



中华人民共和国国家计量检定规程

JJG 395—2016



定碳定硫分析仪

Carbon-sulfur Analyzers

2016-11-25 发布

2017-05-25 实施



国家质量监督检验检疫总局 发布

定碳定硫分析仪检定规程

Verification Regulation for Carbon-sulfur

Analyzers

JJG 395—2016

代替 JJG 395—1997

归口单位：全国环境化学计量技术委员会

主要起草单位：上海市计量测试技术研究院

参加起草单位：江苏省计量科学研究院

本规程委托全国环境化学计量技术委员会负责解释

本规程主要起草人：

黄 薇（上海市计量测试技术研究院）

任淑贞（上海市计量测试技术研究院）

丁 敏（上海市计量测试技术研究院）

参加起草人：

蔡冶强（江苏省计量科学研究院）

目 录

引言	(II)
1 范围	(1)
2 概述	(1)
3 计量性能要求	(1)
4 通用技术要求	(2)
4.1 外观及功能性检查	(2)
4.2 绝缘电阻	(2)
4.3 绝缘强度	(2)
5 计量器具控制	(2)
5.1 检定条件	(2)
5.2 检定项目	(3)
5.3 检定方法	(3)
5.4 检定结果处理和检定周期	(4)
附录 A 定碳定硫分析仪检定原始记录	(5)
附录 B 检定证书/检定结果通知书内页格式	(7)

引 言

本规程依据 JJF 1002《国家计量检定规程编写规则》、JJF 1001《通用计量术语及定义》编写。

与 JJG 395—1997《定碳定硫分析仪》相比，除编辑性修改外，本规程主要技术变化如下：

——增加了自动高速碳硫分析仪；

——调整了红外碳硫分析仪的测量范围与最大允许误差。JJG 395—1997 中，碳的测量范围为 0.001 0%~3.00%，硫的测量范围为 0.001 0%~0.300%，超低碳与低硫最大允许误差均为 $\pm 0.000 5\%$ 。本规程中，碳的测量范围为 0.005%~4.00%，硫的测量范围为 0.003%~0.200%，超低碳与低硫最大允许误差分别为 $\pm 0.002\%$ 与 $\pm 0.001\%$ ；

——调整了红外碳硫分析仪的重复性指标。JJG 395—1997 中，碳和硫的重复性指标分别为 1.0%和 4.0%，本规程中，该指标分别为 0.8%和 3.0%；

——取消了称量稳定性的要求；

——增加了绝缘电阻与绝缘强度这两项常规安全性能指标。

本规程的历史发布情况：

——JJG 395—1997。

定碳定硫分析仪检定规程

1 范围

本规程适用于红外碳硫分析仪以及自动高速碳硫分析仪的首次检定、后续检定和使用中检查。

2 概述

定碳定硫分析仪（以下简称仪器）主要用于钢铁、冶金、机械制造加工、铸造有色金属等行业中钢、铁及其他材料中碳、硫元素的定量分析。测定金属、矿石、陶瓷等物质中所含碳及硫成分的含量，主要有红外碳硫分析仪和自动高速碳硫分析仪两大类仪器。

红外碳硫分析仪的原理是将一定质量的样品加助熔剂后在高温炉中高温加热燃烧，使样品中的碳、硫与氧气反应生成二氧化碳和二氧化硫气体，在载气的带动下经过气路处理系统进入二氧化碳和二氧化硫的检测室，利用二氧化碳和二氧化硫分别在 4 260 nm 及 7 400 nm 处，具有很强的特征吸收这一特性，通过测量气体吸收光强分析二氧化碳和二氧化硫的含量，从而得到样品中碳、硫成分的百分含量。

自动高速碳硫分析仪包括气体容量法碳硫分析仪和电导法碳硫分析仪。气体容量法碳硫分析仪（容量法）的原理是测碳为气体容量法，试样在高温炉中通入氧气燃烧，碳被氧化成二氧化碳，用氢氧化钾吸收，以吸收前后体积之差，通过计算确定碳含量；测硫为碘量法，硫通过燃烧产生二氧化硫，经过淀粉吸收产生亚硫酸，再用碘（或者碘酸钾）溶液滴定至浅蓝色为终点，由消耗的碘体积求得硫含量。电导法碳硫分析仪（电导法）的原理是被测样品经高温燃烧后产生的混合气体，经过电导池的吸收后，溶液电导率发生改变，从而测定碳、硫的含量。

3 计量性能要求

红外碳硫分析仪和自动高速碳硫分析仪的计量性能要求分别见表 1 和表 2。

表 1 红外碳硫分析仪的计量性能要求

项目名称	含碳量	最大允许误差	含硫量	最大允许误差
示值误差 %（质量分数）	0.005~0.010	±0.002	0.003~0.010	±0.001
	>0.010~0.100	±0.005	>0.010~0.100	±0.005
	>0.100~1.000	±0.010	>0.100~0.200	±0.010
	>1.00~4.00	±0.030		
重复性/%	碳：≤0.8，硫：≤3.0			
分析时间	<1 min			

表 2 自动高速碳硫分析仪的计量性能要求

项目名称	含碳量	最大允许误差	含硫量	最大允许误差
示值误差 % (质量分数)	0.030~0.100	±0.010	0.003~0.010	±0.001
	>0.100~0.500	±0.015	>0.010~0.050	±0.005
	>0.500~1.000	±0.025	>0.050~0.100	±0.010
	>1.00~4.00	±0.050	>0.100~0.200	±0.015
重复性/%	碳: ≤3.0, 硫: ≤4.0			
分析时间	<3 min			

4 通用技术要求

4.1 外观及功能性检查

4.1.1 仪器应附有制造厂的使用说明书,并附件齐全;应标明仪器名称、型号、编号及制造厂名称;各开关、按键、显示器等部件应有明确的功能标志。

4.1.2 仪器不应有影响其正常工作的外观损伤,各部件结合处应平整。新出厂仪器的表面镀、涂层均匀,无明显擦伤、毛刺和粗糙不平。

4.1.3 仪器通电、通气后,能正常工作。各按键工作正常,若有数字显示器,应清晰、稳定地显示测量值;若有刻线及刻字,应清晰,不得有妨碍读数 and 测量结果的锈斑及耀光等缺陷。

4.2 绝缘电阻

对于使用 220 V 交流电源的仪器,电源相线对地的绝缘电阻不小于 20 MΩ。

4.3 绝缘强度

对于使用 220 V 交流电源的仪器,电源相线对地的绝缘强度,应能承受 1.5 kV 正弦交流电压、频率 50 Hz、电流 5 mA,历时 1 min,无击穿和飞弧现象产生。

5 计量器具控制

5.1 检定条件

5.1.1 检定用的标准物质及配套设备

5.1.1.1 可采用合金结构钢、碳素工具钢、铸铁喷粉等标有碳、硫含量的有证标准物质,其扩展不确定度不得大于示值误差限的 1/3。

5.1.1.2 绝缘电阻表: 500 V, 10 级。

5.1.1.3 秒表: 分度值不大于 0.1 s。

5.1.1.4 天平: (0~200) g, 分度值 0.1 mg。

5.1.1.5 绝缘强度测试仪: 电压不低于 1.5 kV, 5 级。

5.1.2 环境条件

5.1.2.1 环境温度: (15~30)℃。

5.1.2.2 相对湿度: ≤80%; 对测定含量在 0.001 0%~0.010 0%范围时,相对湿度

≤60%。或按仪器说明书规定。

5.1.2.3 电源：电压 AC (220±22) V，频率 (50±1) Hz。

5.1.2.4 仪器周围应无强烈振动，无强交流电、磁场干扰，无腐蚀性气体存在。

5.1.2.5 仪器及电源应有良好接地。

5.2 检定项目

检定项目见表 3。

表 3 检定项目

序号	检定项目	首次检定	后续检定	使用中检查
1	外观	+	+	—
2	绝缘电阻	+	—	—
3	绝缘强度	+	—	—
4	示值误差	+	+	+
5	重复性	+	+	+
6	分析时间	+	—	—
注：				
1	“+”表示需检项目，“—”表示可不检项目；			
2	仪器经搬运或维修后对计量性能有重大影响时，其后续检定原则上需按首次检定进行；			
3	绝缘强度检定仅针对红外碳硫分析仪进行。			

5.3 检定方法

5.3.1 外观检查

采用目测按 4.1 要求进行检查。

5.3.2 绝缘电阻

电源插头不接入电网，电源开关置于接通位置，用绝缘电阻测试仪在电源进线与机壳之间施加 500 V 直流试验电压，稳定 5 s，测量绝缘电阻。

5.3.3 绝缘强度

仪器不连接供电电源，但接通电源开关。将绝缘强度测试仪的两根接线分别接到仪器电源插头的相线及接地端（或机壳）上，将电压平稳地施加到 1.5 kV，漏电流设置为 5 mA，保持 1 min，然后将电压平稳地下降到 0 V，在试验过程中不应出现击穿和飞弧现象。

5.3.4 示值误差

按照仪器说明书要求预热仪器。根据表 1 与表 2 所列的不同碳、硫含量范围，每个范围内选取符合 5.1.1.1 要求的一种标准物质，按照仪器说明书要求对仪器进行校准。再分别在该范围内各选取一种标准物质（原则上含量低于校准用的标准物质，而且基体基本相近），分别重复测量 3 次，按公式 (1) 计算平均值与标准值的差，即为该范围的仪器示值误差。

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

式中:

ΔX ——示值误差,% (质量分数);

$\bar{X}$ ——3次测量的平均值,% (质量分数);

X_s ——标准值,% (质量分数)。

5.3.5 重复性

选取碳含量在 (0.100%~1.000%) 范围、硫含量在 (0.010%~0.100%) 范围内的一种标准物质, 每次称样量尽可能接近, 连续测量 7 次, 按公式 (2) 计算重复性。

$$s = \frac{1}{x} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}} \times 100\% \quad (2)$$

式中:

s ——相对标准偏差,%;

x_i ——测量值,% (质量分数);

$\bar{x}$ ——测量平均值,% (质量分数);

$n=7$ ——测量次数。

5.3.6 分析时间

在进行 5.3.4 检定的同时, 从样品开始燃烧时用秒表计时至测量结束停止计时, 所需时间即为仪器的分析时间。

5.4 检定结果处理和检定周期

5.4.1 按本规程要求, 仪器所有检定项目必须全部合格, 如有一项不合格, 则仪器判定为不合格。检定合格的仪器, 发给检定证书; 检定不合格的仪器, 发给检定结果通知书, 并注明不合格项。

5.4.2 红外碳硫分析仪的检定周期一般不超过 2 年, 自动高速碳硫分析仪的检定周期一般不超过 1 年, 如果对仪器的检测数据有怀疑或仪器更换了主要部件及修理后应重新检定。

附录 A

定碳定硫分析仪检定原始记录

送检单位									
仪器名称 ☐ 红外碳硫分析仪 ☐ 自动高速碳硫分析仪									
生产厂家			型号规格			年 月 日			
出厂编号			检定日期						
实验室温度			℃			相对湿度			%
证书编号			检定结论						
检定使用的标准物质									
名称		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	
1. 外观		☐ 合格 ☐ 不合格							
2. 示值误差									
元素	标准物质编号	实测值/% (质量分数)			平均值 % (质量分数)		示值误差 % (质量分数)		单项结论
碳		1	2	3					
元素	标准物质编号	实测值/% (质量分数)			平均值 % (质量分数)		示值误差 % (质量分数)		单项结论
硫		1	2	3					

表 (续)

3. 重复性		标准物质：						
实测值/%（质量分数）								
元素	1	2	3	4	5	6	7	
碳								
硫								
元素	平均值/%（质量分数）			相对标准偏差/%				
碳								
硫								
4. 分析时间								
5. 绝缘电阻								
6. 绝缘强度								
7. 备注								
检定人员				核验人员				

附录 B

检定证书/检定结果通知书内页格式

B.1 检定证书/检定结果通知书第 2 页

检定证书/检定结果通知书第 2 页

证书编号××××××××—××××××				
检定机构授权说明：				
检定环境条件及地点：				
温 度	℃	地 点		
相对湿度	%	其 他		
检定使用的计量（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
检定使用的标准器				
名称	测量范围	不确定度/准确度等级 /最大允许误差	检定/校准 证书编号	有效期
第×页 共×页				

B.2 检定证书检定结果页

检定证书检定结果页

1. 外观							
2. 示值误差							
检定项目	碳/% (质量分数)				硫/% (质量分数)		
技术要求							
标准值							
示值							
示值误差							
3. 重复性							
元素	技术要求/%				重复性/%		
碳							
硫							
计量/ 技术要求	4. 绝缘电阻					结论	
	5. 绝缘强度						
	6. 分析时间						

B.3 检定结果通知书检定结果页

检定结果通知书检定结果页

1. 外观											
2. 示值误差											
检定项目	碳/%（质量分数）						硫/%（质量分数）				
技术要求											
标准值											
示值											
示值误差											
3. 重复性											
元素	技术要求/%						重复性/%				
碳											
硫											
计量/ 技术要求	4. 绝缘电阻								结论		
	5. 绝缘强度										
	6. 分析时间										

仪器不合格项目：

中 华 人 民 共 和 国
国 家 计 量 检 定 规 程
定 碳 定 硫 分 析 仪

JJG 395—2016

国家质量监督检验检疫总局发布

*

中国质检出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址 www.spc.net.cn

总编室:(010)68533533 发行中心:(010)51780238

读者服务部:(010)68523946

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 1 字数 17 千字
2017年4月第一版 2017年4月第一次印刷

*

书号: 155026·J-3432 定价 18.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68510107



JJG 395—2016