

# 中华人民共和国国家计量技术规范

JJF XXXX—XXXX

## 微库仑法硫氯分析仪校准规范

Calibration Specification for Microcoulometric Sulfur Chloride

Analyzers

(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

# 微库仑法硫氯分析仪 校准规范

Calibration Specification for  
Microcoulometric Sulfur Chloride  
Analyzers

JJF XXXX—XXXX

归口单位：全国物理化学计量技术委员会

主要起草单位：浙江省计量科学研究院

参加起草单位：

本规范委托全国物理化学计量技术委员会负责解释

本规范主要起草人：

参加起草人：

全国物理化学计量技术委员会MTC17

## 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 校准项目和校准方法 .....   | 2  |
| 5.1 示值误差 .....      | 2  |
| 5.2 重复性 .....       | 3  |
| 6 校准结果表达 .....      | 3  |
| 7 复校时间间隔 .....      | 4  |
| 附录 A .....          | 5  |
| 附录 B .....          | 7  |
| 附录 C .....          | 8  |
| 附录 D .....          | 12 |

## 引 言

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 JJF1059.1-2012《测量不确定度评定与表示》共同构成支撑本规范制定工作的基础性系列规范。

本规范参考了 GB/T6324.4-2008《有机化工产品试验方法（第4部分：有机液体化工产品微量硫的测定 微库仑法）》、GB/T11060.4-2017《天然气含硫化合物的测定（第4部分：用氧化为库仑法测定总硫含硫）》、GB/T 11141-2014《工业用轻质烯烃中微量硫的测定》、SH/T 0222-1992《液化石油气总硫含量测定法（电量法）》、NB/SH/T 0253-2021《轻质石油产品中总硫含量测定法（电量法）》、GB/T18612-2011《原油有机氯含量的测定》、SH/T 1757-2006《工业芳烃中有机氯的测定 微库仑法》等技术文件。

本规范为首次发布。

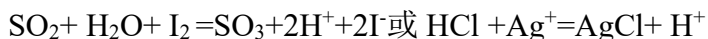
## 微库仑法硫氯分析仪校准规范

### 1 范围

本校准规范适用于石油产品检测的微库仑法硫氯分析仪的校准，用于其它检测领域的仪器可参照本规范执行。

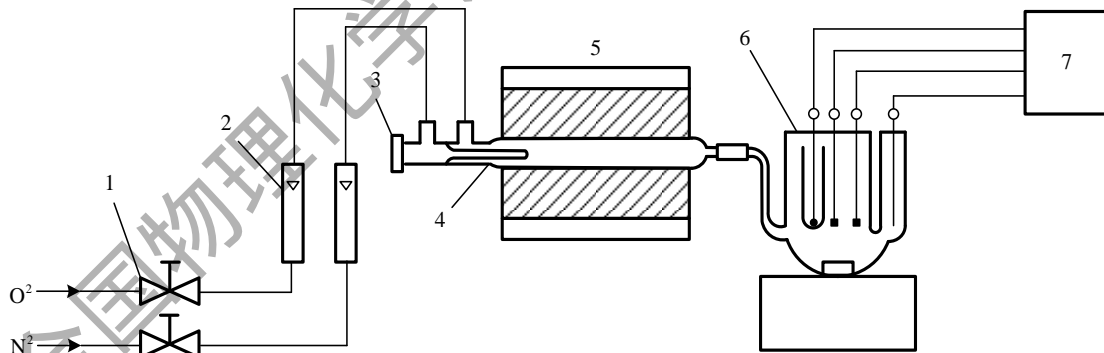
### 2 概述

微库仑法硫氯分析仪（以下简称仪器）是依据微库仑滴定原理，采用氧化法使样品通过裂解炉时被氧化为可滴定离子，其中的硫或氯定量地转化为  $\text{SO}_2$  或  $\text{HCl}$ ，后由载气带入滴定池滴定， $\text{SO}_2$  或  $\text{HCl}$  被电解液吸收并发生如下反应：



反应消耗电解液中的  $\text{I}_2$  或  $\text{Ag}^+$ ，引起电解池测量电极电位的变化，仪器检测出这一变化并给电解池电解电极一个相应的电解电压，在电极上电解生成  $\text{I}_2$  或  $\text{Ag}^+$ ，直至电解池中  $\text{I}_2$  或  $\text{Ag}^+$  恢复到原先的浓度。仪器检测出这一电解过程所消耗电量，由法拉第电解定律推算出反应消耗的  $\text{I}_2$  或  $\text{Ag}^+$  的量，从而得到样品中硫或氯的含量。

仪器主要由电源、流量控制器、裂解系统、滴定池、库仑放大器和电解系统组成。



### 3 计量特性

| 校准项目 | 计量特性                   |   |                         |                        |   |                         |
|------|------------------------|---|-------------------------|------------------------|---|-------------------------|
|      | 硫                      |   |                         | 氯                      |   |                         |
|      | $x < 10\text{mg/L}$    | $10\text{mg/L} \leq x < 100\text{mg/L}$ | $x \geq 100\text{mg/L}$ | $x < 10\text{mg/L}$    | $10\text{mg/L} \leq x < 100\text{mg/L}$ | $x \geq 100\text{mg/L}$ |
| 示值误差 | $\pm 0.5 \text{ mg/L}$ | $\pm 8\%$                               | $\pm 6\%$               | $\pm 0.5 \text{ mg/L}$ | $\pm 8\%$                               | $\pm 6\%$               |
| 重复性  | 3%                     |   |                         | 3%                     |   |                         |

注 1：以上指标不适用于合格性判别，仅供参考

注 2：根据被校准仪器的预期用途选择相应的校准项目。

表 1 仪器的计量特性

## 4 校准条件

### 4.1 环境条件

4.1.1 环境温度：（15～35）℃；

4.1.2 相对湿度：不大于 80%；

### 4.2 测量标准及其他设备

4.2.1 硫含量标准物质：选择适用的国家有证标准物质。

硫含量 < 10mg/L，不确定度不大于 0.15mg/L（ $k=2$ ）；

10mg/L ≤ 硫含量 < 100mg/L，不确定度不大于 3%（ $k=2$ ）；

硫含量 ≥ 100mg/L，不确定度不大于 3%（ $k=2$ ）。

4.2.2 氯含量标准物质：选择适用的国家有证标准物质。

氯含量 < 10mg/L，不确定度不大于 0.15mg/L（ $k=2$ ）；

10mg/L ≤ 氯含量 < 100mg/L，不确定度不大于 3%（ $k=2$ ）；

氯含量 ≥ 100mg/L，不确定度不大于 3%（ $k=2$ ）。

4.2.3 微量进样器：10μL、50μL 各一支，不确定度  $U_{rel}=2\%$ （ $k=2$ ）。

4.2.4 其它设备：异辛烷，优级纯。

## 5 校准项目和校准方法

### 5.1 示值误差

开机预热，按仪器使用要求调整载气流速、汽化段及燃烧段温度，待仪器稳定工作后，根据实际使用范围，依次测量低、中、高 3 种浓度的标准物质，每个浓度点重复测量 3 次，记录仪器测量值。当浓度点范围在  $c < 10.0\text{mg/L}$ ，按照式（1）计算示值误差；当浓度点范围在  $c \geq 10.0\text{mg/L}$ ，按照式（2）计算示值误差。

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

$$\Delta c_r = \frac{\bar{c} - c_s}{c_s} \times 100\% \quad (2)$$

式中：

$\Delta c$  ——仪器的示值误差，mg/L；

$\Delta c_r$ ——仪器相对示值误差，%；

$\bar{c}$ ——测量值的算术平均值，mg/L；

$c_s$ ——标准物质的标准值，mg/L。

## 5.2 重复性

在 5.1 测量条件下，根据使用范围选取中间浓度的标准物质重复测量 7 次，记录仪器测量值，按照式（3）计算重复性。

$$s_r = \frac{\sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (c_i - \bar{c})^2}{n-1}}}{\bar{c}} \times 100\% \quad (3)$$

式中：

$s_r$ ——重复性，%；

$c_i$ ——第  $i$  次测量值，mg/L；

$\bar{c}$ ——测量值的算术平均值，mg/L；

$n$ ——测量次数。

## 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) 证书的唯一性标识（如编号），每页及总页数的标识；
- e) 客户名称和地址；
- f) 被校仪器的制造单位、名称、型号及编号；
- 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和应用相关时，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) 对校准规范的偏离的说明 (如有);
- 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

仪器复校时间间隔建议不超过 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

## 微库仑法硫氯分析仪校准原始记录参考格式

证书编号：

原始记录编号：

|                 |      |          |             |       |
|-----------------|------|----------|-------------|-------|
| 送校单位：           |      |          |             |       |
| 制造厂：            |      | 仪器型号：    |             | 仪器编号： |
| 环境温度：℃          |      | 环境湿度：%RH |             | 校准日期： |
| 校准依据：           |      | 校准员：     |             | 核验员：  |
| 校准用测量标准和有证标准物质： |      |          |             |       |
| 名称              | 型号规格 | 证书编号     | 不确定度/最大允许误差 | 有效期至  |
|                 |      |          |             |       |

## 一、示值误差

硫：

| 标准值<br>mg/L | 实测值<br>mg/L |   |   | 测量平均值<br>mg/L | 示值误差<br>(mg/L)/% | 扩展不确定度<br>$U(k=2)$ |
|-------------|-------------|---|---|---------------|------------------|--------------------|
|             | 1           | 2 | 3 |               |                  |                    |
|             |             |   |   |               |                  |                    |
|             |             |   |   |               |                  |                    |
|             |             |   |   |               |                  |                    |

氯：

| 标准值<br>mg/L | 实测值<br>mg/L |   |   | 测量平均值<br>mg/L | 示值误差<br>(mg/L)/% | 扩展不确定度<br>$U(k=2)$ |
|-------------|-------------|---|---|---------------|------------------|--------------------|
|             | 1           | 2 | 3 |               |                  |                    |
|             |             |   |   |               |                  |                    |
|             |             |   |   |               |                  |                    |
|             |             |   |   |               |                  |                    |

## 二、重复性

硫：

| 标准值<br>mg/L | 实测值<br>mg/L |   |   |   |   |   |   | 测量平均值<br>mg/L | 重复性<br>% |
|-------------|-------------|---|---|---|---|---|---|---------------|----------|
|             | 1           | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |               |          |
|             |             |   |   |   |   |   |   |               |          |

氯:

| 标准值<br>mg/L | 实测值<br>mg/L |   |   |   |   |   |   | 测量平均值<br>mg/L | 重复性<br>% |
|-------------|-------------|---|---|---|---|---|---|---------------|----------|
|             | 1           | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |               |          |
|             |             |   |   |   |   |   |   |               |          |

全国物理化学计量技术委员会MTC17

## 附录 B

## 校准证书（内页）参考格式

## 一、校准结果

## 1. 示值误差：

硫：

| 标准值 | 测量平均值<br>mg/L | 示值误差<br>(mg/L)/% | 扩展不确定度<br>$U(k=2)$ |
|-----|---------------|------------------|--------------------|
|     |               |                  |                    |
|     |               |                  |                    |
|     |               |                  |                    |

氯：

| 标准值 | 测量平均值<br>mg/L | 示值误差<br>(mg/L)/% | 扩展不确定度<br>$U(k=2)$ |
|-----|---------------|------------------|--------------------|
|     |               |                  |                    |
|     |               |                  |                    |
|     |               |                  |                    |

## 2. 重复性：

硫：

氯：

## 附录 C

## 硫含量示值误差测量结果的不确定度评定示例

## C.1 概述

C.1.1 环境条件：温度（15~35）℃，相对湿度≤80%。

C.1.2 计量标准：国家有证硫含量标准物质。

## C.1.3 测量方法

开机预热，按仪器使用要求调整载气流速、汽化段及燃烧段温度，待仪器稳定工作后，对标准物质重复测量 3 次，记录仪器测量值。微库仑法硫氯分析仪的硫含量示值误差是根据仪器测量结果与标准物质的标准值进行比较来确定的，下面以 50.0mg/L 的硫含量标准物质为例，对示值误差的不确定度进行评定。

## C.2 测量模型及不确定度计算公式

## C.2.1 建立测量模型

根据微库仑法硫氯分析仪校准规范，按照式（C.1）计算仪器测量示值误差。

$$\Delta c_r = \frac{\bar{c} - c_s}{c_s} \times 100\% \quad (\text{C.1})$$

式中：

$\Delta c_r$ ——仪器相对示值误差，%；

$\bar{c}$ ——3 次测量结果的算术平均值，mg/L；

$c_s$ ——标准物质的标准值，mg/L。

## C.2.2 不确定度传播律

测量量  $\bar{c}$  与  $c_s$  彼此不相关，有：

$$u_c^2(\Delta c_r) = c_1^2 u^2(\bar{c}) + c_2^2 u^2(c_s) \quad (\text{C.2})$$

$$\text{灵敏系数为：} c_1 = \frac{\partial(\Delta c_r)}{\partial(\bar{c})} = \frac{1}{c_s}$$

$$c_2 = \frac{\partial(\Delta c_r)}{\partial(c_s)} = -\frac{\bar{c}}{c_s^2}$$

### C.2.3 不确定度计算公式

示值误差测量不确定度来源于测量结果平均值引入的不确定度和标准溶液的标准值引入的不确定度分量，因各输入量彼此独立不相关，则由式（C.2）得出不确定度计算公式（C.3）：

$$u_c(\Delta c) = \sqrt{\left(\frac{1}{c_s}\right)^2 \cdot u^2(\bar{c}) + \left(-\frac{\bar{c}}{c_s^2}\right)^2 \cdot u^2(c_s)} \quad (\text{C.3})$$

式中， $u_c(\Delta c)$ 、 $u(\bar{c})$ 、 $u(c_s)$ 分别是示值误差的不确定度，以及测量平均值、标准溶液的标准值输入量引入的不确定度分量。

将 $u(\bar{c}) = \bar{c} \times u_r(\bar{c})$ 、 $u(c_s) = c_s \times u_r(c_s)$ 代入式（C.3），简化为式（C.4）：

$$u_c(\Delta c) = \frac{\bar{c}}{c_s} \cdot \sqrt{[u_r(\bar{c})]^2 + [u_r(c_s)]^2} \quad (\text{C.4})$$

式中， $u_r(\bar{c})$ 、 $u_r(c_s)$ 分别测量平均值、标准溶液的标准值输入量引入的相对标准不确定度分量。

## C.3 标准不确定度分析与评定

### C.3.1 标准不确定度分量来源及其描述

各标准不确定度分量来源及其描述见表 C.1。

表 C.1 标准不确定度分量来源及其描述

| 标准不确定度分量       | 不确定度来源           | 分量描述                               |
|----------------|------------------|------------------------------------|
| $u_r(\bar{c})$ | 测量结果平均值引入的相对不确定度 | 测量重复性引入的相对不确定度分量 $u_{r1}(\bar{c})$ |
|                |                  | 读数分辨力引入的相对不确定度分量 $u_{r2}(\bar{c})$ |
| $u_r(c_s)$     | 校准点的标准值引入的相对不确定度 | 有证标准物质定值引入的相对不确定度分量 $u_{r1}(c_s)$  |
|                |                  | 微量进样器引入的相对不确定度分量 $u_{r2}(c_s)$     |

### C.3.2 输入量 $\bar{c}$ 的标准不确定度 $u_r(\bar{c})$ 的评定

输入量 $\bar{c}$ 的标准不确定度分量 $u(\bar{c})$ 的来源有两个，一是测量重复性引入的相对不确定度分量 $u_{r1}(\bar{c})$ ；二是读数分辨力引入的相对不确定度分量 $u_{r2}(\bar{c})$ 。

### C.3.2.1 测量重复性引入的不确定度分量 $u_{r1}(\bar{c})$

测量重复性引入的不确定度分量 $u_{r1}(\bar{c})$ ，可以通过连续测量得到测量列，重复性引入的标准不确定度采用 A 类方法进行评定。

选择一台性能稳定、工作正常的仪器，选取标准值为 50.2mg/L 的硫含量标准物质，连续测量 10 次，所得测量数据如下 (mg/L)：49.82、49.75、50.13、50.15、49.92、50.02、50.04、49.97、49.96、50.09，计算得到的平均值为 49.98mg/L，实验标准偏差为 0.13mg/L。

由于实际测量是在重复性条件下测量 3 次，以 3 次的算术平均值为测量结果，则被校仪器的示值重复性引入的不确定度分量 $u_1(\bar{c})$ ：

$$u_{r1}(\bar{c}) = \frac{0.13}{\sqrt{3} \times 49.98} = 0.15\%$$

### C.3.2.2 读数分辨力引入的不确定度分量 $u_2(\bar{c})$

由于仪器的读书分辨力引入的不确定度远小于仪器测量重复性引入的不确定度，因此本例忽略未考虑。

$$u_r(\bar{c}) = u_{r1}(\bar{c}) = 0.15\%$$

### C.3.3 输入量 $c_s$ 的标准不确定度 $u_r(c_s)$ 的评定

输入量 $c_s$ 的标准不确定度分量 $u_r(c_s)$ 的来源有二个，一是有证标准物质定值引入的不确定度分量 $u_{r1}(c_s)$ ，二是微量进样器引入的不确定度分量 $u_{r2}(c_s)$ 。

#### C.3.3.1 有证标准物质定值引入的不确定度分量 $u_{r1}(c_s)$

查标准物质证书得，硫含量标准物质的扩展不确定度  $U=1.2\text{mg/L}$  ( $k=2$ )，按 B 类方法进行评定，则：

$$u_{r1}(c_s) = \frac{1.2}{2 \times 50.2} = 1.2\%$$

#### C.3.3.2 微量进样器引入的不确定度分量 $u_{r2}(c_s)$

微量进样器的不确定度  $U_{\text{rel}}=2\%$  ( $k=2$ )，则由微量进样器引入的不确定度分量 $u_{r2}(c_s)$ ：

$$u_{r2}(c_s) = \frac{2\%}{2} = 1\%$$

校准点的标准值引入的标准不确定度为：

$$u_r(c_s) = \sqrt{u_{r1}^2(c_s) + u_{r2}^2(c_s)} = 1.56\%$$

## C.4 不确定度分量汇总表

不确定度分量汇总表见表 C.2。

表 C.2 不确定度分量汇总表

| 标准不确定度分量       | 不确定度来源         | 相对标准不确定度 | $\frac{\bar{c}}{c_s}$ |
|----------------|----------------|----------|-----------------------|
| $u_r(\bar{c})$ | 测量平均值引入的不确定度   | 0.15%    | 0.995                 |
| $u_r(c_s)$     | 校准点的标准值引入的不确定度 | 1.56%    |                       |

## C.5 合成标准不确定度

按式 (C.4) 计算合成标准不确定度：

$$u_c(\Delta c) = \frac{\bar{c}}{c_s} \cdot \sqrt{[u_r(\bar{c})]^2 + [u_r(c_s)]^2} = 1.57\%$$

## C.6 扩展不确定度

取包含因子  $k=2$ ， $U_r = k \cdot u_{cr}(\Delta c_r) = 3.2\%$ ，该硫含量校准点示值误差校准结果的扩展不确定度为：

$$U_{rel}=3.2\%, k=2$$



## 附录 D

## 氯含量示值误差测量结果的不确定度评定示例

## D.1 概述

D.1.1 环境条件：温度（15~35）℃，相对湿度≤80%。

D.1.2 计量标准：国家有证氯含量标准物质。

## D.1.3 测量方法

开机预热，按仪器使用要求调整载气流速、汽化段及燃烧段温度，待仪器稳定工作后，对标准物质重复测量 3 次，记录仪器测量值。微库仑法硫氯分析仪的示值误差是根据仪器测量结果与标准物质的标准值进行比较来确定的，下面以 5.0mg/L 的氯含量标准物质为例，对示值误差的不确定度进行评定。

## D.2 测量模型及不确定度计算公式

## D.2.1 建立测量模型

根据微库仑法硫氯分析仪校准规范，按照式（D.1）计算仪器测量示值误差。

$$\Delta c = \bar{c} - c_s \quad (\text{D.1})$$

式中：

$\Delta c$ ——仪器的示值误差，mg/L；

$\bar{c}$ ——测量值的算术平均值，mg/L；

$c_s$ ——标准物质的标准值，mg/L。

## D.2.2 不确定度传播律

测量量  $\bar{c}$  与  $c_s$  彼此不相关，有：

$$u_c^2(\Delta c) = c_1^2 u^2(\bar{c}) + c_2^2 u^2(c_s) \quad (\text{D.2})$$

$$\text{灵敏系数为：} c_1 = \frac{\partial(\Delta c)}{\partial(\bar{c})} = 1 \quad c_2 = \frac{\partial(\Delta c)}{\partial(c_s)} = -1$$

### D.2.3 不确定度计算公式

示值误差测量不确定度来源于测量结果平均值引入的不确定度和校准点的标准值引入的不确定度,因各输入量彼此独立不相关,则由式(D.2)得出不确定度计算式(D.3):

$$u_c(\Delta c) = \sqrt{c_1^2 u^2(\bar{c}) + c_2^2 u^2(c_s)} \quad (\text{D.3})$$

式中,  $u_c(\Delta c)$ 、 $u(\bar{c})$ 、 $u(c_s)$  分别是示值误差的不确定度以及测量平均值、校准点的标准值二个输入量引入的不确定度分量。

## D.3 标准不确定度分析与评定

### D.3.1 标准不确定度分量来源及其描述

各标准不确定度分量来源及其描述见表 D.1。

表 D.1 标准不确定度分量来源及其描述

| 标准不确定度分量     | 不确定度来源           | 分量描述                            |
|--------------|------------------|---------------------------------|
| $u(\bar{c})$ | 测量结果平均值引入的相对不确定度 | 测量重复性引入的相对不确定度分量 $u_1(\bar{c})$ |
|              |                  | 读数分辨力引入的相对不确定度分量 $u_2(\bar{c})$ |
| $u(c_s)$     | 校准点的标准值引入的相对不确定度 | 有证标准物质定值引入的相对不确定度分量 $u_1(c_s)$  |
|              |                  | 微量进样器引入的相对不确定度分量 $u_2(c_s)$     |

### D.3.2 输入量 $\bar{c}$ 的标准不确定度 $u(\bar{c})$ 的评定

输入量  $\bar{c}$  的标准不确定度分量  $u(\bar{c})$  的来源有两个,一是测量重复性引入的相对不确定度分量  $u_1(\bar{c})$ ;二是读数分辨力引入的相对不确定度分量  $u_2(\bar{c})$ 。

#### D.3.2.1 测量重复性引入的不确定度分量 $u_1(\bar{c})$

测量重复性引入的不确定度分量  $u_1(\bar{c})$ ,可以通过连续测量得到测量列,重复性引入的标准不确定度采用 A 类方法进行评定。

选择一台性能稳定、工作正常的仪器，选取标准值为 5.07mg/L 的氯含量标准物质，连续测量 10 次，所得测量数据如下 (mg/L)：5.06、5.10、5.03、4.98、4.95、4.92、4.92、5.06、5.01、5.02，计算得到的平均值为 5.00mg/L，实验标准偏差为 0.062 mg/L。

由于实际测量是在重复性条件下测量 3 次，以 3 次的算术平均值为测量结果，则被校仪器的示值重复性引入的不确定度分量  $u_1(\bar{c})$ ：

$$u_1(\bar{c}) = \frac{0.062}{\sqrt{3}} = 0.036 \text{ mg/L}$$

#### D.3.2.2 读数分辨力引入的不确定度分量 $u_2(\bar{c})$

由于仪器的读书分辨力引入的不确定度远小于仪器测量重复性引入的不确定度，因此本例忽略未考虑。

$$u(\bar{c}) = u_1(\bar{c}) = 0.036 \text{ mg/L}$$

#### D.3.3 输入量 $c_s$ 的标准不确定度 $u(c_s)$ 的评定

输入量  $c_s$  的标准不确定度分量  $u(c_s)$  的来源有二个，一是有证标准物质定值引入的不确定度分量  $u_1(c_s)$ ，二是微量进样器引入的不确定度分量  $u_2(c_s)$ 。

##### D.3.3.1 有证标准物质定值引入的不确定度分量 $u_1(c_s)$

查标准物质证书得，氯含量标准物质的扩展不确定度  $U=0.15 \text{ mg/L}$  ( $k=2$ )，按 B 类方法进行评定，则：

$$u_{r1}(c_s) = \frac{0.15}{2} = 0.075 \text{ mg/L}$$

##### D.3.3.2 微量进样器引入的不确定度分量 $u_2(c_s)$

##### C.3.3.2 微量进样器引入的不确定度分量 $u_{r2}(c_s)$

微量进样器的不确定度  $U_{\text{rel}}=2\%$  ( $k=2$ )，则由微量进样器引入的不确定度分量  $u_{r2}(c_s)$ ：

$$u_{r2}(c_s) = \frac{2\%}{2} \times 5.07 = 0.057 \text{ mg/L}$$

校准点的标准值引入的标准不确定度为：

$$u(c_s) = \sqrt{u_1^2(c_s) + u_2^2(c_s)} = 0.094 \text{ mg/L}$$

#### D.4 不确定度分量汇总表

不确定度分量汇总表见表 D.2。

表 D.2 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    |
|--------------|----------------|-----------|
| $u(\bar{c})$ | 测量平均值引入的不确定度   | 0.036mg/L |
| $u(c_s)$     | 校准点的标准值引入的不确定度 | 0.094mg/L |

## D.5 合成标准不确定度

按式 (D.4) 计算合成标准不确定度:

$$u_c(\Delta c) = \sqrt{c_1^2 u^2(\bar{c}) + c_2^2 u^2(c_s)} = 0.1 \text{mg/L}$$

## D.6 扩展不确定度

取包含因子  $k=2$ ,  $U = k \cdot u_c(\Delta c) = 0.2 \text{mg/L}$ , 该氯含量校准点示值误差校准结果的扩展不确定度为:

$$U=0.2 \text{mg/L}, \quad k=2$$

全国物理化学计量技术委员会MTC17

JJFXXXX—XXXX

中华人民共和国  
国家计量技术规范  
微库仑法硫氯分析仪校准规范  
JJFXXXX—XXXX  
国家市场监督管理总局发布