

# **湖南省地方计量技术规范**

#  **JJF（湘）××－202×**

# **不规则微型储罐校准规范**

**Calibration Specification for Irregular Micro Storage Tanks**

**（征求意见稿）**

202×-××-××发布 　 202×-××-××实施

**湖 南 省 市 场 监 督 管 理 局 发 布**

|  |  |
| --- | --- |
| 不规则微型储罐校准规范**Calibration Specification for****Irregular Micro Storage Tanks** | JJF（湘）××－202× |

归 口 单 位：湖南省市场监督管理局

主要起草单位：湖南省计量检测研究院

湖南省大流量大容量计量检定授权站

株洲市水表计量检定授权站

本规范委托湖南省计量检测研究院负责解释

本规范主要起草人：

周 艳（湖南省计量检测研究院）

朱 宁（湖南省计量检测研究院）

魏仲蒲（湖南省大流量大容量计量检定授权站）

刘仁楷（株洲市水表计量检定授权站）

参加起草人：

徐旷宇（湖南省计量检测研究院）

陈炜骄（湖南省计量检测研究院）

尹鑫昊（湖南省计量检测研究院）

李 宁（湖南省计量检测研究院）

郑湘智（湖南省计量检测研究院）

目 录

|  |  |
| --- | --- |
| 引言………………………………………………………………………… | （II） |
| 1 范围……………………………………………………………………… | （1） |
| 2 引用文件………………………………………………………………… | （1） |
| 3 术语和计量单位………………………………………………………… | （1） |
| 3.1 术语…………………………………………………………………… | （1） |
| 3.2 计量单位……………………………………………………………… | （1） |
| 4 计量特性………………………………………………………………… | （1） |
| 4.1 示值误差……………………………………………………………… | （2） |
| 4.2 重复性………………………………………………………………… | （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…………………………………………………… | （2） |
| 6.1 校准项目……………………………………………………………… | （2） |
| 6.2 校准方法……………………………………………………………… | （2） |
| 7 校准结果表达…………………………………………………………… | （4） |
| 8 复校时间间隔…………………………………………………………… | （4） |
| 附录A不规则微型储罐衡量法值表………………………………… | （5） |
| 附录B修正系数值的计算公式……………………………………… | （6） |
| 附录C不规则微型储罐校准原始记录格式……………………………… | （7） |
| 附录D校准证书（内页）参考格式……………………………………… | （8） |
| 附录E不规则微型储罐测量结果不确定度评定示例…………………… | （9） |

**引 言**

本规范按照JJF 1001-2011《通用计量名词术语与定义》、JJF 1059.1-2012《测量不确定度评定与表示》、JJF1071-2010 《国家计量校准规范编写规则》进行制定。

本规范为首次制定。

不规则微型储罐校准规范

1 范围

本规范适用于标称容量范围为（0.1～300）L的不规则微型储罐的校准。

2 引用文件

本规范引用了下列文件：

JJF 1001《通用计量术语及定义》

JJF 1004《流量计量名词术语及定义》

JJG 196-2006《常用玻璃量器》

JJG 259-2005《标准金属量器》

GB 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

3.1 术语

3.1.1不规则微型储罐irregular micro storage tanks

不规则微型储罐是指没有标准几何形状，或者储罐内有不易高精度测量的附件的储罐，其按型式可分为量入式和量出式两种类型。

3.1.2 分度容积dividing volume

不规则微型储罐在标称容量处1mm高度对应的体积。

3.1.3 容积比volume ratio

分度容积与不规则微型储罐标称容量之比。

3.2 计量单位

容量单位为升或毫升，符号为L或mL。

4 计量特性

4.1容量示值误差

不规则微型储罐的最大允许误差见表1。

表1 不规则微型储罐的最大允许误差要求

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 容积比 | ≤2×10-4 | ＞2×10-4 |
| 容量最大允许误差（%） | ±0.1 | ±0.5 |

4.2 重复性

不规则微型储罐的测量重复性不超过最大允许误差绝对值的1/2。

注：以上指标不用于合格性判别，仅供参考。

5 校准条件

5.1 环境条件

5.1.1 环境温度（10～30）℃，且环境温度变化不得大于2℃/h。

5.1.2 水温与环境温度之差不得大于5℃。

5.1.3 校准介质为纯水（蒸馏水或去离子水）或符合用户工艺要求的流体，应符合GB 6682-2008《分析实验室用水规格和试验方法》要求。

5.1.4 校准场所不应有影响天平称量的气流产生，且周围无强电磁场和振动干扰，应尽量避免阳光直接照射。

5.2 测量标准及其他设备

标准器及配套设备的主要技术要求见表2。

表2 标准器及配套设备的主要技术要求

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 序号 | 仪器设备 | 技术指标 |
| 1 | 电子天平组 | 测量范围为（0.01～350）kg准确度等级不低于级 |
| 2 | 温度计 | 测量范围为（0～50）℃MPE：±0.1℃ |

6 校准项目和校准方法

6.1 校准项目

容量示值误差和重复性。

6.2 校准方法

6.2.1校准前的准备

目测检查储罐外观，应完整无锈蚀、无破损、无影响外观质量的其他缺陷。被测储罐与校准介质需放置12h进行等温。电子天平按使用说明书通电预热，并调整使其处于水平状态。

对于量入式储罐，在校准前，需确保被测储罐内壁干燥。

对于量出式储罐，在校准前，向储罐和收纳容器内注满校准介质，充分润湿其表面，然后将储罐和收纳容器内介质排空，在滴流状态下至少等待2min之后拧紧溢出孔盖，使储罐处于校准前的等待状态，收纳容器置于电子天平上，去皮重后备用。

6.2.2容量示值误差

6.2.2.1 量入式储罐

先将处于校准前等待状态的储罐置于电子天平上，若储罐无法独立置于天平上，则将支架置于天平上，去皮后将储罐置于支架上，并调整储罐尽量使其垂直，稳定后天平清零；然后将校准介质从储罐入口注入，直至标称容量刻线位置，注液过程中应尽量避免去离子水流至储罐外表面、电子天平或支架上；若介质注入过多，应打开溢出孔或底部出水口将刻度线以上多余的介质排掉。

待天平示值稳定后，称取示值*m*；用温度计测量储罐内液温*t*，如此重复至少3次，取平均值作为测量结果。

6.2.2.2 量出式储罐

先确认处于校准前等待状态的储罐溢出孔或底部出水口关闭，再将校准介质从储罐入口注入，直至标称容量刻线位置，注液过程中应尽量避免去离子水流至储罐外表面、电子天平上；若介质注入过多，应打开溢出孔或底部出水口将刻度线以上多余的介质排掉。打开储罐溢出孔或底部出水口，将其内校准介质排入收纳容器内，将储罐内介质排空，在滴流状态下至少等待2min之后拧紧溢出孔盖。

将装有介质的收纳容器置于电子天平上，待天平示值稳定后，称取示值*m*；用温度计测量储罐内液温*t*，如此重复至少3次，取平均值作为测量结果。

6.2.2.3 储罐在标准温度20℃时的实际容量按公式（1）计算：

 （1）

式中： ——标准温度20 ℃时的被校储罐的实际容量，mL；

 *m* ——被校储罐内所能容纳校准介质的质量，g；

 ——测定水温所对应的修正系数，cm3/g。

值见附录A，值的计算公式见附录B。根据测得的质量值*m*和测得水温所对应的值，即可由式（1）求出被检储罐在20 ℃时的实际容量。

6.2.2.4 容量示值误差计算

储罐容量示值误差按公式（2）计算：

 （2）

式中： ——容量相对示值误差，%；

  ——被校储罐标称容量，mL。

6.2.3 重复性

重复性按公式（3）计算：

  （3）

式中：——测量重复性；

 、——分别为相对示值误差的最大值和最小值；

——极差系数，查表3得到。

表3 极差系数数值表

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 测量次数 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 |
| *d*n | 1.13 | 1.69 | 2.06 | 2.33 | 2.53 | 2.70 | 2.85 | 2.97 |

7 校准结果表达

不规则微型储罐校准原始记录格式见附录C，所有数据应先计算后修约。按本规范要求校准后的不规则微型储罐出具校准证书，校准证书（内页）格式参照附录D。规则微型储罐校准结果的不确定度评定示例见附录E。

8 复校时间间隔

建议复校时间间隔为1年。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的，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**

**不规则微型储罐衡量法****值表**

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 水温/℃ | *K*(t)/(cm3/g) | 水温/℃ | *K*(t)/(cm3/g) | 水温/℃ | *K*(t)/(cm3/g) | 水温/℃ | *K*(t)/(cm3/g) |
| 10.0  | 1.001854  | 15.1  | 1.002216  | 20.2  | 1.002887  | 25.3  | 1.003835  |
| 10.1  | 1.001857  | 15.2  | 1.002226  | 20.3  | 1.002903  | 25.4  | 1.003856  |
| 10.2  | 1.001861  | 15.3  | 1.002237  | 20.4  | 1.002919  | 25.5  | 1.003878  |
| 10.3  | 1.001866  | 15.4  | 1.002247  | 20.5  | 1.002935  | 25.6  | 1.003899  |
| 10.4  | 1.001870  | 15.5  | 1.002258  | 20.6  | 1.002952  | 25.7  | 1.003921  |
| 10.5  | 1.001874  | 15.6  | 1.002269  | 20.7  | 1.002968  | 25.8  | 1.003942  |
| 10.6  | 1.001879  | 15.7  | 1.002279  | 20.8  | 1.002984  | 25.9  | 1.003963  |
| 10.7  | 1.001884  | 15.8  | 1.002290  | 20.9  | 1.003002  | 26.0  | 1.003986  |
| 10.8  | 1.001888  | 15.9  | 1.002301  | 21.0  | 1.003019  | 26.1  | 1.004008  |
| 10.9  | 1.001893  | 16.0  | 1.002312  | 21.1  | 1.003035  | 26.2  | 1.004029  |
| 11.0  | 1.001898  | 16.1  | 1.002324  | 21.2  | 1.003052  | 26.3  | 1.004051  |
| 11.1  | 1.001903  | 16.2  | 1.002335  | 21.3  | 1.003069  | 26.4  | 1.004073  |
| 11.2  | 1.001909  | 16.3  | 1.002347  | 21.4  | 1.003086  | 26.5  | 1.004096  |
| 11.3  | 1.001914  | 16.4  | 1.002359  | 21.5  | 1.003103  | 26.6  | 1.004118  |
| 11.4  | 1.001920  | 16.5  | 1.002371  | 21.6  | 1.003121  | 26.7  | 1.004140  |
| 11.5  | 1.001925  | 16.6  | 1.002383  | 21.7  | 1.003139  | 26.8  | 1.004163  |
| 11.6  | 1.001931  | 16.7  | 1.002395  | 21.8  | 1.003156  | 26.9  | 1.004186  |
| 11.7  | 1.001937  | 16.8  | 1.002407  | 21.9  | 1.003174  | 27.0  | 1.004209  |
| 11.8  | 1.001943  | 16.9  | 1.002419  | 22.0  | 1.003192  | 27.1  | 1.004231  |
| 11.9  | 1.001950  | 17.0  | 1.002432  | 22.1  | 1.003209  | 27.2  | 1.004254  |
| 12.0  | 1.001956  | 17.1  | 1.002444  | 22.2  | 1.003227  | 27.3  | 1.004277  |
| 12.1  | 1.001962  | 17.2  | 1.002457  | 22.3  | 1.003245  | 27.4  | 1.004300  |
| 12.2  | 1.001969  | 17.3  | 1.002469  | 22.4  | 1.003264  | 27.5  | 1.004323  |
| 12.3  | 1.001976  | 17.4  | 1.002482  | 22.5  | 1.003282  | 27.6  | 1.004347  |
| 12.4  | 1.001983  | 17.5  | 1.002495  | 22.6  | 1.003301  | 27.7  | 1.004370  |
| 12.5  | 1.001989  | 17.6  | 1.002508  | 22.7  | 1.003319  | 27.8  | 1.004394  |
| 12.6  | 1.001997  | 17.7  | 1.002521  | 22.8  | 1.003338  | 27.9  | 1.004417  |
| 12.7  | 1.002005  | 17.8  | 1.002534  | 22.9  | 1.003356  | 28.0  | 1.004441  |
| 12.8  | 1.002012  | 17.9  | 1.002549  | 23.0  | 1.003375  | 28.1  | 1.004464  |
| 12.9  | 1.002020  | 18.0  | 1.002562  | 23.1  | 1.003395  | 28.2  | 1.004489  |
| 13.0  | 1.002027  | 18.1  | 1.002576  | 23.2  | 1.003413  | 28.3  | 1.004512  |
| 13.1  | 1.002015  | 18.2  | 1.002590  | 23.3  | 1.003432  | 28.4  | 1.004536  |
| 13.2  | 1.002043  | 18.3  | 1.002603  | 23.4  | 1.003451  | 28.5  | 1.004560  |
| 13.3  | 1.002051  | 18.4  | 1.002617  | 23.5  | 1.003471  | 28.6  | 1.004585  |
| 13.4  | 1.002059  | 18.5  | 1.002631  | 23.6  | 1.003490  | 28.7  | 1.004609  |
| 13.5  | 1.002067  | 18.6  | 1.002645  | 23.7  | 1.003509  | 28.8  | 1.004633  |
| 13.6  | 1.002075  | 18.7  | 1.002659  | 23.8  | 1.003530  | 28.9  | 1.003648  |
| 13.7  | 1.002084  | 18.8  | 1.002674  | 23.9  | 1.003549  | 29.0  | 1.004682  |
| 13.8  | 1.002093  | 18.9  | 1.002688  | 24.0  | 1.003569  | 29.1  | 1.004707  |
| 13.9  | 1.002101  | 19.0  | 1.002704  | 24.1  | 1.003589  | 29.2  | 1.004731  |
| 14.0  | 1.002110  | 19.1  | 1.002718  | 24.2  | 1.003608  | 29.3  | 1.004756  |
| 14.1  | 1.002119  | 19.2  | 1.002733  | 24.3  | 1.003628  | 29.4  | 1.004781  |
| 14.2  | 1.002128  | 19.3  | 1.002748  | 24.4  | 1.003650  | 29.5  | 1.004806  |
| 14.3  | 1.002137  | 19.4  | 1.002763  | 24.5  | 1.003670  | 29.6  | 1.004831  |
| 14.4  | 1.002147  | 19.5  | 1.002778  | 24.6  | 1.003690  | 29.7  | 1.004838  |
| 14.5  | 1.002156  | 19.6  | 1.002793  | 24.7  | 1.003710  | 29.8  | 1.004882  |
| 14.6  | 1.002166  | 19.7  | 1.002808  | 24.8  | 1.003731  | 29.9  | 1.004907  |
| 14.7  | 1.002175  | 19.8  | 1.002824  | 24.9  | 1.003752  | 30.0  | 1.004932  |
| 14.8  | 1.002185  | 19.9  | 1.002839  | 25.0  | 1.003773  | / | /　 |
| 14.9  | 1.002196  | 20.0  | 1.002856  | 25.1  | 1.003793  | / | /　 |
| 15.0  | 1.002206  | 20.1  | 1.002872  | 25.2  | 1.003814  | / | /　 |

**附录B**

**修正系数****值的计算公式**

储罐在标准温度20℃时的实际容量按下式计算：

=（B.1）

其中：

 （B.2）

式中：  ——标准温度20 ℃时的被校储罐的实际容量，mL；

 *m* ——被校储罐内所能容纳校准介质的质量，g；

 ——砝码密度，取8.00 g/cm3；

 ——测定时实验室内的空气密度，取0.0012 g/cm3；

 ——校准介质*t* ℃时的密度，g/cm3；

 ——被测储罐的体胀系数，取=50×10-6℃-1；

 ——校准时储罐内介质温度，℃；

 ——测定水温所对应的修正系数，cm3/g。

注：

1、砝码的密度与制造材料有关，B.1 式中砝码密度取值为平均密度值，对值的变化影响仅为1×10-6。

2、*K*（*t*）值的不确定度主要来源于校准时介质的温度*t*，对值的变化影响仅为2×10-5。

**附录C**

**不规则微型储罐校准原始记录格式**

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 送检单位 |  | 证书编号 |  |
| 仪器名称 |  | 型号/规格 |  |
| 制造单位 |  | 出厂编号 |  |
| 校准地点 |  | 环境条件 | 温度 ℃ |
| 校准依据 | JJF（湘）××—202×《不规则微型储罐校准规范》 |
| 校准所使用标准器具 |
| 名 称 | 型号/规格 | 出厂编号 | 不确定度/准确度等级 | 溯源单位/证书编号 | 有效期至 |
|  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |
| 校准项目：容量示值误差和重复性 |
| 标称容量（mL） | 实测质量（g） | 水温（℃） | 值（cm3/g） | 实际容量（mL） | 示值误差（%） | 容量示值的平均值(mL) | 平均示值误差（%） | 重复性（%） |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |
| 校准结果的不确定度： |
| 备注： |

校准员： 核验员： 校准日期： 年 月 日

**附录D**

**校准证书（内页）参考格式**

校 准 结 果

Results of calibration

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| **序号** | **校准项目** | **校准结果** |
| 1 | 容量示值误差和重复性 | 标称容量（mL） | 实际容量（mL） | 示值误差（%） | 重复性（%） |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
| 2 | 校准结果的不确定度 |  |

备注：

**附录E**

**不规则微型储罐容量测量结果不确定度评定示例**

**E.1概述**

按本规范的校准方法，通过测量质量、温度等参数确定不规则微型储罐容量。

E.1.1被校不规则储罐

以标称容量52L的不规则微型储罐为例进行测量结果不确定度评定。

E.1.2 标准器

选用的电子天平MAX70kg，*d*=0.1g，准确度等级级。

E.1.3 配套设备

温度计量程（0～50）℃，MPE：±0.1℃。

E.1.4测量结果

测量有关数据见表E.1。

表E.1 校准数据

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 校准数据 | 校准次数（次） | 平均值 |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 |
| 实测质量m（g） | 51720.4  | 51771.0  | 51749.1  | 51693.3  | 51762.4  | 51689.1  | 51695.5  | 51659.8  | 51677.1  | 51639.0  | 51705.7  |
| 水温*t*（℃） | 26.0  | 26.2  | 26.9  | 26.3  | 26.8  | 26.7  | 26.8  | 26.0  | 26.4  | 26.8  | 26.5  |
| （cm3/g） | 1.003986  | 1.004029  | 1.004186  | 1.004051  | 1.004163  | 1.004140  | 1.004163  | 1.003986  | 1.004073  | 1.004163  | 1.004096  |
| 实际容量值*V*1（mL） | 51926.5  | 51979.6  | 51965.7  | 51902.7  | 51977.9  | 51903.1  | 51910.7  | 51865.7  | 51887.6  | 51854.0  | 51917.4  |
| 示值误差（%） | 0.14  | 0.04  | 0.07  | 0.19  | 0.04  | 0.19  | 0.17  | 0.26  | 0.22  | 0.28  | 0.16  |

**E.2 测量模型**

不规则微型储罐容量示值误差按公式（E.1）计算：

 （E.1）

其中：

 = （E.2）

式中：  ——容量相对示值误差，%；

 ——标准温度20 ℃时的被校储罐的实际容量，mL；

 ——被校储罐标称容量，mL；

 *m* ——被校储罐内所能容纳校准介质的质量，g；

 ——砝码密度，取8.00 g/cm3；

 ——测定时实验室内的空气密度，取0.0012 g/cm3；

 ——校准介质*t* ℃时的密度，g/cm3；

 ——被测储罐的体胀系数，取=50×10-6℃-1；

 ——校准时储罐内介质温度，℃；

**E.3方差和传播系数**

E.3.1合成方差

由公式（E.2）看出，影响测量不确定度的因素有：容量测量重复性、天平的准确度、砝码密度、空气密度、水密度测量、量器体胀系数和水温度测量等引入的不确定度，各不确定度分量相互独立、互不相关，有：

E.3.2灵敏系数

标称容量52L的不规则微型储罐为例，根据表E.1中测量数据有：

  

℃。

灵敏系数有：

 =1.004 ；

=0.974；

=4.567×104 ；

 =-5.216×104 ；

=-3.362×105 ℃；

=-2.598 ℃-1

**E.4标准不确定度一览表**

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 准不确定度分量 | 不确定度来源 | 标准不确定度值 | 灵敏系数 | 合成标准不确定度分量(mL) |
|  | 容量测量重复性 | 4.472 mL | 1 | 4.472 |
|  | 天平的准确度 | 0.866g | 1.004 | 0.870 |
|  | 砝码密度 | 0.115×10-3 | 0.974 | 0.112×10-3 |
|  | 空气密度 | 1.000×10-7 | 4.567×104 | 4.567×10-3 |
|  | 水密度测量 | 2.887×10-6 | -5.216×104 | 0.151 |
|  | 量器体胀系数 | 2.887×10-6℃-1 | -3.362×105℃ | 0.971 |
|  | 水温度测量 | 0.289℃ | -2.598℃-1 | 0.751 |

**E.5计算分量标准不确定度**

E.5.1容量测量A类不确定度

在重复性条件下被校储罐测量数据见表E.1，测量数据经处理得单次测量实验标准偏差：

 = 14.139 mL

实际测量时，在重复条件下连续测量10次，以10次测量的算术平均值作为测量结果，则可得标准不确定度为

= 4.472 mL

E.5.2容量测量B类不确定度

E.5.2.1质量测量引起不确定度分量

所用电子天平称量误差为±1.5g，它服从均匀分布，所以：

E.5.2.2砝码密度引起不确定度分量

 砝码密度的扩展不确定度为0.200 mg/cm3(*k*=2)，它服从均匀分布，所以：

E.5.2.3空气密度引起不确定度分量

空气密度的测量误差为±1.730×10-7g/cm3，它服从均匀分布，所以：

E.5.2.4水密度测量引起不确定度分量

因校准介质为去离子水，所以密度采用了国际实用温标水密度值，其测量误差为±5×10-6g/cm3，它服从均匀分布，所以：

 

E.5.2.5容器体胀系数引入的不确定度分量

 容器体胀系数的误差为±5×10-6℃-1，它服从均匀分布，所以：

 ℃-1

E.5.2.6水温度测量引起不确定度分量

 水温度的测量误差为±0.5℃，它服从均匀分布，所以：

 ℃

**E.6合成标准不确定度**

 算得：  4.8 mL

相对标准不确定度表示：，取。

**E.7扩展不确定度**

取*k*=2，被校不规则微型储罐容量测量结果扩展不确定度：

=2× =2×4.8=9.6 mL，*k*=2

或 ，*k*=2

11