

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）XXX-202X

化学品固液鉴别试验仪校准规范

Calibration Specification for Chemical Solid-Liquid Identification
Testing Instrument
(报批稿)

××××-××-××发布

××××-××-××实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

化学品固液鉴别试验仪校准规范

Calibration Specification for Chemical
Solid-Liquid Identification Testing
Instrument

JJF（石化）XXX-202X

归口单位：中国石油和化学工业联合会

主要起草单位：宁波海关技术中心

参加起草单位：宁波中盛产品检测有限公司

青岛海关技术中心

杭州研一智控科技有限公司

南宁海关技术中心

黄埔海关技术中心

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：

李锦花（宁波海关技术中心）

马 明（宁波海关技术中心）

周宏斌（宁波海关技术中心）

参加起草人：

忻之栋（宁波中盛产品检测有限公司）

车礼东（青岛海关技术中心）

邱 建（杭州研一智控科技有限公司）

商 杰（南宁海关技术中心）

郭宗宁（黄埔海关技术中心）

目 录

引言.....	(IV)
1 范围.....	(1)
2 引用文件.....	(1)
3 术语.....	(1)
4 概述.....	(2)
5 计量特性.....	(3)
6 校准条件.....	(4)
6.1 环境条件.....	(4)
6.2 测量标准及其他设备.....	(4)
7 校准项目和校准方法.....	(5)
7.1 校准项目.....	(5)
7.2 校准方法.....	(5)
8 校准结果.....	(8)
8.1 校准记录.....	(8)
8.2 校准证书.....	(8)
8.3 不确定度.....	(8)
9 复校时间间隔.....	(8)
附录 A 校准原始记录参考格式	(9)
附录 A.1 A 类仪器校准原始记录格式.....	(11)
附录 A.2 B 类仪器校准原始记录格式.....	(13)
附录 B 校准证书内页参考格式.....	(14)
附录 B.1 A 类仪器校准证书的内页格式.....	(14)
附录 B.2 B 类仪器校准证书的内页格式.....	(15)
附录 C 计时器示值误差测量结果不确定度评定示例.....	(16)
附录 D 渗透深度和流动距离（长度）示值误差测量结果不确定度评定示例.....	(19)
附录 D 质量示值误差测量结果不确定度评定示例.....	(22)

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 GB/T 40244-2021《化学品 固液鉴别 流动性测定法》、SN/T 3732-2013《化学品 固体与液体鉴别方法》制定。

本规范为首次发布。

化学品固液鉴别试验仪校准规范

1 范围

本规范适用于符合 GB/T 40244-2021《化学品 固液鉴别 流动性测定法》第 5.1 章要求的流动性测试仪（以下简称“A 类仪器”），以及符合 SN/T 3732-2013《化学品 固体与液体鉴别方法》中要求的自动化学品固液鉴别试验仪（以下简称“B 类仪器”）的校准。

2 引用文件

本规范引用了下列文件：

GB/T 40244-2021 化学品 固液鉴别 流动性测定法

JJF 1071-2010 国家计量校准规范编写规则

SN/T 3732-2013 化学品 固体与液体鉴别方法

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

3.1 流动性测试仪（A 类仪器）Liquidity test instrument

符合 GB/T 40244-2021 标准第 5.1 章规定，通过测试设备硬铝筛盘最低点在一定时间内渗透至一定温度的样品中的深度来判定样品固液状态的装置。

3.2 自动化学品固液鉴别试验仪（B 类仪器）Automatic solid-liquid identification test instrument

符合 SN/T 3732-2013 标准要求，集自动翻转、距离探测、质量称量、计时与控制于一体的仪器，用于通过测量流动距离和/或滴落质量自动判定固液状态的仪器设备。

4 概述

化学品固液鉴别试验仪主要用于确定黏性、糊状或膏状化学品在特定试验条件下的物理状态，可分为流动性测试仪（A 类仪器）和自动化学品固液鉴别试验仪（B 类仪器）。

A 类仪器通常由底座、试样杯、带锥孔的硬铝筛盘、导杆、游标卡尺、快调旋钮、

微调旋钮等组成。通过测试在一定时间内，导杆和硬铝筛盘在一定温度下样品中的渗透深度来判定化学品形态。试验仪主要结构示意图见图 1，导杆和硬铝筛盘示意图见图 2、3。

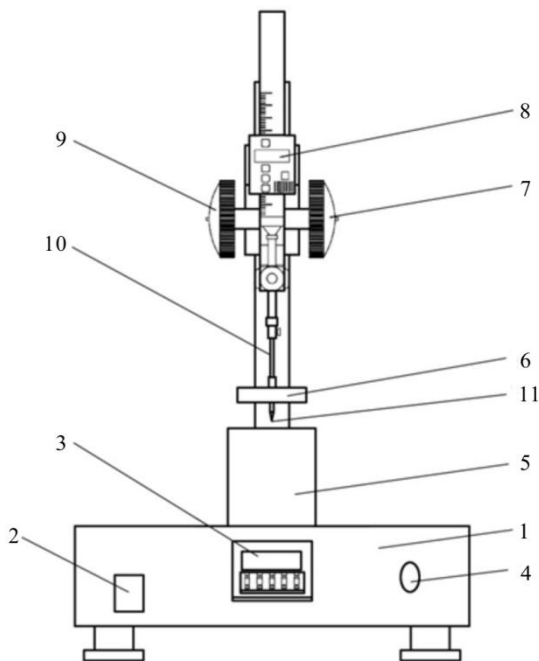
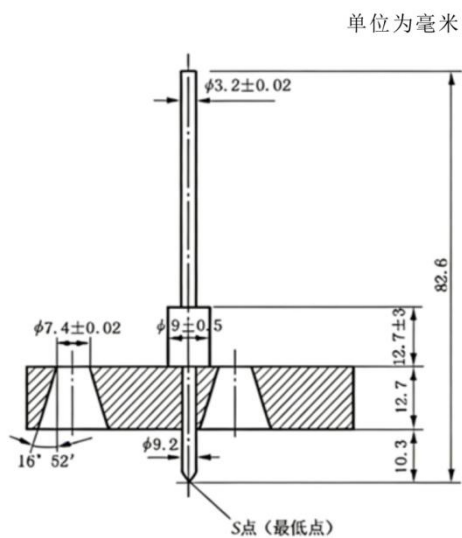


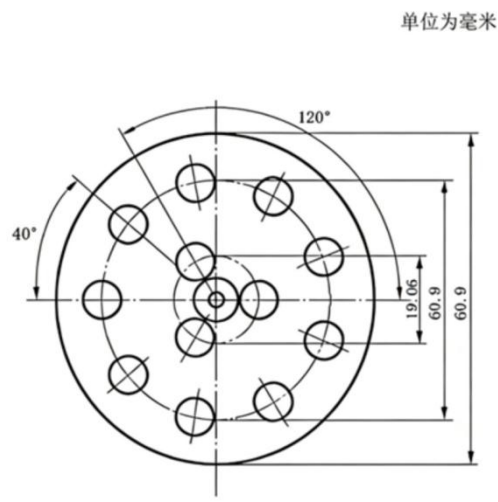
图 1 流动性试验仪示意图

1-设备底座；2-电源开关；3-时间控制器；4-测试按钮；5-试样杯；6-带锥形孔的硬铝筛盘；7-微调旋钮；8-游标卡尺；9-快调旋钮；10-导杆；11-S 点。



注：未标注的容差均为 ± 0.1 mm。

图 2 导杆示意图



注：未标注的容差均为±0.1 mm。

图 3 硬铝筛盘示意图

B 类仪器通常由试样杯、自动翻转机构、红外测距传感器、电子天平、高精度计时器及控制单元构成，通过盛装一定温度下的样品后样品杯倒置，根据其在一定时间内样品流出的情况来确定化学品的形态。试验仪主要结构示意图见图 4，试样杯的示意图见图 5。

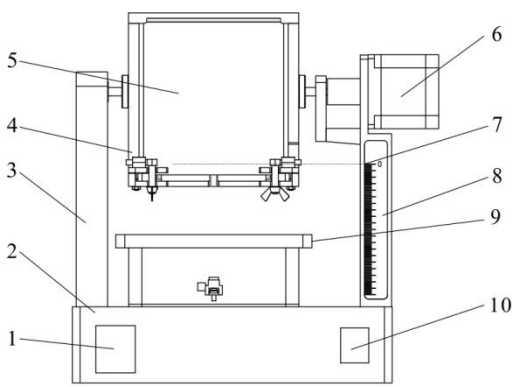


图 4 自动化学品固液鉴别试验仪示意图

1-设备电源；2-设备底座；3-自动翻转支架；4-样品杯固定支架；5-试样杯；6-翻转电机；7-钢直尺；8-称重天平；
9-电脑通讯接口

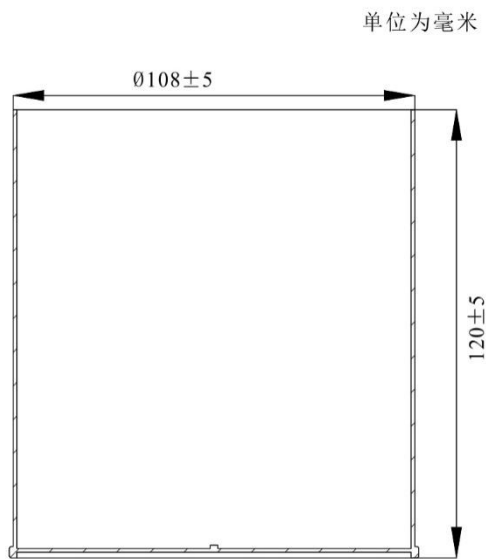


图 5 试样杯示意图

5 计量特性

5.1 A 类仪器计量特性

具体计量特性见表 1 和表 2。

表 1 试验仪计量特性一览表（A 类仪器）

序号	项目	技术要求	
1	计时器示值误差/s	5.0	MPE：±0.1
		60.0	
2	渗透深度示值误差/mm	5.0	MPE：±0.1
		10.0	
		20.0	
		40.0	
		60.0	
注： 1 MPE 为最大允许误差。 2 以上指标不适用于合格性判别，仅供参考。。			

5.2 B类仪器计量特性

具体计量特性见表 2。

表 2 试验仪计量特性一览表（B 类仪器）

序号	项目	技术要求	
1	流动距离示值误差/mm	5	MPE：±1

		10	
		20	
		40	
		60	
2	质量示值误差/g	1.0	MPE: ± 0.2
注: 1 MPE 为最大允许误差。 2 以上指标不适用于合格性判别, 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: (10~35) °C。

6.1.2 湿度条件

相对湿度: 不大于 85 %。

6.2 测量标准及其他设备

6.2.1 A 类仪器测量标准及其他设备见表 3。

表 3 校准项目和测量标准 (A 类仪器)

序号	校准项目	测量标准名称及技术要求
1	计时器示值误差/s	电子秒表: 测量范围 (0~60) s, 10 min 最大误差不超过 0.10 s
2	渗透深度示值误差/mm	量块: (1.005~100) mm, 5 等

6.2.2 B 类仪器测量标准及其他设备见表 4。

表 4 校准项目和测量标准 (B 类仪器)

序号	校准项目	测量标准名称及技术要求
1	流动距离示值误差/mm	量块: (1.005~100) mm, 5 等
2	质量示值误差/g	砝码: (0~5) g, MPE: ± 0.01 g

7 校准项目和校准方法

7.1 校准项目

试验仪的校准项目见表 3、4。

7.2 校准方法

7.2.1 校准前准备

7.2.1.1 仪器和设备

电子天平：测量范围（0~200）g，分度值 0.001 g，最大允许误差：± 0.010 g；
 千分尺：测量范围（0~25）mm，分度值 0.001 mm，最大允许误差：± 4 μm；
 千分尺：测量范围（5~30）mm，分度值 0.001 mm，最大允许误差：± 5 μm；
 数显卡尺：测量范围（0~200）mm，分度值 0.01 mm，最大允许误差：± 0.03 mm；
 上述所有仪器和设备应通过检定或校准符合要求。

7.2.1.2 外观检查

检查试验仪的外壳表面，不应有外观损伤，铭牌标识清晰。导杆、硬铝筛板、样品杯等应光滑无毛刺，干净无异物。控制器件和各连接部件应配套齐全、完好，能正常运转，使用千分尺、游标卡尺等确认并记录尺寸参数，A 类设备的导杆总长、导杆直径、台阶直径、台阶高度、筛盘厚度、晒盘孔径、晒盘直径、外节圆直径、内节圆直径、外圆心角度数、内圆心角度数应符合 GB/T 40244-2021 标准要求，B 类设备的试样杯直径和高度尺寸应符合 SN/T 3732-2013 标准要求。

7.2.1.3 导杆或硬铝筛盘质量（A 类设备）

将被校准器具导杆或硬铝筛盘放置于量程为（0~200）g，允误± 0.010 g 的电子天平上，待读数稳定后，记录测量值，确认质量符合 GB/T 40244-2021 标准要求。

7.2.1.4 功能性检查

启动仪器，设备机械运动部件运行平稳，电气安全，各基本功能正常。

7.3 A 类仪器的校准方法

7.3.1 计时器示值误差

分别选择 5 s 和 60 s 对试验仪的计时器示值误差进行校准，同时按下 A 类设备开始按钮和电子秒表计时按钮，记录试验仪计时器记录的时间示值 t_1 和电子秒表时间示值 t_2 ，试验仪计时器的示值误差：

$$\Delta t = t_1 - t_2 \quad (1)$$

式中：

Δt ——设备计时器的示值误差，s；

t_1 ——试验仪计时器时间示值，s；

t_2 ——电子秒表时间示值，s。

重复测量 3 次，计算出 3 次测量结果的算术平均值，结果保留到 0.01 s。

7.3.2 渗透深度示值误差

将试验仪设置在工作状态下，渗透深度示值归零。

选择 5 mm、10 mm、20mm、40 mm、60 mm 不同长度的量块依次放于工作台上，使针连杆落下与量块接触，分别读出仪器示值 L_{d1} ， L_{d2} ， L_{d3} ， L_{d4} ， L_{d5} ，将 5 个读数减去相应量块的实际值 L_s 之差，作为校准结果。

示值误差 ΔL 可按式(1)计算：

$$\Delta L = L_{d1} - L_{s1} \quad (2)$$

式中： L_{d1} ——试验仪的示值；

L_{s1} ——量块的标称值。

重复测量 3 次，计算出 3 次测量结果的算术平均值，结果保留到 0.01 mm。

7.4 B 类仪器的校准方法

7.4.1 流动距离示值误差

选择 5 mm、10 mm、20 mm、40 mm、60 mm 不同长度的量块对测定仪的流动距离示值误差进行校准。将仪器设置为“校准”模式，把不锈钢卡盖固定在样品杯上沿，将量块紧密贴合不锈钢卡盖，由试验仪读取流动距离数据，试验仪的示值与相应量块标称值之差即为该点的示值误差。

示值误差 ΔL 可按式(1)计算：

$$\Delta L = L_{d1} - L_{s1} \quad (4)$$

式中：

L_{d1} ——试验仪的示值；

L_{s1} ——量块的标称值。

重复测量 3 次，计算出 3 次测量结果的算术平均值，结果保留到 0.1 mm。

7.4.2 质量示值误差

选择 1.0 g 对测定仪的质量示值误差进行校准，同时记录测定仪质量示值 E_1 和砝码标称质量 E_2 ，测定仪质量的示值误差：

$$\Delta E = E_1 - E_2 \quad (5)$$

式中：

ΔE ——示值误差，g；

E_1 ——测定仪质量示值，g；

E_2 ——标准砝码，g。

重复测量 3 次，计算出 3 次测量结果的算术平均值，结果保留到 0.1 g。

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 A、附录 B。

7.2 校准证书

经校准的易燃液体持续燃烧试验仪应出具校准证书，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 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、附录 D、附录 E。

9 复校时间间隔

由于复校时间间隔的长短是由自动化学品固液鉴别试验仪（A 类仪器）的使用情况、使用者、自动化学品固液鉴别试验仪（B 类仪器）本身质量等诸多因素决定的。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。

附录 A

A.1 A 类仪器校准记录格式

化学品固液鉴别试验仪 A 类仪器校准记录格式

共 页第 页

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	
制造厂商		环境温度	℃	相对湿度	
校准前检查					
外观	组件	要求	测试结果	符合性	
	导杆总长/mm	82.6±0.1		是□	否□
	导杆直径/mm	3.2±0.02		是□	否□
	台阶直径/mm	9.0±0.5		是□	否□
	台阶高度/mm	12.7±3		是□	否□
	筛盘厚度/mm	12.7±0.1		是□	否□
	筛盘孔径/mm	7.4±0.02		是□	否□
	筛盘直径/mm	69.9±0.1		是□	否□

	外节圆直径/mm	50.8±0.1		是□ 否□		
	内节圆直径/mm	19.05±0.1		是□ 否□		
	外圆心角/度	40		是□ 否□		
	内圆心角/度	120		是□ 否□		
	仪器外壳表面及各部件完好、外观无损伤			是□ 否□		
	导杆、硬铝筛板、样品杯光滑无毛刺，干净无异物			是□ 否□		
	铭牌标识清晰			是□ 否□		
导杆质量和硬铝筛盘质量	组件	要求	测试结果	符合性		
	导杆/g	47.50±0.05		是□ 否□		
	硬铝筛盘/g	102.50±0.05		是□ 否□		
功能性核查	启动仪器，设备机械运动部件运行平稳，电气安全，各基本功能正常。是□ 否□					
校准结果						
项目		1	2	3	平均值	扩展不确定度 ($k=2$)
计时器示值误差/s	5	t_1			/	/
		t_2			/	/
		Δt				
	60	t_1			/	/
		t_2			/	/
		Δt				
渗透深度示值误差/s	5.0	L_{dl}			/	/
		L_{sl}			/	/
		e				
	10.0	L_{dl}			/	/
		L_{sl}			/	/
		e				
	20.0	L_{dl}				
		L_{sl}				
		e				
	40.0	L_{dl}				
		L_{sl}				
		e				
	60.0	L_{dl}				
		L_{sl}				
		e				
标准器						
名称	编号	证书号	测量范围	有效期	不确定度或准确度等级或最大允许误差	
技术依据	JJF（石化）XXX—XXXX《化学品固液鉴别试验仪校准规范》					
校准地点			校准日期	年	月	日
备注						

校准员： 核验员：

附录A

A.2 B类仪器校准记录格式

化学品固液鉴别试验仪 B 类仪器校准记录格式

共 页第 页

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		
制造厂商		环境温度	℃	相对湿度		
校准前检查						
外观	试样杯	要求		测试纸		符合性
	直径/mm	108±5				是□ 否□
	高度	120±5				是□ 否□
	仪器外壳表面及各部件完好，无外观损伤					是□ 否□
	样品杯光滑无毛刺，干净无异物					是□ 否□
	铭牌标识清晰					是□ 否□
功能性核查	启动仪器，设备机械运动部件运行平稳，电气安全，各基本功能正常。 是□ 否□					
校准结果						
项目		1	2	3	平均值	扩展不确定度 (k = 2)
流动距离 示值误差 /s	5	L_{dl}			/	/
		L_{sl}			/	/
		e				
	10	L_{dl}				
		L_{sl}				
		e				
	20	L_{dl}				
		L_{sl}				
		e				
	40	L_{dl}				
		L_{sl}				
		e				
60	L_{dl}					
	L_{sl}					
	e					
质量示值 误差/g	1.0	E_1			/	/
		E_2			/	/
		ΔE				
标准器						

名称	编号	证书号	测量范围	有效期	不确定度或准确度等级或最大允许误差
技术依据	JJF（石化）XXX—XXXX《化学品固液鉴别试验仪校准规范》				
校准地点			校准日期	年	月 日
备注					

校准员：

核验员：

附录 B

B.1 A 类仪器校准证书的内页格式

化学品固液鉴别试验仪 A 类仪器校准证书的内页格式

证书编号××××××—××××					
校准机构授权说明					
校准的技术依据 JJF (石化) XXX-XXXX 《化学品固液鉴别试验仪校准规范》					
校准环境条件及地点					
地点					
环境温度	℃	相对湿度	%	其他	
校准使用的计量(基)标准装置					
名称	测量范围	不确定度/准确度等级/最大允许误差	计量(基)标准证书编号	有效期至	
校准结果					
序号	项目	技术要求		校准结果	
				测量值	扩展不确定度($k=2$)
1	计时器示值误差/s	5	MPE: ± 0.1		
		60			
2	渗透深度示值误差/mm	5.0	MPE: ± 0.1		
		10.0			
		20.0			
		40.0			
		60.0			
备注					

附录 B

B.1 B 类仪器校准证书的内页格式

化学品固液鉴别试验仪 B 类仪器校准证书的内页格式

证书编号××××××—××××					
校准机构授权说明					
校准的技术依据 JJF (石化) XXX-XXXX 《化学品固液鉴别试验仪校准规范》					
校准环境条件及地点					
地点					
环境温度	℃	相对湿度	%	其他	
校准使用的计量 (基) 标准装置					
名称	测量范围	不确定度/准确度等级/最大允许误差	计量 (基) 标准证书编号	有效期至	
校准结果					
序号	项目	技术要求		校准结果	
				测量值	扩展不确定度($k=2$)
1	计时器示值误差/s	180.0	MPE: ± 0.1		
2	流动距离示值误差/mm	5.00	MPE: ± 1		
		10.			
		20.0			
		40.0			
		60.0			
3	质量示值误差/g	1.0	MPE: ± 0.2		
备注					

附录 C

计时器示值误差测量结果不确定度评定示例

C.1 校准方法

校准方法见 7.3.1、7.4.1。

C.2 测量模型

计时器示值误差的测量模型见式（C.1）：

$$\Delta t = t_1 - t_2 \quad (\text{C.1})$$

式中：

Δt ——设备计时器的示值误差，s；

t_1 ——测定仪计时器时间示值，s；

t_2 ——电子秒表时间示值，s。

方差和灵敏系数：

由式（C.1）得方差传播公式：

$$u^2(\Delta t) = c_1^2 u^2(t_1) + c_2^2 u^2(t_2) \quad (\text{C.2})$$

式中：

$u(\Delta t)$ ——计时器示值误差的测量不确定度；

$u(t_1)$ ——试验仪计时器引入的不确定度；

$u(t_2)$ ——电子秒表引入的不确定度。

$$\text{因为 } c_1 = \frac{\partial \Delta t}{\partial t_1} = -1, \quad c_2 = \frac{\partial \Delta t}{\partial t_2} = 1,$$

所以式（C.2）简化为：

$$u^2(\Delta t) = u^2(t_1) + u^2(t_2) \quad (\text{C.3})$$

令 $u_c = u(\Delta t)$, $u_1 = u(t_1)$, $u_2 = u(t_2)$,

则式（C.3）简化为：

$$u_c^2 = u_1^2 + u_2^2 \quad (\text{C.4})$$

式中：

u_c ——计时器示值误差的测量不确定度；

u_1 ——试验仪计时器引入的不确定度分量；

u_2 ——电子秒表引入的不确定度分量。

C.3 计时器示值误差测量结果不确定度的评定

C.3.1 标准不确定度的来源

计时器示值误差的不确定度来源主要由试验仪计时器引入的不确定度分量 u_1 和电子秒表引入的标准不确定度分量 u_2 组成。

C.3.2 试验仪计时器引入的不确定度分量 u_1

C.3.2.1 测量重复性引入的不确定度分量 u_{11}

以 5 s 对试验仪的计时器示值误差进行校准，记录电子秒表时间示值 t_1 ，10 次测量结果见表 C.1。

表 C.1 计时器示值测量结果

第 i 次测量	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
电子秒表时间示值 t_1/s	5.08	5.02	5.04	5.03	5.02	4.97	5.09	4.97	5.06	5.01
计时器示值误差 $\Delta t/s$	-0.08	-0.02	-0.04	-0.03	-0.02	0.03	-0.09	0.03	-0.06	-0.01

计算示值误差的算术平均值：

$$\overline{\Delta t} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \Delta t_i = 0.03 \text{ s} \quad (\text{C.5})$$

采用贝塞尔公式计算单次测量的实验标准偏差 $s(\Delta t_i)$ ：

$$s(\Delta t_i) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (\Delta t_i - \overline{\Delta t})^2}{n-1}} = 0.04 \text{ s} \quad (\text{C.6})$$

式中：

Δt_i ——第 i 次测量结果，s；

$\overline{\Delta t}$ ——10 次测量结果的平均值，s；

n ——测量次数。

实际测量以 3 次测量的平均值作为测量结果，故不确定度分量为：

$$u_{11} = \frac{s(\Delta t_i)}{\sqrt{3}} = 0.023 \text{ s} \quad (\text{C.7})$$

C.3.2.2 计时器分辨力引入的不确定度分量 u_{12}

计时器读数的分辨力为 0.01s，区间半宽为 0.005s，估计为均匀分布， $k=\sqrt{3}$ ，故：

$$u_{12} = \frac{0.005 \text{ s}}{\sqrt{3}} \approx 0.0029 \text{ s} \quad (\text{C.8})$$

$$u_1 = \sqrt{u_{11}^2 + u_{12}^2} \approx 0.02 \text{ s} \quad (\text{C.9})$$

C.3.3 电子秒表引入的不确定度分量 u_2

电子秒表 5s 时最大允许误差为 $\pm 0.05 \text{ s}$ ，区间半宽度为 0.005 s，估计为均匀分布， $k=\sqrt{3}$ ，故：

$$u_2 = \frac{0.05 \text{ s}}{\sqrt{3}} \approx 0.03 \text{ s} \quad (\text{C.10})$$

C.3.4 不确定度分量汇总

不确定度分量汇总见表 C.2。

表 C.2 不确定度分量表

不确定度分量	不确定度来源	不确定度分量的值/s
u_1	试验仪计时器引入的不确定度	0.02
u_2	电子秒表引入的不确定度	0.03

C.4 合成标准不确定度

各不确定度分量相互独立，合成标准不确定度为：

$$u_c = \sqrt{u_1^2 + u_2^2} = \sqrt{0.02^2 + 0.03^2} \approx 0.04 \text{ s} \quad (\text{C.11})$$

C.5 扩展不确定度

扩展不确定度 $U = k u_c$ ，取包含因子 $k=2$ ，测量结果的扩展不确定度为：

$$U = ku_c = 2 \times 0.04 \text{ s} = 0.08 \text{ s} \quad (k = 2) \quad (\text{C.12})$$

附录 D

渗透深度和流动距离（长度）示值误差测量结果不确定度评定示例

D.1 校准方法

校准方法见 7.3.2、7.4.2。

D.2 测量模型

渗透深度和流动距离示值误差的数学模型见式（D.1）：

$$\Delta L = L_{d1} - L_{s1} \quad (\text{D.1})$$

式中：

L_{d1} ——试验仪的渗透深度和流动距离示值；

L_{s1} ——量块的标称值。

方差和灵敏系数：

由式（D.1）得方差传播公式：

$$u^2(\Delta L) = c_1^2 u^2(L_{d1}) + c_{12}^2 u^2(L_{s1}) \quad (\text{D.2})$$

式中：

$u(\Delta L)$ ——渗透深度和流动距离示值误差的测量不确定度；

$u(L_{d1})$ ——试验仪长度引入的不确定度；

$u(L_{s1})$ ——量块引入的不确定度。

因为 $c_1 = \frac{\partial \Delta L}{\partial L_{d1}} = -1$, $c_{12} = \frac{\partial \Delta L}{\partial L_{s1}} = 1$,

所以式（D.2）简化为：

$$u^2(\Delta L) = u^2(L_{d1}) + u^2(L_{s1}) \quad (\text{D.3})$$

令 $u_c = u(\Delta L)$, $u_1 = u(L_{d1})$, $u_2 = u(L_{s1})$

则式（D.3）简化为：

$$u_c^2 = u_1^2 + u_2^2 \quad (\text{D.4})$$

式中：

u_c ——渗透深度和流动距离示值误差的测量不确定度；

u_1 —— 试验仪长度引入的不确定度分量；

u_2 —— 量块引入的不确定度分量。

D.3 测量结果不确定度的评定

D.3.1 标准不确定度的来源

渗透深度和流动距离示值误差的不确定度来源主要由试验仪长度引入的不确定度分量 u_1 和量块引入的标准不确定度分量 u_2 组成。

D.3.2 试验仪渗透深度引入的不确定度分量 u_1

D.3.2.1 测量重复性引入的不确定度分量 u_{11}

以 15 mm 对试验仪的渗透深度示值误差进行校准，记录长度示值 L_{d1} ，10 次测量结果见表 D.1。

表 D.1 计时器示值测量结果

第 i 次测量	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
长度示值 L_{d1}/mm	15.00	15.01	15.01	15.00	15.00	15.00	15.01	15.02	15.00	15.00
长度示值误差 e/s	0.00	0.01	0.01	0.00	0.00	0.00	0.01	0.02	0.00	0.00

计算示值误差的算术平均值：

$$\bar{e} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n e_i = 0.005 \text{ mm} \quad (\text{D.5})$$

采用贝塞尔公式计算单次测量的实验标准偏差 $s(e)$ ：

$$s(e_i) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (L_{di} - \bar{e})^2}{n-1}} = 0.0071 \text{ mm} \quad (\text{D.6})$$

式中：

L_{di} —— 第 i 次测量结果，mm；

$\bar{e}$ —— 10 次测量结果的平均值，mm；

n —— 测量次数。

实际测量以 3 次测量的平均值作为测量结果，故不确定度分量为：

$$u_{11} = \frac{s(L_{di})}{\sqrt{3}} \approx 0.004 \text{ mm} \quad (\text{D.7})$$

D.3.2.2 渗透深度示值分辨力引入的不确定度分量 u_{12}

渗透深度读数的分辨力为 0.1 mm，区间半宽为 0.05 mm，估计为均匀分布， $k=\sqrt{3}$ ，故：

$$u_{12} = \frac{0.05 \text{ mm}}{\sqrt{3}} \approx 0.029 \text{ mm} \quad (\text{D.8})$$

$$u_1 = \sqrt{u_{11}^2 + u_{12}^2} \approx 0.029 \text{ mm} \quad (\text{D.9})$$

D.3.3 量块引入的不确定度分量 u_2

测量范围（0~25）mm、最大允许误差为 $\pm 1.2 \mu\text{m}$ ，区间半宽度为 0.0012mm，估计为均匀分布， $k=\sqrt{3}$ ，故：

$$u_2 = \frac{0.0012 \text{ mm}}{\sqrt{3}} \approx 0.0007 \text{ mm} \quad (\text{D.10})$$

D.3.4 不确定度分量汇总

不确定度分量汇总见表 D.2。

表 D.2 不确定度分量表

不确定度分量	不确定度来源	不确定度分量的值/mm
u_1	试验仪渗透深度引入的不确定度	0.029
u_2	量块引入的不确定度	0.0007

D.4 合成标准不确定度

各不确定度分量相互独立，合成标准不确定度为：

$$u_c = \sqrt{u_1^2 + u_2^2} = \sqrt{0.029^2 + 0.0007^2} \approx 0.029 \text{ mm} \quad (\text{D.11})$$

D.5 扩展不确定度

扩展不确定度 $U = ku_c$ ，取包含因子 $k=2$ ，测量结果的扩展不确定度为：

$$U = ku_c = 2 \times 0.029 = 0.06 \text{ mm} (k = 2) \quad (\text{D.12})$$

10 附录 E 粗端直径测量结果的不确定度评定

质量示值误差测量结果不确定度评定示例

E.1 校准方法

校准方法见 7.4.3。

E.2 测量模型

示值误差的数学模型见式（E.1）：

$$\Delta E = E_1 - E_2 \quad (\text{E.1})$$

式中：

ΔE ——示值误差，g；

E_1 ——测定仪质量示值，g；

E_2 ——标准砝码，g。

方差和灵敏系数：

由式（E.1）得方差传播公式：

$$u^2(\Delta E) = c_1^2 u^2(E_1) + c_2^2 u^2(E_2) \quad (\text{E.2})$$

式中：

$u(\Delta E)$ ——渗透深度和流动距离示值误差的测量不确定度；

$u(E_1)$ ——试验仪长度引入的不确定度；

$u(E_2)$ ——量块引入的不确定度。

因为 $c_1 = \frac{\partial \Delta E}{\partial E_1} = -1$, $c_2 = \frac{\partial \Delta E}{\partial E_2} = 1$,

所以式（E.2）简化为：

$$u^2(\Delta E) = u^2(E_1) + u^2(E_2) \quad (\text{E.3})$$

令 $u_c = u(\Delta E)$, $u_1 = u(E_{d1})$, $u_2 = u(E_2)$

则式（E.3）简化为：

$$u_c^2 = u_1^2 + u_2^2 \quad (\text{E.4})$$

式中：

u_c ——质量示值误差的测量不确定度；

u_1 —— 试验仪天平引入的不确定度分量；

u_2 —— 砝码引入的不确定度分量。

E.3 测量结果不确定度的评定

E.3.1 标准不确定度的来源

质量示值误差的不确定度来源主要由试验仪天平引入的不确定度分量 u_1 和砝码引入的标准不确定度分量 u_2 组成。

E.3.2 试验仪天平引入的不确定度分量 u_1

E.3.2.1 测量重复性引入的不确定度分量 u_{11}

以 1 g 对试验仪的质量示值误差进行校准，记录长度示值 E_1 ，10 次测量结果见表 E.1。

表 D.1 计时器示值测量结果

第 i 次测量	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
质量示值 E_i/g	1.0	1.0	1.1	1.0	1.0	1.1	1.0	1.1	1.1	1.0
质量示值误差 $\Delta E/\text{g}$	0	0	0.1	0	0	0.1	0	0.1	0.1	0

计算示值误差的算术平均值：

$$\overline{\Delta E} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n E_i = 0.04 \text{ g} \quad (\text{E.5})$$

采用贝塞尔公式计算单次测量的实验标准偏差 $s(e)$ ：

$$s(\Delta E_i) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (E_i - \overline{\Delta E})^2}{n-1}} = 0.052 \text{ g} \quad (\text{E.6})$$

式中：

E_i —— 第 i 次测量结果，mm；

$\bar{e}$ —— 10 次测量结果的平均值，mm；

n —— 测量次数。

实际测量以 3 次测量的平均值作为测量结果，故不确定度分量为：

$$u_{11} = \frac{s(L_{di})}{\sqrt{3}} = 0.030 \text{ g} \quad (\text{E.7})$$

E.3.2.2 量块误差引入的不确定度分量 u_{12}

长度读数的分度值为 0.1 g，区间半宽为 0.05 g，估计为均匀分布， $k=\sqrt{3}$ ，故：

$$u_{12} = \frac{0.05 g}{\sqrt{3}} \approx 0.029 g \quad (\text{E.8})$$

$$u_1 = \sqrt{u_{11}^2 + u_{12}^2} \approx 0.042 g \quad (\text{E.9})$$

E.3.3 量块引入的不确定度分量 u_2

量块的最大允许误差为 ± 0.01 g，估计为均匀分布， $k=\sqrt{3}$ ，故：

$$u_2 = \frac{0.01 g}{\sqrt{3}} \approx 0.006 g \quad (\text{E.10})$$

E.3.4 不确定度分量汇总

不确定度分量汇总见表 E.2。

表 E.2 不确定度分量表

不确定度分量	不确定度来源	不确定度分量的值/g
u_1	试验仪渗透深度引入的不确定度	0.042
u_2	量块引入的不确定度	0.006

E.4 合成标准不确定度

各不确定度分量相互独立，合成标准不确定度为：

$$u_c = \sqrt{u_1^2 + u_2^2} = \sqrt{0.042^2 + 0.006^2} \approx 0.042 g \quad (\text{E.11})$$

E.5 扩展不确定度

扩展不确定度 $U = ku_c$ ，取包含因子 $k=2$ ，测量结果的扩展不确定度为：

$$U = ku_c = 2 \times 0.042 g = 0.1 g (k = 2) \quad (\text{E.12})$$

