



吉林省地方计量技术规范

JJF（吉）152—2025

全自动红外分光测油仪校准规范

Calibration Specification for Fully Automatic Infrared
Spectrophotometric Oil Analyzers

2025-11-06发布

2026-01-01实施

吉林省市场监督管理厅 发布

全自动红外分光测油仪校准规范

Calibration Specification for Fully Automatic
Infrared Spectrophotometric Oil Analyzers

JJF (吉) 152—2025

归口单位：吉林省市场监督管理厅

主要起草单位：吉林省计量科学研究院

本规范委托吉林省计量科学研究院负责解释

本规范主要起草人：

初立新（吉林省计量科学研究院）

李壮壮（吉林省计量科学研究院）

魏明明（吉林省计量科学研究院）

参加起草人：

贾宝珠（吉林省计量科学研究院）

韩亦彤（吉林省计量科学研究院）

目 录

引言	(II)
1 范围	(1)
2 引用文件	(1)
3 术语	(1)
4 概述	(1)
5 计量特性	(2)
6 校准条件	(2)
6.1 校准环境条件	(2)
6.2 测量标准及其他设备	(2)
7 校准项目和校准方法	(3)
7.1 水样取样杯体积示值误差	(3)
7.2 萃取剂取样体积示值误差	(3)
7.3 浓度示值误差	(4)
7.4 加标回收率	(4)
7.5 重复性	(5)
7.6 漂移	(5)
7.7 最小检出浓度	(5)
8 校准结果表达	(6)
9 复校时间间隔	(6)
附录 A 校准记录格式	(7)
附录 B 校准证书内页参考格式	(9)
附录 C 浓度示值误差测量结果的不确定度评定示例	(10)

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》和 JJF 1059.1—2012《测量不确定度评定与表示》制定。

本规范参考了 HJ 637—2018《水质 石油类和动植物油类的测定 红外分光光度法》、GB/T 11606—2007《分析仪器环境试验方法》技术文件的相关内容。

本规范为首次发布。

全自动红外分光测油仪校准规范

1 范围

本规范适用于红外分光光度法原理的全自动红外分光测油仪的校准。

2 引用文件

JJG 950 水中油分浓度分析仪

JJG 196 常用玻璃量器

HJ 637 水质 石油类和动植物油类的测定 红外分光光度法

HJ/T 91.2 地表水环境监测技术规范

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 术语

3.1 萃取 extraction

是一种利用混合物中各组份在两种互不相溶（或微溶）的溶剂中溶解度或分配系数的不同，使溶质从一种溶剂转移到另一种溶剂中的分离和提纯方法。

3.2 加标回收率 spiked recovery

指在已知含量的样品（或空白）中加入一定量的标准物质（加标量）后，通过分析方法测得的加标后总含量与样品原有含量（或空白）的差值，与所加入标准物质的量（加标量）之比，通常以百分数表示。

3.3 油类 oil and grease

指在 $\text{pH} \leq 2$ 的条件下，能够被萃取剂萃取且在波数为 2930 cm^{-1} 、 2960 cm^{-1} 和 3030 cm^{-1} 处有特征吸收的物质，主要包括石油类和动植物油类。

4 概述

全自动红外分光测油仪（以下简称测油仪）是指基于红外分光光度法原理，通过自动化流程实现对工业废水和生活污水中的油类进行分析的仪器。测油仪包括主机和水样预处理两部分。主机部分是依据物质分子在红外区域的特征吸收光谱及朗伯-比尔定律，测量经萃取后的水中油分的仪器。水中油脂经过萃取剂萃取，在波数为 2930 cm^{-1} （ CH_2 基团中 C-H 键的伸缩振动）、 2960 cm^{-1} （ CH_3 基团中 C-H 键的伸缩振动）和 3030 cm^{-1} （芳香烃中 C-H 键的伸缩振动）的全部或部分谱带处有特征吸收，萃取剂在特征区无吸收峰，有特征吸收的物质主要是石油类和动植物油，其含量由特征谱带处的吸光度进行计算。水样预处理系统完成水样的搅拌、油水分离、加样等过程。仪器的基本结构如图 1。

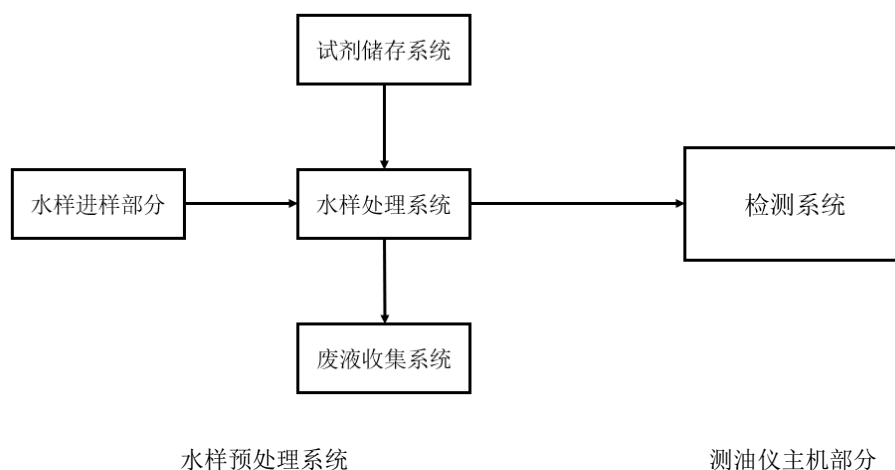


图 1 仪器的基本结构图

5 计量特性

测油仪的计量特性见表 1，性能指标供校准时参考。

表 1 测油仪的计量特性

计量性能	性能指标	
水样取样杯体积示值误差	不超过±1%	
萃取剂取样体积示值误差	不超过±1%	
浓度示值误差	测量范围≤10 mg/L 时	不超过±0.8 mg/L
	测量范围 >10 mg/L 时	不超过±8%
加标回收率	测量范围≤10 mg/L 时	90%~106%
	测量范围 >10 mg/L 时	88%~104%
重复性	≤2.0%	
漂移	零点漂移	不超过±0.5 mg/L
	示值漂移	不超过±5%
最小检出浓度	不大于 0.5 mg/L	

6 校准条件

6.1 校准环境条件

6.1.1 环境温度：(10~30) °C。

6.1.2 相对湿度：≤85%

6.1.3 供电电压 220 V±22 V；供电频率 50 Hz±1 Hz。

6.1.4 应具备良好的通风设施，并配备必要的个人防护器具，以防萃取剂经过皮肤吸收或呼吸道吸入。

6.2 测量标准及其他设备

6.2.1 标准物质

国家有证标准物质, 相对扩展不确定度不大于 3% ($k=2$)。

6.2.2 稀释用溶剂

红外测油或环保专用试剂 (四氯乙烯、四氯化碳等)。

6.2.3 电子天平

测量范围: (0~200) g, 准确度等级: ①级, 实际分度值不大于 0.1mg;

测量范围: (0~5000) g, 准确度等级: ①级, 实际分度值不大于 0.01g。

6.2.4 常用玻璃量器

单标线吸量管 (1~50) mL, A 级;

单标线容量瓶 (100~1000) mL, A 级。

7 校准项目和校准方法

7.1 水样取样杯体积示值误差

水样取样杯 (以下简称取样杯) 体积示值误差校准方法参照 JJG 196《常用玻璃量器》完成 (对于取样杯不能拆卸的仪器, 用实验室经检定合格的量出式量筒进行加样)。将被校取样杯放置最大称量满足实验要求的电子天平上, 称得空杯质量后加纯水至取样杯标线处, 称得纯水质量 (m)。将温度计插入取样杯中测得纯水的温度 (t), 读数应准确到 0.1℃, 重复测量 2 次, 取平均值。按公式 (1) 和 (2) 计算取样杯体积示值误差。

$$V_{20} = \frac{m(\rho_B - \rho_A)}{\rho_B(\rho_w - \rho_A)} [1 + \beta(20 - t)] \quad (1)$$

$$q_1 = \frac{\bar{V}_{20} - V_S}{V_S} \times 100\% \quad (2)$$

式中:

V_{20} ——标准温度 20℃时的被检玻璃量器的实际容量, mL;

\bar{V}_{20} ——标准温度 20℃时的被检玻璃量器的实际容量平均值, mL;

V_S ——取样杯标称容量, mL;

ρ_B ——砝码密度, 取 8.00g/cm³;

ρ_A ——测定时实验室内的空气密度, 取 0.0012g/cm³;

ρ_w ——蒸馏水 t ℃时的密度, g/cm³;

β ——被检玻璃量器的体胀系数, °C⁻¹;

t ——校准时蒸馏水的温度, °C;

m ——被校水样杯内所能容纳水的表观质量, g;

q_1 ——取样杯体积示值误差, %。

7.2 萃取剂取样体积示值误差

待仪器稳定后, 萃取剂瓶中加入多于取样体积的萃取剂, 称量重量后, 将取样器放入萃取剂瓶中, 开始测量, 待萃取剂取样完成后, 再次称量重量, 重复测量三次, 取平均

值,按公式(3)和(4)计算萃取剂取样体积示值误差。

$$V = \frac{m}{\rho} \quad (3)$$

$$q = \frac{V_0 - \bar{V}}{\bar{V}} \times 100\% \quad (4)$$

式中: V ——萃取剂取样体积, mL;

m ——称得萃取剂质量, g;

ρ ——萃取剂密度, g/cm³;

q ——萃取剂取样体积示值误差, %;

\bar{V} ——3次测定萃取剂取样体积平均值, mL;

V_0 ——萃取剂取样体积设定值, mL。

7.3 浓度示值误差

校准前准备,用萃取剂和相应浓度的溶液标准物质配制浓度为5 mg/L及满量程40%、80%的溶液标准物质。

仪器开机,经预热稳定后,在主机样品池中分别注入5 mg/L及满量程40%、80%的溶液标准物质,各点重复测量3次,取其算术平均值作为测油仪主机的测量值 C_z 。

在水样杯中加入500mL蒸馏水,分别加入配制好的5 mg/L及满量程40%、80%的溶液标准物质10mL,各点重复测量3次,取其算术平均值作为测油仪的测量值 C_t 。

按公式(5)计算测油仪整机测得的实际溶液浓度。

$$C_i = \frac{C_t \times (V_C + V_j)}{V_j} \quad (5)$$

式中:

C_i ——测油仪测得的实际溶液浓度, mg/L;

C_t ——测油仪的测量值, mg/L;

V_C ——加入萃取剂体积, mL;

V_j ——加入标准溶液体积, mL。

按公式(6)计算测量值不大于10 mg/L时的浓度示值误差 ΔC 。

$$\Delta C = C_i - C_s \quad (6)$$

式中:

ΔC ——测量值不大于10 mg/L时的浓度示值误差, mg/L;

C_s ——标准物质浓度, mg/L。

按公式(7)计算测量值大于10 mg/L时的浓度示值误差 ΔC_r 。

$$\Delta C_r = \frac{C_i - C_s}{C_s} \times 100\% \quad (7)$$

式中:

ΔC_r ——测量值大于10 mg/L的浓度示值误差, %。

7.4 加标回收率

测量方法同7.3,按公式(8)计算加标回收率。

$$Rec = \frac{C_i}{C_z} \times 100\% \quad (8)$$

式中:

Rec ——加标回收率, %。

7.5 重复性

测量方法同 7.3, 选择配制好的满量程 40% 的标准溶液, 重复测量 6 次。按公式 (9) 和公式 (10) 计算相对标准偏差。

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (C_i - \bar{C})^2}{n - 1}} \quad (9)$$

$$s_r = \frac{s}{\bar{C}} \times 100\% \quad (10)$$

式中:

s ——标准偏差, mg/L;

s_r ——相对标准偏差, %;

n ——测量次数, $n=6$;

C_i ——第 i 次测量值, mg/L;

\bar{C} ——6 次测量值的平均值, mg/L。

7.6 漂移

测量方法同 7.3, 选择配制好的 5 mg/L 的溶液标准物质, 仪器稳定后读取初始示值, 每隔 5 min 再读取 1 次示值, 共 6 次。

零点漂移按公式 (11) 计算。

$$D_z = \pm \max |C_i - C_0| \quad (11)$$

式中:

D_z ——零点漂移, mg/L;

C_i ——5 mg/L 的溶液标准物质第 i 次测量值, mg/L;

C_0 ——5 mg/L 的溶液标准物质仪器初始示值, mg/L。

当 $C_i \geq C_0$ 时取正值, 当 $C_i < C_0$ 时取负值。

示值漂移测量方法同零点漂移, 注入满量程 80% 的溶液标准物质, 按公式 (12) 计算。

$$D_s = \frac{\pm \max |C_i - C_0|}{C_0} \times 100\% \quad (12)$$

式中:

D_s ——示值漂移, mg/L;

C_i ——满量程 80% 的溶液第 i 次测量值, mg/L;

C_0 ——满量程 80% 的溶液仪器初始示值, mg/L。

当时 $C_i \geq C_0$ 取正值, 当 $C_i < C_0$ 时取负值。

7.7 最小检出浓度

经校准后的仪器, 按操作说明书要求在其样品池注入 5 mg/L 的标准物质, 稳定后读取示值, 重复测量 6 次。按公式 (9) 和 (13) 计算最小检出浓度。

$$C_L = 3s \quad (13)$$

式中:

C_L ——最小检出浓度, mg/L;

s ——标准偏差, mg/L。

8 校准结果表达

校准结果应在校准证书上反映, 校准证书至少包括以下信息:

- 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, 应说明被校对象的可接收日期;
- 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;
- 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。

9 复校时间间隔

建议复校时间间隔一般不超过 1 年。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

校准记录格式 (推荐)

记录 (证书) 编号:

委托单位				地 址		
被校准 计量器具	名称			型号规格		
	制造厂			出厂编号		
标准器名称	编号	测量范围	不确定度/准确度等级/最大允许误差	溯源单位及证书编号	有效期至	
校准依据				校准地点		
校准结果 不确定度				环境条件	温 度: °C	
					相对湿度: %	
校准日期						
校准员				核验员		

A.1 水样取样杯体积示值误差

外观检查		标称容量/mL			校准用介质	蒸馏水
编号	校准点/mL	水温/°C	实测质量/g	$K(t)$ 值	实际容量 V_0 /mL	示值误差/(%)

A.2 萃取剂取样体积示值误差

体积设定值 /(mL)	样品重量 /(g)		平均值 /(g)	萃取剂密度 /(g/cm ³)	萃取剂取样 体积/(mL)	示值误差 /(%)

A.3 浓度示值误差和加标回收率

测量范围	标准溶液浓度 /(mg/L)	主机测量值 C_z /(mg/L)			
		1	2	3	平均值
≤10 mg/L					
>10 mg/L					

续表

测量范围	标准溶液浓度/(mg/L)	整机测量值 C_t /(mg/L)				整机实际溶液浓度值 C_i /(mg/L)
		1	2	3	平均值	
≤ 10 mg/L						
> 10 mg/L						
测量范围	标准溶液浓度/(mg/L)	浓度示值误差		加标回收率/(%)		
		mg/L	%			
≤ 10 mg/L						
> 10 mg/L						

A.4 重复性

溶液浓度/(mg/L)	测量值/(mg/L)						平均值/(mg/L)
	1	2	3	4	5	6	
标准偏差/(mg/L)					相对标准偏差/(%)		

A.5 最小检出浓度

溶液浓度/(mg/L)	测量值/(mg/L)						平均值/(mg/L)
	1	2	3	4	5	6	
标准偏差/(mg/L)					最小检出浓度/(mg/L)		

A.6 零点漂移

仪器类型	连续运行时间						
测量次数	初始	1	2	3	4	5	6
测量值/(mg/L)							
零点漂移/(mg/L)							

A.7 示值漂移

溶液浓度/(mg/L)	仪器类型						连续运行时间	
测量次数	初始	1	2	3	4	5	6	
测量值/(mg/L)								
示值漂移/(%)								

附录 B

校准证书 (内页) 参考格式

校准项目	校准结果			
水样取样杯 体积示值误差	标称容量/(mL)	实际容量 V_{20} /(mL)		示值误差/(%)
萃取剂取样 体积示值误差	体积设定值/(mL)	取样体积/(mL)		示值误差/(%)
浓度示值误差	标准值 /(mg/L)	平均值 /(mg/L)	示值误差 /(%)	不确定度 $U_{rel} (k=2)$
加标回收率	标准值/(mg/L)		加标回收率/(%)	
重复性	%			
最小检出浓度	mg/L			
零点漂移	mg/L			
示值漂移	%			

附录 C

浓度示值误差测量结果的不确定度评定示例

C.1 浓度示值误差的校准

C.1.1 测量标准：国家二级标准物质。

C.1.2 被测对象：全自动红外分光测油仪（以下简称测油仪）

C.1.3 测量方法：采用已知浓度的国家二级标准物质直接测量被检测油仪示值，其测量结果与标准值之差，即为仪器的示值误差。

C.2 测量模型

$$\Delta C = \bar{C} - C_S$$

式中： ΔC ——测油仪浓度示值误差，mg/L；

\bar{C} —— 测油仪浓度示值的算术平均值，mg/L；

C_S —— 标准物质浓度，mg/L。

C.3 灵敏系数

$$C_1 = \frac{\partial \Delta C}{\partial \bar{C}} = 1 \quad C_2 = \frac{\partial \Delta C}{\partial C_S} = -1$$

C.4 不确定度来源分析与计算

C.4.1 测油仪的测量重复性引入的不确定度，采用 A 类方法进行评定，用 $u_{Arel}(\bar{C})$ 表示。

在重复性测量条件下，对一台测油仪，选择浓度为 40mg/L 的标准溶液，连续测量 10 次，重复测量结果见表 C.1。

表 C.1 重复测量结果

测量值 (mg/L)	39.258	39.576	39.145	39.743	39.021
	39.812	38.271	38.429	39.952	38.816

得到测量值的平均值：

$$\bar{C} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n C_i = 39.202 \text{ mg/L}$$

单个测量值 C_i 的标准不确定度为：

$$u(C_i) = s(C_i) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (C_i - \bar{C})^2}{n-1}} = 0.579 \text{ mg/L}$$

日常所给重复性测量次数为 $N(N=6)$ 次， N 次测得平均值 \bar{C} 的标准不确定度为 $u(\bar{C})$ 为：

$$u(\bar{C}) = s(\bar{C}) = \frac{s(C_i)}{\sqrt{N}} = 0.236 \text{ mg/L}$$

$$u_{Arel}(\bar{C}) = \frac{u(\bar{C})}{\bar{C}} \times 100\% = 0.60\%$$

C.4.2 测量不确定度的 B 类评定，用 u_{Brel} 表示。

C.4.2.1 由标准物质引入的不确定度

标准物质引入的不确定度可以从标准物质证书中查到 $U_{rel}(C_S) = 2.5\%$ ($k = 2$),

$$u_{rel}(C_S) = \frac{U_{rel}(C_S)}{k} = 1.25\%$$

C.4.2.2 由配制标准溶液时使用的玻璃量器的容量允差引入的不确定度, 服从三角分布($k = \sqrt{6}$), 其标准不确定度:

$$u(\alpha) = \frac{\alpha}{k}$$

C.4.2.2.1 配制标准溶液中使用的 100mL 单标线容量瓶, 最大允许误差 α_1 : $\pm 0.10\text{mL}$, 其相对标准不确定度:

$$u_{rel}(\alpha_1) = \frac{u(\alpha_1)}{100} \times 100\% = 0.04\%$$

C.4.2.2.2 配制标准溶液中使用的 10mL 分度吸量管最大允许误差 α_2 : $\pm 0.05\text{mL}$, 其相对标准不确定度:

$$u_{rel}(\alpha_2) = \frac{u(\alpha_2)}{10} \times 100\% = 0.20\%$$

C.4.2.2.3 取样中使用的 10mL 分度吸量管最大允许误差 α_3 : $\pm 0.05\text{mL}$, 其相对标准不确定度:

$$u_{rel}(\alpha_3) = \frac{u(\alpha_3)}{10} \times 100\% = 0.20\%$$

则:

$$u_{Brel} = \sqrt{\sum_{i=1}^n C_i^2 u_{rel}^2(\alpha_i)} = 1.29\%$$

C.5 合成相对标准不确定度 $u_{rel}(\Delta C)$:

$$u_{rel}(\Delta C) = \sqrt{u_{Arel}^2 + u_{Brel}^2} = 1.42\%$$

C.6 扩展不确定度 $U_{rel}(\Delta C)$

$$U_{rel}(\Delta C) = k \times u_{rel}(\Delta C) = 2.9\%$$

全自动红外分光测油仪浓度示值误差测量结果不确定度:

$$U_{rel}(\Delta C) = 2.9\% \quad (k = 2)$$

吉林省地方计量技术规范

全自动红外分光测油仪校准规范

JJF(吉) 152—2025

吉林省市场监督管理厅发布

*

版权所有 不得翻印

297 mm×210 mm A4 纸

2025 年 11 月第 1 版 2025 年 11 月第 1 次印刷