



# 中华人民共和国国家计量技术规范

JJF xxxx—202x

## 碘含量分析仪校准规范

Calibration Specification of Iodine Analyzer

(征求意见稿)

×××× - ×× - ×× 发布

×××× - ×× - ×× 实施

国家市场监督管理总局 发布

# 碘含量分析仪校准规范

JJF xxxx—202x

## Calibration Specification of Iodine Analyzer

归口单位：全国生物计量技术委员会

主要起草单位：中检（河南）计量检测有限公司

参加起草单位：中国检验认证集团河南有限公司

苏州市计量院

本规范委托全国生物计量技术委员会负责解释

本规范主要起草人：

参加起草人：

全国生物计量技术委员会

# 目 录

引言	(II)
1 范围	(1)
2 引用文件	(1)
3 概述	(1)
4 计量特性	(2)
5 校准条件	(2)
5.1 环境条件	(2)
5.2 测量标准及其他设备	(2)
6 校准项目和校准方法	(2)
6.1 校准项目	(2)
6.2 校准方法	(2)
8 校准结果表达	(5)
8.1 校准结果处理	(5)
8.2 校准结果的测量不确定度	(5)
9 复校时间间隔	(5)
附录 A 校准原始记录参考格式	(6)
附录 B 校准证书内页格式(推荐)	(8)
附录 C 碘含量分析仪测量结果不确定度评定示例	(9)

# 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》、JJF 1059.1—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。

本规范为首次发布。

全国生物计量技术委员会

# 碘含量分析仪校准规范

## 1 范围

本规范适用于比色法原理，采用砷铈催化分光光度法测量尿中碘、水中碘含量分析仪的校准，其他基体中碘含量分析仪的校准可参照执行。

## 2 引用文件

本规范引用了下列文件：

JJF 1101-2019 环境试验设备温度、湿度参数校准规范

GB/T 5750.5-2023 生活饮用水标准检验方法 第5部分：无机非金属指标

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

WS/T 107.1-2016 尿中碘的测定第1部分：砷铈催化分光光度法

注：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

比色法碘含量分析仪（以下简称“分析仪”）测量尿中碘、水中碘主要采用砷铈催化分光光度法检测碘含量。利用碘离子对砷铈氧化还原反应的催化作用间接测定碘含量。酸性条件下，亚砷酸与硫酸铈铵发生缓慢的氧化还原反应，黄色的  $Ce^{4+}$  被还原成无色的  $Ce^{3+}$ 。碘离子作为催化剂使反应加速，碘含量越高，反应速度越快，剩余的  $Ce^{4+}$  则越少。控制反应温度和时间，比色测定体系中剩余  $Ce^{4+}$  的吸光度值，利用碘化物的质量浓度与测定的吸光度值对数值的线性关系计算出碘含量。

分析仪的构造主要包含两类，一类是由加液系统、加热消解模块、恒温水浴模块、光路系统、检测系统、数据处理系统等组成。另一类是由加液系统、光路系统、检测系统、数据处理系统等组成，结构示意图见图1。

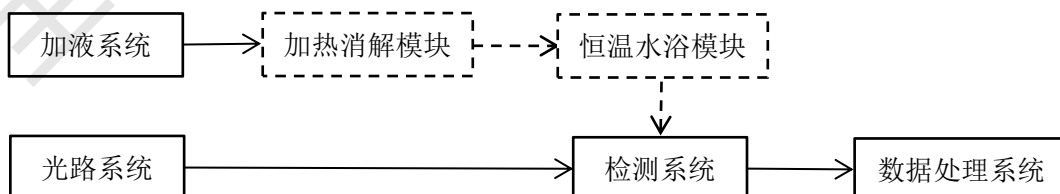


图1 分析仪结构示意图

## 4 计量特性

- 4.1 恒温水浴温度设定值偏差。
- 4.2 消解装置温度均匀性。
- 4.3 碘含量示值误差。
- 4.4 碘含量测量重复性。

## 5 校准条件

### 5.1 环境条件

- 5.1.1 环境温度：(10~30)℃。
- 5.1.2 相对湿度：不大于 85%。
- 5.1.3 电源：(220±22) V，频率：(50±0.5) Hz。
- 5.1.4 设备应放置在避免阳光直射及强光的环境，实验室保持清洁干净，通风良好、无腐蚀性气体。

### 5.2 测量标准及其他设备

#### 5.2.1 标准物质

尿中碘标准物质、水中碘标准物质：应使用国家计量行政部门批准的有证标准物质，其特性量值和不确定度由标准物质证书给出。

#### 5.2.2 单标线吸量管：A 级。

5.2.3 多通道温度巡检仪(不少于 5 通道)：测量范围(0~120)℃，分辨力不低于 0.01℃，最大允许误差： $\pm(0.15+0.002t)$ ℃，也可使用其他满足要求的温度测量设备。

5.2.4 实验用水：应符合 GB/T 6682 二级水规格。

## 6 校准项目和校准方法

### 6.1 校准项目

校准项目见表 2。

表 2 校准项目一览表

序号	校准项目	计量特性条款	校准方法条款
1	恒温水浴温度设定值偏差*	4.1	6.2.2
2	消解装置温度均匀性*	4.2	6.2.3
3	碘含量示值误差	4.3	6.2.4
4	测量重复性	4.4	6.2.5

注：无加热消解模块、恒温水浴模块的碘元素分析仪，标\*的可不做。

## 6.2 校准方法

### 6.2.1 校准前检查与准备

6.2.1.1 分析仪应具有名称、型号、制造厂、出厂编号等标识。各部件齐全连接良好，各旋钮及按键应能正常工作，无影响使用性能的缺陷。

6.2.1.2 按照仪器说明书的要求，用配套试剂建立工作标准曲线。

### 6.2.2 恒温水浴温度设定值偏差

恒温水浴装置和消解装置一般为正方体或长方体。通常选取平面距离相距最远的四个孔及中间孔来进行测量，按图 2 所示 A、B、C、D、O 的位置放置多通道温度巡检仪的温度传感器。

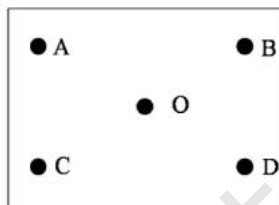


图 2 温度传感器放置示意图

按照仪器测量条件设置恒温水浴温度。按图 2 选取 5 个水浴孔，将多通道温度巡检仪的温度传感器分别插入水浴孔试管溶液中，待温度稳定后开始记录各测量点温度，记录时间间隔 3 min，记录 3 组数据，求其算术平均值。按式 (1) 计算出每个位置的温度设定值偏差。

$$\Delta T_i = \bar{T}_i - T_0 \quad (1)$$

式中： $\Delta T_i$ ——第  $i$  个位置温度设定值偏差， $^{\circ}\text{C}$ ；

$\bar{T}_i$ ——第  $i$  个位置 3 次测量温度的算术平均值， $^{\circ}\text{C}$ ；

$T_0$ ——恒温水浴装置的设定温度， $^{\circ}\text{C}$ 。

温度设定值偏差以 5 个测量位置偏差绝对值最大值给出。

### 6.2.3 消解装置温度均匀性

按照仪器测量条件设置消解温度。按图 2 选取 5 个消解孔，将多通道温度巡检仪温度传感器分别插入消解孔试管溶液中，待温度稳定后开始记录各测量点温度，记录时间间隔 5 min，记录 3 组数据，按式 (2) 计算温度均匀性。



$$\Delta T_u = \frac{\sum_{i=1}^3 (T_{i, \max} - T_{i, \min})}{3} \quad (2)$$

式中： $\Delta T_u$ ——温度均匀度，℃；

$T_{i, \max}$ ——5个测量孔第*i*次测得的最高温度，℃；

$T_{i, \min}$ ——5个测量孔第*i*次测得的最低温度，℃。

#### 6.2.4 碘含量示值误差

尿中碘含量示值误差的校准：待仪器稳定后，按照标准物质使用说明，将尿中碘标准物质平衡至室温，用单标线吸量管吸取相应体积二级水复溶标准物质，摇匀静止片刻后即可使用，尿中碘项目分别测量低值和高值的尿中碘标准物质，各测3次，低值按公式（3）计算尿中碘含量示值误差，高值按公式（4）计算尿中碘含量相对示值误差。

水中碘含量示值误差的校准：方法同上，水中碘项目分别测量低值和高值的水中碘标准物质，各测3次，按公式（3）计算水中碘含量示值误差。

$$\Delta c = \bar{c} - C_s \quad (3)$$

$$\Delta c_{\text{rel}} = \frac{\bar{c} - C_s}{C_s} \times 100\% \quad (4)$$

式中： $\Delta c$ ——碘含量示值误差，μg/L；

$\Delta c_{\text{rel}}$ ——碘含量相对示值误差，%；

$\bar{c}$ ——3次测量平均值，μg/L；

$C_s$ ——碘溶液标准值，μg/L。

注：碘含量示值误差的校准，可根据客户需求，任意选取水中碘、尿中碘项目进行校准。

#### 6.2.5 测量重复性

按照6.2.4中方法，根据客户需求，尿中碘项目分别测量低值和高值尿中碘标准物质各7次，水中碘项目分别测量低值和高值水中碘标准物质各7次，记录每次测量结果，按公式（5）计算重复性。

$$\text{RSD} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (c_i - \bar{c})^2}{n-1}} \times \frac{1}{\bar{c}} \times 100\% \quad (5)$$

式中：RSD——测量重复性，%；

$c_i$ ——第  $i$  次测量值， $\mu\text{g/L}$ ；

$\bar{c}$ —— $n$  次测量平均值， $\mu\text{g/L}$ ；

$n$ ——测量次数， $n=7$ 。

## 8 校准结果表达

### 8.1 校准结果处理

经校准后的碘含量分析仪应核发校准证书，校准证书应符合 JJF 1071—2010 中 5.12 的要求，并给出各校准项目名称和测量结果以及扩展不确定度。校准原始记录格式（推荐性表格）见附录 A，校准证书内页格式（推荐性表格）见附录 B。

### 8.2 校准结果的测量不确定度

分析仪校准结果的测量不确定度按 JJF 1059.1—2012 的要求评定，校准结果测量不确定度评定示例见附录 C。

## 9 复校时间间隔

由于复校时间间隔的长短是由碘含量分析仪的使用情况、使用者、碘含量分析仪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，复校时间间隔建议不超过 1 年。

## 附录 A 校准原始记录参考格式

## 碘含量分析仪校准原始记录

证书编号：

送校仪器信息：				
委托单号		送校单位		
名称		制造单位		
型号/规格		出厂编号		
校准环境条件及地点：				
温 度		℃	地 点	
相对湿度		%	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)

第 页 共 页

## 碘含量分析仪校准原始记录

证书编号:

## 1 恒温水浴温度设定值偏差

(°C)

次数	温度设定值	温度测量值				
		A	B	O	C	D
1						
2						
3						
平均值	/					
偏差	/					

## 2 消解装置温度均匀性

(°C)

次数	消解仪示值	温度测量值					第 <i>i</i> 次测量	
		A	B	O	C	D	最大值	最小值
1								
2								
3								
均匀性								

## 3 碘含量示值误差

标准物质浓度(μg/L)	测定值(μg/L)			平均值(μg/L)	示值误差	扩展不确定度, $k=2$
尿中碘						
水中碘						

## 4 测量重复性

尿中碘	序号		1	2	3	4	5	6	7
	低值	测量值(μg/L)							
		重复性%							
	高值	测量值(μg/L)							
重复性%									
水中碘	序号		1	2	3	4	5	6	7
	低值	测量值(μg/L)							
		重复性%							
	高值	测量值(μg/L)							
重复性%									

校准员:

核验员:

校准日期: 年 月 日

第 页 共 页

## 附录 B 校准证书内页格式（推荐）

## 校准结果

1. 恒温水浴温度设定值偏差				
设定温度/℃	测量温度/℃	偏差/℃	扩展不确定度 $U/℃$ , $k=2$	
2. 消解装置温度均匀性				
设定温度/℃		温度均匀性/℃		
3. 碘含量示值误差				
项目	标准值(μg/L)	测量值(μg/L)	示值误差	扩展不确定度, $k=2$
尿中碘				
水中碘				
4. 测量重复性				
项目	标准值(μg/L)	测量重复性		
尿中碘				
水中碘				

## 附录 C

## 碘含量分析仪测量结果不确定度评定示例

## C.1 尿中碘含量相对示值误差校准不确定度评定

C.1.1 环境条件：符合本校准规范规定的环境条件。

C.1.2 测量标准：冻干人尿中碘成份分析标准物质，测量范围 227  $\mu\text{g/L}$ ， $U=15 \mu\text{g/L}$ ， $k=2$ ；单标线吸量管，标称容量 5 mL，A 级；实验用水符合 GB/T 6682 二级水规格。

C.1.3 被校对象：碘含量分析仪。

C.1.4 测量方法：待仪器稳定后，按照标准物质使用说明，将尿中碘标准物质平衡至室温，用单标线吸量管吸取 5 mL 二级水复溶标准物质，摇匀静止片刻后，测量 3 次，按照式 C-1 计算尿中碘含量的相对示值误差。

## C.1.5 测量模型

## C.1.5.1 尿中碘含量相对示值误差

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

式中： $\Delta c_{\text{rel}}$ ——尿中碘含量相对示值误差，%；

$\bar{c}$ ——3 次测量平均值， $\mu\text{g/L}$ ；

$c_s$ ——标准物质的参考值， $\mu\text{g/L}$ 。

## C.1.5.2 不确定度计算公式

由于各输入量的不确定度之间彼此不相关，有：

$$u_c^2 = c_1^2 u^2(\bar{c}) + c_2^2 u^2(c_s)$$

灵敏系数为：

$$c_1 = \frac{\partial \Delta c}{\partial \bar{c}} = \frac{1}{c_s} \quad c_2 = \frac{\partial \Delta c}{\partial c_s} = -\frac{\bar{c}}{c_s^2}$$

式中：

$u(\bar{c})$ ——3 次测量结果平均值引入的标准不确定度；

$u(c_s)$ ——标准物质参考值引入的标准不确定度。

## C.1.6 不确定度来源

C.1.6.1 冻干人尿中碘成份分析标准物质定值引入的标准不确定度。

C.1.6.2 冻干人尿中碘成份分析标准物质复溶引入的标准不确定度。

C.1.6.3 测量重复性引入的标准不确定度。

## C.1.7 标准不确定度的评定

C.1.7.1 标准值 $C_s$ 引入的标准不确定度 $u(C_s)$ C.1.7.1.1 标准物质定值引入的标准不确定度 $u_1$ 

冻干人尿中碘成份分析标准物质，标准值为 227  $\mu\text{g/L}$ ， $U=15 \mu\text{g/L}$ ， $k=2$ ，标准物质定值引入的标准不确定度：

$$u_1 = \frac{15}{227 \times 2} \times 100\% = 3.3\%$$

C.1.7.1.2 标准物质复溶所引入的标准不确定度 $u_2$ 

用 5 mL 级单标线吸量管移取二级水复溶冻干人尿中碘成份分析标准物质，5 mL 级单标线吸量管最大允许误差 $\pm 0.015 \text{ mL}$ ，按均匀分布计算，标准物质复溶所引入的标准不确定度：

$$u_2 = \frac{0.015}{\sqrt{3} \times 5} \times 100\% = 0.2\%$$

以上不确定度分量彼此独立，标准值 $C_s$ 引入的标准不确定度 $u(C_s)$ ：

$$u(C_s) = \sqrt{u_1^2 + u_2^2} \times 227 \mu\text{g/L} = \sqrt{0.033^2 + 0.002^2} \times 227 \mu\text{g/L} = 7.5 \mu\text{g/L}$$

C.1.7.2 测量重复性引入的标准不确定度 $u(\bar{C})$ 

选用标准值为 227  $\mu\text{g/L}$  的冻干人尿中碘成分分析标准物质，连续测量 10 次，测量值为：227.6  $\mu\text{g/L}$ ，230.1  $\mu\text{g/L}$ ，231.0  $\mu\text{g/L}$ ，228.5  $\mu\text{g/L}$ ，229.4  $\mu\text{g/L}$ ，227.9  $\mu\text{g/L}$ ，230.6  $\mu\text{g/L}$ ，229.0  $\mu\text{g/L}$ ，229.7  $\mu\text{g/L}$ ，228.1  $\mu\text{g/L}$ ，平均值 229.2  $\mu\text{g/L}$ ，单次测量值的标准偏差 $s$ ：

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (c_i - \bar{c})^2}{n-1}} = 1.2 \mu\text{g/L}$$

实际测量，以 3 次测量的算术平均值作为测量结果，则测量重复性引入的标准不确定度分量：

$$u(\bar{C}) = \frac{s}{\sqrt{3}} = \frac{1.2}{\sqrt{3}} = 0.7 \mu\text{g/L}$$

## C.1.7.3 标准不确定度汇总

标准不确定度汇总见表 C.1。

表 C.1 标准不确定度汇总表

标准不确定度符号	不确定度来源		标准不确定度	灵敏系数 $c_i$
$u(\bar{C})$	输入量 $\bar{C}$ 引入的标	测量重复性引入的标准	0.7 $\mu\text{g/L}$	0.0044 ( $\mu\text{g/L}$ ) <sup>-1</sup>

	准不确定度 $u(\bar{C})$	不确定度		
$u(C_s)$	输入量 $C_s$ 引入的标准不确定度 $u(C_s)$	标准物质定值引入的标准不确定度 $u_1=3.3\%$	7.5 $\mu\text{g/L}$	$-0.0044 (\mu\text{g/L})^{-1}$
		标准物质复溶所引入的标准不确定度 $u_2=0.2\%$		

## C.1.8 合成标准不确定度

$$u_c = \sqrt{c_1^2 u^2(\bar{C}) + c_2^2 u^2(C_s)} = 3.4\%$$

## C.1.9 扩展不确定度

取  $k=2$ ，测量点 227  $\mu\text{g/L}$  尿中碘含量相对示值误差测量结果的扩展不确定度：

$$U_{\text{rel}} = k \times u_c = 2 \times 3.4\% = 7\%$$

## C.2 温度设定值偏差的不确定度评定

C.2.1 环境条件：符合本校准规范规定的环境条件。

C.2.2 测量标准：多通道温度巡检仪，测量范围：（0~120） $^{\circ}\text{C}$ ，分辨力 0.01  $^{\circ}\text{C}$ ，最大允许误差  $\pm 0.15^{\circ}\text{C}$ 。

C.2.3 被校对象：碘含量分析仪。

C.2.4 测量方法：设置水浴温度为 30  $^{\circ}\text{C}$ ，按图 2 选取 5 个水浴孔，将多通道温度巡检仪的温度传感器分别插入水浴孔试管溶液中，待温度稳定后，间隔 1 min 测量并记录水浴孔的温度，每个孔测量 3 次，求其算术平均值  $T_i$ 。按式（C-2）计算出每个位置的温度设定值偏差。

## C.2.5 测量模型

$$\Delta T = \bar{T}_i - T_0 \quad (\text{C-2})$$

式中： $\Delta T$ ——第  $i$  个位置温度设定值偏差， $^{\circ}\text{C}$ ；

$\bar{T}_i$ ——第  $i$  个位置 3 次测量温度的算术平均值， $^{\circ}\text{C}$ ；

$T_0$ ——恒温水浴装置的设定温度， $^{\circ}\text{C}$ 。

## C.2.6 不确定度来源

C.2.6.1 多通道温度巡检仪标准器引入的标准不确定度。

C.2.6.2 温度测量重复性引入的标准不确定度；

C.2.6.3 多通道温度巡检仪标准器分辨力引入的标准不确定度。



## C.2.7 标准不确定度的评定

### C.2.7.1 多通道温度巡检仪标准器引入的标准不确定度 $u_1$

标准器温度校准结果的扩展不确定度  $U=0.10\text{ }^\circ\text{C}$ ,  $k=2$ , 则标准器引入的不确定度:

$$u_1 = \frac{0.10\text{ }^\circ\text{C}}{2} = 0.05\text{ }^\circ\text{C}$$

### C.2.7.2 温度测量重复性引入的标准不确定度 $u_2$

恒温水浴装置设定为  $30.0\text{ }^\circ\text{C}$  进行校准, 待恒温器达到设定温度稳定后, 重复测量 10 次, 分别为  $30.07\text{ }^\circ\text{C}$ 、 $29.91\text{ }^\circ\text{C}$ 、 $29.99\text{ }^\circ\text{C}$ 、 $29.86\text{ }^\circ\text{C}$ 、 $29.94\text{ }^\circ\text{C}$ 、 $29.92\text{ }^\circ\text{C}$ 、 $30.14\text{ }^\circ\text{C}$ 、 $29.97\text{ }^\circ\text{C}$ 、 $29.94\text{ }^\circ\text{C}$ 、 $30.11\text{ }^\circ\text{C}$ 。单次测量值的标准偏差  $s$ :

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (c_i - \bar{c})^2}{n-1}} = 0.04\text{ }^\circ\text{C}$$

实际测量, 以 3 次测量的算术平均值作为测量结果, 则测量重复性引入的标准不确定度分量:

$$u_3 = \frac{s}{\sqrt{3}} = \frac{0.04\text{ }^\circ\text{C}}{\sqrt{3}} = 0.03\text{ }^\circ\text{C}$$

### C.2.7.3 多通道温度巡检仪标准器分辨力引入的标准不确定度 $u_3$

标准器温度分辨力为  $0.01\text{ }^\circ\text{C}$ , 不确定度区间半宽  $0.005\text{ }^\circ\text{C}$ , 服从均匀分布, 则分辨力引入的标准不确定度:

$$u_2 = \frac{0.005\text{ }^\circ\text{C}}{\sqrt{3}} = 0.003\text{ }^\circ\text{C}$$

测量重复性引入的标准不确定度远大于标准器分辨力引入的标准不确定度, 取其中较大者。

### C.2.7.3 标准不确定度汇总

标准不确定度汇总见表 C.2。

表 C.2 标准不确定度汇总表

标准不确定度符号	不确定度来源	标准不确定度
$u_1$	多通道温度巡检仪标准器引入的标准不确定度	$0.05\text{ }^\circ\text{C}$
$u_2$	温度测量重复性引入的标准不确定度	$0.04\text{ }^\circ\text{C}$

## C.2.8 合成标准不确定度

由于  $u_1$ 、 $u_2$  相互独立, 则合成标准不确定度:

$$u_c = \sqrt{u_1^2 + u_2^2} = 0.07 \text{ } ^\circ\text{C}$$

### C.2.9 扩展不确定度

取  $k=2$ ，温度设定值偏差测量结果的扩展不确定度：

$$U = k \times u_c = 2 \times 0.07^\circ\text{C} = 0.14^\circ\text{C}$$

全国生物计量技术委员会