《物理吸附仪校准规范》

测量结果的不确定度评定报告

《物理吸附仪校准规范》规定了物理吸附仪6项校准参数（包括比表面积、总孔容、平均孔径、最可几孔径、微孔孔容、微孔孔径）示值误差的校准，同时总孔容与微孔孔容、最可几孔径与微孔孔径示值误差测量结果的不确定度评定具有相似性，因此本报告给出了比表面积、总孔容（微孔孔容）、平均孔径和最可几孔径（微孔孔径）示值误差测量结果的不确定度评定。

# A部分：

比表面积示值误差测量结果的不确定度评定示例

A.1 测量方法

采用N2作为吸附气体，使用物理吸附仪分析测量标准物质（这里以GBW 13912介孔Al2O3比表面积、总孔容及孔径标准物质为例）的比表面积，将仪器三次测量结果的算数平均值与标准物质的标准值进行比较，以两者之差作为仪器的比表面积示值误差。

A.2 测量模型

（A.1）

式中：— 仪器的比表面积示值误差，m2/g；

— 仪器的比表面积三次示值平均值，m2/g；

— 标准物质的比表面积标准值，m2/g。

A.3 测量不确定度分析

惰性气体吸附BET法测量材料比表面积是一种国际公认的、基于标准操作程序定义的分析方法，本校准规范主要是基于标准物质对仪器的总体计量性能（示值误差和重复性）进行评价，同时出于规范示例不确定度评定过程，这里主要考虑一些比较重要的不确定度分量，而不考虑一些分析测量过程中可忽略的不确定度分量。考虑的重要不确定度包括仪器示值（重复性和分辨力）和标准物质标准值引入的不确定度，不考虑可忽略的不确定度包括标准物质质量（标准不确定度通常优于0.1%）、BET法线性拟合（线性相关系数优于0.999，标准不确定度通常优于0.1%）、分子横截面积和阿伏伽德罗常数等引入的不确定度。

A.4 输入量标准不确定度评定

A.4.1 仪器示值引入的标准不确定度（）

A.4.1.1 仪器测量重复性引入的标准不确定度（）

仪器测量重复性引入的标准不确定度可通过三次重复测量的极差值得到。仪器三次重复测量的实验结果为：145.6 m2/g、144.9 m2/g、和148.6 m2/g，按照公式（A.2）计算得到单次实验标准偏差为2.2 m2/g。

（A.2）

式中： — 仪器测量重复性引入的标准不确定度，m2/g；

— 仪器的比表面积测量重复性，m2/g；

— 仪器的比表面积三次示值中的最大值，m2/g；

— 仪器的比表面积三次示值中的最小值，m2/g；

*C* — 极差系数，三次测量时取值1.69。

A.4.1.2 仪器分辨力引入的标准不确定度

仪器分辨力引入的标准不确定度等于0.289乘以仪器的分辨力（此时为0.1 m2/g），即0.029 m2/g。

仪器分辨力引入的标准不确定度远小于仪器测量重复性引入的标准不确定度，可以忽略不计，因此仪器示值引入的标准不确定度（）等于2.2 m2/g。

A.4.2 标准物质标准值引入的标准不确定度（）

通过标准物质证书可查到标准物质标准值的扩展不确定度。这里使用的标准物质为GBW 13912介孔Al2O3比表面积、总孔容及孔径标准物质：标准值为144.8 m2/g、扩展不确定度为4.9 m2/g（*k*=2），因此标准物质标准值引入的标准不确定度（）等于2.45 m2/g。

A.5 合成标准不确定度的计算

公式（A.1）中输入量和不相关，则它们的灵敏系数分别等于1和-1，合成标准不确定度可按照公式（A.3）进行计算：

（A.3）

因此，合成标准不确定度等于3.3 m2/g。

A.6 扩展标准不确定度的确定

取包含因子*k*等于2，则扩展不确定度（*U*）等于，即6.6 m2/g。

# B部分：

总孔容（微孔孔容）示值误差测量结果的不确定度评定示例

B.1 测量方法

采用N2作为吸附气体，使用物理吸附仪分析测量标准物质（这里以GBW 13912介孔Al2O3比表面积、总孔容及孔径标准物质为例）的总孔容，将仪器三次测量结果的算数平均值与标准物质的标准值进行比较，以两者之差作为仪器的总孔容示值误差。微孔材料微孔孔容的分析测量通常采用液氩温度下的Ar吸附来完成，微孔孔容示值误差测量结果的不确定度同样可以按照以下步骤进行评定。

B.2 测量模型

（B.1）

式中： — 仪器的总孔容示值误差，cm3/g；

— 仪器的总孔容三次示值平均值，cm3/g；

— 标准物质的总孔容标准值，cm3/g。

B.3 测量不确定度分析

惰性气体物理吸附测量固体材料孔隙度性质（总孔容、微孔孔容等）是一种国际公认的、基于标准操作程序定义的分析方法，本校准规范主要是基于标准物质对仪器的总体计量性能（示值误差和重复性）进行评价，同时出于规范示例不确定度评定过程，这里主要考虑一些比较重要的不确定度分量，而不考虑一些分析测量过程中可忽略的不确定度分量。考虑的重要不确定度包括仪器示值（重复性和分辨力）和标准物质标准值引入的不确定度，不考虑可忽略的不确定度包括标准物质质量（标准不确定度通常优于0.1%）、分子横截面积和阿伏伽德罗常数等引入的不确定度。

B.4 输入量标准不确定度评定

B.4.1 仪器示值引入的标准不确定度（）

B.4.1.1 仪器测量重复性引入的标准不确定度（）

仪器测量重复性引入的标准不确定度可通过三次重复测量的极差值得到。仪器三次重复测量的实验结果为：0.259 cm3/g、0.267 cm3/g、和0.270 cm3/g，按照公式（B.2）计算得到单次实验标准偏差为0.00651 cm3/g。

（B.2）

式中： — 仪器测量重复性引入的标准不确定度，cm3/g；

— 仪器的总孔容测量重复性，cm3/g；

— 仪器的总孔容三次示值中的最大值，cm3/g；

— 仪器的总孔容三次示值中的最小值，cm3/g；

*C* — 极差系数，三次测量时取值1.69。

B.4.1.2 仪器分辨力引入的标准不确定度

仪器分辨力引入的标准不确定度等于0.289乘以仪器的分辨力（此时为0.001 cm3/g），即0.000289 cm3/g。

仪器分辨力引入的标准不确定度远小于仪器测量重复性引入的标准不确定度，可以忽略不计，因此仪器示值引入的标准不确定度（）等于0.00651 cm3/g。

B.4.2 标准物质标准值引入的标准不确定度（）

通过标准物质证书可查到标准物质标准值的扩展不确定度。这里使用的标准物质为GBW 13912介孔Al2O3比表面积、总孔容及孔径标准物质：标准值为0.260 cm3/g、扩展不确定度为0.012 cm3/g（*k*=2），因此标准物质标准值引入的标准不确定度（）等于0.006 cm3/g。

B.5 合成标准不确定度的计算

公式（B.1）中输入量*V*1和*V*1r不相关，则它们的灵敏系数分别等于1和-1，合成标准不确定度可按照公式（B.3）进行计算：

（B.3）

因此，合成标准不确定度等于0.00885 cm3/g。

B.6 扩展标准不确定度的确定

取包含因子*k*等于2，则扩展不确定度（*U*）等于，即0.018 cm3/g。

# C部分：

平均孔径示值误差测量结果的不确定度评定示例

C.1 测量方法

采用N2作为吸附气体，使用物理吸附仪分析测量标准物质（这里以GBW 13912介孔Al2O3比表面积、总孔容及孔径标准物质为例）的平均孔径，将仪器三次测量结果的算数平均值与标准物质的标准值进行比较，以两者之差作为仪器的平均孔径示值误差。

C.2 测量模型

（C.1）

式中： — 仪器的平均孔径示值误差，nm；

— 仪器的平均孔径三次示值平均值，nm；

— 标准物质的平均孔径标准值，nm。

C.3 测量不确定度分析

惰性气体物理吸附测量固体材料孔隙度性质（平均孔径等）是一种国际公认的、基于标准操作程序定义的分析方法，本校准规范主要是基于标准物质对仪器的总体计量性能（示值误差和重复性）进行评价，同时出于规范示例不确定度评定过程，这里主要考虑一些比较重要的不确定度分量，而不考虑一些分析测量过程中可忽略的不确定度分量。考虑的重要不确定度包括仪器示值（重复性和分辨力）和标准物质标准值引入的不确定度，不考虑可忽略的不确定度包括标准物质质量（标准不确定度通常优于0.1%）、分子横截面积和阿伏伽德罗常数等引入的不确定度。

C.4 输入量标准不确定度评定

C.4.1 仪器示值引入的标准不确定度（）

仪器示值平均孔径（）与仪器示值比表面积（）和仪器示值总孔容（）存在公式（C.2）所示关系：

（C.2）

式中： — 仪器的平均孔径示值，nm；

— 仪器的总孔容示值，cm3/g；

— 仪器的比表面积示值，cm2/g。

C.4.1.1 仪器测量重复性引入的标准不确定度（）

仪器测量重复性引入的标准不确定度可通过三次重复测量的极差值得到。仪器三次重复测量的实验结果为：7.12 nm、7.37 nm、和7.27 nm，按照公式（C.3）计算得到单次实验标准偏差为0.148 nm（相对值2.04%）。

（C.3）

式中： — 仪器测量重复性引入的标准不确定度，nm；

— 仪器的平均孔径测量重复性，nm；

— 仪器的平均孔径三次示值中的最大值，nm；

— 仪器的平均孔径三次示值中的最小值，nm；

*C* — 极差系数，三次测量时取值1.69。

C.4.1.2 仪器分辨力引入的标准不确定度

仪器分辨力引入的标准不确定度等于0.289乘以仪器的分辨力（此时为0.01 nm），即0.00289 nm（相对值0.04%）。仪器分辨力引入的标准不确定度远小于仪器测量重复性引入的标准不确定度，可以忽略不计。

C.4.1.3 仪器比表面积示值引入的标准不确定度（）

由附录A.4.1可知，仪器比表面积示值引入的标准不确定度（）等于2.2 m2/g，相当于相对值1.50%。

C.4.1.4 仪器总孔容示值引入的标准不确定度（）

由附录B.4.1可知，仪器总孔容示值引入的标准不确定度（）等于0.00651 cm3/g，相当于相对值2.46%。

合成、和三项相对标准不确定度，得到仪器平均孔径示值引入的标准不确定度（）等于0.26 nm（相对值3.53%）。

C.4.2 标准物质标准值引入的标准不确定度（）

通过标准物质证书可查到标准物质标准值的扩展不确定度。这里使用的标准物质为GBW 13912介孔Al2O3比表面积、总孔容及孔径标准物质：标准值为7.19 nm、扩展不确定度为0.21 nm（*k*=2），因此标准物质标准值引入的标准不确定度（）等于0.105 nm。

C.5 合成标准不确定度的计算

公式（C.1）中输入量和不相关，则它们的灵敏系数分别等于1和-1，合成标准不确定度可按照公式（C.4）进行计算：

（C.4）

因此，合成标准不确定度等于0.28 nm。

C.6 扩展标准不确定度的确定

取包含因子*k*等于2，则扩展不确定度（*U*）等于，即0.56 nm。

# D部分：

最可几孔径（微孔孔径）示值误差测量结果的不确定度评定示例

D.1 测量方法

采用N2作为吸附气体，使用物理吸附仪分析测量标准物质（这里以GBW 13912介孔Al2O3比表面积、总孔容及孔径标准物质为例）的最可几孔径，将仪器三次测量结果的算数平均值与标准物质的标准值进行比较，以两者之差作为仪器的最可几孔径示值误差。微孔材料微孔孔径的分析测量通常采用液氩温度下的Ar吸附来完成，微孔孔径示值误差测量结果的不确定度同样可以按照以下步骤进行评定。

D.2 测量模型

（D.1）

式中： — 仪器的最可几孔径示值误差，nm；

— 仪器的最可几孔径三次示值平均值，nm；

— 标准物质的最可几孔径标准值，nm。

D.3 测量不确定度分析

惰性气体物理吸附测量固体材料孔隙度性质（最可几孔径、微孔孔径等）是一种国际公认的、基于标准操作程序定义的分析方法，本校准规范主要是基于标准物质对仪器的总体计量性能（示值误差和重复性）进行评价，同时出于规范示例不确定度评定过程，这里主要考虑一些比较重要的不确定度分量，而不考虑一些分析测量过程中可忽略的不确定度分量。考虑的重要不确定度包括仪器示值（重复性和分辨力）和标准物质标准值引入的不确定度，不考虑可忽略的不确定度包括标准物质质量（标准不确定度通常优于0.1%）、分子横截面积和阿伏伽德罗常数等引入的不确定度。

D.4 输入量标准不确定度评定

D.4.1 仪器示值引入的标准不确定度（）

D.4.1.1 仪器测量重复性引入的标准不确定度（）

仪器测量重复性引入的标准不确定度可通过三次重复测量的极差值得到。仪器三次重复测量的实验结果为：4.30 nm、4.35 nm、和4.40 nm，按照公式（D.2）计算得到单次实验标准偏差为0.0592 nm。

（D.2）

式中： — 仪器测量重复性引入的标准不确定度，nm；

— 仪器的最可几孔径测量重复性，nm；

— 仪器的最可几孔径三次示值中的最大值，nm；

— 仪器的最可几孔径三次示值中的最小值，nm；

*C* — 极差系数，三次测量时取值1.69。

D.4.1.2 仪器分辨力引入的标准不确定度

仪器分辨力引入的标准不确定度等于0.289乘以仪器的分辨力（此时为0.01 nm），即0.00289 nm。仪器分辨力引入的标准不确定度远小于仪器测量重复性引入的标准不确定度，可以忽略不计，因此仪器示值引入的标准不确定度（）等于0.0592 nm。

D.4.2 标准物质标准值引入的标准不确定度（）

通过标准物质证书可查到标准物质标准值的扩展不确定度。这里使用的标准物质为GBW 13912介孔Al2O3比表面积、总孔容及孔径标准物质：标准值为4.38 nm、扩展不确定度为0.07 nm（*k*=2），因此标准物质标准值引入的标准不确定度（）等于0.035 nm。

D.5 合成标准不确定度的计算

公式（D.1）中输入量和不相关，则它们的灵敏系数分别等于1和-1，合成标准不确定度可按照公式（D.3）进行计算：

（D.3）

因此，合成标准不确定度等于0.069 nm。

D.6 扩展标准不确定度的确定

取包含因子*k*等于2，则扩展不确定度（*U*）等于，即0.14 nm。