

**JJF**（兵工民品） 0011－2022

中华人民共和国工业和信息化部

兵工民品计量技术规范

20XX－XX－XX实施

气体置换法真密度仪校准规范

Calibration Specification for True Densitometer Based on Gas

Displacement Method

（报批稿）

布

发

中华人民共和国工业和信息化部

20XX－XX－XX发布

气体置换法真密度仪

校准规范

**Calibration Specification for True Densitometer Based On Gas**

**Displacement Method**

**JJF**（兵工民品） 0011－2022

归 口 单 位：中国兵器工业标准化研究所

主要起草单位：西安近代化学研究所

参与起草单位：国防科技工业火炸药一级计量站

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：

周文静（西安近代化学研究所）

赵 娟（西安近代化学研究所）

徐 敏（国防科技工业火炸药一级计量站）

参加起草人：

宁艳利（国防科技工业火炸药一级计量站）

高朗华（西安近代化学研究所）

陆洪林（国防科技工业火炸药一级计量站）

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 外观和工作正常性…………………………………………………………………（2）

5.2 真密度示值误差……………………………………………………………………（2）5.3 真密度测量重复性…………………………………………………………………（2）

6 校准条件………………………………………………………………………………（2）

6.1 环境条件……………………………………………………………………………（2）

6.2 测量标准及其他设备………………………………………………………………（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……………………………………………………………………………（3）

8 校准结果表达…………………………………………………………………………（4）

9 复校时间间隔…………………………………………………………………………（5）

附录A 原始记录格式……………………………………………………………………（6）

附录B 校准证书内页格式………………………………………………………………（7）

附录C 真密度示值误差测量不确定度评定示例………………………………………（8）

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》编写。

本规范为首次发布。

气体置换法真密度仪校准规范

1 范围

本规范适用于气体置换法真密度仪（以下简称真密度仪）的校准。

2 引用文件

本规范引用了下列文件：

JJF 1059.1-2012 测量不确定度评定与表示

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 术语和计量单位

下列术语和定义适用于本规程。

3.1 真密度 true density

材料在绝对密实的状态下，单位体积的固体物质的质量，即去除内部孔隙或者颗粒间空隙后的真密度。

4 概述

4.1 原理

1. 根据玻尔定律，利用惰性气体在一定条件下体积与压力成反比的关系，通过测定放入试样引起的测试腔气体压力的变化测定试样的真实体积，根据加入的试样质量计算试样的真密度。试样真密度按式（1）计算。
2.  （1）
3. 式中：
4. ——试样真密度，g/cm3；
5. *M* ——试样质量，g；
6. *V*p ——试样体积，cm3。
7. 上述式中试样体按式（2）进行计算。
8.  （2）
9. 式中：
10. ——样品杯体积，cm3；
11. ——附加空间体积，cm3；
12. *P*2——气体仅在样品池时的压力，MPa；
13. *P*3——气体进入附加空间后的压力，MPa。

4.2 结构

真密度仪包括气体输入样品池、压力传感器、真空泵及泄气口等。真密度仪结构示意图如图1所示。

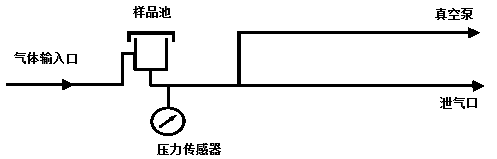


图1 真密度仪结构示意图

4.3 用途

气体置换法真密度仪可用于分析常规的固体材料、微介孔材料和膏体材料等的真密度。

5 计量特性

5.1 外观和工作正常性

5.1.1 真密度仪无影响计量性能的损伤，真密度仪标识清晰，含仪器名称、型号、生产厂名，制造日期和出厂编号。

5.1.2 真密度仪各紧固件均应紧固良好，各调节旋钮、按键和开关均能正常工作。

5.2 真密度示值误差

真密度示值误差不大于5%。

5.3 真密度测量重复性

真密度测量重复性不大于5%。

6 校准条件

6.1 环境条件

6.1.1 环境温度：（20±1）℃。

6.1.2 环境相对湿度：≤65%。

6.2 测量标准及其它设备

6.2.1 真密度标准球，体积范围为（0.3~60）cm3，不锈钢或玻璃材质，标准不确定度小于0.0001g/cm3。

6.2.2 天平，称量范围为（0~210）g，分度值优于0.1mg，准确度等级1级。

6.2.3 高纯氦气或高纯氮气，气体纯度大于99.995%。

7 校准项目和校准方法

7.1 校准项目

真密度仪校准项目为外观和工作正常性、真密度示值误差、真密度测量重复性。

7.2 校准方法

7.2.1 外观和工作正常性

用目测的方法检查真密度仪符合5.1.1和5.1.2的要求。

7.2.2 真密度示值误差

7.2.2.1 校准前准备

真密度示值误差的校准前准备包含：

a）开启实验室的温控设备，待实验室温度恒定至（20±1）℃，真密度标准球在恒温条件下放置1h后方可开始校准；

b）开启真密度仪，稳定30min；

c）将样品杯及标准球用绸布擦拭，保证其干燥和清洁；

d）样品杯盖中的密封圈用绸布擦拭后涂抹真空脂，运行自检程序，保证自检通过。

7.2.2.2 真密度示值误差测定

准确称量真密度标准球的质量，精确至0.1mg。将真密度标准球置于样品杯中（根据样品杯体积，选择合适的标准球，使标准球体积占样品杯体积的50%~70%）。打开气体压力表，调节压力到（0.12~0.14）MPa，将装有真密度标准球的样品杯放入真密度仪中，运行样品测定程序，获得真密度测量值。重复上述操作六次，取六次测量的平均值作为真密度的示值。

7.2.2.3 真密度示值误差的计算

真密度示值误差按公式（3）进行计算。

 （3）

式中：

——真密度示值误差，%；

——六次测量真密度平均值，g/cm3；

s——标准球的真密度标准值，g/cm3。

7.2.3 真密度测量重复性

根据7.2.2.2中的六次真密度测量值结果，按公式（4）和（5）计算真密度相对标准偏差，来表示真密度测量重复性。

 （4）

×100% （5）

式中：

*s*——标准偏差，g/cm3；

——各次测量真密度值（*i*=1~6），g/cm3；

——六次测量真密度平均值，g/cm3；

RSD——相对标准偏差，%。

8 校准结果表达

校准结束后出具校准证书，推荐原始记录格式见附录A，校准证书内页格式见附录B。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评定示例见附录C。校准证书应至少包括以下信息：

a) 标题：“校准证书”；

b) 实验室名称和地址；

c) 进行校准的地点（如果与实验室的地址不同）；

d) 证书的唯一性标识（如编号），每页及总页数的标识；

e) 客户的名称和地址；

f) 被校对象的描述和明确标识；

g) 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；

h) 如果与校准结果的有效性应用有关时，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，包括名称及代号；

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，建议不超过一年。如果对仪器的检测数据有怀疑，应对仪器重新校准。

附录**A**

原始记录格式

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 仪器名称 |  | | 出厂编号 |  |
| 型号/规格 |  | | 校准依据 |  |
| 送检单位 |  | | 单位地址 |  |
| 温度 |  | | 相对湿度 |  |
| 标准器名称 | 测量范围 | 不确定度 | | 证书编号及有效期 |
|  |  |  | |  |
|  |  |  | |  |

1 外观和工作正常性

表1 外观和工作正常性

|  |  |
| --- | --- |
| 项目 | 检查结果 |
| 外观检查 |  |
| 工作正常性检查 |  |

2 真密度示值误差及重复性

表2 真密度示值误差

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 测量序号 | 测量结果/ g/cm3 | 平均值/ g/cm3 | 标准值/ g/cm3 | 示值误差/% | 不确定度 | 测量重复性 |
|  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |
|  |  |
|  |  |
|  |  |
|  |  |

校准人： 核验人：

附录**B**

校准证书内页格式

1 外观和工作正常性

表1 外观和工作正常性

|  |  |
| --- | --- |
| 项目 | 检查结果 |
| 外观检查 |  |
| 工作正常性检查 |  |

2 真密度示值误差及重复性

表2 真密度示值误差

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 测量序号 | 测量结果/ g/cm3 | 平均值/ g/cm3 | 标准值/ g/cm3 | 示值误差/% | 不确定度 | 测量重复性 |
|  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |
|  |  |
|  |  |
|  |  |
|  |  |

附录**C**

真密度示值误差测量不确定度评定示例

**C**.1 建立数学模型

数学模型见公式（C.1）。

 （C.1）

式中：

——真密度示值误差，%；

——六次测量真密度平均值，g/cm3；

s——标准球的真密度标准值，g/cm3。

**C**.2 不确定度来源

按照JJF 1059.1-2012《测量不确定度评定与表示》分析不确定度来源。输入量的主要不确定度来源有测量重复性引入的不确定度、标准球真密度引入的标准不确定度分量*u*2、称量引入的标准不确定度分量*u*3。

**C**.3 标准不确定度评定

C.3.1 测量重复性引入的标准不确定度

将标准真密度球按真密度校准方法6.2.2.2节步骤测试6次，结果分别为：7.7424

g/cm3、7.7421g/cm3、7.7427g/cm3、7.7410g/cm3、7.7415g/cm3、7.7416g/cm3。

采用A类方法评定，由贝塞尔公式得标准偏差*s*为：

0.0006g/cm3

则测量重复性引入的标准不确定度为：

0.0003 g/cm3

C.3.2 标准球真密度引入的标准不确定度分量*u*1

标准球经专业检定机构检定，给出的不确定度为0.0001g/cm3，包含因子*k*取2，则标准球真密度引入的标准不确定度为：



C.3.3 称量引入的标准不确定度分量*u2*

1级电子天平称量为54g，最大允许误差为±0.0010g，包含因子*k*取2，则



以相对数值表示为，则天平引入的不确定度为：



**C**.4 合成标准不确定度

真密度示值误差合成标准不确定度为：

=0.0004g/cm3

**C**.5 扩展不确定度

取包含因子*k*=2，则扩展不确定度为：



说明: endline

**JJF （**兵工民品**）** 0011－2022

中华人民共和国工业和信息化部

兵工民品计量技术规范

气体置换法真密度仪校准规范

JJF（兵工民品）0011－2022

版权所有 不得翻印