



中华人民共和国工业和信息化部 有色金属计量技术规范

JJF（有色金属）XXX—XXXX

金属粉末振实密度测定仪校准规范

Calibration Specification for Metal Powder Tapped Density Testers

（报批稿）

202X-XX-XX 发布

202X-XX-XX 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

金属粉末振实密度测定仪 校准规范

Calibration Specification for Metal
Powder Tapped Density Testers

JJF（有色金属）XXX-XXXX

归口单位：中国有色金属工业协会

主要起草单位：厦门厦钨新能源材料股份有限公司

华友新能源科技（衢州）有限公司

有色金属技术经济研究院有限责任公司

包头稀土研究院

国合通用（青岛）测试评价有限公司

西南铝业（集团）有限责任公司

广东省科学院工业分析检测中心

广船国际有限公司

西安汉唐分析检测有限公司

本规范委托有色金属行业计量技术委员会负责解释

本规范主要起草人：

武保玲（厦门厦钨新能源材料股份有限公司）

吴 准（厦门厦钨新能源材料股份有限公司）

叶苏涵（厦门厦钨新能源材料股份有限公司）

李 艳（华友新能源科技（衢州）有限公司）

闫雁楠（有色金属技术经济研究院有限责任公司）

李 佳（包头稀土研究院）

王世敏（国合通用（青岛）测试评价有限公司）

胡珍铭（西南铝业（集团）有限责任公司）

伍超群（广东省科学院工业分析检测中心）

蔡文科（广船国际有限公司）

张 兵（西安汉唐分析检测有限公司）

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)
4.1 量筒容量示值误差	(2)
4.2 振幅幅值	(2)
4.3 振动频次示值误差	(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	(3)
6.1 校准项目	(3)
6.2 校准方法	(3)
7 校准结果表达	(4)
8 复校时间间隔	(5)
附录 A 金属粉末振实密度测定仪校准记录参考格式	(6)
附录 B 金属粉末振实密度测定仪校准证书内页参考格式	(7)
附录 C 金属粉末振实密度测定仪振幅幅值测量不确定度评定示例	(8)
附录 D 金属粉末振实密度测定仪振动频次测量不确定度评定示例	(10)

引 言

JJF 1071 《国家计量校准规范编写规则》、JJF 1001 《通用计量术语及定义》和JJF 1059.1 《测量不确定度评定与表示》共同构成支撑校准规范制修订工作的基础性系列规范。

本规范参考了GB/T 31057.2-2018 《颗粒材料 物理性能测试 第2部分：振实密度的测量》、GB/T 5162-2021 《金属粉末 振实密度的测定》的技术内容。

本规范为首次发布。

金属粉末振实密度测定仪校准规范

1 范围

本规范适用于测定范围为 $(0.1\sim 10)\text{g/cm}^3$ 的金属粉末振实密度测定仪(以下简称“振实密度测定仪”)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

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 概述

振实密度测定仪是测试金属粉末材料振实密度性能的试验仪器,其工作原理是采用一种凸轮转动的方法,使带有导杆的夹座上下滑动,敲击铁砧,使量筒内的粉体逐渐被振实。振实密度测定仪由量筒、带有导杆的夹座、导向轴承、铁砧(钢砧)、凸轮组成,结构示意图如图1所示。常见量筒规格有:25mL量筒(最小分度为0.5 mL) 100mL量筒(最小分度为1.0mL),对于特殊稀缺样品,可选用容积为10mL,最小分度为0.2mL的量筒。

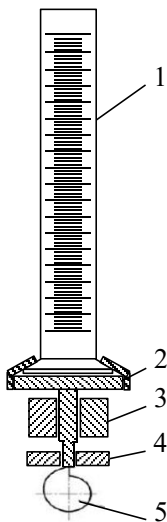


图1 金属粉末振实密度测定仪装置示意图

1—量筒; 2—带有导杆的夹座; 3—导向轴承; 4—铁砧(钢砧); 5—凸轮

4 计量特性

4.1 量筒容量示值误差

量筒容量示值误差见表1。

表1 量筒容量示值误差

标称容量/mL	10	25	100
最大允许误差/mL	±0.10	±0.25	±0.5

4.2 振幅幅值

振幅幅值不超过 $3\text{mm} \pm 0.2\text{mm}$ 。

4.3 振动频次示值误差

振动频次范围（100~300）次/min，最大允许误差为±6%。

5 校准条件

5.1 环境条件

5.1.1 环境温度：（20±5）℃，且室温变化不大于1℃/h。

5.1.2 相对湿度：≤80%。

5.1.3 校准环境周围无腐蚀性介质，附近无影响实验结果的振源。

5.2 测量标准及其他设备

测量标准及其他设备的技术要求见表2。

表2 测量标准及其他设备技术要求

序号	测量标准或其他设备	技术要求	用途
1	电子天平	测量范围：（0~220）g，分度值：0.1mg	校准量筒容量示值误差
2	纯水（蒸馏水或去离子水）	应符合 GB/T 6682-2008 中三级水及以上要求	
3	精密温度计	测量范围：（10~30）℃，分度值 0.1℃	
4	数显千分表	测量范围：（0~12）mm，最大允许误差：±0.012mm	校准振幅幅值
5	数字转速计	测量范围：（100~8000）r/min，准确度等级为 0.5 级及以上	校准振动频次示值误差
6	秒表	分辨力：0.1s	

6 校准项目和校准方法

6.1 校准项目

量筒容量示值误差、振幅幅值和振动频次示值误差。

6.2 校准方法

6.2.1 量筒容量示值误差

6.2.1.1 校准前的准备工作

将纯水提前 1 天放置在实验室恒温 24h 以上，水温与室温之差不超过 $\pm 2^{\circ}\text{C}$ 。

6.2.1.2 校准点的选择

校准点选择 3 个点，分别为：自底部起总容量的 1/10 刻度线位置（若无总容量的 1/10 刻度线，应校准 1/5 刻度线位置）、总容量 1/2 刻度线位置和总容量。

6.2.1.3 校准方法

量筒容量示值误差校准参照 JJG 196-2006 中 7.3.5.1 衡量法校准。将被校量筒放置在电子天平上，待示值稳定后，将电子天平置零。将纯水缓慢注入待校量筒中，直至水面凹液面的最低处与量筒的校准点刻度线相切，记录此时的纯水质量 m 。测量并记录纯水在该校准点的温度，纯水温度对应的 $K(t)$ 值与被校量筒内纯水质量之积为实际容量，每个校准点校准 2 次，2 次校准结果的差值应不超过表 1 中被校量筒标称容量值最大允许误差的 1/4，2 次差值超过 1/4 则不合格，取 2 次校准的算术平均值作为被校量筒的实际容量 $\bar{V}_{20i}$ 。量筒容量示值误差按公式（1）和公式（2）计算。

$$V = \bar{V}_{20i} - V_i \quad (1)$$

其中：

$$V_{20} = m \cdot K(t) \quad (2)$$

式中：

V ——量筒容量示值误差，mL；

$\bar{V}_{20i}$ ——2次校准实际容量的算术平均值，mL；

V_i ——量筒标称容量值，mL；

V_{20} ——标准温度为 20°C 时量筒的实际容量，mL；

$K(t)$ ——校准时水温对应的 $K(t)$ 值， $K(t)$ 值见JJG 196-2006附录B；

m ——纯水质量，g。

6.2.2 振幅幅值

拆下振实密度测定仪的量筒，将数显千分表测量杆的测量头垂直放置于带有导杆的夹座上平面上。将数显千分表归零，启动振实密度测定仪，用数显千分表记录1min内振幅幅值，取最大值作为单次振幅幅值的测量值，重复测量3次，取3次测量的算术平均值作为振实密度测定仪振幅幅值的校准结果。

6.2.3 振动频次示值误差

振动频次校准点选择3个，建议选100次/min、250次/min、300次/min，也可依据客户要求选择其他校准点。按设备操作说明设定振动频次（即校准点），将反光带贴在振实密度测定仪带有导杆的夹座侧面一圈，打开数字转速计开关，按下数字转速计测量键，将红外光束对准反光带，启动振实密度测定仪，并同步开启秒表计时，每间隔20s读取数字转速计转速值，每个校准点读取3次转速值，取3次转速值的最大值作为该振动频次的测量值，振动频次示值误差的计算见公式（3）。

$$\delta_n = \frac{n_{\max} - n}{n} \times 100\% \quad (3)$$

式中：

δ_n ——振动频次示值误差；

$n_{\max}$ ——振动频次的最大测量值，次/min；

n ——振动频次设定值，次/min。

7 校准结果表达

经校准的振实密度测定仪应出具校准证书，校准证书至少应包括以下信息：

- a) 标题：“校准证书”；
- b) 实验室的名称和地址；
- c) 实施校准活动的地点，包括客户设施、实验室固定设施以外的地点；
- d) 证书的唯一性标识（如编号），每页及总页数的标识；
- e) 客户的名称和联络信息；
- f) 被校对象的描述和明确标识；
- g) 进行校准活动的日期，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和证书发布日期；
- h) 对校准所依据的技术规范的标识，包括名称及代号；

- i) 本次校准所用的测量标准和溯源性及有效性说明;
 - j) 校准环境的描述;
 - k) 校准结果及其测量不确定度的说明 (给出整个测量范围校准结果测量不确定度的最大值);
 - l) 校准证书签发人的签名、职务或等效标识, 以及签发日期;
 - m) 校准人和核验人签名;
 - n) 校准结果仅对被校对象有效的声明;
 - o) 未经校准实验室书面批准, 不得部分复制校准证书的声明。
- 校准原始记录参考格式见附录A, 校准证书内页参考格式见附录B。

8 复校时间间隔

建议复校时间间隔为1年。金属粉末振实密度测定仪使用频繁时应适当缩短周期, 在使用过程中金属粉末振实密度测定仪经过修理、更换重要部件的应重新校准。

附录 A

金属粉末振实密度测定仪校准记录参考格式

记录编号				校准地点		
校准依据						
被校设备信息						
器具名称						
型号/规格				设备编号		
制造厂				环境条件	°C	%RH
水温与室温之差				纯水等级		
测量标准信息						
名称	型号	设备编号	证书编号	准确度等级/最大允许误差/不确定度		有效期
校准结果						
1 量筒容量示值误差						
标称容量/mL						
校准点/mL						
项目	第 1 次	第 2 次	第 1 次	第 2 次	第 1 次	第 2 次
纯水温度/°C						
纯水质量/g						
$K(t)$ 值						
实际容量 V_{20}/mL						
平均值/mL						
示值误差/mL						
扩展不确定度 U , $k=2$ (mL)						
2 振幅幅值						
振幅幅值/mm	第 1 次	第 2 次	第 3 次	平均值/mm	示值误差/mm	
3						
扩展不确定度 U , $k=2$ (mm)						
3 振动频次示值误差						
计时点	振动频次/(次/min)					
	100		250		300	
20s						
40s						
60s						
最大值						
示值误差						
扩展不确定度 U , $k=2$						

附录 B

金属粉末振实密度测定仪校准证书内页参考格式

校准结果			
1 量筒容量示值误差			
标称容量/mL			
校准点/mL			
平均值/mL			
扩展不确定度 U , $k=2$ (mL)			
2 振幅幅值			
标称值/mm	实测值/mm	示值误差/mm	
3			
扩展不确定度 U , $k=2$ (mm) :			
3 振动频次示值误差			
标称值/ (次/min)	实测值/ (次/min)	扩展不确定度 U , $k=2$	示值误差/%

附录 C

金属粉末振实密度测定仪振幅幅值测量不确定度评定示例

C.1 概述

C.1.1 校准依据

本规范。

C.1.2 测量标准

数显千分表，测量范围为（0~12）mm，最大允许误差为±0.012mm。

C.1.3 被校对象

振实密度测定仪，振幅幅值为3mm。

C.1.4 校准方法

见本规范6.2.2，本示例仅取3mm校准点评定，其他校准点可参考本示例作相似评定。

C.2 测量模型

振幅幅值的测量模型见公式（C.1）。

$$\delta_H = \overline{H} \quad (\text{C.1})$$

式中：

δ_H ——振幅幅值，mm；

$\overline{H}$ ——振幅幅值测量平均值，mm。

C.3 测量不确定度的来源分析

测量不确定度的来源有：

- 1) 测量重复性引入的不确定度 u_1 ；
- 2) 数显千分表分辨力引入的不确定度 u_2 ；
- 3) 数显千分表最大允许误差引入的不确定度 u_3 。

C.4 测量不确定度评定

C.4.1 测量重复性引入的不确定度 u_1

对振幅幅值重复测量10次，测量数据见表C.1。

表C.1 测量数据

测量次数	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
测量值（mm）	3.117	3.091	3.023	2.992	3.081	2.982	3.073	3.039	3.133	3.174

其标准偏差 s 为:

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}} = 0.062\text{mm}$$

根据 6.2.3 可知, 每次校准对振幅幅值进行 3 次测量, 即 $n=3$, 则测量重复性引入的不确定度 u_1 为:

$$u_1 = \frac{s}{\sqrt{n}} = \frac{0.062}{\sqrt{3}} = 0.036\text{mm}$$

C.4.2 数显千分表分辨力引入的不确定度 u_2

数显千分表的分度值为 $\delta=0.001\text{mm}$, 则区间半宽为 $a=\delta/2=0.0005\text{mm}$, 假设服从均匀分布, 取 $k=\sqrt{3}$, 则数显千分表分辨力引入的不确定度 u_2 为:

$$u_2 = \frac{a}{k} = \frac{0.0005}{\sqrt{3}} = 0.00029\text{mm}$$

C.4.3 数显千分表最大允许误差引入的不确定度 u_3

数显千分表的最大允许误差为 $\pm 0.012\text{mm}$, 则区间半宽为 $a=0.012\text{mm}$, 假设服从均匀分布, 取 $k=\sqrt{3}$, 则数显千分表最大允许误差引入的不确定度 u_3 为:

$$u_3 = \frac{a}{k} = \frac{0.012}{\sqrt{3}} = 0.0069\text{mm}$$

C.5 合成标准不确定度计算

考虑到 $u_2 < u_1$, 因此不考虑分辨力引入的标准不确定度, 合成不确定度计算为:

$$u_c = \sqrt{u_1^2 + u_3^2} = 0.036\text{mm}$$

C.6 扩展不确定度计算

取包含因子 $k=2$, 扩展不确定度为:

$$U = k \cdot u_c = 2 \times 0.036 = 0.07\text{mm}$$

附录 D

金属粉末振实密度测定仪振动频次示值误差的测量不确定度评定示例

D.1 概述

D.1.1 校准依据

本规范。

D.1.2 测量标准

数字转速计，测量范围为（100~8000）r/min，准确度等级为 0.5 级。

D.1.3 被校对象

振实密度测定仪，振动频次测量范围为（100~300）次/min。

D.1.4 测量方法

见本规范6.2.3，本示例仅取校准点250次/min评定，其他校准点可参考本示例作相似评定。

D.2 测量模型

振动频次示值误差的测量模型见公式（D.1）。

$$\delta = n_{\max} - n \quad (\text{D.1})$$

式中：

δ ——振动频次示值误差，次/min；

n ——振动频次标称值，次/min；

$n_{\max}$ ——振动频次3次测量最大值，次/min。

灵敏系数为：

$$c_1 = \frac{\partial \delta}{\partial n_{\max}} = 1$$

$$c_2 = \frac{\partial \delta}{\partial n} = -1$$

D.3 测量不确定度的来源分析

振实密度测定仪振动频次示值误差测量不确定度来源主要有：

- 1) 振实密度测定仪分辨力引入的不确定度 u_1 ；
- 2) 测量重复性引入的不确定度 u_2 ；
- 3) 数字转速计分辨力引入的不确定度 u_3 ；

4) 数字转速计准确度引入的不确定度 u_4 ;

D.4 测量不确定度评定

D.4.1 振实密度测定仪分辨力引入的不确定度 u_1

振实密度测定仪分辨力为1次/min, 其区间半宽为 $a=0.5$ 次/min, 假设服从均匀分布, 取 $k=\sqrt{3}$, 则振实密度测定仪分辨力引入的不确定度 u_1 为:

$$u_1 = \frac{a}{k} = \frac{0.5}{\sqrt{3}} = 0.29 \text{ 次/min}$$

D.4.2 测量重复性引入的不确定度 u_2

用数字转速计在振动频次为250次/min校准点重复测量10次, 转速计测量数值就是振动频次的数值, 测量数据见表D.1。

表D.1 数字转速计重复性测量数据

测量次数	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
测量值 (r/min)	245.5	246.8	246.9	245.3	246.3	246.8	245.1	246.7	245.2	246.9

其标准偏差 s 为:

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}} = 0.78 \text{ r/min}$$

实际校准取3次转速的最大值, 取 $n=1$, 则测量重复性引入的不确定度 u_2 为:

$$u_2 = s = 0.78 \text{ r/min}$$

D.4.3 数字转速计分辨力引入的不确定度 u_3

数字转速计分度值为 $r=0.1$ r/min, 区间半宽为 $a=0.05$ r/min, 假设服从均匀分布, 取 $k=\sqrt{3}$, 则数字转速计分辨力引入的不确定度 u_2 为:

$$u_3 = \frac{a}{k} = \frac{0.05}{\sqrt{3}} = 0.029 \text{ r/min}$$

D.4.4 数字转速计准确度引入的不确定度 u_4

根据数字转速计检定证书可知, 该数字转速计准确度等级为0.5级, 即全量程误差范围均满足 $\pm 0.5\%$, 则250次/min校准点的区间半宽为 $a=0.5\% \times 250=1.25$, 假设服从均匀分布, 取 $k=\sqrt{3}$, 则数字转速计准确度引入的不确定度 u_4 为:

$$u_4 = \frac{a}{k} \times 250 = \frac{0.5\%}{\sqrt{3}} \times 250 = 0.72 \text{ r/min}$$

D.5 合成标准不确定度

考虑到 $u_3 < u_2$ ，因此不考虑分辨力引入的不确定度，各不确定度之间互不影响，转速计测量数值就是振动频次的数值，所以其合成标准不确定度为：

$$u_c = \sqrt{u_1^2 + u_2^2 + u_4^2} = \sqrt{0.29^2 + 0.78^2 + 0.72^2} = 1.1 \text{ 次/min}$$

D.6 扩展不确定度计算

取包含因子 $k=2$ ，扩展不确定度为：

$$U = k \cdot u_c = 2 \times 1.1 = 2.2 \text{ 次/min}$$

D.7 相对扩展不确定度计算

由于在校准振实密度测定仪时，振动频次使用相对误差对振实密度测定仪进行校准，则在 250 次/min 校准点，相对扩展不确定度 U_{rel} 为：

$$U_{\text{rel}} = \frac{U}{n} \times 100\% = \frac{2.2}{250} \times 100\% = 0.9\% \quad (k=2)$$
