

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）XXXX—20XX

罗氏泡沫仪校准规范

Calibration Specification of Ross-Miles Instruments

（报批稿）

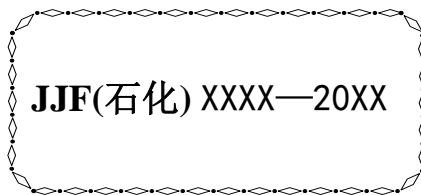
202×—××—××发布

202×—××—××实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

罗氏泡沫仪校准规范

Calibration Specification of
Ross-Miles Instruments



归口单位：中国石油和化学工业联合会

主要起草单位：上海市质量监督检验技术研究院

参加起草单位：上海自然堂集团有限公司

上海银泽仪器设备有限公司

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：

李 萌（上海市质量监督检验技术研究院）

蒲 玲（上海市质量监督检验技术研究院）

姜 虹（上海市质量监督检验技术研究院）

戴彦韵（上海市质量监督检验技术研究院）

孙 凤（上海市质量监督检验技术研究院）

杜 娜（上海市质量监督检验技术研究院）

参加起草人：

任 慧（上海自然堂集团有限公司）

赵连猛（上海银泽仪器设备有限公司）

目 录

引 言	II
1 范围	1
2 引用文件	1
3 术语和定义	1
3.1 罗氏泡沫仪	1
3.2 Ross-Miles 法	1
3.3 发泡力	1
3.4 温度波动度	1
4 概述	1
5 计量特性	2
6 校准条件	3
6.1 环境条件	3
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	7
8.1 校准记录	7
8.2 校准证书	7
8.3 不确定度	7
9 复校时间间隔	7
附录 A $K(t)$ 值表	8
附录 B 罗氏泡沫仪校准记录格式	9
附录 C 罗氏泡沫仪校准证书内页格式	11
附录 D 容量误差测量结果的不确定度评定示例	12
附录 E 刻度误差测量结果的不确定度评定示例	16
附录 F 温度示值误差测量结果的不确定度评定示例	18
附录 G 温度波动度测量结果的不确定度评定示例	21

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》、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编制。

本规范主要参考 JJG 196—2006《常用玻璃量器检定规程》、GB/T 13173—2021《表面活性剂 洗涤剂试验方法》和 GB/T 6682—2008《分析实验室用水规格和试验方法》编制而成。

本规范为首次发布。

罗氏泡沫仪校准规范

1 范围

本规范适用于以 Ross-Miles 法进行发泡力测定的罗氏泡沫仪的校准。

2 引用文件

本规范引用了下列文件：

JJG 196—2006 常用玻璃量器检定规程

JJF 1071—2010 国家计量校准规范编写规则

GB/T 6682—2008 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。

3 术语和定义

以下术语和定义适用于本规范。

3.1 罗氏泡沫仪 Ross-Miles instruments

用来测定表面活性剂和洗涤剂发泡力的一组计量器具。

3.2 Ross-Miles 法 Ross-Miles method

又称倾泻法，是利用罗氏泡沫仪对表面活性剂和洗涤剂进行发泡力测定的一种常用方法。

3.3 发泡力 foaming power

产生泡沫的能力。

3.4 温度波动度 temperature fluctuation

配套恒温装置在稳定状态下，工作区域内各测量点在一定时间间隔内温度变化的最大幅度。

4 概述

罗氏泡沫仪广泛应用于精细化工、石油化工行业，用以测定表面活性剂、洗涤剂的发泡力。目前，最常采用的发泡力测定方法是 Ross-Miles 法（亦称倾泻法）。罗氏泡沫仪的工作原理一定量的被测试样由于自由落体的重力相互碰撞

而产生泡沫，通过测量泡沫高度来评价其起泡性和泡沫稳定性。

罗氏泡沫仪主要由滴液管、刻度量管和配套恒温装置组成，见图 1。带有直孔标准锥形玻璃旋塞的滴液管，垂直倒放于刻度量管的上方，其注流孔管的下沿和刻度量管上部的标称高度刻线齐平。刻度量管安装在玻璃水夹套管内，套管的进水管和出水管分别和配套恒温装置的出水管和回水管相连。滴液管和刻度量管有不同的容量标称值刻度线，刻度量管上还印有刻度标尺。

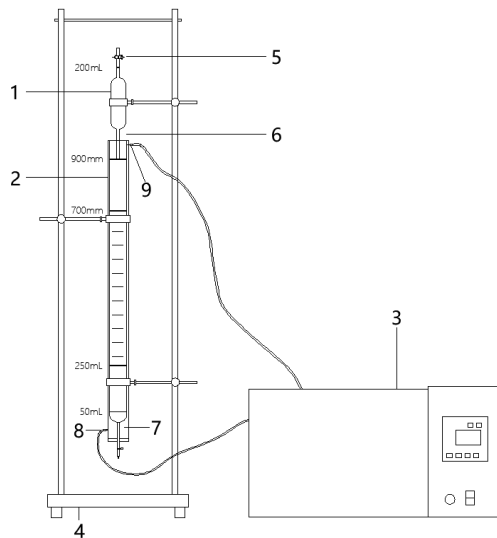


图 1 罗氏泡沫仪的构造

1—滴液管；2—刻度量管；3—配套恒温装置；4—固定支架；
5—玻璃旋塞；6—注流孔管；7—水夹套管；8—进水管；9—出水管

5 计量特性

具体计量特性见表1。

表 1 罗氏泡沫仪计量特性一览表

序号	校准项目	技术要求
1	滴液管容量误差	$\pm 0.2 \text{ mL}$
2	刻度量管容量误差	$\pm 1.0 \text{ mL}$
3	刻度量管刻度误差	$\pm 0.5 \text{ mm}$
4	恒温装置温度示值误差	$\pm 1.0^{\circ}\text{C}$
5	恒温装置温度波动度(10min)	0.5°C
注：以上指标不用于合格性判别，仅供参考。		

6 校准条件

6.1 环境条件

6.1.1 温度条件

环境温度：(20±5)℃，且室温变化不得大于 1℃/h 的条件下进行校准。被校罗氏泡沫仪应在校准前 4h 放入校准环境中。

6.1.2 湿度条件

相对湿度：(45~80)%。

6.2 测量标准及其他设备

测量标准及其他设备见表 2。

表 2 校准项目和测量标准

序号	校准项目	测量标准名称及技术要求
1	滴液管容量误差	电子天平：测量范围（0~620）g，分度值:1mg，扩展不确定度不大于 4mg。 温度计：测量范围（0~50）℃，分度值：0.1℃，MPE：±0.2℃。
2	刻度量管容量误差	
3	刻度量管刻度误差	高度尺：测量范围：（0~1000）mm，分度值：0.05mm，MPE：±0.10mm。
4	恒温装置温度示值误差	温度测量装置：测量范围：（0~100）℃，分度值：0.01℃，扩展不确定度不大于被校设备最大允许误差绝对值的 1/3。
5	恒温装置温度波动度	
带盖称量杯、固定支架等		

7 校准项目和校准方法

7.1 校准项目

罗氏泡沫仪的校准项目见表 2。

7.2 校准方法

7.2.1 外观检查

用目测、触摸法检查被校罗氏泡沫仪。罗氏泡沫仪的滴液管和刻度量管的玻璃表面和各接口应平整、光滑，分度线与量的数值应清晰、完整、耐久，分度线应平直，粗细和分格均匀。滴液管和刻度量管的玻璃旋塞应能灵活旋转，且当水注至最高标线时，活塞应在关闭情况下闭合紧密，管内应无液体渗出。滴液管注流孔管不应有缺损。

配套恒温装置须具备水循环装置,通电后各部件应能正常工作,各旋钮、按键能灵活转动,显示单元应显示清晰、完整。

7.2.2 滴液管容量误差

采用衡量法对滴液管容量进行校准。容量校准点一般为 200mL,也可根据实际情况选取相应校准点。

实验用水应符合 GB/T 6682—2008《分析实验室用水规格和试验方法》要求的蒸馏水或去离子水,并提前放入校准环境中,水温与室温温差不得大于 2℃。将实验用水和被校滴液管提前 4h 放入校准环境内平衡。用专用清洗剂清洗滴液管,然后用实验用水对滴液管反复冲洗以除去残留的清洗剂。

取一只容量大于被校滴液管容量的洁净有盖称量杯,放至在电子天平上,待天平显示稳定后,按下去皮键使电子天平复零。滴液管内吸入实验用水至容量校准点对应刻度线。从电子天平中取出称量杯,放至在滴液管下方。排出滴液管内全部实验用水至称量杯中,再将称量杯放入电子天平,记录此时电子天平的显示值,同时测量并记录称量杯内实验用水的温度。根据公式(1)计算得到滴液管在 20℃时的实际容量。

$$V = \frac{m(\rho_B - \rho_A)}{\rho_B(\rho_w - \rho_A)} [1 + \beta(20 - t)] \quad (1)$$

式中:

V ——标准温度 20℃时滴液管的实际容量, mL;

m ——被校滴液管所排出实验用水的表观质量, g;

ρ_B ——砝码密度, 取 8.00 g/cm³;

ρ_A ——校准时室内的空气密度, 取 0.0012 g/cm³;

ρ_w ——实验用水在 t ℃时的密度, g/cm³;

β ——被校滴液管(一般为硼硅玻璃)的体积膨胀系数, 取 $10 \times 10^{-6}/^\circ\text{C}$;

t ——校准时实验用水的温度, ℃。

为简便计算过程,也可将式(1)简化为下列形式:

$$V = m \times K(t) \quad (2)$$

式中:
$$K(t) = \frac{\rho_B - \rho_A}{\rho_B(\rho_w - \rho_A)} [1 + \beta(20 - t)] \quad (3)$$

$K(t)$ 值列于附录 A 中。根据测得的 m 值和校准时实验用水的温度所对应的 $K(t)$ 值, 即可求出被校滴液管在标准温度 20℃ 时的实际容量。

以上步骤重复 2 次, 标称值与 2 次测量结果的平均值之差即为滴液管的容量误差, 按照公式 (4) 和公式 (5) 计算。

$$\bar{V} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n V_i \quad (4)$$

$$\Delta V = V_s - \bar{V} \quad (5)$$

式中:

ΔV ——容量误差, mL;

V_s ——标称容量, mL;

\bar{V} —— n 次测量的 20℃ 时的实际容量算术平均值, mL;

V_i ——第 i 次测量的 20℃ 时的实际容量, mL。

7.2.3 刻度量管容量误差

采用衡量法对刻度量管容量进行校准。容量校准点一般为 50mL 和 250mL, 也可根据实际情况选取相应校准点。校准方法同 7.2.2, 根据公式 (1) 和公式 (2) 计算得到刻度量管在 20℃ 时的实际容量, 重复测量 2 次, 再根据公式 (4) 和公式 (5) 计算刻度量管的容量误差。

7.2.4 刻度量管刻度误差

将高度尺和刻度量管放在同一平面上, 从刻度标尺的零位线开始, 在全量程范围内均匀选取不少于 6 个测量点, 每个测量点均进行 3 次重复测量, 计算各测量点的示值误差, 所得示值误差绝对值的最大值即为刻度量管的刻度误差。由公式 (6) 和公式 (7) 计算得到。

$$\bar{H} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n H_i \quad (6)$$

$$\Delta H = H_s - \bar{H} \quad (7)$$

式中:

ΔH ——刻度误差, mm;

H_s ——刻度标称值, mm;

\overline{H} —— n 次测量的刻度算术平均值, mm;

H_i ——第 i 次测量的刻度值, mm。

7.2.5 恒温装置温度示值误差

根据用户需要选择温度校准点。确认恒温装置液位处于正常状态, 将装置控制温度设定至所测温度点, 运行设备。将温度测量装置的温度传感器均匀布放在恒温装置工作空间内的角点和几何中心点上 (共 5 个布点 A、B、C、D、O, 见图 2), 待装置达到设定温度并处于稳定状态后开始记录各测点温度, 每 1min 测量一次, 记录 10min。以恒温装置温度设定值和几何中心点 O 经修正后的温度实测值之差作为恒温装置的温度示值误差, 见公式 (8)。

$$\Delta t = t_s - (t_o + f) \quad (8)$$

式中:

Δt ——恒温装置温度示值误差, °C;

t_s ——恒温装置温度设定值, °C;

t_o ——温度测量装置在中心点 O 的测量平均值, °C;

f ——温度测量装置在校准温度点的修正值, °C。

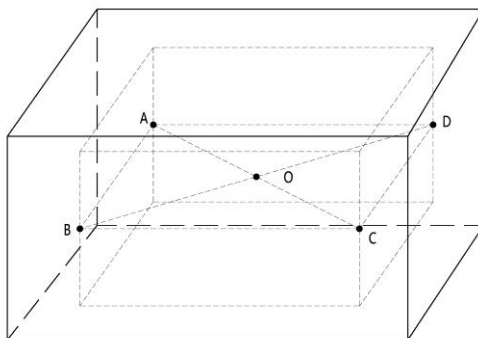


图 2 恒温装置温度传感器布点图

7.2.6 恒温装置温度波动度

校准方法和温度布点同 7.2.5, 记录 5 个布点的温度实测值, 每 1min 测量一次, 记录 10min。根据公式 (9) 计算恒温装置的温度波动度。

$$\Delta t_f = \max(t_{j\max} - t_{j\min}) \quad (9)$$

式中:

Δt_f ——恒温装置温度波动度, °C;

$t_{j\max}$ ——测量点 j 在 11 次测量中测得的最高温度, °C;

$t_{j\min}$ ——测量点 j 在 11 次测量中测得的最低温度, °C;

j ——测量点序号。

8 校准结果

8.1 校准记录

校准记录应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 B。

8.2 校准证书

经校准的罗氏泡沫仪应出具校准证书, 校准结果应在校准证书上反映。校准证书包括的信息应符合 JJF 1071—2010 中 5.12 的要求, 推荐的校准证书的内页格式见附录 C。

8.3 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 D、附录 E、附录 F 和附录 G。

9 复校时间间隔

由于复校时间间隔的长短是由罗氏泡沫仪的使用情况等诸多因素所决定, 因此, 送校单位可根据实际使用情况自主决定复校的时间间隔, 建议一般不超过 12 个月。使用中若对罗氏泡沫仪性能有怀疑时, 应及时校准。

附录 A

 $K(t)$ 值表
 $(\beta=10\times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}, \rho_A=0.0012 \text{ g/cm}^3)$

水温/ $^{\circ}\text{C}$	$K(t)$	水温/ $^{\circ}\text{C}$	$K(t)$	水温/ $^{\circ}\text{C}$	$K(t)$	水温/ $^{\circ}\text{C}$	$K(t)$
15.0	1.00200	17.8	1.00244	20.6	1.00296	23.4	1.00357
15.1	1.00201	17.9	1.00246	20.7	1.00298	23.5	1.00359
15.2	1.00203	18.0	1.00247	20.8	1.00300	23.6	1.00362
15.3	1.00204	18.1	1.00249	20.9	1.00303	23.7	1.00364
15.4	1.00206	18.2	1.00251	21.0	1.00305	23.8	1.00366
15.5	1.00207	18.3	1.00253	21.1	1.00307	23.9	1.00369
15.6	1.00209	18.4	1.00254	21.2	1.00309	24.0	1.00372
15.7	1.00210	18.5	1.00256	21.3	1.00311	24.1	1.00374
15.8	1.00212	18.6	1.00258	21.4	1.00313	24.2	1.00376
15.9	1.00213	18.7	1.00260	21.5	1.00315	24.3	1.00378
16.0	1.00215	18.8	1.00262	21.6	1.00317	24.4	1.00381
16.1	1.00216	18.9	1.00264	21.7	1.00319	24.5	1.00383
16.2	1.00218	19.0	1.00266	21.8	1.00322	24.6	1.00386
16.3	1.00219	19.1	1.00267	21.9	1.00324	24.7	1.00388
16.4	1.00221	19.2	1.00269	22.0	1.00327	24.8	1.00391
16.5	1.00222	19.3	1.00271	22.1	1.00329	24.9	1.00394
16.6	1.00224	19.4	1.00273	22.2	1.00331	25.0	1.00397
16.7	1.00225	19.5	1.00275	22.3	1.00333	25.1	1.00399
16.8	1.00227	19.6	1.00277	22.4	1.00335	25.2	1.00401
16.9	1.00229	19.7	1.00279	22.5	1.00337	25.3	1.00403
17.0	1.00230	19.8	1.00281	22.6	1.00339	25.4	1.00405
17.1	1.00232	19.9	1.00283	22.7	1.00341	25.5	1.00408
17.2	1.00234	20.0	1.00285	22.8	1.00343	25.6	1.00410
17.3	1.00235	20.1	1.00286	22.9	1.00346	25.7	1.00413
17.4	1.00237	20.2	1.00288	23.0	1.00349	25.8	1.00416
17.5	1.00239	20.3	1.00290	23.1	1.00351	25.9	1.00419
17.6	1.00240	20.4	1.00292	23.2	1.00353		
17.7	1.00242	20.5	1.00294	23.3	1.00355		

附录 B

罗氏泡沫仪校准记录格式

基本信息							
委托单位		原始记录编号		证书编号			
仪器名称		规格型号		出厂编号			
制造厂商		环境温度	℃	环境湿度		%RH	
标准器							
名称/型号	编号	测量范围	不确定度或准确等级或最大允许误差	证书编号及有效期	溯源机构名称		
技术依据							
校准地点				校准日期	年	月	日
校准结果							
1、外观检查：							
2、滴液管容量误差：							
容量标称值 (mL)	水温 (℃)	实测质量 (g)	$K(t)$ 值 (cm ³ /g)	实际容量 (mL)	容量均值 (mL)	容量误差 (mL)	扩展不确定度 U , $k=2$
3、刻度量管容量误差：							
容量标称值 (mL)	水温 (℃)	实测质量 (g)	$K(t)$ 值 (cm ³ /g)	实际容量 (mL)	容量均值 (mL)	容量误差 (mL)	扩展不确定度 U , $k=2$
4、刻度量管刻度误差：							
刻度标称值 (mm)	测量值 (mm)				刻度误差 (mm)	扩展不确定度 U , $k=2$	
	1	2	3	平均值			

5、恒温装置温度示值误差和温度波动度：					
恒温装置温度设定值（℃）：					
测量次数	实测温度值（℃）				
	A	B	C	D	0
1					
2					
3					
4					
5					
6					
7					
8					
9					
10					
11					
0 点的温度测量平均值（℃）	---	---	---	---	
修正值（℃）					
每一测量点中的温度测量最大值（℃）					
每一测量点中的温度测量最小值（℃）					
温度示值误差（℃）			扩展不确定度 U , $k=2$		
温度波动度/10min（℃）			扩展不确定度 U , $k=2$		
备注					

校准员：

核验员：

附录 C

罗氏泡沫仪校准证书内页格式

证书编号：

校准项目	校准结果			
外观检查				
滴液管容量误差	容量标称值	实测容量值	容量误差	扩展不确定度 $U, k=2$
刻度量管容量误差	容量标称值	实测容量值	容量误差	扩展不确定度 $U, k=2$
刻度量管刻度误差	刻度误差			扩展不确定度 $U, k=2$
恒温装置温度 示值误差	温度示值误差			扩展不确定度 $U, k=2$
恒温装置温度 波动度	温度波动度			扩展不确定度 $U, k=2$

附录 D

容量误差测量结果的不确定度评定示例

D.1 概述

按规范要求, 采用衡量法对罗氏泡沫仪的滴液管和刻度量管的容量进行校准。通过电子天平称出选定容量标称值的实验用水质量, 测量实验用水温度, 通过附录 A 查找出对应的 $K(t)$ 值进行温度修正, 求得标准温度 20 °C 下的实际容量值, 标称值与 2 次实际容量测量结果之差即为容量误差。

D.2 测量模型

$$\Delta V = V_s - \bar{V} \quad (\text{D.1})$$

$$V = m \cdot K(t) \quad (\text{D.2})$$

式中:

ΔV ——容量误差, mL;

V_s ——标称容量, mL;

\bar{V} —— n 次测量的 20 °C 时的实际容量算术平均值, mL;

V ——标准温度 20 °C 时滴液管或刻度量管的实际容量, mL;

m ——被校滴液管或刻度量管所排出实验用水的表观质量, g;

$K(t)$ ——校准时实验用水所对应的温度修正值, 列于附录 A, cm^3/g 。

因此, 容量误差的标准不确定度可由式 (D.3) 计算:

$$u(\Delta V) = u(\bar{V}) = u(m \cdot K(t)) \quad (\text{D.3})$$

D.3 灵敏系数

根据上述测量模型, 计算灵敏系数:

$$c_1 = \frac{\partial \Delta V}{\partial m} = K(t) \quad (\text{D.4})$$

$$c_2 = \frac{\partial \Delta V}{\partial K(t)} = m \quad (\text{D.5})$$

D.4 不确定度来源

容量误差测量结果的不确定度来源主要有：被校滴液管或刻度量管所排出的实验用水的质量 m 引入的标准不确定度 $u(m)$ 、温度修正值 $K(t)$ 引入的标准不确定度 $u(K(t))$ 。

D.5 输入量的标准不确定度评定

D.5.1 输入量 m 的标准不确定度 $u(m)$

$u(m)$ 主要由两个分量构成，实验用水质量称量重复性引入的不确定度分量 $u(m_1)$ 和电子天平自身引入的不确定度分量 $u(m_2)$ 。

D.5.1.1 实验用水质量称量重复性引入的不确定度分量 $u(m_1)$

实验用水质量称量重复性引入的不确定度分量，采用 A 类方法评定。对标称容量为 50 mL 的滴液管进行 10 次重复测量，测量结果见表 D.1。

表 D.1 实验用水质量称量测量结果

第 i 次 测量	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
测量值 /g	49.881	49.929	49.896	50.002	49.857	49.901	49.897	49.934	49.900	49.962

10 次测量结果的算术平均值为：

$$\bar{m} = \frac{\sum_{i=1}^n m_i}{n} = 49.916 \text{ g} \quad (\text{D.6})$$

单次实验标准偏差为：

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (m_i - \bar{m})^2}{n-1}} = 4.2 \times 10^{-2} \text{ g} \quad (\text{D.7})$$

实际校准中重复测量 2 次，以算术平均值作为测量结果，因此实验用水质量称量重复性引入的不确定度分量 $u(m_1)$ 为：

$$u(m_1) = \frac{s}{\sqrt{n}} = 3.0 \times 10^{-2} \text{ g} \quad (\text{D.8})$$

D.5.1.2 电子天平自身引入的不确定度分量 $u(m_2)$

采用 B 类方法评定。以校准标称容量为 50 mL 的滴液管为例, 使用分度值为 1 mg 的电子天平, 电子天平的扩展不确定度要求不大于 4 mg, 包含因子 $k=2$, 则电子天平自身引入的不确定度分量 $u(m_2)$ 为:

$$u(m_2) = \frac{4\text{mg}}{2} = 2\text{mg} = 2.0 \times 10^{-3} \text{ g} \quad (\text{D.9})$$

D. 5. 1. 3 输入量 m 的标准不确定度 $u(m)$

$$u(m) = \sqrt{u^2(m_1) + u^2(m_2)} = 3.0 \times 10^{-2} \text{ g} \quad (\text{D.10})$$

D. 5. 2 输入量 $K(t)$ 的标准不确定度 $u(K(t))$

$u(K(t))$ 由两个不确定度分量构成, 实验用水的温度变化引入的不确定度分量 $u(K_1(t))$ 和温度计读数引入的不确定度分量 $u(K_2(t))$ 。

D. 5. 2. 1 实验用水的温度变化引入的不确定度分量 $u(K_1(t))$

根据经验, 校准过程中, 实验用水的温度变化一般不大于 $0.2\text{ }^\circ\text{C}$ 。根据附录 A 查得, 当水温相差 $0.2\text{ }^\circ\text{C}$ 时, $K(t)$ 值的最大差值为 $0.00006\text{ cm}^3/\text{g}$, 服从均匀分布则:

$$u(K_1(t)) = \frac{0.00006}{\sqrt{3}} = 3.5 \times 10^{-5} \text{ cm}^3/\text{g} \quad (\text{D.11})$$

D. 5. 2. 2 温度计读数引入的不确定度分量 $u(K_2(t))$

校准时使用分度值为 $0.1\text{ }^\circ\text{C}$ 的温度计测量蒸馏水的温度, 其最大允许误差为 $\pm 0.2\text{ }^\circ\text{C}$ 。根据附录 A 查得, 当水温相差 $0.2\text{ }^\circ\text{C}$ 时, $K(t)$ 值的最大差值为 $0.00006\text{ cm}^3/\text{g}$, 服从均匀分布则:

$$u(K_2(t)) = \frac{0.00006}{\sqrt{3}} = 3.5 \times 10^{-5} \text{ cm}^3/\text{g} \quad (\text{D.12})$$

D. 5. 2. 3 输入量 $K(t)$ 的标准不确定度 $u(K(t))$

$$u(K(t)) = \sqrt{u^2(K_1(t)) + u^2(K_2(t))} = 4.9 \times 10^{-5} \text{ cm}^3/\text{g} \quad (\text{D.13})$$

D. 5. 3 不确定度分量汇总

不确定度分量汇总见表 D. 2。

表 D.2 不确定度分量汇总表

不确定度分量	不确定度来源	不确定度分量的值
$u(m)$	电子天平自身 实验用水质量称量重复性	$3.0 \times 10^{-2} \text{ g}$
$u(K(t))$	实验用水的温度变化 温度计读数	$4.9 \times 10^{-5} \text{ cm}^3/\text{g}$

D.6 合成标准不确定度

以标称容量 50 mL 的滴液管 ($t=21.3\text{ }^{\circ}\text{C}$) 为例, 查表得 $K(t)=1.00311\text{ cm}^3/\text{g}$ 。计算得 m 为 49.916 g。由于输入量 m 和 $K(t)$ 彼此不相关, 则合成标准不确定度为:

$$u_c(V) = \sqrt{[c_1 u(m)]^2 + [c_2 u(K(t))]^2} = 0.03 \text{ mL} \quad (\text{D.14})$$

D.7 扩展不确定度

$$\text{包含因子取 } k=2, U = k \times u_c(V) = 2 \times 0.03 \text{ mL} = 0.06 \text{ mL} \quad (\text{D.15})$$

附录 E

刻度误差测量结果的不确定度评定示例

E.1 概述

按规范要求, 选用分辨力为 0.05 mm 的高度尺对罗氏泡沫仪的刻度量管刻度误差进行校准。以 117 mm 标尺刻度线为例, 用高度尺对其进行 3 次重复测量, 计算刻度误差。

E.2 测量模型

$$\Delta H = H_s - \bar{H} \quad (\text{E.1})$$

式中:

ΔH —— 刻度误差, mm;

H_s —— 刻度标称值, mm;

\bar{H} —— n 次测量的刻度算术平均值, mm。

因此, 刻度量管刻度误差的标准不确定度可由式 (E.2) 计算:

$$u(\Delta H) = u(\bar{H}) \quad (\text{E.2})$$

E.3 不确定度来源

刻度误差测量结果的不确定度来源主要有: 测量重复性或高度尺分辨力引入的不确定度分量 $u_1(\bar{H})$ 和高度尺最大允许误差引入的不确定度分量 $u_2(\bar{H})$ 。

E.4 标准不确定度的评定

E.4.1 测量重复性或高度卡尺分辨力引入的标准不确定度 $u_1(\bar{H})$

测量重复性引入的不确定度采用 A 类评定方法。连续测量 10 次得到测量列, 结果见表 E.1。

表 E.1 刻度量管刻度测量结果

第 i 次 测量	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
测量值 /mm	117.10	117.05	117.05	117.05	117.10	117.05	117.05	117.10	117.10	117.05

单次实验标准偏差为:

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (H_i - \bar{H})^2}{n-1}} = 0.03 \text{ mm} \quad (\text{E.3})$$

实际校准中重复测量 3 次，以算术平均值作为测量结果，因此测量重复性引入的不确定度为：

$$u_1(\bar{H}) = \frac{s}{\sqrt{3}} = 0.02 \text{ mm} \quad (\text{E.4})$$

高度尺的分辨力为 0.05 mm，按均匀分布，其引入的不确定度为：

$$\frac{0.05}{2\sqrt{3}} = 0.01 \text{ mm} \quad (\text{E.5})$$

0.02 mm > 0.01 mm，因此 $u_1(\bar{H})$ 取 0.02 mm。若仪器测量重复性引入的不确定度小于 0.01 mm，则 $u_1(\bar{H})$ 取 0.01 mm。

E.4.2 高度尺最大允许误差引入的标准不确定度 $u_2(\bar{H})$

高度尺最大允许误差引入的不确定度采用 B 类评定方法。高度尺的最大允许误差 MPE 为 ±0.10 mm。按均匀分布则：

$$u_2(\bar{H}) = \frac{0.10}{\sqrt{3}} = 0.06 \text{ mm} \quad (\text{E.6})$$

E.5 不确定度分量汇总

不确定度分量汇总见表 E.2。

表 E.2 不确定度分量汇总表

不确定度分量	不确定度来源	不确定度分量的值
$u_1(\bar{H})$	测量重复性或高度尺分辨力	0.02 mm
$u_2(\bar{H})$	高度尺最大允许误差	0.06 mm

E.6 合成标准不确定度

$$u_c(\bar{H}) = \sqrt{u_1^2(\bar{H}) + u_2^2(\bar{H})} = 0.06 \text{ mm} \quad (\text{E.7})$$

E.7 扩展不确定度

$$\text{包含因子取 } k=2, U = k \times u_c(\bar{H}) = 2 \times 0.06 \text{ mm} = 0.12 \text{ mm} \quad (\text{E.8})$$

附录 F

温度示值误差测量结果的不确定度评定示例

F.1 概述

按规范要求,选用分辨力为 0.01 °C 的温度巡回检测仪,以 40°C 校准点为例,对配套恒温装置进行温度示值误差校准,按测试要求布点,当配套恒温装置达到设定值并稳定后开始记录温度巡回检测仪的测量值,每 1 min 测量一次,共记录 10 min,恒温装置温度设定值和几何中心点 O 经修正后的温度实测值之差即为恒温装置的温度示值误差。

F.2 测量模型

$$\Delta t = t_s - (t_o + f) \quad (\text{F.1})$$

式中:

Δt ——恒温装置温度示值误差, °C;

t_s ——恒温装置温度设定值, °C;

t_o ——温度测量装置在中心点 O 的测量平均值, °C;

f ——温度测量装置在校准温度点的修正值, °C。

F.3 不确定度来源

恒温装置温度示值误差测量结果的不确定度来源主要有:测量重复性或温度测量装置分辨力引入的标准不确定度 $u_1(t_o)$ 、温度测量装置年稳定性引入的标准不确定度 $u_2(t_o)$ 和温度测量装置温度修正值引入的标准不确定度 $u_3(f)$ 。

F.4 标准不确定度的评定

F.4.1 测量重复性或温度测量装置分辨力引入的标准不确定度 $u_1(t_o)$

测量重复性引入的不确定度采用 A 类评定方法。在 40°C 校准点,重复测量 10 次,结果见表 F.1。

计算单次实验标准偏差,由测量重复性引入的标准不确定度为:

$$u_1(t_o) = s(t_o) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (t_{oi} - \bar{t}_o)^2}{n-1}} = 0.05^\circ\text{C} \quad (\text{F.2})$$

表 F.1 恒温装置温度测量均值结果

第 <i>i</i> 次 测量	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
测量均 值/℃	40.20	40.23	40.18	40.10	40.15	40.23	40.26	40.17	40.19	40.13

温度测量装置的分辨力为 0.01°C ，按均匀分布，其引入的不确定度为：

$$\frac{0.01}{2\sqrt{3}} = 0.003^\circ\text{C} \quad (\text{F.3})$$

$0.05^\circ\text{C} > 0.003^\circ\text{C}$ ，因此 $u_1(t_o)$ 取 0.05°C 。若仪器测量重复性引入的不确定度小于 0.003°C ，则 $u_1(t_o)$ 取 0.003°C 。

F.4.2 温度测量装置年稳定性引入的标准不确定度 $u_2(t_o)$

温度测量装置年稳定性为 0.1°C ，按均匀分布，其引入的不确定度为：

$$u_2(t_o) = \frac{0.1}{\sqrt{3}} = 0.058^\circ\text{C} \quad (\text{F.4})$$

F.4.3 温度测量装置温度修正值引入的标准不确定度 $u_3(f)$

温度测量装置修正值的扩展不确定度 $U=0.20^\circ\text{C}$ ， $k=2$ ，其引入的不确定度为：

$$u_3(f) = \frac{0.20}{2} = 0.10^\circ\text{C} \quad (\text{F.5})$$

F.5 不确定度分量汇总

不确定度分量汇总见表 F.2。

表 F.2 不确定度分量汇总表

不确定度分量	不确定度来源	不确定度分量的值
$u_1(t_o)$	测量重复性或温度测量装置分辨力	0.05°C
$u_2(t_o)$	温度测量装置年稳定性	0.058°C
$u_3(f)$	温度测量装置温度修正值	0.10°C

F.6 合成标准不确定度

$$u_c(t_o) = \sqrt{u_1^2(t_o) + u_2^2(t_o) + u_3^2(f)} = 0.13^\circ\text{C} \quad (\text{F.6})$$

F.7 扩展不确定度

包含因子取 $k=2$, $U = k \times u_c(t_o) = 2 \times 0.13^\circ\text{C} = 0.26^\circ\text{C}$ (F.7)

附录 G

温度波动度测量结果的不确定度评定示例

G.1 概述

按规范要求,选用分辨力为 0.01 °C 的温度巡回检测仪,以 40°C 校准点为例,对配套恒温装置进行温度波动度校准,按测试要求布点,当配套恒温装置达到设定值并稳定后开始记录温度巡回检测仪的测量值,每 1 min 测量一次,共记录 10 min,按公式计算恒温装置的温度波动度。

G.2 测量模型

$$\Delta t_f = \max(t_{j\max} - t_{j\min}) \quad (\text{G.1})$$

式中:

Δt_f ——恒温装置温度波动度, °C;

$t_{j\max}$ ——测量点 j 在 11 次测量中测得的最高温度, °C;

$t_{j\min}$ ——测量点 j 在 11 次测量中测得的最低温度, °C;

j ——测量点序号。

设 $\Delta t_j = t_{j\max} - t_{j\min}$, 则上述测量模型转换为:

$$\Delta t_f = \max(\Delta t_j) \quad (\text{G.2})$$

则温度波动度的标准不确定度可由式 (G.3) 计算:

$$u(\Delta t_f) = u(\Delta t_j) \quad (\text{G.3})$$

G.3 不确定度来源

配套恒温装置温度波动度测量的不确定度来源主要有:测量重复性或温度测量装置分辨力引入的标准不确定度 $u_1(\Delta t_j)$ 。因温度波动度为一段时间内的温度极差值,故温度测量装置的最大允许误差可以忽略。

G.4 标准不确定度的评定

G.4.1 测量重复性或温度测量装置分辨力引入的标准不确定度 $u_1(\Delta t_j)$

测量重复性引入的不确定度采用 A 类评定方法。在 40 °C 校准点,重复测量 10 次,计算每次测量的温度波动度,结果见表 G.1。

表 G.1 恒温装置温度波动度测量结果

第 <i>i</i> 次 测量	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
测量值 /℃	0.16	0.21	0.14	0.20	0.19	0.12	0.23	0.24	0.20	0.11

计算单次实验标准偏差，由测量重复性引入的标准不确定度为：

$$u_1(\Delta t_j) = s(\Delta t) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (\Delta t_i - \overline{\Delta t})^2}{n-1}} = 0.05^\circ\text{C} \quad (\text{G.4})$$

温度测量装置的分辨力为 0.01°C ，按均匀分布，其引入的不确定度为：

$$\frac{0.01}{2\sqrt{3}} = 0.003^\circ\text{C} \quad (\text{G.5})$$

$0.05^\circ\text{C} > 0.003^\circ\text{C}$ ，因此 $u_1(\Delta t_j)$ 取 0.05°C 。若仪器测量重复性引入的不确定度小于 0.003°C ，则 $u_1(\Delta t_j)$ 取 0.003°C 。

G.5 不确定度分量汇总

不确定度分量汇总见表 G.2。

表 G.2 不确定度分量汇总表

不确定度分量	不确定度来源	不确定度分量的值
$u_1(\Delta t_j)$	测量重复性或温度测量装置分辨力	0.05°C

G.6 合成标准不确定度

$$u_c(\Delta t_j) = \sqrt{u_1^2(\Delta t_j)} = 0.05^\circ\text{C} \quad (\text{G.6})$$

G.7 扩展不确定度

$$\text{包含因子取 } k=2, \quad U = k \times u_c(\Delta t_j) = 2 \times 0.05^\circ\text{C} = 0.10^\circ\text{C} \quad (\text{G.7})$$