

××××－××－××实施

折射率法冰点仪校准规范

Calibration Specification for Cryoscopes with Refractive Index Method

（报批稿）

××××－××－××发布

中华人民共和国工业和信息化部

兵工民品计量技术规范

**JJF**（兵工民品） 0008－2021

布

发

中华人民共和国工业和信息化部

折射率法冰点仪校准规范

**Calibration Specification for Cryoscopes with Refractive Index Method**

**JJF**（兵工民品）0008－2021

归 口 单 位：中国兵器工业标准化研究所

主要起草单位：黑龙江华安精益计量技术研究院有限公司

参加起草单位：吉林江机特种工业有限公司

中国航发哈尔滨东安发动机有限公司

空军装备部驻哈尔滨地区第三军事代表室

本规范技术条文委托起草单位负责解释

本规范主要起草人：

段长生（黑龙江华安精益计量技术研究院有限公司）

王文英（黑龙江华安精益计量技术研究院有限公司）

参加起草人：

宋骐羽（吉林江机特种工业有限公司）

李 刚（中国航发哈尔滨东安发动机有限公司）

李 察（空军装备部驻哈尔滨地区第三军事代表室）

目 录

[引言 （II](#_Toc75261228)）

[1 范围 （1](#_Toc75261229)）

[2 引用文件 （1](#_Toc75261230)）

[3 概述 （1](#_Toc75261231)）

[4 计量特性 （2](#_Toc75261233)）

[4.1　外观及性能 （2](#_Toc75261234)）

[4.2 计量性能要求 （2](#_Toc75261240)）

[5 校准条件 （2](#_Toc75261243)）

[5.1 环境条件 （2](#_Toc75261244)）

[5.2 测量标准及其他设备 （2](#_Toc75261245)）

[6 校准项目和校准方法 （2](#_Toc75261246)）

[6.1 校准项目 （2](#_Toc75261247)）

[6.2 校准方法 （3](#_Toc75261248)）

[7 校准结果表达 （4](#_Toc75261256)）

[8 复校时间间隔 （4](#_Toc75261257)）

[附录A](#_Toc75261258) [丙二醇水溶液配制方法 （5](#_Toc75261259)）

[附录B](#_Toc75261262) [丙二醇水溶液浓度与冰点值对应关系 （6](#_Toc75261263)）

[附录C](#_Toc75261264) [原始记录格式 （7](#_Toc75261265)）

[附录D](#_Toc75261269)  [校准证书内页格式 （9](#_Toc75261270)）

[附录E](#_Toc75261271) [测量不确定度评定示例 （10](#_Toc75261272)）

引 言

本规范依据JJF1071－2010《国家计量校准规范编写规则》、JJF1059.1－2012《测量不确定度评定与表示》编写。

本规范为首次发布。

折射率法冰点仪校准规范

* 1. 范围

本规范适用于折射率法冰点仪的校准。

* 1. 引用文件

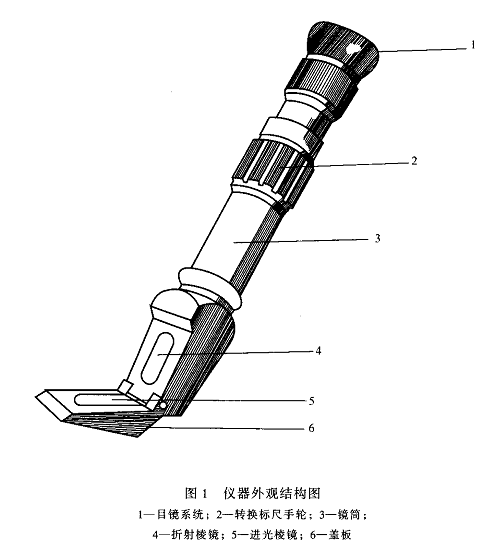
本规范引用了下列文件：

GB/T6682 分析实验室用水规格和试验方法

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。

* 1. 概述

1. 折射率法冰点仪主要用于测量机车防冻液、发动机冷却液、路面除冰剂及航空燃料等液体的冰点。它是根据溶液浓度（与冰点对应）与折射率的对应关系而设计的便携式检测仪器。冰点仪能非常方便快速地测定液体的冰点值。其测量原理可靠，体积小，重量轻，使用方便。
2. 折射率法冰点仪通常由折射棱镜、进光棱镜或盖板、标尺，以及读数用的目镜系统组成。仪器有单标尺的，也有多标尺的。折射率法冰点仪外观结构图如图1所示。



1—目镜；2—焦距手轮；3—镜筒；4—折射棱镜；5—进光棱镜；6—盖板

图1 折射率法冰点仪外观结构图

* 1. 计量特性

# 4.1　外观及性能

4.1.1 仪器光学零件应清洁，不应有妨碍读数的缺陷；

4.1.2 仪器标尺的刻字、刻线应清晰、粗细均匀，应无断线现象；

4.1.3 光学与金属部件应粘接或装配牢固，仪器的活动部分应灵活可靠，金属盖板应能在任意位置停留；

4.1.4 仪器目镜视场中，明暗界线应清晰，且与标尺刻线在目视条件下无明显视差或倾斜现象；

4.1.5 仪器零位调整范围应能满足正常使用要求。

# 4.2 计量性能要求

4.2.1 冰点最大允许误差：±1.5℃

4.2.2 冰点测量重复性：不大于0.5℃

注：以上计量特性不作为符合性判定的依据。

* 1. 校准条件

# 5.1 环境条件

5.1.1 环境温度：（20±2）℃；

5.1.2 相对湿度：≤85%；

5.1.3 室内应有足够的照度，照度不小于300lx。

# 5.2 测量标准及其他设备

5.2.1 丙二醇纯度标准物质：国家有证标准物质，纯度99.6%。

5.2.2 电子天平：测量范围（0～220）g，分度值优于0.1mg，准确度等级 级，用于配制丙二醇水溶液。

5.2.3 去离子水：符合GB/T6682二级水要求。

5.2.4 丙二醇水溶液：丙二醇水溶液配制方法见附录A，丙二醇水溶液浓度与冰点值对应关系见附录B。

* 1. 校准项目和校准方法

# 6.1 校准项目

6.1.1 示值误差

仪器测量值与丙二醇水溶液的冰点值之差。

6.1.2 测量重复性

重复测量6次，6次测量值的实验标准偏差。

# 6.2 校准方法

6.2.1 外观及性能

采用目视和手动法，对4.1中要求的项目逐条检查。

6.2.2 校准前的准备

6.2.2.1 清洁镜面

折射率法冰点仪在示值误差校准前，需要将折射棱镜和盖板表面清理干净，可以用去离子水清理镜面上的杂质，使用乙醇和乙醚进一步清洁。仪器清洁完以后与标准溶液一同放在实验室内恒温30min以上。

6.2.2.2 调零

使用去离子水调节调零螺丝对仪器调零，使仪器明暗分界线与零刻线重合。

6.2.3 示值误差

仪器调零以后，按照附录A中表A.1选择与校准点相应的丙二醇水溶液。在洁净的棱镜表面滴入（1～2）滴丙二醇水溶液，盖上盖板（接触仪器金属部分须带薄线手套操作），等候（1～2）min，待稳定后记录仪器示值，原始记录格式见附录C。

依次测量-10℃、-20℃、-30℃、-40℃、-50℃校准点（可以根据实际使用情况选择校准点，但校准点不应少于3个）。

重复上述操作3次，得到3个冰点值*t*1，*t*2，*t*3，取三次测量的平均值作为测量值。

仪器的示值误差按公式（1）进行计算。

 （1）

式中：

——示值误差，℃；

 ——仪器三次测量的平均值，℃；

*t*s ——丙二醇水溶液的冰点值，℃。

6.2.4 冰点测量重复性

选择-30℃或常用的冰点值按6.2.3的程序重复测3次，取3次测量的最大值与最小值之差作为仪器的冰点测量重复性。按公式（2）进行计算。

*δ* = tmax- *t*min （2）

式中：

*δ* ——测量重复性，℃；

*t*max——测量最大值，℃；

*t*min——测量最小值，℃。

* 1. 校准结果表达

校准结束后出具校准证书，推荐校准证书内页格式见附录D。校准证书应准确、客观的报告校准结果。校准结果用校准数据的形式给出，并给出测量不确定度，不确定度评定实例见附录E。校准证书至少包含以下信息：

1. 标题，如“校准证书”或“校准报告”；
2. 实验室名称和地址；
3. 进行校准的地点（如果不在实验室内进行校准）；
4. 证书或报告的唯一性标识（如编号），每页及总页数的标识；
5. 送校单位的名称和地址；
6. 被校对象的描述和明确标识；
7. 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收日期；
8. 如果与校准结果的有效性和应用有关时，应对抽样程序进行说明；
9. 对校准所依据的技术规范的标识，包括名称及代号；
10. 本次校准所用测量标准的溯源性及有效性说明；
11. 校准环境的描述；
12. 校准结果及其测量不确定度的说明；
13. 对校准规范的偏离的说明；
14. 校准证书或校准报告签发人的签名，以及签发日期；
15. 校准结果仅对被校对象有效的声明；
16. 未经实验室书面批准，不得部分复制证书或报告的声明。
    1. 复校时间间隔

复校时间间隔由用户根据使用情况自行确定，一般不超过12个月。

附录A

丙二醇水溶液配制方法

# **A**.1 校准间隔为10℃的丙二醇水溶液的配制方法

根据丙二醇水溶液的质量浓度及标准物质的纯度，计算出应称取丙二醇的质量*W*s（丙二醇纯度99.6%）及水的质量*W*a。不同浓度的丙二醇水溶液称取溶质和溶剂的量见表A.1。用电子天平先称取滴瓶空瓶质量，将电子天平清零，将丙二醇逐步移入到滴瓶中至质量为*W*s，再逐渐加蒸馏水至瓶中，至质量为*W*s+*W*a，使其溶解混匀，丙二醇的质量浓度按公式（A.1）计算。

 （A.1）

式中：

*C ——*丙二醇水溶液的质量浓度，%；

*W*s *——*丙二醇的质量，g；

*W*a *——*水的质量，g。

表A.1 丙二醇水溶液配制表

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 冰点标称值/℃ | 称取丙二醇的质量*W*s/g | 称取丙二醇和水的质量（*W*s+*W*a）/g |
| -10 | 12.89 | 50.00 |
| -20 | 19.53 | 50.00 |
| -30 | 23.87 | 50.00 |
| -40 | 27.17 | 50.00 |
| -50 | 29.86 | 50.00 |

**A**.2 根据实际使用情况选择校准点的仪器

根据仪器的实际使用情况，参考附表B.1丙二醇水溶液浓度与冰点值对应关系，依据A.1的方法配制丙二醇水溶液。

附录B

丙二醇水溶液浓度与冰点值对应关系

表B.1 丙二醇水溶液浓度与冰点值对照表

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 质量百分比/% | 冰点/℃ | 质量百分比/% | 冰点/℃ | 质量百分比/% | 冰点/℃ |
| 0 | 0 | 31 | -13.4 | 46 | -27.9 |
| 5 | -1.6 | 32 | -14.1 | 47 | -29.3 |
| 10 | -3.3 | 33 | -14.8 | 48 | -30.6 |
| 15 | -5.1 | 34 | -15.6 | 49 | -32.1 |
| 20 | -7.1 | 35 | -16.4 | 50 | -33.5 |
| 21 | -7.6 | 36 | -17.3 | 51 | -35.0 |
| 22 | -8.0 | 37 | -18.2 | 52 | -36.6 |
| 23 | -8.6 | 38 | -19.1 | 53 | -38.2 |
| 24 | -9.1 | 39 | -20.1 | 54 | -39.8 |
| 25 | -9.6 | 40 | -21.1 | 55 | -41.6 |
| 26 | -10.2 | 41 | -22.1 | 56 | -43.3 |
| 27 | -10.8 | 42 | -23.2 | 57 | -45.2 |
| 28 | -11.4 | 43 | 24.3 | 58 | -47.1 |
| 29 | -12.0 | 44 | 25.5 | 59 | -49.0 |
| 30 | -12.7 | 45 | -26.7 | 60 | -51.1 |

附录C

原始记录格式

委托单位 　 计量器具名称 　 计器编号

制造厂 　 型号规格 　 环境温度 ℃相对湿度 %

校准依据文件

计量标准器具信息：名称 　 编号 　 标准值

不确定度/准确度 证书编号 有效期至 溯源机构

# **C**.1　外观检查

表**C**.1 外观检查

|  |  |
| --- | --- |
| 项目 | 检查结果 |
| 外观检查 |  |

# **C**.2　示值误差的校准

表**C**.2　示值误差的校准

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 标准值/℃ | 示值/℃ | 平均值/℃ | 示值误差/℃ | 扩展不确定度*U*/℃（*k*=2） |
|  |  |  |  |  |
|  |
|  |
|  |  |  |  |  |
|  |
|  |
|  |  |  |  |  |
|  |
|  |
|  |  |  |  |  |
|  |
|  |

# **C**.3　测量重复性的校准

表**C**.3　测量重复性的校准

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 示值/℃ |  |  |  |
| 测量重复性/℃ |  | | |

附录D

校准证书内页格式

一、外观检查：

二、示值误差：

三、测量重复性：

四、校准结果的扩展不确定度：

（以下空白）

附录E

测量不确定度评定示例

# E.1 测量模型

测量模型见公式（E.1）：

 （E.1）

式中：

 ——示值误差，℃；

 ——仪器3次测量的平均值，℃；

*t*s ——标准溶液的标准值，℃。

# E.2 不确定度来源

E.2.1 测量重复性引入的标准不确定度分量。

E.2.2 仪器分辨力引入的标准不确定度分量。

E.2.3 标准物质纯度引入的标准不确定度分量。

E.2.4 电子天平准确度引入的标准不确定度分量。

# E.3 标准不确定度评定

E.3.1 测量重复性引入的标准不确定度分量*u*1

用冰点仪测量冰点标称值为-10℃的标准溶液，重复测量10次，采用A类方法评定。

由贝塞尔公式得：

0.34℃

测量结果取3次测量的平均值，则：0.20℃

E.3.2 仪器分辨力引入的标准不确定度分量*u2*

以仪器分辨力为1℃的仪器为例进行评定，按均匀分布，则0.29℃。

为避免重复评定，重复性与分辨力引入的标准不确定度分量，两者取大者，*u*2=0.29℃。

E.3.3 标准溶液的冰点值引入的标准不确定度分量*u*3

E.3.3.1 标准物质纯度引入的标准不确定度分量*u*31

标准物质的扩展不确定度为*U*rel=0.7 %，*k* =2，冰点值为-10℃时，冰点与浓度的微分关系为1.67%/℃，转化为冰点值为：

*u*31==0.21℃

E.3.3.2 电子天平准确度引入的标准不确定度分量*u*32

1级电子天平称量值小于50g，最大允许误差为±0.0005g,按均匀分布，则，。

以相对数值表示为*u*32=0.0003g/13g=0.0023%，对冰点测量值的影响可以忽略不计。

E.3.3.3 标准溶液的冰点值引入的标准不确定度分量*u*3



# E.4 合成标准不确定度

=0.36℃

# E.5 扩展不确定度

取包含因子*k*=2，0.7℃。

**JJF （**兵工民品**）** 0008－2021

中华人民共和国工业和信息化部

兵工民品计量技术规范

折射率法冰点仪校准规范

**JJF（兵工民品）0008－2021**

版权所有 不得翻印