

# 中华人民共和国国家计量技术规范

JJF XXXX—202X

## 永停滴定仪校准规范

Calibration Specification for Dead-stop Titration Instruments

(征求意见稿)

202X-0X-XX 发布

202X-0X-XX 实施

国家市场监督管理总局 发布

# 永停滴定仪校准规范

Calibration Specification for Dead-stop  
Titration Instruments

JJF XXXX—202X

归口单位：全国物理化学计量技术委员会

主要起草单位：

参加起草单位：

本规范委托全国物理化学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 概述 .....                    | (1)  |
| 4 计量特性 .....                  | (1)  |
| 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 校准前准备 .....               | (2)  |
| 6.2 极化电压示值误差 .....            | (3)  |
| 6.3 极化电流相对误差 .....            | (3)  |
| 6.4 仪器示值误差 .....              | (3)  |
| 6.5 仪器重复性 .....               | (4)  |
| 6.6 容量误差 .....                | (5)  |
| 7 校准结果表达 .....                | (5)  |
| 8 复校时间间隔 .....                | (6)  |
| 附录 A 滴定管分段 .....              | (7)  |
| 附录 B 常用玻璃量器衡量法 K (T) 值表 ..... | (8)  |
| 附录 C 永停滴定仪校准原始记录参考格式 .....    | (9)  |
| 附录 D 校准证书内页参考格式 .....         | (11) |
| 附录 E 仪器示值误差的不确定度评定示例 .....    | (13) |

---

## 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》共同构成支撑本规范制定工作的基础性文件。

本规范在制定中参考了《中华人民共和国药典》(2025 版 0701 电位滴定法与永停滴定法)和 JJG 196—2006《常用玻璃量器》的试验方法和技术要求。

本规范为首次发布。

# 永停滴定仪校准规范

## 1 范围

本规范适用于实验室中采用重氮化法滴定的永停滴定仪的校准。

## 2 引用文件

JJG 196—2006 常用玻璃量器

凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本规程；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

永停滴定法是容量分析中用以确定终点的一种方法，其原理是根据电池中双铂电极的电流随滴定剂的加入而发生变化，从而确定滴定终点的电流滴定法，又称双电流滴定法，一般用作重氮化法滴定。

永停滴定仪（以下简称滴定仪）就是利用可逆电对在电极表面的氧化还原反应产生电流，当滴定剂与被测物质完全反应时，电流发生突变来确定反应终点，主要用于药品检验中重氮化法的终点指示。

滴定仪主要由极化电源、调节电阻、电流计、铂电极及滴定系统等组成，结构见图 1。

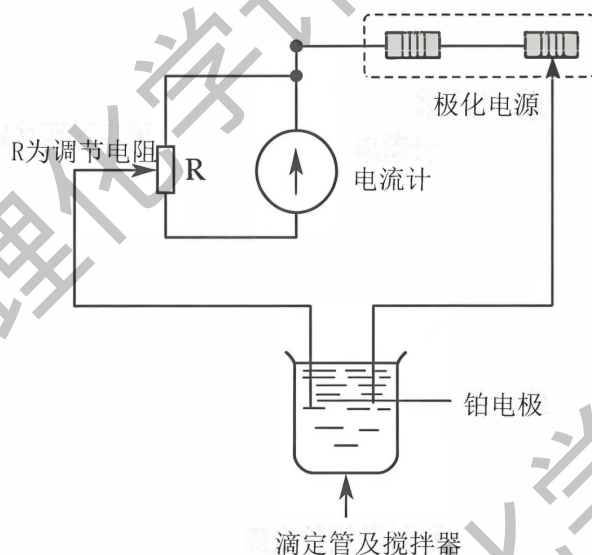


图 1. 永停滴定仪结构示意图

## 4 计量特性

4.1 极化电压示值误差：不超过 1 mV；

4.2 极化电流相对误差：不超过  $\pm 2.5\%$ ；

4.3 仪器示值误差：不超过  $\pm 4\%$ ；

4.4 仪器示值重复性：≤1.0%；

4.5 容量误差：

表 1 滴定管标称总容量技术指标

| 滴定管标称总容量/mL |   | 5      | 10     | 20     | 25    | 50    |
|-------------|---|--------|--------|--------|-------|-------|
| 滴定管容量       | A | ±0.010 | ±0.025 | ±0.035 | ±0.04 | ±0.05 |
| 最大允许误差/mL   | B | ±0.020 | ±0.050 | ±0.070 | ±0.08 | ±0.10 |

5 校准条件

5.1 环境条件

5.1.1 温度：(20±10)℃，校准过程中温度变化不超过 1℃。

5.1.2 相对湿度：≤80%。

5.1.3 周围无强烈的机械振动和电磁干扰，室内无腐蚀性气体。

5.2 测量标准及其他设备

5.2.1 直流电压表：准确度等级 0.5 级；

5.2.2 电阻箱：测量范围：40Ω～10MΩ，MPE：±0.05%；

5.2.3 电子天平：测量范围 (0～200)g，0.1mg， $\text{E}$  级；

5.2.4 温度计：测量范围 (0～50)℃，MPE：±0.3℃；

5.2.5 玻璃量具：单标线吸量管、单标线容量瓶：A 级；量筒：检定合格。

5.2.6 标准物质和试剂

5.2.6.1 用标准值 50.0mg/mL， $U_{\text{rel}}=1.5\%$  ( $k=2$ ) 的亚硝酸钠溶液标准物质配制摩尔浓度约为 0.1mol/L 亚硝酸钠滴定用溶液，配制后的不确定度应不大于  $U_{\text{rel}}=1.7\%$  ( $k=2$ )；

5.2.6.2 磺胺嘧啶兽药纯度标准物质：认定值约 99.6%，扩展不确定度不大于 0.5% ( $k=2$ )；

5.2.6.3 其他试剂：磺胺嘧啶（分析纯），溴化钾（化学纯），纯盐酸，蒸馏水。

6 校准项目和校准方法

6.1 校准前准备

6.1.1 外观检查

滴定仪外观结构应完好，不应有影响读数的缺陷，所有开关安装牢固，工作可靠，各种标志清晰；滴定仪应标记有仪器制造厂、型号、仪器编号、出厂年月等信息。

6.1.2 通电检查

滴定仪通电后开关、主机、指示灯及电极应工作正常，显示屏图像清晰完整，电极与仪器应能正常连接。

## 6.2 极化电压示值误差

把直流电压表的正负极与被校滴定仪的正负极连接，调整滴定仪输出极化电压  $U$ ，读取直流电压表示值  $U_0$ ，重复测量 2 次，按式 (1) 计算极化电压示值误差：

$$\Delta U = U - \bar{U}_0 \quad (1)$$

式中： $\Delta U$ ——极化电压示值误差，mV；

$U$ ——极化电压输出值，mV；

$\bar{U}_0$ ——直流电压表 2 次测量平均值，mV。

注：若被校准滴定仪无极化电流指示功能，则此项目免做。

## 6.3 极化电流相对误差

把电阻箱与被校滴定仪的正负极连接，调整滴定仪的极化电压为 100 mV 或使用其特定极化电压，按滴定仪的不同灵敏度档输出相应大小的直流电阻，使被检滴定仪电流计的电流由大到小顺序地指示在量程的 80%、50%、30% 及 10% 附近，并记录输出直流电阻值与相应的滴定仪极化电流示值，重复测量 2 次，标准电流值按式 (2) 进行计算，按式 (3) 计算极化电流相对误差：

$$I_0 = \frac{1000 \times U}{R_i} \quad (2)$$

式中： $I_0$ ——标准电流值， $\mu\text{A}$ ；

$U$ ——极化电压实测值（修约到个位），mV；

$R_i$ ——输入的标准电阻值， $\Omega$ 。

$$\Delta I = \frac{\bar{I} - I_0}{I_0} \times 100\% \quad (3)$$

式中： $\Delta I$ ——极化电流相对误差，%；

$\bar{I}$ ——滴定仪电流计示值的 2 次算术平均值， $\mu\text{A}$ ；

$I_0$ ——由式 (2) 计算的相应标准电流值， $\mu\text{A}$ ；

注：若被校准滴定仪无极化电流指示功能，则此项目免做。

## 6.4 仪器示值误差

滴定仪按说明书安装调试好后，将滴定仪上的极化电压设置为 50 mV，称取磺胺嘧啶纯度标准物质 0.2 g，准确称量至 0.0001 g，置于 250 mL 烧杯中，加蒸馏水 40 mL 和盐酸

溶液（1→2）15 mL，搅拌溶解后，再加溴化钾 1g，搅拌同时插入洗净的铂-铂电极，在 30 °C 以下用 0.1 mol/L 亚硝酸钠容量分析用标准物质滴定，滴定至终点后记录消耗的亚硝酸钠滴定液的体积，按公式（4）计算磺胺嘧啶纯度，共重复测量 2 次。

$$W = \frac{25.03 \times V \times c}{0.1 \times m \times 1000} \times 100\% \quad (4)$$

式中：W——磺胺嘧啶纯度，%；

V——滴定至终点时消耗亚硝酸钠滴定液的体积，mL；

c——亚硝酸钠容量分析用标准物质浓度标准值，mol/L；

0.1——亚硝酸钠标准溶液理论浓度，mol/L；

m——磺胺嘧啶的质量，g；

25.03——与 1ml 亚硝酸钠滴定液（0.1 mol/L）相当的磺胺嘧啶的质量（mg）；

按公式（5）计算仪器示值误差。

$$\Delta W = \bar{W} - W_s \quad (5)$$

式中：ΔW——仪器示值误差，%；

$\bar{W}$ ——纯度标准物质 2 次测量值的算术平均值，%；

$W_s$ ——纯度标准物质的认定值，%。

## 6.5 仪器重复性

称取磺胺嘧啶（分析纯）0.5 g，准确称量至 0.0001 g，按 6.4 的步骤重复测量 6 次，按公式（6）计算仪器示值重复性。

$$s_R = \frac{\sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (W_i - \bar{W})^2}{n-1}}}{\bar{W}} \times 100\% \quad (6)$$

式中： $s_R$ ——仪器示值重复性，%；

$W_i$ ——第 i 次测量值，%；

$\bar{W}$ ——测量值平均值，%；

n——测量次数，6。

## 6.6 容量误差

首先将滴定系统液路采用适当的洗涤剂洗净，并用蒸馏水冲洗干净，取称量杯用天平

称量，记录天平读数  $m_0$ ，根据附录 A 所给的分段设定滴定仪滴定体积  $V_c$ ，启动仪器将纯水接入称量杯，盖好盖后用天平称量，记录天平读数  $m_1$ 。根据公式 (8) 计算纯水的质量。

$$m = m_1 - m_0 \quad (8)$$

式中：  $m$  —— 纯水的质量，g；

$m_1$  —— 纯水和有盖称量杯质量，g；

$m_0$  —— 有盖称量杯质量，g。

测量纯水的温度  $t$ ，根据附录 B 常用玻璃量器衡量法  $K(t)$  值表查得水温对滴定管容量校准的影响系数  $K(t)$ 。按公式 (9) 计算滴定管在标准温度 20℃ 时的容量误差。

$$\Delta V_1 = V_c - m \cdot K(t) \quad (9)$$

式中：  $\Delta V_1$  —— 滴定管在标准温度 20℃ 时的容量误差，mL；

$V_c$  —— 滴定仪设定体积，mL；

$m$  —— 纯水的质量，g；

$K(t)$  —— (水的温度为  $t$  °C 时) 水温对滴定管容量检定的影响系数，mL/g。

注：若被校准滴定仪无此功能，则此项目免做。

## 7 校准结果表达

校准结果应在校准证书上反映，校准证书应至少包括以下信息：

- a) 标题，如“校准证书”；
- b) 实验室名称和地址；
- c) 进行校准的地点（如果与实验室的地址不同）；
- d) 证书或报告的唯一性标识（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) 本次校准所用测量标准的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；

- l) 校准证书或校准报告签发人的签名、职务或等效标识、以及签发日期;
- 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。

## 8 复校时间间隔

滴定仪的复校时间间隔建议不超过1年。由于复校时间间隔的长短是由滴定仪的使用情况、使用者、仪器本身质量等诸因素所决定, 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。如果对仪器的性能有怀疑或仪器更换重要部件及修理后应及时对仪器重新校准。

## 附录 A

## 滴定管分段

滴定管的分段列于表 A.1。

表 A.1 滴定管分段

单位：mL

| 滴定管容量 | 分段    |      |      |      |      |
|-------|-------|------|------|------|------|
| 5     | 0~2.5 | 0~5  |      |      |      |
| 10    | 0~5   | 0~10 |      |      |      |
| 20    | 0~5   | 0~10 | 0~15 | 0~20 |      |
| 25    | 0~5   | 0~10 | 0~15 | 0~20 | 0~25 |
| 50    | 0~10  | 0~20 | 0~30 | 0~40 | 0~50 |

## 附录 B

常用玻璃量器衡量法  $K(t)$  值表表 B.1 \*钠钙玻璃量器衡量法  $K(t)$  值表(钠钙玻璃体胀系数取  $25 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ , 空气密度  $0.0012 \text{ g/cm}^3$ )

| 水 温<br>$t/^\circ\text{C}$ | 0.0     | 0.1     | 0.2     | 0.3     | 0.4     | 0.5     | 0.6     | 0.7     | 0.8     | 0.9     |
|---------------------------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|
| 15                        | 1.00208 | 1.00209 | 1.00210 | 1.00211 | 1.00213 | 1.00214 | 1.00215 | 1.00217 | 1.00218 | 1.00219 |
| 16                        | 1.00221 | 1.00222 | 1.00223 | 1.00225 | 1.00226 | 1.00228 | 1.00229 | 1.00230 | 1.00232 | 1.00233 |
| 17                        | 1.00235 | 1.00236 | 1.00238 | 1.00239 | 1.00241 | 1.00242 | 1.00244 | 1.00246 | 1.00247 | 1.00249 |
| 18                        | 1.00251 | 1.00252 | 1.00254 | 1.00255 | 1.00257 | 1.00258 | 1.00260 | 1.00262 | 1.00263 | 1.00265 |
| 19                        | 1.00267 | 1.00268 | 1.00270 | 1.00272 | 1.00274 | 1.00276 | 1.00277 | 1.00279 | 1.00281 | 1.00283 |
| 20                        | 1.00285 | 1.00287 | 1.00289 | 1.00291 | 1.00292 | 1.00294 | 1.00296 | 1.00298 | 1.00300 | 1.00302 |
| 21                        | 1.00304 | 1.00306 | 1.00308 | 1.00310 | 1.00312 | 1.00314 | 1.00315 | 1.00317 | 1.00319 | 1.00321 |
| 22                        | 1.00323 | 1.00325 | 1.00327 | 1.00329 | 1.00331 | 1.00333 | 1.00335 | 1.00337 | 1.00339 | 1.00341 |
| 23                        | 1.00344 | 1.00346 | 1.00348 | 1.00350 | 1.00352 | 1.00354 | 1.00356 | 1.00359 | 1.00361 | 1.00363 |
| 24                        | 1.00366 | 1.00368 | 1.00370 | 1.00372 | 1.00374 | 1.00376 | 1.00379 | 1.00381 | 1.00383 | 1.00386 |
| 25                        | 1.00389 | 1.00391 | 1.00393 | 1.00395 | 1.00397 | 1.00400 | 1.00402 | 1.00404 | 1.00407 | 1.00409 |

表 B.2 \*硼硅玻璃量器衡量法  $K(t)$  值表(硼硅玻璃体胀系数取  $10 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ , 空气密度  $0.0012 \text{ g/cm}^3$ )

| 水 温<br>$t/^\circ\text{C}$ | 0.0     | 0.1     | 0.2     | 0.3     | 0.4     | 0.5     | 0.6     | 0.7     | 0.8     | 0.9     |
|---------------------------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|
| 15                        | 1.00200 | 1.00201 | 1.00203 | 1.00204 | 1.00206 | 1.00207 | 1.00209 | 1.00210 | 1.00212 | 1.00213 |
| 16                        | 1.00215 | 1.00216 | 1.00218 | 1.00219 | 1.00221 | 1.00222 | 1.00224 | 1.00225 | 1.00227 | 1.00229 |
| 17                        | 1.00230 | 1.00232 | 1.00234 | 1.00235 | 1.00237 | 1.00239 | 1.00240 | 1.00242 | 1.00244 | 1.00246 |
| 18                        | 1.00247 | 1.00249 | 1.00251 | 1.00253 | 1.00254 | 1.00256 | 1.00258 | 1.00260 | 1.00262 | 1.00264 |
| 19                        | 1.00266 | 1.00267 | 1.00269 | 1.00271 | 1.00273 | 1.00275 | 1.00277 | 1.00279 | 1.00281 | 1.00283 |
| 20                        | 1.00285 | 1.00286 | 1.00288 | 1.00290 | 1.00292 | 1.00294 | 1.00296 | 1.00298 | 1.00300 | 1.00303 |
| 21                        | 1.00305 | 1.00307 | 1.00309 | 1.00311 | 1.00313 | 1.00315 | 1.00317 | 1.00319 | 1.00322 | 1.00324 |
| 22                        | 1.00327 | 1.00329 | 1.00331 | 1.00333 | 1.00335 | 1.00337 | 1.00339 | 1.00341 | 1.00343 | 1.00346 |
| 23                        | 1.00349 | 1.00351 | 1.00353 | 1.00355 | 1.00357 | 1.00359 | 1.00362 | 1.00364 | 1.00366 | 1.00369 |
| 24                        | 1.00372 | 1.00374 | 1.00376 | 1.00378 | 1.00381 | 1.00383 | 1.00386 | 1.00388 | 1.00391 | 1.00394 |
| 25                        | 1.00397 | 1.00399 | 1.00401 | 1.00403 | 1.00405 | 1.00408 | 1.00410 | 1.00413 | 1.00416 | 1.00419 |

注：“\*”引用 JJG 196-2006 《常用玻璃量器》。

## 附录 C

## 永停滴定仪校准原始记录参考格式

|      |  |           |               |
|------|--|-----------|---------------|
| 委托单位 |  | 环境温度、相对湿度 | _____℃ _____% |
| 仪器名称 |  | 仪器状态      | 正常□ 不正常□      |
| 仪器型号 |  | 证书或通知书号码  |               |
| 制造厂  |  | 校准地点      |               |
| 出厂编号 |  | 校准日期      | 年 月 日         |
| 技术依据 |  |           |               |

## C.1 测量标准及其它设备

| 名称 | 型号规格 | 编号 | 测量范围 | 技术指标 | 溯源证书编号及有效期限 |
|----|------|----|------|------|-------------|
|    |      |    |      |      |             |
|    |      |    |      |      |             |
|    |      |    |      |      |             |

一、外观及通电检查：

二、极化电压示值误差：

| 电压输出值 $U$<br>(mV) | 标准测量值 $U_0$ (mV) |   |     | 示值误差<br>(mV) | 测量不确定度 |
|-------------------|------------------|---|-----|--------------|--------|
|                   | 1                | 2 | 平均值 |              |        |
|                   |                  |   |     |              |        |
|                   |                  |   |     |              |        |
|                   |                  |   |     |              |        |

三、极化电流示值误差：

灵敏度：

| 测量上限<br>$I_F$<br>( $\mu A$ ) | 标准值  |                      | 仪器测量值 $I$ ( $\mu A$ ) |   |     | 绝对误差<br>( $\mu A$ ) | 相对误差<br>(%) | 测量不确定度 |
|------------------------------|------|----------------------|-----------------------|---|-----|---------------------|-------------|--------|
|                              | 标准电阻 | $I_0$<br>( $\mu A$ ) | 1                     | 2 | 平均值 |                     |             |        |
|                              |      |                      |                       |   |     |                     |             |        |
|                              |      |                      |                       |   |     |                     |             |        |
|                              |      |                      |                       |   |     |                     |             |        |
|                              |      |                      |                       |   |     |                     |             |        |
|                              |      |                      |                       |   |     |                     |             |        |

## 四、仪器示值误差：

| 纯度标准值<br>(%) | 样品质量 $m$<br>(g) | 滴定液体积 $V$<br>(mL) | 纯度测量值 $W$<br>(%) | 平均值 $\bar{W}$<br>(%) | 示值误差<br>(%) | 不确定<br>度 |
|--------------|-----------------|-------------------|------------------|----------------------|-------------|----------|
|              |                 |                   |                  |                      |             |          |
|              |                 |                   |                  |                      |             |          |

## 五、仪器重复性：

| 样品质量 $m$<br>(g) | 滴定液体积 $V$<br>(mL) | 纯度测量值 $W$<br>(%) | 平均值 $\bar{W}$<br>(%) | 重复性<br>(%) |
|-----------------|-------------------|------------------|----------------------|------------|
|                 |                   |                  |                      |            |
|                 |                   |                  |                      |            |
|                 |                   |                  |                      |            |
|                 |                   |                  |                      |            |
|                 |                   |                  |                      |            |
|                 |                   |                  |                      |            |

## 六、容量误差

滴定管容量：\_\_\_\_\_ mL； 水温 \_\_\_\_\_ °C；  $K(t)$  \_\_\_\_\_ mL/g

| 滴定管分段容<br>量 (mL) | 空瓶质量 $m_0$<br>(g) | 接入纯水后质量<br>$m_1$ (g) | 纯水质量 $m$<br>(g) | 20°C 体积<br>(mL) | 容量误差<br>$\Delta V$ (mL) | 不确定<br>度 |
|------------------|-------------------|----------------------|-----------------|-----------------|-------------------------|----------|
| 5                |                   |                      |                 |                 |                         |          |
| 10               |                   |                      |                 |                 |                         |          |
| 15               |                   |                      |                 |                 |                         |          |
| 20               |                   |                      |                 |                 |                         |          |
| 25               |                   |                      |                 |                 |                         |          |

校准员：\_\_\_\_\_

核验员：\_\_\_\_\_



校准结果

证书编号：

|                                                                         |
|-------------------------------------------------------------------------|
| 一、外观及通电检查                                                               |
| 二、极化电压示值误差：                                                             |
| 三、极化电流相对误差：                                                             |
| 四、仪器示值误差：                                                               |
| 五、仪器示值重复性：                                                              |
| 六、容量误差：                                                                 |
| -----以下空白-----                                                          |
| 说明：/                                                                    |
| 声明：1. 我×××院（所、中心）仅对加盖“×××单位校准专用章”的完整证书负责。<br>2. 本证书的校准结果仅对本次所校准的计量器具有效。 |

校准员：

核验员：

授权签字人：

共×页 第×页

## 附录 E

## 仪器示值误差的不确定度评定示例

## E.1 测量方法

滴定仪按说明书安装调试好后，将滴定仪上的极化电压设置为 50 mV，称取磺胺嘧啶纯度标准物质 0.2 g，准确称量至 0.0001 g，置于 250 mL 烧杯中，加蒸馏水 40 mL 和盐酸溶液（1→2）15 mL，搅拌溶解后，再加溴化钾 1g，搅拌同时插入洗净的铂-铂电极，在 30℃ 以下用 0.1 mol/L 亚硝酸钠容量分析用标准物质滴定，滴定至终点后记录消耗的亚硝酸钠滴定液的体积，按下式计算磺胺嘧啶的纯度。

$$W = \frac{25.03 \times V \times c}{0.1 \times m} \times 100\%$$

式中：W——磺胺嘧啶纯度，%；

V——滴定至终点时消耗亚硝酸钠滴定液的体积，mL；

c——亚硝酸钠容量分析用标准物质浓度标准值，mol/L；

0.1——亚硝酸钠标准溶液理论浓度，mol/L；

m——磺胺嘧啶的质量，mg；

25.03——与 1ml 亚硝酸钠滴定液（0.1 mol/L）相当的磺胺嘧啶的质量（mg）。

重复测定 6 次，并按下式计算仪器示值误差：

$$\Delta W = \bar{W} - W_s$$

式中：ΔW——仪器示值误差，%；

$\bar{W}$ ——磺胺嘧啶纯度测量值平均值，%；

$W_s$ ——磺胺嘧啶纯度标准值，%。

## E.2 测量模型及不确定度计算公式

## E.2.1 测量模型

$$\Delta W = \bar{W} - W_s \quad (\text{E.1})$$

## E.2.2 不确定度计算公式

$$\text{方差: } u_c^2(\Delta W) = c^2(\bar{W})u^2(\bar{W}) + c^2(W_s)u^2(W_s)$$

$$\text{灵敏系数: } c(\bar{W}) = \frac{\partial \Delta W}{\partial \bar{W}} = 1, \quad c(W_s) = \frac{\partial \Delta W}{\partial W_s} = -1$$

故：  $u_c^2(\Delta W) = u^2(\bar{W}) + u^2(W_s)$

### E.3 不确定度分量来源分析

#### E.3.1 磺胺嘧啶纯度标准物质引入的不确定度分量 $u(W_s)$

查证书可知磺胺嘧啶纯度标准物质浓度不确定度为  $U=0.5\%$ ， $k=2$ 。则有

$$u(W_s) \frac{0.5\%}{2} = 0.25\%$$

#### E.3.2 仪器测量值引入的不确定度分量 $u(\bar{W})$

##### E.3.2.1 滴定管容量误差引入的不确定度分量 $u_{rel,2.1}(\bar{W})$

滴定选择 50 mL 滴定管，A 级容量允差为  $\pm 0.05$  mL，服从均匀分布，则有

$$u_{容} = \frac{0.05}{\sqrt{3}} = 0.0289 \text{ mL}$$

$$u_{rel,2.1}(\bar{W}) = \frac{0.0289}{50} \times 100\% = 0.058\%$$

##### E.3.2.2 容量分析用标准物质引入的不确定度分量 $u_{rel,2.2}(\bar{W})$

查证书可知亚硝酸钠容量分析用标准物质浓度不确定度为  $U_{rel}=1.5\%$ ， $k=2$ 。则有

$$u_{rel,2.2}(\bar{W}) = \frac{1.7\%}{2} = 0.85\%$$

##### E.3.2.3 样品称量过程引入的不确定度分量 $u_{rel,2.3}(\bar{W})$

样品磺胺嘧啶通过电子天平称量 0.2 g，天平的最小分度为 0.0001 g，MPE:  $\pm 0.0005$  g，服从均匀分布，则有

$$u_{rel,2.3}(\bar{W}) = \frac{0.0005}{\sqrt{3} \times 0.2} \times 100\% = 0.144\%$$

以上三项合成，得

$$u_{rel,2}(\bar{W}) = \sqrt{0.058\%^2 + 0.85\%^2 + 0.144\%^2} = 0.864\%$$

#### E.3.3 结果测量重复性引入的不确定度分量 $u_{rel,1}(\bar{W})$

按 E.1 的测量方法重复测量 10 次，得到磺胺嘧啶的纯度结果分别为 98.74%、99.51%、99.76%、99.25%、99.00%、99.00%、99.51%、99.76%、99.25%、99.00%；用贝塞尔公式计算标准偏差可得  $s=0.349\%$ ，相对标准偏差  $s_R=0.38\%$ ，平均值为 99.28%。

实际测量情况，结果取六次测量的平均值，则有

$$u_{rel,1}(\bar{W}) = \frac{0.38\%}{\sqrt{6}} = 0.16\%$$

得到

$$u_{rel}(\bar{W}) = \sqrt{u_{rel,1}^2(\bar{W}) + u_{rel,2}^2(\bar{W})} = \sqrt{0.864\%^2 + 0.16\%^2} = 0.879\%$$

因测量结果平均值为 99.28%，则仪器测量值引入的不确定度为

$$u(\bar{W}) = 0.879\% \times 99.28\% = 0.873\%$$

E.3.4 合成标准不确定度  $u_c$

$$u_c(\Delta W) = \sqrt{u^2(\bar{W}) + u^2(W_s)} = \sqrt{0.25\%^2 + 0.873\%^2} = 0.908\%$$

E.3.5 扩展不确定度  $U$

取  $k=2$ ，则有

$$U = u_c \times k = 0.908\% \times 2 = 1.8\%$$

中华人民共和国

国家计量技术规范

XXXXXXXXXX 校准规范

**JJFXXXX—XXXX**

国家市场监督管理总局发布