 标准砝码时的质量示值 m_2 , 测量结果见表 D.1。

表 D.1 质量测量结果

次数	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
试验仪质量测量装置示值 m_2/g	20.01	19.99	20.01	19.99	20.00	20.00	20.01	20.01	19.98	20.02
质量示值误差 $\Delta m/\text{g}$	0.01	-0.01	0.01	-0.01	0.00	0.00	0.01	0.01	-0.02	0.02

计算示值误差的算术平均值:

$$\overline{\Delta m} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \Delta m_i = 0.002 \text{ g} \quad (\text{D.5})$$

采用贝塞尔公式计算单次测量的实验标准偏差 $s(\Delta m_i)$:

$$S(\Delta m_i) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (\Delta m_i - \overline{\Delta m})^2}{n-1}} = 0.012 \text{ g} \quad (\text{D.6})$$

式中:

Δm_i ——第 i 次测量结果, g;

$\overline{\Delta m}$ ——10 次测量结果的平均值, g;

n ——测量次数。

实际测量以 3 次测量的平均值作为测量结果, 故标准不确定度:

$$u_{11} = \frac{S(\Delta m_i)}{\sqrt{3}} = 0.007 \text{ g} \quad (\text{D.7})$$

D.3.2.2 分辨力引入的标准不确定度 u_{12}

试验仪质量测量装置的分辨力为 0.01 g，区间半宽度为 0.005 g，估计为均匀分布， $k=\sqrt{3}$ ，故：

$$u_{12} = \frac{0.005\text{g}}{\sqrt{3}} \approx 0.003 \text{ g (D.8)}$$

$$u_1 = \sqrt{u_{11}^2 + u_{12}^2} = 0.008 \text{ g (D.9)}$$

D.3.3 由标准砝码引入的标准不确定度分量 u_2

以测试仪 20 g 测量点为例，F₁ 等级 20 g 标准砝码的最大允许误差为±0.25 mg，则其折算的扩展不确定度 $U(k=2)$ 应不大于该砝码最大允许误差绝对值的三分之一，即不大于 0.09 mg，则

$$u_2 = \frac{U}{2} = \frac{0.00009}{2} = 0.000045\text{g (D.10)}$$

D.3.4 标准不确定度分量汇总

标准不确定度分量汇总见表 D.2.

表 D.2 标准不确定度分量表

标准不确定度分量	不确定度来源	标准不确定度值/g
u_1	由试验仪质量测量装置引入的不确定度	0.008
u_2	由标准砝码引入的不确定度	0.000045

D.3.5 合成标准不确定度

各标准不确定度分量相互独立，合成标准不确定度为：

$$\begin{aligned}
 u_c &= \sqrt{u_1^2 + u_2^2} \\
 &= \sqrt{0.008^2 + 0.000045^2}\text{g} \\
 &= 0.01 \text{ g (D.11)}
 \end{aligned}$$

D.3.6 扩展不确定度

扩展不确定度 $U = ku_c$ ，取包含因子 $k=2$ ，测量结果的扩展不确定度为：

$$U = ku_c = 2 \times 0.01 = 0.02\text{g (}k=2\text{)} \quad (\text{D.12})$$