

贵州省地方计量技术规范

JJF (黔) XXXX-2020

氧气透过率测定仪校准规范

Calibration Specification for Oxygen Transmittance Meter

(报批稿)

XXXX-XX-XX 发布

XXXX-XX-XX 实施

贵州省市场监督管理局 发布

氧气透过率测定仪校准规范

Calibration Specification for

Oxygen Transmittance Meter

JJF(黔) XXXX—2020

归口单位：贵州省市场监督管理局

主要起草单位：贵州省计量测试院

参加起草单位：广州标际包装设备有限公司

贵州省食品药品检验所

贵州省产品质量检验检测院

贵州益佰制药股份有限公司

本规范委托贵州省计量测试院负责解释

本规范主要起草人：

韩 晖（贵州省计量测试院）

龙元平（贵州省计量测试院）

吴 昊（贵州省计量测试院）

参加起草人：

邵德花（广州标际包装设备有限公司）

杨正奕（贵州省食品药品检验所）

杨继怡（贵州省产品质量检验检测院）

吴 涛（贵州益佰制药股份有限公司）

目 录

引言	(II)
1 范围	(1)
2 引用文件	(1)
3 术语和计量单位	(1)
4 概述	(1)
5 计量特性	(2)
5.1 温度设定值示值误差	(2)
5.2 温度稳定性	(2)
5.3 气体透过率示值误差	(2)
5.4 气体透过率重复性	(2)
6 校准条件	(2)
6.1 环境条件	(2)
6.2 校准用标准物质及设备	(3)
7 校准项目和校准方法	(3)
7.1 校准项目	(3)
7.2 校准方法	(4)
8 校准结果表达	(5)
8.1 校准记录	(5)
8.2 校准结果的处理	(5)
9 复校时间间隔	(6)
附录 A 透过率示值误差测量结果的不确定度评定示例	(7)
附录 B 氧气透过率测定仪校准原始记录格式	(9)
附录 C 校准证书内页格式	(11)

引 言

本规范依据 JJF 1071-2010《国家计量校准规范编写规则》、JJF 1059.1-2012《测量不确定度评定与表示》和 JJF 1001-2011《通用计量术语及定义》，并参考了 GB/T 19789《包装材料 塑料薄膜和薄片氧气透过性试验 库仑计检测法》、GB/T 2918《塑料试样状态调节和试验的标准环境》进行编制。

氧气透过率测定仪校准规范

1 范围

本规范适用于库仑电量法原理等压法测试包装材料的氧气透过率测定仪(以下简称仪器)的校准。

2 引用文件

本规范引用了下列文件：

GB/T 2918 塑料试样状态调节和试验的标准环境

GB/T 19789 包装材料塑料薄膜和薄片氧气透过性试验库仑计检测法

凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于该规范；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 术语和计量单位

3.1 稳态 steady-state

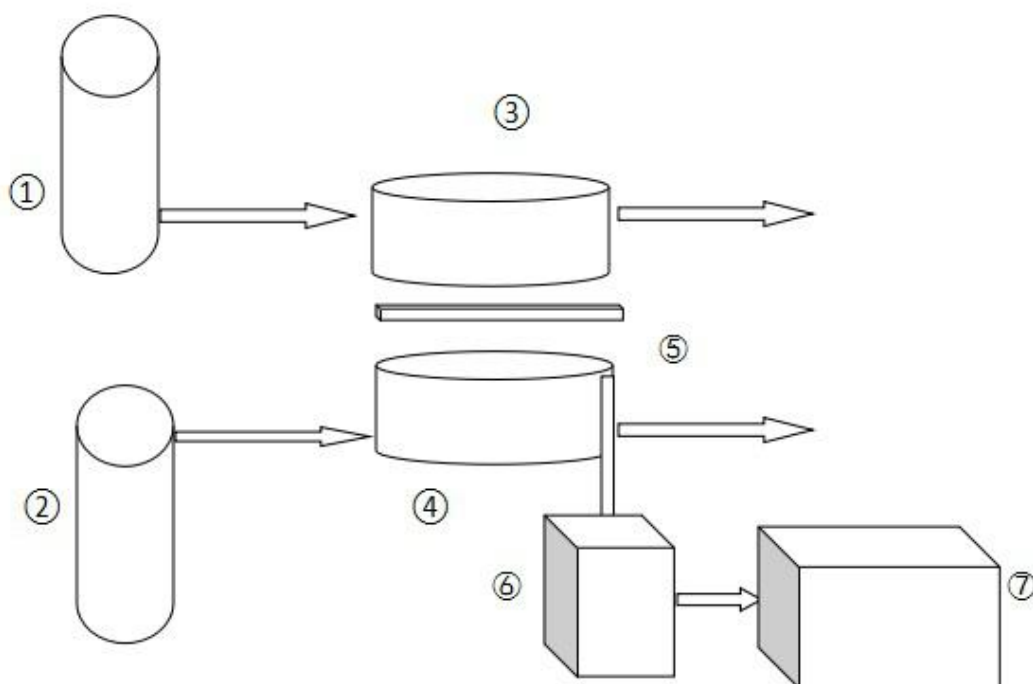
当试样吸收的气体数量与透过试样的氧气数量达到平衡时的状态。

3.2 氧气透过率 oxygen transmission rate

在试验条件下，在单位时间内透过单位面积试样的氧气数量。常用单位为 $\text{cm}^3/(\text{m}^2 \cdot 24\text{h})$ 。

4 概述

仪器依据库仑电量法原理等压法测试，测试腔分上下两部分，薄膜固定在中间，高纯氧气在薄膜的上腔流动，高纯氮气在薄膜的下腔流动，氧分子透过薄膜扩散到另一侧的氮气中，被流动的氮气携带至传感器，通过对传感器测量到的氧气浓度进行分析，从而计算出氧气透过率结果来表示。原理图见图 1。



1-氧气钢瓶；2-氮气钢瓶；3-上腔；4-下腔；5-试样；6-库伦计；7-记录仪。

图 1 氧气透过率测定仪原理图

5 计量特性

5.1 温度设定值示值误差

仪器腔体内温度设定值误差应不大于 $\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

5.2 温度稳定性

仪器腔体内温度稳定性应不大于 1.5% 。

5.3 氧气透过率示值误差

氧气透过率示值误差应不大于 $\pm 15\text{ cm}^3/(\text{m}^2\cdot 24\text{ h})$ 。

5.4 氧气透过率重复性

氧气透过率的重复性应在 3% 以内。

注：以上技术指标不用于合格性判定，仅供参考。

6 校准条件

6.1 环境条件

6.1.1 供电电源： $(220\pm 22)\text{V}$ ， $(50\pm 1)\text{Hz}$ 。

6.1.2 环境温度：(23±3)℃。

6.1.3 相对湿度：≤75%。

6.1.4 周围环境无影响仪器正常工作的机械振动和电磁场干扰。

6.1.5 实验用氮气和氧气一般不低于99.995%。

6.2 校准用标准物质及设备

6.2.1 标准物质：校准应使用有证标准物质。标准物质一览表见表1。

表 1 标准物质一览表

标物名称	氧气透过率标准值 $\text{cm}^3/(\text{m}^2 \cdot 24 \text{ h})$	扩展不确定度 $\text{cm}^3/(\text{m}^2 \cdot 24 \text{ h})$
25 μm PET聚酯薄膜氧气透过率标准物质	62.8	2.9 ($k=3$)
125 μm PET聚酯薄膜氧气透过率标准物质	12.3	0.9 ($k=2$)

6.2.2 铂电阻温度计：最大允许误差±0.3℃。

7 校准项目和校准方法

7.1 校准项目

校准项目一览表见表2。

表 2 校准项目一览表

序号	校准项目
1	温度设定值示值误差
2	温度稳定性
3	透过率示值误差
4	透过率示值重复性

7.2 校准方法

7.2.1 校准前准备

7.2.1.1 外观检查

仪器应标识清楚（名称、型号、出厂编号、制造厂名等），仪器外观不应存在影响正常使用的机械损伤，各部件齐全，紧固件无松动。

7.2.1.2 密封性检查

仪器气路的密封性应无泄漏。

7.2.2 温度设定值示值误差

将温度计的探头固定在仪器的测试腔体中，设定温度为 23 ℃，待仪器温度稳定后连续测量 60 min，每 10 min 记录一个数据，按公式 (1) 计算仪器温度设定值误差。

$$\Delta t = \bar{t} - t_o \quad (1)$$

式中：

Δt ——温度设定值误差，℃；

\bar{t} ——温度测量的平均值，℃；

t_o ——温度设定值，℃。

7.2.3 温度稳定性

方法同 7.2.2，按公式 (2) 计算仪器的温度稳定性。

$$\Delta t' = \frac{t_{\max} - t_{\min}}{\bar{t}} \times 100\% \quad (2)$$

式中：

$\Delta t'$ ——温度稳定性，%；

t_{\max} ——温度测量的最大值，℃；

t_{\min} ——温度测量的最小值，℃；

\bar{t} ——温度测量的平均值，℃。

7.2.4 透过率示值误差

根据使用方法和仪器说明书，对仪器进行条件设定，打开腔盖装入聚酯薄膜氧气透过率标准物质，待仪器稳定后，对测定仪腔体进行氧气透过率测定，每种标准物质测定 3 次，按公式 (3) 计算平均值与标准物质标准值之间的示值误差，每个腔体应分别进行测量。

$$\delta = \overline{r_{O_2}} - r_{O_2} \quad (3)$$

式中：

δ ——示值误差， $\text{cm}^3/(\text{m}^2 \cdot 24 \text{ h})$ ；

$\overline{r_{\text{O}_2}}$ ——测量平均值， $\text{cm}^3/(\text{m}^2 \cdot 24 \text{ h})$ ；

r_{O_2} ——标准物质标准值， $\text{cm}^3/(\text{m}^2 \cdot 24 \text{ h})$ 。

7.2.5 透过率示值重复性

在 7.2.4 的测量条件下，每个腔体选用一种聚酯薄膜氧气透过率标准物质进行重复测量 3 次，按公式（4）计算透过率的示值重复性。

$$s = \frac{r_{\text{O}_2 \max} - r_{\text{O}_2 \min}}{1.69 \times r_{\text{O}_2}} \times 100\% \quad (4)$$

式中：

s ——氧气透过率测量重复性；

$r_{\text{O}_2 \max}$ ——测量中透过率值最大值， $\text{cm}^3/(\text{m}^2 \cdot 24 \text{ h})$ ；

$r_{\text{O}_2 \min}$ ——测量中透过率值最小值， $\text{cm}^3/(\text{m}^2 \cdot 24 \text{ h})$ ；

$\overline{r_{\text{O}_2}}$ ——测量的平均值， $\text{cm}^3/(\text{m}^2 \cdot 24 \text{ h})$ 。

8 校准结果表达

8.1 校准记录

校准记录格式参见附录 B。

8.2 校准结果的处理

校准证书内页格式参见附录 C。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：

- 标题：“校准证书”；
- 实验室名称和地址；
- 进行校准的地点（如果与实验室的地址不同）；
- 证书的唯一性标识（如证书编号），每页及总页数的标识；
- 客户的名称和地址；

- f) 被校对象的描述和明确标识（如型号、产品编号等）；
- g) 进行校准的日期，如果与校准结果的有效性和应用相关时，应说明被校对象的接收日期；
- h) 如果与校准结果的有效性应用相关时，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，包括名称和代号；
- 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，不得部分复制证书或报告的声明。

9 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、仪器本身质量等诸多因素所决定的，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。建议复校时间间隔不超过 12 个月。

附录 A

透过率示值误差测量结果的不确定度评定示例

A.1 概述

A.1.1 测量依据：JJF(黔)XXXX—XXXX 氧气透过率测定仪校准规范。

A.1.2 环境条件：环境温度：23.0℃，湿度：60%RH。

A.1.3 标准物质：氧气透过率标准值为 $62.8 \text{ cm}^3/(\text{m}^2 \cdot 24 \text{ h})$

A.1.4 被测对象：氧气透过率测定仪。

A.1.5 测量方法：将标准物质放入氧气透过率测定仪腔体中，按仪器说明书进行测量。

A.2 测量模型

依据测量方法，测量模型如公式(A.1)。

$$\delta = \overline{r_{O_2}} - r_{O_2} \quad (\text{A.1})$$

式中：

δ ——示值误差， $\text{cm}^3/(\text{m}^2 \cdot 24 \text{ h})$ ；

$\overline{r_{O_2}}$ ——3次测量平均值， $\text{cm}^3/(\text{m}^2 \cdot 24 \text{ h})$ ；

r_{O_2} ——标准物质标准值， $\text{cm}^3/(\text{m}^2 \cdot 24 \text{ h})$ 。

A.3 不确定来源

不确定度来源主要为：

——标准物质引入的标准不确定度；

——测量重复性引入的标准不确定度，包括人员操作、环境条件变化、仪器电源变化引起的漂移等影响。

A.4 标准不确定度评定

A.4.1 标准物质引入的标准不确定度

从标准物质证书(GBW(E)130497)查到实验使用的氧气透过率标准物质的标

准值为： $62.8\text{cm}^3/(\text{m}^2\cdot 24\text{h})$ ，扩展标准不确定度为 $U=2.9\text{cm}^3/(\text{m}^2\cdot 24\text{h})$ ，包含因子 $k=2$ ，按公式（A.2）计算标准物质引入的标准不确定度为：

$$u_{(r_{O_2})} = \frac{U}{k} = \frac{2.9}{3} = 0.96\text{cm}^3/(\text{m}^2\cdot 24\text{h})$$

$$u_{rel(r_{O_2})} = \frac{u_{(r_{O_2})}}{62.8} = \frac{0.96}{62.8} = 2.3\% \quad (\text{A.2})$$

A.4.2 测量重复性引入的标准不确定度

对仪器进行重复性测量3次，用极差法进行计算，测量结果见表A.1。

表 A.1 测量结果

测量次数	1	2	3	平均值
测量结果(r_{O_2})/[$\text{cm}^3/(\text{m}^2\cdot 24\text{h})$]	62.0	63.2	64.1	63.1

按公式（A.3）计算测量重复性引入的标准不确定度为：

$$u_{rel(\overline{r_{O_2}})} = \frac{r_{O_2\max} - r_{O_2\min}}{1.69 \times \overline{r_{O_2}}} \times 100\% = \frac{64.1 - 62.0}{1.69 \times 63.1} \times 100\% = 2.0\% \quad (\text{A.3})$$

A.4.3 标准不确定度分量汇总表

标准不确定度分量汇总表见表A.2。

表 A.2 标准不确定度分量汇总表

不确定度分量	不确定度来源	不确定度
$u_{rel(r_{O_2})}$	标准物质引入	2.3%
$u_{rel(\overline{r_{O_2}})}$	测量重复性引入	2.0%

A.5 合成标准不确定度

以上标准不确定度分量互不相关，合成标准不确定度为：

$$u_{rel} = \sqrt{[u_{rel(r_{O_2})}]^2 + [u_{rel(\overline{r_{O_2}})}]^2} = \sqrt{2.3\%^2 + 2.0\%^2} = 3.05\%$$

A.6 扩展不确定度

取包含因子 $k=2$ ，则透过率示值误差测量结果的扩展不确定度为：

$$U = 2 \times 3.05\% = 6.1\%。$$

附录 B

氧气透过率测定仪校准原始记录格式

第 页 共 页

委托单位		原始记录编号	
单位地址		仪器名称	
仪器型号		出厂编号	
制造单位		校准依据	
环境温度	℃	湿度	%RH

校准用计量标准

名 称	型号规格	扩展不确定度 及最大示值误差	出厂编号	证书编号	有效期

一、温度设定值误差

设定值：_____℃

时间 (min)	0	10	20	30	40	50	60	平均值 (℃)
测量值 (℃)								

温度设定值误差_____℃

二、温度稳定性

时间 (min)	0	10	20	30	40	50	60	平均值 (℃)
测量值 (℃)								

温度稳定性_____%

三、透过率的示值误差

 $\text{cm}^3/(\text{m}^2 \cdot 24\text{h})$

腔体	标称值	测量值			平均值	示值误差
		1	2	3		

四、透过率示值重复性

 $\text{cm}^3/(\text{m}^2 \cdot 24\text{h})$

腔体	标称值	测量值			平均值	s (%)
		1	2	3		

测量结果不确定度:

校准员:

核验员:

日期:

附录 C

校准证书内页格式

证书编号 XXXXXX-XXXX

校准机构授权说明：				
校准环境条件及地点：				
温 度	℃	地 点		
湿 度	%RH	其 它		
校准所依据的技术文件（代号、名称）：				
校准所使用的主要测量标准：				
名 称	测量范围	不确定度/ 准确度等级	证书编号	证书有效期至 (YYYY-MM-DD)

校准结果

一、温度设定值误差：

二、温度稳定性：

三、透过率的示值误差

 $\text{cm}^3/(\text{m}^2 \cdot 24\text{h})$

腔体	标称值	测量值			平均值	示值误差
		1	2	3		

四、透过率示值重复性

 $\text{cm}^3/(\text{m}^2 \cdot 24\text{h})$

腔体	标称值	测量值			平均值	s (%)
		1	2	3		

测量结果不确定度：

以下空白

说明：

根据客户要求和校准文件的规定，通常情况下_____个月校准一次。

声明：

1. 仅对加盖“XXXXX 校准专用章”的完整证书负责。
2. 本证书的校准结果仅对本次所校准的计量器具有效。

