****

中华人民共和国工业和信息化部石油和化工计量技术规范

**JJF（石化）××××-202×**

**微量法残炭测定器校准规范**

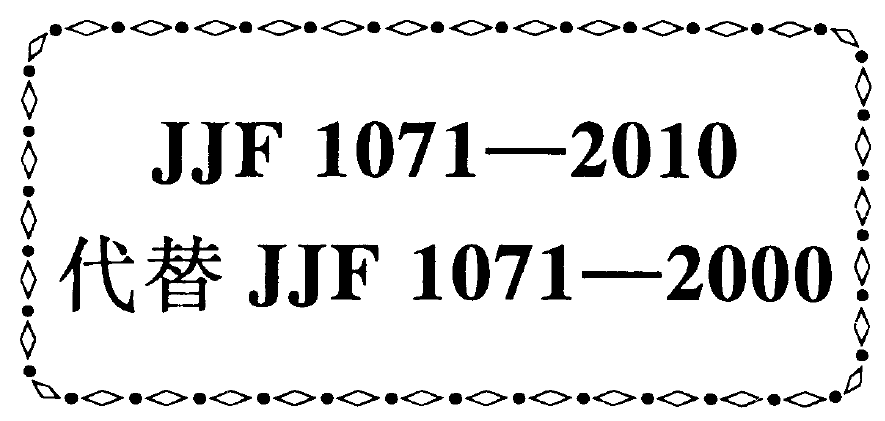
Calibration Specification for MicroCarbon Residue Testers

**（报批稿）**

**202×-××-××发布 202×-××-××实施**

**中华人民共和国工业和信息化部发布**

**微量法残炭测定器**



**JJF（石化）××××-202×**

**校准规范**

**Calibration Specification for**

**MicroCarbon Residue Testers**

**归口单位：** 中国石油和化学工业联合会

**主要起草单位：** 济宁市计量测试所

山东恒量测试科技有限公司

山东理工职业学院

山东省计量科学研究院

**参加起草单位：** 济南市计量检定测试院

本规范委托全国石油和化工行业计量技术委员会负责解释

**本规范主要起草人：**

孙 文（济宁市计量测试所）

岳宗龙（山东恒量测试科技有限公司）

纪祥娟（山东理工职业学院）

张 森（山东省计量科学研究院）

**参加起草人：**

赵 鑫（济宁市计量测试所）

曹 彬（山东恒量测试科技有限公司）

吕 良（济南市计量检定测试院）

目录

[引言 （Ⅱ）](#_Toc28508900)

[1范围 （1）](#_Toc28508901)

[2引用文件 （1）](#_Toc28508901)

[3概述 （1）](#_Toc28508902)

[4计量特性 （2）](#_Toc28508903)

[5校准条件 （2）](#_Toc28508904)

[5.1环境条件 （2）](#_Toc28508905)

[5.2测量标准及其他设备 （2）](#_Toc28508906)

[6校准项目和校准方法 （3）](#_Toc28508907)

[6.1校准项目 （3）](#_Toc28508908)

[6.2校准方法 （3）](#_Toc28508912)

[7校准结果 （6）](#_Toc28508913)

[7.1校准记录 （7）](#_Toc28508914)

[7.2校准证书 （7）](#_Toc28508915)

[7.3不确定度 （7）](#_Toc28508916)

[8复校时间间隔 （7）](#_Toc28508917)

[附录A微量法残炭测定器校准记录格式 （8）](#_Toc28508928)

[附录B微量法残炭测定器校准结果格式 （10）](#_Toc28508929)

[附录C残炭含量测定误差的测量结果不确定度评定示例 （11）](#_Toc28508930)

[附录D温度示值误差的测量结果不确定度评定示例 （16）](#_Toc28508930)

[附录E流量示值误差的测量结果不确定度评定示例 （18）](#_Toc28508930)

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》等基础性系列规范进行制定。

本规范主要参考 GB/T 17144—1997《石油产品残炭测定法（微量法）》编制而成。

本校准规范为首次发布。

微量法残炭测定器校准规范

###### 1 范围

本规范适用于测定石油产品残炭含量在 0.10% ~ 30.0%（*m/m*）的微量法残炭测定器的校准。

###### 2 引用文件

###### 本规范引用了下列文件：

JJF 1071—2010《国家计量校准规范编写规则》

GB/T17144—1997《石油产品残炭测定法（微量法）》

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。

###### 3 概述

残炭是油品在规定的实验条件下受热蒸发、热解形成的焦黑色残留物，残炭值以残留物占油品的质量百分数表示。微量法残炭测定器（以下简称仪器）测量原理是：将已称重的试样放入一个样品管中，在惰性气体（氮气）气氛中，按规定的温度程序升温，将其加热到 500 ℃，在反应过程中生成的易挥发性物质由氮气带走，残留物占原样品的百分数即为残炭值。仪器由燃烧室、温度控制系统、气体流量控制系统组成。其结构示意图如图 1 所示。

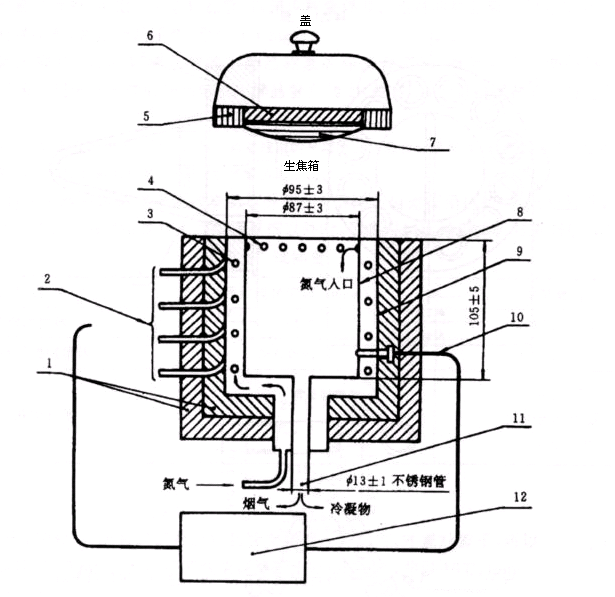


图1微量法残炭测定器结构示意图

1—绝缘材料(两层)； 2—圆形加热盘管；3—加热盘管剖面； 4— 12个直径为1mm的进气口；5—陶瓷圆环；6—保温层； 7—顶塞；8—内圆柱形壳体；9—外圆柱形壳体；10—热电偶导线；11—不锈钢管；12—微信息处理机

###### 4 计量特性

具体计量特性见表 1 。

表1 微量法残炭测定器计量特性一览表

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 序号 | 项目 | 技术要求 | |
| 1 | 残炭含量测定误差 | 残炭含量≤ 5 %时 | 绝对误差± 0.5 % |
| 残炭含量> 5 %时 | 相对误差± 10 % |
| 2 | 残炭含量测定重复性 | 残炭含量≤ 5 %时 | ± 0.3 %(绝对值) |
| 残炭含量> 5 %时 | ≤5%（相对值） |
| 3 | 温度示值误差 | 不超过± 2 ℃ | |
| 4 | 流量示值误差 | 不超过± 5.0 %FS | |

###### 5 校准条件

5.1环境条件

5.1.1温度条件

环境温度：（10~35）℃。

5.1.2湿度条件

相对湿度：不大于 80 %。

5.1.3校准现场应保持通风，并将仪器置于通风橱内进行校准，若无通风橱，将所配网纹管与仪器后面出口连好，另一端通到室外。

5.2 测量标准及其他设备

测量标准及其他设备见表 2。

表 2 微量法残炭测定器校准项目和校准设备

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 序号 | 校准项目 | 设备名称及计量特性 |
| 1 | 残炭含量测定误差 | 油品残炭有证标准物质，相对扩展不确定度不大于 5 %，*k*=2。 |
| 2 | 残炭含量测定重复性 | 油品残炭有证标准物质，相对扩展不确定度不大于 5 %，*k*=2。 |
| 3 | 温度示值误差 | 数字温度计：最大允许误差不超过± 0.7 ℃；也可采用其他满足准确度等级要求的温度测量设备及传感器。 |
| 4 | 流量示值误差 | 电子皂膜流量计，测量范围：（0 ~ 6）L/min，准确度等级不低于 1.0 级。 |

1. **校准项目和校准方法**

6.1 校准项目

微量法残炭测定器的校准项目见表2。

6.2 校准方法

6.2.1校准前检查

6.2.1.1 仪器和设备

砝码：1 g，E2 等级。

上述所有仪器和设备应通过检定或校准符合要求。

6.2.1.2 外观检查

目测检查微量法残炭测定器的名称、型号、制造商、出厂编号等标识，设备维护良好，能正常运行。设备各部件齐全且连接正确，各按钮和控制器件都能正常工作，无影响设备正常使用的缺陷。

6.2.1.3 载气检查

载气为普通氮气，纯度不低于98.5 %。实际使用中气流压力不低于 140 kPa。

6.2.1.4 天平检查

检查天平的铭牌或产品标识、型号、实际分度值、最大秤量、编号、制造厂商等信息。天平应保持水平状态，通电预热，时间不少于 30 min。调零后，对标称值为1g（E2等级）的砝码进行3次称量，称量结果的平均值与砝码标称值之差应不超过± 0.5 mg。

6.2.1.5 干燥器检查

干燥器内装变色硅胶或粒状无水氯化钙，确保干燥剂处于正常使用状态。

6.2.2 残炭含量测定误差的校准

按照仪器说明书的要求对仪器进行通电预热，预热稳定后，按照表3要求称取适量残炭标准物质，垂直放进样品盘，将样品盘置于成焦箱内，开始测量。测量结束后，称取残留物质量，按公式（3）计算残炭值。重复测量 3 次，取算术平均值作为残炭含量测定值。当残炭值含量小于等于5%时，按公式（4）计算残炭值的残炭含量测定误差。当残炭值含量大于5%时，按公式（5）计算残炭值的残炭含量测定误差。校准时，可以根据客户实际需求，选择合适的校准点进行校准。计算结果保留到 0.01 %。

表 3 残炭标准物质取样量

|  |  |
| --- | --- |
| 残炭值(%) | 取样量（g） |
| 0.1 ≤< 1.0 | 1.50 ± 0.50 |
| 1.0 <≤ 5.0 | 0.50 ± 0.10 |
| 5.0 < | 0.15 ± 0.05 |

 （3）

式中：

——标准物质残炭含量测定值，%；

——空样品管的质量，g；

——空样品管加标准物质的质量，g；

——空样品管加残留物质量，g。

 （4）

 （5）

式中：

——残炭含量测定误差，%；

—— 3 次残炭含量测定值的算术平均值，%；

——残炭标准物质证书给定的残炭值, %。

6.2.3 残炭含量测定重复性的校准

根据 6.2.2 中所得试验数据，当残炭值含量小于等于5%时，按公式（6）计算仪器的重复性，计算结果保留到 0.01 %。当残炭值含量大于5%时，按公式（7）计算仪器的重复性，计算结果保留两位有效数字。

 （6）

 （7）

式中：

——残炭含量测定重复性，%；

——3 次残炭含量测定值的最大值，%；

——3 次残炭含量测定值的最小值，%；

——3次残炭含量测定值的算术平均值，%；

* + 1. 温度示值误差的校准

数字温度计开机预热，把样品管支架从成焦箱内取出，并拆下仪器下端的收集器，将数字温度计的测温探头从仪器下端圆孔中插入到成焦箱内，达到与成焦箱内热电偶同一水平高度，然后用隔热棉塞堵下端圆孔并盖上顶盖。启动仪器，通氮气吹扫。当仪器升温到 500 ℃，恒温 10 分钟后，记录数字温度计温度示值和仪器温度示值，按公式（8）计算温度示值误差。重复测量 3 次，取 3 次计算结果中绝对值最大值作为温度示值误差。计算结果保留到 0.1 ℃。

 （8）

式中：

——温度示值误差，℃；

——仪器温度示值，℃；

——测量标准测得的实际温度，℃（实际温度=测量标准读数+修正值）；

* + 1. 流量示值误差的校准

打开仪器的后盖，将仪器流量计的出口与电子皂膜流量计的入口相连。启动仪器，通入氮气，将流量计分别调节到 150 mL/min和 600 mL/min校准点。记录电子皂膜流量计和仪器流量示值。按公式（9）式计算校准点示值误差，每点测 3 次，取 3 个计算结果中绝对值最大值作为流量示值误差。计算结果保留到1 mL/min。

 （9）

式中：

——流量计的刻度流量，%；

——流量计在刻度状态下的实际流量，L/min；

——流量计的上限刻度流量，L/min。

**7 校准结果**

7.1 校准记录

校准记录应尽可能详尽记录测量数据和计算结果，推荐的校准记录格式见附录A。

7.2 校准证书

经校准的微量法残炭测定器应出具校准证书，校准结果应反映在校准证书上。校准证书包括的信息应符合JJF 1071-2010中 5.12 的要求，推荐的校准结果格式见附录B。

7.3 不确定度

校准证书应给出各校准项目的扩展不确定度，评定示例见附录C。

**8 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、仪器本身质量等诸因素所决定，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

微量法残炭测定器校准记录格式

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **基本信息** | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 委托单位 | | | |  | | 原始记录号 | | | | |  | | | | | 校准证书号 | | | | |  | | |
| 仪器名称 | | | |  | | 规格型号 | | | | |  | | | | | 设备编号 | | | | |  | | |
| 生产厂家 | | | |  | | | | | | | 委托单位地址 | | | | | | | | | |  | | |
| 环境温度 | | | | ℃ | | 相对湿度 | | | | | % | | | | | 大气压 | | | | | hPa | | |
| **校准前检查** | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 1．外观检查符合要求 是 □ 否 □ | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 2．干燥器检查符合要求 是 □ 否 □ | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 3．载气检查符合要求 是 □ 否 □ | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 4． 电子天平检查 称量误差： | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| **校准结果** | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 1. 残炭含量测定误差 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 残炭标准物质（%） | 项目 | | | | | | | | | 1 | | | 2 | | | | 3 | | | 残炭含量测定误差（） | | | 扩展不确定度（*k*=2） |
|  | 空样品管的质量 (g) | | | | | | | | |  | | |  | | | |  | | |  | | |  |
| 空样品管加试样的质量 (g) | | | | | | | | |  | | |  | | | |  | | |
| 空样品管加残炭质量 (g) | | | | | | | | |  | | |  | | | |  | | |
| 残炭值X(%) | | | | | | | | |  | | |  | | | |  | | |
| 三次残炭含量测定值的平均值（%） | | | | | | | | |  | | | | | | | | | |
| 2. 残炭含量测定重复性 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 残炭标准物质（%） | | | | | | | | 1 | | | | 2 | | | | | | 3 | | | |  | |
|  | | | | | | | |  | | | |  | | | | | |  | | | |  | |
| 3.温度示值误差 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 500（℃） | | | | | | | | 1 | | | | 2 | | | | | | 3 | | | |  | |
|  | | | | | | | |  | | | |  | | | | | |  | | | |  | |
|  | | | | | | | |  | | | |  | | | | | |  | | | |
|  | | | | | | | |  | | | |  | | | | | |  | | | |
| 扩展不确定度(*k*=2) | | | | | | | |  | | | | | | | | | | | | | | | |
| 4.流量示值误差 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 校准点（mL/min） | | | | | | | 1 | | | | | 2 | | | | | | 3 | | | |  | |
| 150 | | |  | | | |  | | | | |  | | | | | |  | | | |  | |
|  | | | |  | | | | |  | | | | | |  | | | |
|  | | | |  | | | | |  | | | | | |  | | | |
| 600 | | |  | | | |  | | | | |  | | | | | |  | | | |
|  | | | |  | | | | |  | | | | | |  | | | |
|  | | | |  | | | | |  | | | | | |  | | | |
| 扩展不确定度(*k*=2) | | | | | | |  | | | | | | | | | | | | | | | | |
| **标准器** | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 名称 | | 编号 | | | 证书编号 | | | | 测量范围 | | | | | 有效期 | | | | | 不确定度或准确度等级或最大允许误差 | | | | |
|  | |  | | |  | | | |  | | | | |  | | | | |  | | | | |
|  | |  | | |  | | | |  | | | | |  | | | | |  | | | | |
| 校准依据 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 校准地点 | | | |  | | | | | | | | | | | 校准日期 年 月 日 | | | | | | | | |
| 备注 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |

校准员： 检验员：

###### 附录B

微量法残炭测定器校准结果格式

证书编号：

校准结果

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 校准项目 | 技术要求 | 校准结果 | | | | |
| 1.残炭含量测定误差 | 残炭含量≤5%时，  绝对误差±0.5%；  残炭含量>5%时，  相对误差±10%。 | 标准值 | 测量值 | 测定  误差 | 扩展不确定度 | |
|  |  |  |  | |
| 2.残炭含量测定重复性 | 残炭含量≤5%时，  重复性≤0.3%；  残炭含量>5%时，  重复性≤5%。 |  | | | | / |
| 3.温度示值误差 500 ℃ | 不超过± 2 ℃ |  | | | |  |
| 4.流量示值误差 | 不超过± 5.0 %FS |  | | | |  |
| 备注 | |  | | | | |

###### 附录C

残炭含量测定误差测量结果的不确定度评定示例

C.1 测量方法

按照仪器说明书的要求对仪器进行通电预热，稳定后，称取残炭值约为2.03 %的油品残炭标准物质 0.5g左右，垂直放进样品盘，将样品盘置于仪器燃烧室，开始测量。测量结束后，称取残留物质量，计算残炭值。重复测量 3 次，取算术平均值作为残炭值，按公式（C.1）计算残炭含量的测定误差。再称取残炭值约为 7.20 %的油品残炭标准物质 0.15 g左右，重复上述操作，按公式（C.2）计算残炭含量的测定误差。

C.2 测量模型

残炭测量值≤5%时，残炭含量测定误差的测量模型见式（C.1）：

 （C.1）

残炭测量值>5%时，残炭含量测定误差的测量模型见式（C.2）

 （C.2）

式中：

——残炭含量测定误差，%；

——3 次残炭含量测定值的算术平均值，%；

——残炭标准物质证书给定的残炭值, %。

方差和灵敏系数

 （C.3）

灵敏系数分别为：  



C.3 测量结果不确定度评定

C.3. 1 标准不确定度来源

残炭含量测定误差测定结果的不确定度来源主要有测量重复性引入的标准不确定度分量、油品残炭标准物质定值引入的标准不确定度分量和称量引入的标准不确定度分量组成。

C.3. 2测量重复性引入的标准不确定度分量

依次采用残炭值为 2.03 %、 7.20 %的油品残炭标准物质进行示值校准，重复测量 3 次。具体测量数据列于表C. 1 。

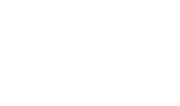
表C.1 各校准点测量数据

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 标准物质  残炭值 | 残炭测量值 | | | | |
| 1 | 2 | 3 |  |  |
| 2.03 % | 2.08 | 2.04 | 2.07 | 2.08 | 2.04 |
| 7.20% | 7.33 | 7.36 | 7.55 | 7.55 | 7.33 |

各校准点分别按式(C.4)计算标准偏差，各校准点相应的标准不确定度可按式

(C.5)计算。

 (C.4)



式中：——测量的最大残炭值，%；

——测量的最小残炭值，%；

——极差系数。



 (C.5)

注：本规范规定, 每个校准点重复测量3次，故=3，查表得=1.69。

各校准点的标准偏差与标准不确定度的计算结果见表C.2。

表C.2各校准点的标准偏差与标准不确定度的计算结果

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 标准物质残炭值 |  |  |
| 2.03 % | 0.024 | 0.014 |
| 7.20% | 0.13 | 0.075 |

C.3. 3 油品残炭标准物质定值引入的标准不确定度分量

采用的残炭值为 2.03 %的油品残炭标准物质，其定值扩展不确定度为 0.08 %，包含因子*k*=2。则油品残炭标准物质的定值不确定度引入的标准不确定度为：

 (C.6)

采用的残炭值为 7.20 %的油品残炭标准物质，其定值扩展不确定度为0.29%，包含因子*k*=2。则油品残炭标准物质的定值不确定度引入的标准不确定度为：

 (C.7)



C.3.4称量引入的不确定度

（1）称量引入的不确定度来源有两方面：

一是天平分辨力引入的不确定度，使用分辨力为0.1mg的电子天平称量样品，则区间半宽度 0.05mg，为均匀分布，*k*=，则：

0.03（mg）

二是天平最大允许误差引入的不确定度，。

（2）将两项合并，则称量引入的不确定度为。

则样品称量引入的不确定度：

油品残炭值为2.03%时，

油品残炭值为7.20%时，

C.4 合成标准不确定度

C.4.1标准不确定度分量表

标准不确定度分量见表C.3。

表C.3标准不确定度一览表

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 标准不确定度分量 | | 不确定度来源 | 标准不确定度值 |
|  | 2.03% | 测量重复性引入的标准不确定度 | 0.014% |
|  | 7.20% | 0.075% |
|  | 2.03% | 样品称量引入的不确定度 | 0.0013% |
|  | 7.20% | 0.014% |
|  | 2.03% | 油品残炭标准物质定值引入的标准不确定度 | 0.04% |
|  | 7.20% | 0.15% |

C.4.2 合成标准不确定度

残炭测量值≤5%时，合成标准不确定度按（C.7）计算。

 (C.7)

油品残炭值为2.03%时，



残炭测量值>5%时，合成标准不确定度按（C.8）计算。

 (C.8)

油品残炭值为7.20%时，



C.5 扩展不确定度

扩展不确定度,取包含因子=2,则残炭含量测定误差测量结果的扩展不确定度为：

 (C.9)

油品残炭值为2.03%时，0.09%，*k*=2；

油品残炭值为7.20%时，4.8%，*k*=2。

###### 附录D

温度示值误差的测量结果不确定度评定示例

D.1 校准方法

首先将多通道巡检仪与N型热电偶连接设置好。然后将样品管支架从成焦箱内取出，并拆下仪器下端的收集器，将热电偶从仪器下端圆孔中插入到成焦箱内，达到与成焦箱内热电偶同一水平高度；再用隔热棉塞堵下端圆孔并盖上顶盖。正常启动仪器，通氮气吹扫。当仪器升温到 500 ℃，恒温 10 分钟后，记录仪器温度示值按公式（8）计算温度示值误差。重复测量 3 次，取 3 个计算结果中绝对值最大值作为温度示值误差。计算结果保留到 0.1 ℃。

D.2测量模型

示值误差测量模型如式（D.1）：

 （D.1）

式中：

——温度示值误差，℃；

——仪器温度示值，℃；

——测量标准测得的实际温度，℃（实际温度=测量标准读数+修正值）；

D.3 测量不确定度的评定

D.3.1 测量不确定度来源

温度示值误差测量的标准不确定度来源主要有测量设备（多通道巡检仪与N型热电偶）引入的标准不确定度分量和温度示值的测量重复性引入的不确定度分量。环境条件、人员操作等各种随机因素,体现在温度示值的测量重复性引入的不确定度分量。

D.3.2测量设备引入的标准不确定度分量的评定



采用多通道巡检仪与N型热电偶测量设备引入的不确定度，主要体现在由热电偶修正值引入的不确定度。修正值相对扩展不确定度为0.3℃,包含因子*k*=2。则测量设备引入的标准不确定度为：

 （D. 2）



D.3.3测量重复性引入的标准不确定度分量的评定



当仪器升温到500℃时，恒温10分钟后，重复测量10次。具体测量数据列于表D.1。

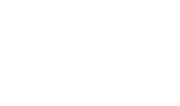
表D.1各校准点测量数据

单位：℃

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 温度实际值 | 仪器示值 | | | | | | | | | |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 |
| 500.2 | 501.2 | 501.5 | 501.6 | 501.5 | 501.1 | 501.4 | 501.5 | 501.3 | 501.1 | 500.9 |

各校准点分别按式(D.3)计算标准偏差，相应各校准点的标准不确定度可按式(D. 4)计算

 (D. 3)



 (D. 4)



注：本规范规定, 每个校准点重复测量3次，取算术平均值作为仪器示值，故*n*=3。

各校准点的标准偏差与标准不确定度的计算结果见表C.2。



表D.2各校准点的标准偏差与标准不确定度的计算结果



单位：℃

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 温度实际值 | 仪器示值平均值 |  |  |
| 500.2 | 501.3 | 0.23 | 0.14 |

D.4合成标准不确定度

D.4.1 标准不确定度汇总

标准不确定度汇总于表D.3。

表D.3 标准不确定度一览表

单位：℃

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 标准不确定度分量 | 不确定度来源 | 标准不确定度值 |
|  | 测量设备引入的不确定度 | 0.15 |
|  | 测量重复性引入的标准不确定度 | 0.14 |

D.4.2合成标准不确定度

由测量模型，合成标准不确定度可按（D.5）计算。



℃ （D.5）



D.5扩展不确定度

取包含因子*k*=2,则各校准点示值误差的扩展不确定度按式(D. 6 )计算： ℃ （D.6）

###### 附录E

流量示值误差的测量结果不确定度评定示例

E. 1 校准方法

用电子皂膜流量计作为标准流量计，将仪器流量计的出口与电子皂膜流量计的入口相连。启动仪器，通入氮气，将流量计分别调节到150 mL/min和600 mL/min校准点。记录电子皂膜流量计和仪器流量示值。计算校准点示值误差，每点测3次，取3个计算结果中绝对值最大值作为流量示值误差。计算结果保留到1 mL /min。

E. 2 测量模型

示值误差测量模型如式（E. 1）：

 （E. 1）

式中：

——流量计的刻度流量，L/min；

——流量计在刻度状态下的实际流量，L/min；

——流量计的上限刻度流量，L/min。

E. 3 测量不确定度的评定

E. 3 . 1 测量不确定度来源

流量示值误差测量的标准不确定度来源主要有流量标准装置引入的标准不确定度分量、流量计表内压力、流量计表内温度、流量计表前压力、流量计表前温度和流量示值的测量重复性引入的不确定度分量。环境条件、人员操作和被校仪器等各种随机因素,体现在流量示值的测量重复性引入的不确定度分量。

E. 3 . 2流量标准装置引入的的不确定度分量

检定流量计的标准装置为电子皂膜流量计，其扩展不确定度为*U*rel=1.0%(*k=2*),则标准器引入的不确定度为：

 （E.2）

E. 3 . 3皂膜流量计表内压力的引入的不确定度分量

压力用1.0级数字压力计测量，考虑为矩形分布，则：

 （E.3）

E. 3 . 4皂膜流量计表内温度引入的不确定度分量

标准器内温度用最大允许误差为±1.0℃，量程为（0-50）℃的数字温度计测量，其=0.02%，按矩形分布考虑，则：

（E.4）

E. 3 . 5 被校流量计前温度引入的不确定度分量

流量计前的温度用最大允许误差为±1.0℃，量程为（0-50）℃的数字温度计测量，其=0.02%，按矩形分布考虑，则：

（E.5）

E. 3 . 6 被校流量计表前压力引入的的不确定度分量

压力用1.0级数字压力计测量，按矩形分布考虑，则：

 （E.6）

E. 3 . 7 测量重复性引入的标准不确定度分量的评定



用电子皂膜流量计对流量计150 mL/min和600mL/min两个点重复测量10次。具体测量数据列于表E. 1。

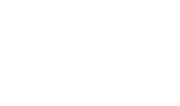
表E. 1 各校准点测量数据

单位：mL/min

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 流量实际值 | 玻璃转子流量计示值 | | | | | | | | | |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 |
| 150 | 162.5 | 165.6 | 162.5 | 162.9 | 163.2 | 162.7 | 163.3 | 164.1 | 165.5 | 165.8 |
| 600 | 597.5 | 599.0 | 598.7 | 598.7 | 597.6 | 601.3 | 599.3 | 599.6 | 599.6 | 601.2 |

各校准点分别按式(E.7)计算标准偏差，相应各校准点的标准不确定度可按式(E.8)计算

 (E. 7)



 (E. 8)



注：本规范规定, 每个校准点重复测量3次，取算术平均值作为仪器示值，故*n*=3。

各校准点的标准偏差与标准不确定度的计算结果见表E. 2 。



表E. 2 各校准点的标准偏差与标准不确定度的计算结果



|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 流量实际值(mL/min) | 流量计示值平均值(mL/min) |  |  |
| 150 | 163.8 | 0.82% | 0.48% |
| 600 | 599.1 | 0.21% | 0.13% |

E. 4 合成标准不确定度

E. 4 . 1 标准不确定度汇总

标准不确定度汇总于表E. 3 。

表E. 3 标准不确定度一览表

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 标准不确定度分量 | | 标准不确定度值 | 不确定度来源 |
|  | | 0.5% | 标准装置引入的不确定度 |
|  | | 0.58% | 皂膜流量计表内压力引入的不确定度 |
|  | | 0.012% | 皂膜流量计表内温度引入的不确定度分量 |
|  | | 0.012% | 被校流量计前温度引入的的不确定度分量 |
|  | | 0.58% | 被校流量计表前压力引入的的不确定度分量 |
|  | 150 mL/min | 0.48% | 测量重复性引入的标准不确定度 |
| 600 mL/min | 0.13% |

E. 4 . 2 合成标准不确定度

由测量模型，合成标准不确定度可按（E.9）计算。



 (E. 9)



150 mL/min校准点：1.08%

600 mL/min校准点：0.97%。

E. 5 扩展不确定度

取包含因子*k*=2,则各校准点示值误差的扩展不确定度按式(E. 10)计算：

 (E. 10)

150 mL/min校准点：2.1%；

600 mL/min校准点：2.0 %。