

中华人民共和国国家计量技术规范

JJF XXXX—XXXX

乳脂计校准规范

Calibration specification for Butyrometers

(征求意见稿)

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—XX—XX 实施

国家市场监督管理总局 发布

乳脂计校准规范

Calibration specification for Butyrometers

JJF xxxx—xxxx

归口单位：全国容量计量技术委员会

主要起草单位：

参加起草单位：

本规范委托全国容量计量技术委员会负责解释

本规范主要起草人：

参加起草人：

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 概述 (1)

5 计量特性 (1)

6 校准条件 (2)

6.1 环境条件 (2)

6.2 测量标准及其他设备 (2)

7 校准项目和校准方法 (3)

7.1 校准项目 (错误！未定义书签。)

7.2 校准方法 (错误！未定义书签。)

8 数据处理 (4)

9 校准结果表达 (5)

10 复校时间间隔 (5)

附录 A 测量不确定度评定示例 (6)

附录 B 乳脂计结构示意图 (10)

附录 C 乳脂计校准记录格式（仅供参考） (11)

附录 D 校准证书内页格式（仅供参考） (12)

附录 E 确定弯月面的方法 (13)

附录 F 乳脂计衡量法 $K(t)$ 值表 (14)

引 言

JJF 1071—2010《国家计量校准规范编写规则》、JJF 1059.1—2012《测量不确定度评定与表示》和JJF 1001—2011《通用计量术语及定义》共同构成支撑本校准规范制定工作的基础性系列规范。

本规范参考了GB 5009.6《食品安全国家标准 食品中脂肪的测定》、GB/T 12810《实验室玻璃仪器 玻璃量器的容量校准和使用方法》、ISO 19660《奶油 脂肪含量的测定 乳脂计法》（Cream—Determination of fat content—Acido-butyrometric method）和ISO 19662《牛奶 脂肪含量的测定 乳脂计法(盖勃法)》（Milk-Determination of fat content —Acido-butyrometric (Gerber method)）中的有关技术内容。

本规范为首次发布。

乳脂计校准规范

1 范围

本规范适用于乳脂计的校准。

2 引用文件

本规范引用了下列文件：

JJF 1009 《容量计量术语及定义》

JJF 1059.1 《测量不确定度评定与表示》

GB 5009.6 《食品安全国家标准 食品中脂肪的测定》

GB/T 6682 《分析实验室用水规格和试验方法》

GB/T 12810 《实验室玻璃仪器 玻璃量器的容量校准和使用方法》

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 术语和计量单位

JJF 1009界定的术语和定义适用于本规范。

3.1 术语

乳脂计 Butyrometer

用于离心分离鲜乳及乳制品中的脂肪后直接测量其体积的玻璃量器。

3.2 计量单位

容量单位为毫升，符号为mL。

4 概述

乳脂计是用于鲜乳及乳制品中脂肪含量测定的计量仪器，是采用直接测量方法测定的。将鲜乳或乳制品用化学试剂处理，使其中的蛋白质消化，在一定温度条件下，离心处理，所含脂肪分离析出并位于液体上层，读取脂肪层上下弯月面下缘数字之差，即为脂肪含量的百分数（脂肪溶液质量分数用%表示）。乳脂计的结构为带有刻度的直管，一端连玻璃小球，另一端连接玻璃大球。乳脂计结构示意图见附录B。

5 计量特性

容量示值误差

乳脂计在标准温度 20 °C 时，容量允差见表 1。

表 1 乳脂计容量允差

规格/%	0~4	0~5		0~6	0~8	0~9	0~10	0~50
最小分度值/%	0.05	0.05	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.5
标称容量/mL	0.500	0.625		0.750	1.000	1.125	1.250	2.860
容量允差/mL	± 0.0031				—	—	—	±0.020
20 ℃时脂肪溶液质量分数（%）与容量值（mL）换算关系	每 1%分度对应的容量值为 0.125 mL							每 1%分度对应的容量值为 0.0572 mL

注：以上指标不适用于合格性判别，仅作参考。其它乳脂计参见说明书或用户要求。

6 校准条件

6.1 环境条件

6.1.1 环境温度：(20±5)℃，校准过程中温度变化不得大于1℃/h。

6.1.2 相对湿度：不大于80%。

6.1.3 校准介质：纯水（蒸馏水或去离子水），应符合GB/T 6682《分析实验室用水规格和试验方法》中三级及以上纯水的要求，并在校准前24 h放入实验室内，校准过程中水温与室温之差不得大于2℃。

6.1.4 其它影响量：振动、气流、磁场及大气中水汽凝结等其他影响量不得对校准结果产生影响。

6.2 测量标准及其他设备

校准用测量标准及其他设备的技术要求分别见表2、表3。

表 2 测量标准及技术要求

设备名称	最大称量Max	实际分度值	准确度等级
电子天平	$\geq 100 \text{ g}$	$d \leq 0.01 \text{ mg}$	①级

表 3 其他设备及技术要求

设备名称	测量范围	分度值	最大允许误差
温度计	(0~50)℃	0.1℃	MPE: $\pm 0.20 \text{ }^{\circ}\text{C}$
秒表	(0~3600) s	0.1 s	MPE: $\pm 0.5 \text{ s/d}$
温湿度计（表）	温度	(0~50)℃	MPE: $\pm 2 \text{ }^{\circ}\text{C}$
	相对湿度	30%~80%	MPE: $\pm 7\%$

设备名称	测量范围	分度值	最大允许误差
附属设备	微量进样器（或注射器）、称量支架（或烧杯）、测温筒、读数放大镜等。		

7 校准项目和校准方法

7.1 校准前准备

7.1.1 天平准备

将天平调整到水平位置，接通电源预热不低于30 min，启动天平的内校或外校功能进行校准。

7.1.2 乳脂计准备

1) 乳脂计校准前应清洁干燥，使校准过程中液面能够形成良好的弯月面，并且弯月面在上升或下降过程中不应改变形状，同时内壁上不应残留水珠；

2) 未形成良好的弯月面，则需对其再次清洗。清洗时建议使用碱性较低的温和清洁剂，并在尽可能短的时间内完成；

3) 清洗后的乳脂计再用蒸馏水冲洗，并重新检查液面的弯月面，直至达到校准要求（确定弯月面的方法见附录E）；

4) 将清洗干净的乳脂计在校准前4 h放入实验室内。

7.2 容量的校准

7.2.1 容量的校准方法

容量校准采用衡量法。

7.2.2 校准点的选取

零分度线至总容量的1/2分度线、总容量的1/2分度线至最大称量值的分度线。

注：校准点的选择也可根据乳脂计的实际使用情况或用户的要求确定。

7.2.3 校准步骤

1) 将称量支架放入电子天平秤盘；

2) 选择乳脂计的校准点，注纯水至所选校准点的初始刻度线（乳脂计垂直、平视，弯月面最低点与刻度线上缘相切）；

3) 将乳脂计放入电子天平秤盘中心的称量支架上，待电子天平显示稳定，按下操作键使天平去皮；

4) 从电子天平上取出乳脂计，用微量进样器或注射器从乳脂计中吸取或注入纯水，使弯月面至所选校准点的终点刻度线（乳脂计垂直、平视，弯月面最低点与刻线上缘相切）；

5) 将乳脂计放入电子天平秤盘中心的称量支架上，记录此时电子天平的显示值，取此数值的绝对值为被校乳脂计内所容纳水的质量 m ，同时测量并记录校准介质的温度 t ，读数应精确到0.1 °C。

8 数据处理

1) 乳脂计在标准温度20℃时的容量实测值按下式计算:

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

式中:

V_{20} ——标准温度20℃时被校乳脂计的容量实测值, mL;

m ——被校乳脂计内所容纳纯水的质量值, g;

ρ_B ——砝码密度, 取8.00 g/cm³;

ρ_A ——校准时实验室内的空气密度, 取0.0012 g/cm³;

ρ_w ——纯水 t ℃时的密度, g/cm³;

β ——被校乳脂计材质的体膨胀系数。乳脂计通常为硼硅玻璃, 其体膨胀系数一般取 $9.9 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$;

t ——校准时纯水的温度, ℃。

为简便计算过程, 也可将(1)式简化为下列形式:

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

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

$K(t)$ 值列于附录F中。根据测定的纯水质量值(m)和测定水温所对应的 $K(t)$ 值, 即可由式(2)计算被校乳脂计在标准温度20℃的容量实测值。

2) 容量实测值的校准重复操作三次, 计算平均值 $\bar{V}_{20}$ 作为测量结果。

$$\bar{V}_{20} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n V_i \quad (3)$$

式中:

$\bar{V}_{20}$ ——乳脂计20℃时容量实测值的平均值, mL;

n ——校准次数;

V_i ——乳脂计第 i 次测量的容量实测值, mL。

3) 容量示值误差

$$\Delta V = V_s - \bar{V}_{20} \quad (4)$$

式中：

ΔV ——乳脂计校准点容量示值误差，mL；

V_s ——乳脂计校准点标称容量，mL；

$\bar{V}_{20}$ ——乳脂计20℃时容量实测值的平均值，mL；

注：容量的示值误差结合计量特性作为使用时的参考。

9 校准结果表达

校准结果应在校准证书或校准报告上反映。校准证书或校准报告至少包含以下信息：

- a) 标题：“校准证书”；
- b) 实验室名称和地址；
- c) 进行校准的地点；
- d) 证书的唯一性标识（如编号），每页及总页数的标识；
- e) 客户的名称和地址；
- f) 被校对象的描述和明确标识；
- g) 进行校准的日期，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；
- h) 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的溯源性和有效性说明；
- j) 校准环境的描述；
- k) 校准结果及测量不确定度的说明；
- l) 校准证书或校准报告签发人的签名、职务或等效标识；
- m) 校准结果仅对被校对象有效的声明；
- n) 未经实验室书面批准，不得部分复制证书的声明。

10 复校时间间隔

复校时间间隔长短是由乳脂计使用情况、使用者、乳脂计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状况自主决定复校时间。

附录 A

测量不确定度评定示例

A.1 测量模型

采用“衡量法”，以规格为(0~6)%的乳脂计为例，通过测量出乳脂计半容量(0%~3%)处(标称容量：0.375 mL)容纳纯水的质量 m 及此时纯水温度 t ，并根据该温度下对应的 $K(t)$ 值进行计算，得到乳脂计被校准点在标准温度20℃时的容量实测值并进行不确定度评定。具体分析如下：

$$V_{20} = \frac{m(\rho_B - \rho_A)}{\rho_B(\rho_w - \rho_A)} [1 + \beta(20 - t_w)] \quad (\text{A.1})$$

式中：

V_{20} ——标准温度20℃时被校乳脂计的容量实测值，mL；

m ——被校乳脂计内所容纳纯水的质量值，g；

ρ_B ——砝码密度，取8.00g/cm³；

ρ_A ——校准时实验室内的空气密度，g/cm³；

ρ_w ——水在温度 t_w 时的密度，g/cm³；

β ——被校乳脂计材质的体膨胀系数。乳脂计通常为硼硅玻璃，其体膨胀系数一般取 $9.9 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ ；

t_w ——校准时水的温度，℃。

A.2 合成标准不确定度

由式(A.1)得合成标准不确定度为：

$$[u_c]^2 = [u(V_A)]^2 + c_1^2 [u(m)]^2 + c_2^2 [u(\rho_B)]^2 + c_3^2 [u(\rho_A)]^2 + c_4^2 [u(\rho_w)]^2 + c_5^2 [u(\beta)]^2 + c_6^2 [u(t)]^2 \quad (\text{A.2})$$

A.3 灵敏系数

选用一支校准点标称容量为0.375 mL的乳脂计进行校准，取各项参数为：

$m=0.3740 \text{ g}$ ； $\rho_B=8.00 \text{ g/cm}^3$ ； $\rho_A=0.0012 \text{ g/cm}^3$ ； $\beta=9.9 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ ； $\rho_w=0.99831 \text{ g/cm}^3$ ；

$t=19.5 \text{ } ^\circ\text{C}$ ，则灵敏系数计算得：

$$c_1 = \frac{\partial V}{\partial m} = \frac{\rho_B - \rho_A}{\rho_B(\rho_w - \rho_A)} \times [1 + \beta(20 - t)]$$

$$c_2 = \frac{\partial V}{\partial \rho_B} = \frac{m \rho_A}{\rho_B^2(\rho_w - \rho_A)} \times [1 + \beta(20 - t)]$$

$$c_3 = \frac{\partial V}{\partial \rho_A} = \frac{m(\rho_B - \rho_W)}{\rho_B(\rho_W - \rho_A)^2} \times [1 + \beta(20 - t)]$$

$$c_4 = \frac{\partial V}{\partial \rho_W} = -\frac{m(\rho_B - \rho_A)}{\rho_B(\rho_W - \rho_A)^2} \times [1 + \beta(20 - t)]$$

$$c_5 = \frac{\partial V}{\partial \beta} = \frac{m(\rho_B - \rho_A)}{\rho_B(\rho_W - \rho_A)} \times (20 - t)$$

$$c_6 = \frac{\partial V}{\partial t} = -\frac{m(\rho_B - \rho_A)}{\rho_B(\rho_W - \rho_A)} \times \beta$$

A.4 标准不确定度评定

A.4.1 容量测量重复性引入的标准不确定度

对乳脂计0.375 mL处容量重复测量3次，试验数据如下：0.3753 mL、0.3746 mL、0.3751 mL，则容量实测值平均值为：

$$\bar{V}_{20} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n V_i = 0.375 \text{ mL}, \quad n=3$$

根据极差法，则由容量测量重复性引入的不确定度分量：

$$u(V_A) = \frac{s(V)}{\sqrt{n}} = \frac{(V_{\max} - V_{\min})/C_n}{\sqrt{n}} = \frac{(0.3753 - 0.3746)/1.69}{\sqrt{3}} = 2.39 \times 10^{-4} \text{ mL}$$

注：测量3次的极差系数为 $C_n=1.69$ 。

A.4.2 水质量测量引入的标准不确定度

校准乳脂计0.375 mL处使用测量范围为（0~220）g、分度值为0.1 mg的电子天平。电子天平在（0~50）g范围内最大允许误差为 $\pm 0.5 \text{ mg}$ ，服从均匀分布，即 $k=\sqrt{3}$ ，则：

$$u(m) = \frac{\delta_x}{\sqrt{3}} = \frac{0.0005}{\sqrt{3}} = 2.89 \times 10^{-4} \text{ g}$$

A.4.3 砝码密度引入的标准不确定度

砝码密度的扩展不确定度为 0.14 g/cm^3 ，（ $k=2$ ），所以：

$$u(\rho_B) = 0.14/2 = 0.07 \text{ g/cm}^3$$

A.4.4 空气密度引入的标准不确定度

按照CIPM推荐使用的空气密度计算公式，分析计算可以得到空气密度测量的标准不确定度为：

$$u(\rho_A) = 6.70 \times 10^{-7} \text{ g/cm}^3$$

A.4.5 水密度测量引入的标准不确定度

测量介质为纯水，所以水密度采用了国际实用温标水密度值，具体计算采用BIPM推荐的Tanaka纯水密度公式，其允差为 $\pm 5 \times 10^{-6} \text{ g/cm}^3$ ，服从均匀分布，其标准不确定度为：

$$u(\rho_w) = 5 \times 10^{-6} / \sqrt{3} = 2.89 \times 10^{-6} \text{ g/cm}^3$$

A.4.6 乳脂计体胀系数引入的标准不确定度

玻璃体胀系数为 $9.9 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$ ，服从均匀分布，其标准不确定度为：

$$u(\beta) = 9.9 \times 10^{-6} / \sqrt{3} = 5.72 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$$

A.4.7 水温度测量引入的标准不确定度

水温度测量最大允许误差为 $\pm 0.2 \text{ } ^\circ\text{C}$ ，考虑到水温梯度的影响，服从均匀分布，其标准不确定度为：

$$u(t) = 0.2 / \sqrt{3} = 0.115 \text{ } ^\circ\text{C}$$

A.5 标准不确定度一览表

表 A.1 标准不确定度一览表

标准不确定度分量	不确定度来源	标准不确定度	灵敏系数	输出量标准不确定度分量 (mL)
$u(V)$	容量测量重复性	$2.39 \times 10^{-4} \text{ mL}$	/	2.4×10^{-4}
$u(m)$	水质量测量	$2.89 \times 10^{-4} \text{ g}$	$1.0028 \text{ cm}^3/\text{g}$	2.9×10^{-4}
$u(\rho_B)$	砝码密度	0.07 g/cm^3	$7.0 \times 10^{-6} \text{ cm}^6/\text{g}$	4.9×10^{-7}
$u(\rho_A)$	空气密度	$6.70 \times 10^{-7} \text{ g/cm}^3$	$0.33 \text{ cm}^6/\text{g}$	2.2×10^{-7}
$u(\rho_w)$	水密度测量	$2.89 \times 10^{-6} \text{ g/cm}^3$	$-0.38 \text{ cm}^6/\text{g}$	1.1×10^{-6}
$u(\beta)$	乳脂计体胀系数	$5.72 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$	$0.19 \text{ cm}^3 \cdot ^\circ\text{C}$	1.1×10^{-6}
$u(t)$	水温度测量	$0.115 \text{ } ^\circ\text{C}$	$-3.71 \times 10^{-6} \text{ cm}^3/^\circ\text{C}$	4.3×10^{-7}
合成标准不确定度： $u_c = 0.0004 \text{ mL}$ ；				
取包含因子 $k=2$ ，小数点后保留三位数字，则扩展不确定度： $U=k \times u_c=0.001 \text{ mL}$				

A.6 合成标准不确定度

$$[u_c]^2 = [u(V_A)]^2 + c_1^2 [u(m)]^2 + c_2^2 [u(\rho_B)]^2 + c_3^2 [u(\rho_A)]^2 + c_4^2 [u(\rho_W)]^2 + c_5^2 [u(\beta)]^2 + c_6^2 [u(t)]^2$$

$$u_c = 0.0004 \text{ mL}$$

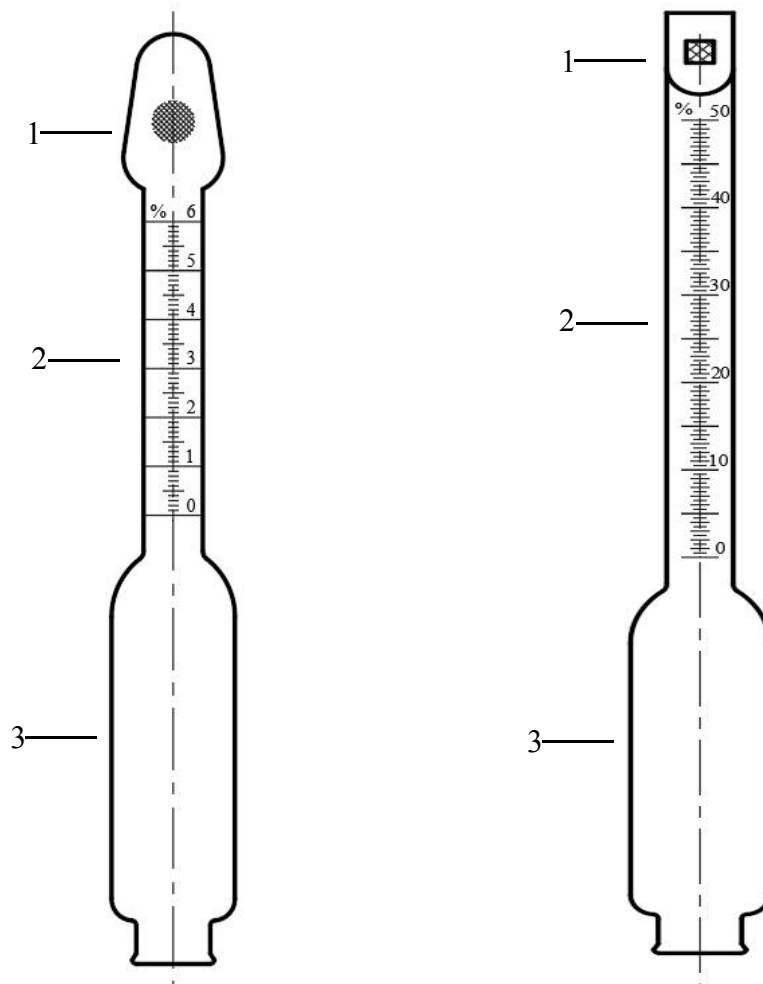
A.7 扩展不确定度

取包含因子 $k=2$ ，乳脂计0.375 mL处校准结果的扩展不确定度为：

$$U = 2 \times u_c = 0.001 \text{ mL}, k=2$$

附录 B

乳脂计结构示意图



说明：1—玻璃小球；2—带有刻度的直管；3—玻璃大球

附录 C

乳脂计校准记录格式(仅供参考)

客户名称			
客户地址			
器具名称		证书编号	
型号/规格		校准日期	
出厂编号		校准员	
制造单位		核验员	
最小分度值		温度	
校准依据		相对湿度	
校准地点		其他	

校准使用的计量标准装置

名称	测量范围	不确定度/准确度等级/最大允许误差	计量标准证书号	有效期至

校准使用的主要计量标准器

名称	规格型号	测量范围	出厂编号/ 设备编号	不确定度/ 准确度等级/ 最大允许 误差	证书编 号	有效期至	上级溯源 机构名称

校准点 (%)	标称 容量 (mL)	测 量 次 数	水温 (℃)	实测质量 (g)	$K(t)$ 值	V_{20} (mL)	$\bar{V}_{20}$ (mL)	容量 示值误差 ΔV (mL)	扩展不 确定度 ($k=2$)
		1							
		2							
		3							
		1							
		2							
		3							

附录 D

校准证书内页格式(仅供参考)

校准点 (%)	标称容量 (mL)	容量实测值 (mL)	容量示值误差 ΔV (mL)	扩展不确定度 ($k=2$)

附录 E

确定弯月面的方法

弯月面是指乳脂计内的液体与空气之间的界面。调定方法：透明液体弯月面的最低点应与刻线上缘水平面相切，操作者的视线应与刻度线上边缘在同一水平面（见图E）。适当的光线可使弯月面暗淡且轮廓清晰，为此，可在弯月面所处位置的背面衬以白色背景并遮去杂光。同时，可在刻度线或环形标志线所在平面的下方放置一条黑色或蓝色的纸带，或者用一段切开的黑色厚橡皮管套在乳脂计的管壁上（切开的尺寸适当，以使橡皮管能够牢牢地箍在管壁上）作为遮光带使用。

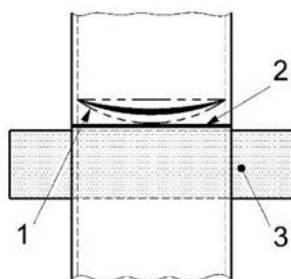


图 E 透明液体弯月面观察图

注 1 为弯月面

注 2 为刻度线或环形标志线

注 3 为深色纸带或黑色橡皮管

附录 F

乳脂计衡量法 $K(t)$ 值表表 F.1 乳脂计衡量法 $K(t)$ 值表 $(\beta=9.9 \times 10^{-6} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}, \rho_{\lambda}=0.0012 \text{ g/cm}^3)$

水温/ $^{\circ}\text{C}$	$K(t)/(\text{cm}^3/\text{g})$	水温/ $^{\circ}\text{C}$	$K(t)/(\text{cm}^3/\text{g})$	水温/ $^{\circ}\text{C}$	$K(t)/(\text{cm}^3/\text{g})$
15.0	1.00200	18.7	1.00260	22.4	1.00335
15.1	1.00201	18.8	1.00262	22.5	1.00337
15.2	1.00203	18.9	1.00264	22.6	1.00339
15.3	1.00204	19.0	1.00266	22.7	1.00341
15.4	1.00206	19.1	1.00267	22.8	1.00343
15.5	1.00207	19.2	1.00269	22.9	1.00346
15.6	1.00209	19.3	1.00271	23.0	1.00349
15.7	1.00210	19.4	1.00273	23.1	1.00351
15.8	1.00212	19.5	1.00275	23.2	1.00353
15.9	1.00213	19.6	1.00277	23.3	1.00355
16.0	1.00215	19.7	1.00279	23.4	1.00357
16.1	1.00216	19.8	1.00281	23.5	1.00359
16.2	1.00218	19.9	1.00283	23.6	1.00362
16.3	1.00219	20.0	1.00285	23.7	1.00364
16.4	1.00221	20.1	1.00286	23.8	1.00366
16.5	1.00222	20.2	1.00288	23.9	1.00369
16.6	1.00224	20.3	1.00290	24.0	1.00372
16.7	1.00225	20.4	1.00292	24.1	1.00374
16.8	1.00227	20.5	1.00294	24.2	1.00376
16.9	1.00229	20.6	1.00296	24.3	1.00378
17.0	1.00230	20.7	1.00298	24.4	1.00381
17.1	1.00232	20.8	1.00300	24.5	1.00383
17.2	1.00234	20.9	1.00303	24.6	1.00386
17.3	1.00235	21.0	1.00305	24.7	1.00388
17.4	1.00237	21.1	1.00307	24.8	1.00391
17.5	1.00239	21.2	1.00309	24.9	1.00394
17.6	1.00240	21.3	1.00311	25.0	1.00397
17.7	1.00242	21.4	1.00313	25.1	1.00399
17.8	1.00244	21.5	1.00315	25.2	1.00401
17.9	1.00246	21.6	1.00317	25.3	1.00403
18.0	1.00247	21.7	1.00319	25.4	1.00405
18.1	1.00249	21.8	1.00322	25.5	1.00408
18.2	1.00251	21.9	1.00324	25.6	1.00410
18.3	1.00253	22.0	1.00327	25.7	1.00413
18.4	1.00254	22.1	1.00329	25.8	1.00416
18.5	1.00256	22.2	1.00331	25.9	1.00419
18.6	1.00258	22.3	1.00333	—	—

