JJF

吉 林 省 地 方 计 量 技 术 规 范

水泥浆体流动度测定仪容量校准规范

Calibration Specification For Volume Of Cement Paste Fluidity Tester

xxxx－xx-xx 发布　　xxxx -xx-xx 实施

吉 林 省 市 场 监 督 管 理 厅 发 布

水泥浆体流动度测定仪容量校准规范

Calibration Specification for Volume of Cement Paste Fluidity Tester

JJF（吉）xxx—xxxx

归 口 单 位： 吉林省市场监督管理厅

主要起草单位： 长春市计量检定测试技术研究院

本规范委托长春市计量检定测试技术研究院负责解释

本规范主要起草人：

刘　妍（长春市计量检定测试技术研究院）

兰维永（长春市计量检定测试技术研究院）

左克文（长春市计量检定测试技术研究院）

高博宇（长春市计量检定测试技术研究院）

王　健（长春市计量检定测试技术研究院）

王靖元（长春市计量检定测试技术研究院）

王　泽（长春市计量检定测试技术研究院）

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　概述……（1）
4.1 测定仪的用途……（1）
4.2 测定仪的结构……（1）
5　计量特性……（2）
5.1 测定仪容量的最大允许误差……（2）
6　校准条件……（3）
6.1 环境条件……（3）
6.2 校准介质……（3）
6.3 测量标准及其他设备……（3）
7　校准项目和校准方法……（3）
7.1 校准项目……（3）
7.2 校准方法……（3）
7.3 数据处理……（3）
8　校准结果表达……（4）
9　复校时间间隔……（4）
附录 A　测定仪衡量法 $K(t)$值表……（5）
附录 B　校准记录格式（供参考）……（6）
附录 C　校准证书内页参考格式……（7）
附录 D　测定仪容量示值误差测量结果不确定度评定示例……（8）

引　　言

JJF 1071《国家计量校准规范编写规则》、JJF 1009《容量计量术语及定义》和 JJF 1059.1《测量不确定度评定与表示》共同构成制定本规范的基础性系列规范。

本规范的制定参考了 ISO 4787《实验室玻璃和塑料仪器—容量仪器—容量测试和使用方法》（Laboratory glass and plastic ware—Volumetric instruments—Methods for testing of capacity and for use）和 ISO/TR 20461《重量法体积测量不确定度的测定》（Determination of uncertainty for volume measurements of a pistonoperated volumetric apparatus using a gravimetric method）等文件中的相关技术内容。

本规范为首次发布。

水泥浆体流动度测定仪容量校准规范

1 范围

本规范适用于水泥浆体流动度测定仪（以下简称测定仪）容量的校准

2 引用文件

本规范引用了下列文件：

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

JTG 3420 公路工程水泥及水泥混凝土

JT/T 946 公路工程预应力孔道压浆材料

ISO 4787 实验室玻璃和塑料仪器-容量仪器-容量测试和使用方法（Laboratory glass and plasic ware-Volumetric instruments-Methods for testing of capacity for use）

ISO/TR 20461 重量法体积测量不确定度的测定（Detemination of uncertainty for volume measurements made using the grvimetric method）

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

下列术语和定义适用于本规范。

3.1 术语

水泥浆体流动度测定仪 volume of cement paste fluidity tester

水泥浆体流动度测量仪是利用水头差产生的推力作用进行渗水试验，计量渗水容积，换算路面渗水系数的测量仪器。

3.2 计量单位

测定仪的容量计量单位为毫升，符号为 mL。

4 概述

水泥浆体流动度测量仪是通过容量测量，根据一定量的体积和流出时间，来确定各类水泥净浆体流动度的专门仪器，其适用于公路工程用水泥、水泥砂浆及水泥混凝土试验，常用规格是1725mL，测定仪的结构示意图，如图1所示：

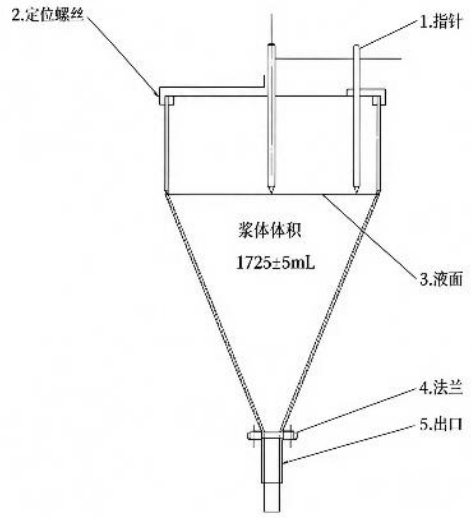


图 1 水泥浆体流动度测定仪

1－指针；2－定位螺丝；3－液面；4－法兰；5－出口

5 计量特性

5.1 测定仪容量的最大允许误差：±5mL。

注：以上指标不适用于合格性判定，仅供参考。

6 校准条件

6.1 环境条件

6.1.1 环境温度：（20±2）℃，且室温变化不得大于 1℃/h。

6.1.2 水温与室温之差不得大于 2℃。

6.1.3 相对湿度：≥50 %。。

6.1.4 室内环境清洁、无腐蚀性气体和振动干扰。

6.2 校准介质

校准介质为纯水（蒸馏水或去离子水），应满足GB/T 6682《分析实验室用水规格和试验方法》三级水的要求。

6.3 测量标准及其他设备

测量标准及其他设备可从表1中选择，也可选用满足不确定度要求的其他标准器及配套设备。

表 1 测量标准及其他设备一览表

设备名称	校准点（V_s）适用范围	实际分度值	技术要求
电子天平	10mL≤V≤2000mL	≤0.01g	Ⅱ级

设备名称	校准点（V_s）适用范围	实际分度值	技术要求
温度计	（0～30）℃	≤0.1℃	MPE：±0.2℃（工作用玻璃液体体温计）
			U≤0.2℃（k=2）（数字温度计）
其他辅助设备	滴管、吸水纸等		

注：玻璃液体温度计和数字温度计可任选其一

7 校准项目和校准方法

7.1 校准项目

容量实际值。

7.2 校准方法

采用衡量法对测定仪的实际容量值进行校准。

7.2.1 校准前的准备

7.2.1.1 校准前，将校准介质提前24h放入实验室，使其温度与环境温度温差绝对值不大于2℃；标准设备和洁净干燥的测定仪均应在实验室内放置不少于4h，以达到温度平衡。

7.2.2 校准步骤

测定仪的校准：

（1）将电子天平放置在一个平整、稳固的平台上，调整至水平位置并通电预热30min以上。

（2）将清洗干净的测定仪垂直稳固地安放在校准架上，充水至测量仪1725mL刻线以上约5mm处。

（3）缓慢地将液面调整到1725mL刻线处，同时排出出水口中的空气，移去出水口的最后一滴水珠。

（4）取一只容量大于测定仪的洁净称量杯，称得其质量。

（5）完全开启阀门，使水充分地从出水口流出，将测定仪校准点的纯水放入称量杯后，称得纯水质量。

（6） 测量纯水的温度，读数应准确到0.1℃。

7.3 数据处理

7.3.1 实际容量值的计算

将执行 7.2.2 条款所测得的数据分别代入式（1），即可求得被校测定仪在标准温度 20℃时的实际容量值。

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

式中：

V_{20}——20℃时测定仪的实际容量，mL；

m——被校测定仪所容纳纯水的表观质量，g；

ρ_B——标准砝码材料密度，取8.00g/cm^3;

ρ_A——校准时实验室内的空气密度,取0.0012g/cm^3;

ρ_W——校准介质在温度 t_w℃时的密度，g/cm^3;

β——被校测定仪的体胀系数，℃$^{-1}$;

t_w——校准时校准介质的温度，℃。

为简便计算过程，也可将式（1）化为下列形式：

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

$$K(t) = \frac{\rho_B - \rho_A}{\rho_B(\rho_w - \rho_A)}\left[1 + \beta(20 - t_w)\right] \tag{3}$$

$K(t)$值列于附录E中，根据测得的质量值（m）和水温所对应的$K(t)$值，即可由式(2)求出被校准测定仪校准点在标准温度20 ℃时的实际容量值。每个校准点重复测量3次，取3次测量结果的平均值作为该校准点的实际容量值，按公式(4)进行计算

$$\overline{V_{20}} = \frac{1}{n}\sum_{i=1}^{n} V_i \tag{4}$$

7.1.1　测定仪容量示值误差按公式（4）计算：

$$\Delta V = V - \bar{V}_{20} \tag{5}$$

式中：

ΔV——测定仪参考校准点的容量示值误差，mL;

V——测定仪参考校准点的标称容量，mL

V_{20}——温度20℃时测定仪参考校准点的实际容量，mL。

8　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：“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) 被校准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) 如果与校准结果的有效性应用有关时，应对被校样品的抽样程序进行说明;

i) 校准所依据的技术规范的标识，包括名称及代号;

j) 本次校准所用测量标准的溯源性及有效性说明;

k) 校准环境的描述;

l) 校准结果及其测量不确定度的说明；

m) 对校准规范的偏离的说明；

n) 校准证书或校准报告签发人的签名、职务或等效标识；

o) 校准结果仅对被校对象有效的声明；

p) 未经实验室书面批准，不得部分复制证书的声明。

1 复校时间间隔

由于复校时间间隔的长短是由仪器的使用情况、使用者、仪器本身质量等诸多因素所决定的，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。

为确保被校测定仪在规定技术性能下使用，建议复校时间间隔一般不超过1年。

附录 A

测定仪衡量法 $K(t)$值表

表 A.1（奥氏体不锈钢体胀系数 $\beta=4.8\times10^{-5}/℃$,空气密度 0.0012g/cm^3）

水温/℃	0.0	0.1	0.2	0.3	0.4	0.5	0.6	0.7	0.8	0.9
15	1.002195	1.002210	1.002215	1.002230	1.002236	1.002251	1.002256	1.002271	1.002287	1.002292
16	1.002307	1.002312	1.002328	1.002343	1.002348	1.002364	1.002379	1.002384	1.002399	1.002415
17	1.002430	1.002435	1.002450	1.002466	1.002481	1.002486	1.002502	1.002517	1.002532	1.002547
18	1.002563	1.002568	1.002583	1.002598	1.002614	1.002629	1.002644	1.002660	1.002675	1.002706
19	1.002706	1.002721	1.002736	1.002741	1.002757	1.002772	1.002797	1.002813	1.002828	1.002843
20	1.002859	1.002874	1.002889	1.002904	1.002920	1.002935	1.002950	1.002966	1.002991	1.003006
21	1.003022	1.003037	1.003052	1.003068	1.003093	1.003108	1.003124	1.003139	1.003164	1.003180
22	1.003195	1.003210	1.003236	1.003251	1.003266	1.003292	1.003307	1.003322	1.003348	1.003363
23	1.003378	1.003404	1.003419	1.003434	1.003460	1.003475	1.003501	1.003516	1.003541	1.003557
24	1.003572	1.003597	1.003613	1.003638	1.003653	1.003679	1.003694	1.003720	1.003745	1.003760
25	1.003786	/	/	/	/	/	/	/	/	/

附录 B

校准记录参考格式

记录（证书）编号：　　第　页 共　页

记录编号：			证书编号：		
客户名称：					
联系地址：					
器具名称：			制造单位：		
器具编号：			型号/规格：		
标称容量：			外观检查：		
唯一性标识：			接收状态：		
校准用介质：			技术依据：		
校准地点：			校准日期：		
环境温度：			相对湿度：　　%		
校准员：		核验员：		批准人：	
校准所使用的主要计量标准器具：					
名称及本院编号	测量范围	不确定度/准确度等级/最大允许误差	检定/校准单位及证书号	有效期至	

校准点/mL	序号	校准介质温度/℃	质量值（g）	实际容量值（mL）	实际容量平均值（mL）	示值误差（mL）	扩展不确定（mL）k=2
	1						
	2						
	3						

附录 C

校准证书内页参考格式

校　准　结　果

Results of calibration

校准点（mL）	实际容量值（mL）	示值误差(mL）	扩展不确定度 U（mL） k=2

以下空白

附录 D

测定仪容量示值误差测量结果不确定度评定示例

D.1　被测对象

水泥浆体流动度测定仪。

D.2　测量标准

电子天平：适用容量范围：10mL≤V≤2000mL，实际分度值：不大于0.01g，准确度等级：Ⅱ级。

温度计：测量范围：（0～30）℃, MPE:±0.2℃。

D.3 环境条件

环境温度：（20±2）℃，室内温度变化不大于1℃，水温与室温之差不得大于2℃；相对湿度：≥50 %。

D.4 测量模型

$$\Delta V = V - \bar{V}_{20} \qquad \text{（D.1）}$$

式中：ΔV −测定仪的示值误差，mL

V−标称容量，mL

$\bar{V}_{20}$− 测定仪实际容量的平均值，mL

$$\Delta V = V - \frac{m(\rho_B - \rho_A)}{\rho_B(\rho_w - \rho_A)}\left[1 + \beta(20 - t_w)\right] \qquad \text{（D.2）}$$

D.5　方差及灵敏系数

D.5.1　方差

由测量模型（D.1）得合成方差为：

$$u_c(\Delta V) = \sqrt{u^2(V) + \left[c_1 \cdot u(m)\right]^2 + \left[c_2 \cdot (u(\rho_B)\right]^2 + \left[c_3 \cdot u(c(\rho_A)\right]^2 + \left[c_4 \cdot u(\rho_w)\right]^2 + \left[c_5 \cdot u(\beta)^2\right] + \left[c_6 \cdot u(t_w)^2\right]} \qquad \text{（D.3）}$$

D.5.2 各灵敏度系数：

由于各影响量相互独立，根据数学模型，计算得到相应的灵敏系数为：

$$c_m = \frac{\partial V_{20}}{\partial(m)} = \frac{1}{\rho_w - \rho_A} \times \left(1 - \frac{\rho_A}{\rho_B}\right) \times \left[1 + \beta(20 - t_w)\right]$$

$$c_{\rho B} = \frac{\partial V_{20}}{\partial \rho_B} = -\frac{m}{\rho_w - \rho_A} \times \frac{\rho_A}{\rho_B^2} \times \left[1 + \beta(20 - t_w)\right]$$

$$c_{\rho A} = \frac{\partial V_{20}}{\partial \rho_A} = \frac{m}{(\rho_w - \rho_A)^2} \times (1 - \frac{\rho_A}{\rho_B}) \times \left[1 + \beta(20 - t_w)\right]$$

$$c_{\rho w}=\frac{\partial V_{20}}{\partial \rho_w}=-\frac{m}{(\rho_w-\rho_A)^2}\times(1-\frac{\rho_A}{\rho_B})\times[1+\beta(20-t_w)]$$

$$c_{\beta}=\frac{\partial V_{20}}{\partial \beta}=\frac{m}{\rho_w-\rho_A}\times(1-\frac{\rho_A}{\rho_B})\times(20-t_w)$$

$$c_{t}=\frac{\partial V_{20}}{\partial t}=-\frac{m}{\rho_w-\rho_A}\times(1-\frac{\rho_A}{\rho_B})\times\beta$$

D.6 不确定度的来源与评定

D.6.1 测量重复性引入的标准不确定度分量u(V)

对测定仪1725mL校准点进行重复测量10次，测量结果分别为：1729.72mL、1728.98mL、1729.77mL、1729.88mL、1728.90mL、1729.55mL、1729.76mL、1729.87mL、1729.67mL、1728.99mL，以单次测量值的算术平均值作为测量结果，则其重复性带来的标准不确定度分量

$$u(V)=\frac{s(V)}{\sqrt{3}}=0.22mL$$

D.6.2 电子天平引入的标准不确定度分量$u(m)$

分度值为0.01g的电子天平，测量范围为（0.1～4100g），最大允许误差为±0.10g，服从均匀分布，则电子天平引入的标准不确定度分量$u(m)$为：

$$u(m)=\frac{0.10g}{\sqrt{3}}=0.058g$$

D.6.3 砝码密度引入的标准不确定度分量$u(\rho_{\mathrm{B}})$

根据 JJG 99 砝码检定规程可知，大多数砝码是由有限的几种合金制成, 如果采用已知密度值 8.00 g/cm^3，其不确定度将采用规程中所给不确定度的1/3,标准砝码的不确定度U=0.047 g/cm^3,则砝码密度引入的标准不确定度分量$u(\rho_{\mathrm{B}})$ 为

$$u(\rho_B)=\frac{0.047\mathrm{g/cm^3}}{2}=0.024g/cm^3$$

D.6.4 空气密度引入的标准不确定度分量$u(\rho_{\mathrm{A}})$

恒温室中测量的空气密度通常为(0.00115～0.00123)g/cm^3。由于空气密度变化对质量值的影响，校准过程中空气密度变化约为0.00003 g/cm^3，服从均匀分布，包含因子$k=\sqrt{3}$，则标准不确定度分量为

$$u(\rho_A)=\frac{0.00003\mathrm{g/cm^3}}{\sqrt{3}}=1.8\times10^{-5}g/cm^3$$

D.6.5 水密度引入的标准不确定度分量$u(\rho_w)$

采用BIPM推荐的Tanaka纯水密度公式计算，测量过程中，水温大约有0.2℃的变化，水密度变化约为0.00005g/cm^3,属于均匀分布，包含因子$k=\sqrt{3}$，则水密度引入的标准不确定度分量$u(\rho_w)$为

$$u(\rho_w)=\frac{0.00005\text{g/cm}^3}{\sqrt{3}}=2.9\times10^{-5}\,g/cm^3$$

D.6.6 体胀系数引入的标准不确定度分量

测量过程中，体胀系数为4.8×10^{-5}/℃，属于均匀分布，包含因子$k=\sqrt{3}$，则体胀系数引入的标准不确定度$u(\beta)$为：

$$u(\beta)=\frac{0.000048/℃}{\sqrt{3}}=2.8\times10^{-5}℃^{-1}$$

D.6.7 温度变化引入的标准不确定度分量 ：

在测量中，采用50℃/0.1℃水银温度计，故温度计本身存在±0.2℃的误差

$$u(t)=\frac{0.2℃}{\sqrt{3}}=0.12℃$$

D.7 标准不确定度一览表

标准不确定度一览表，见表A.1

表 E.7 标准不确定度一览表

标准不确定度分量 u_i	不确定度来源	标准不确定度 $u(x_i)$	C_i	$\lvert c_i\rvert u(x_i)$/mL
$u(V)$	测量重复性引入的标准不确定度	0.22mL	1	0.22mL
$u(m)$	电子天平引入的标准不确定度	0.058g	1.002939cm^3/g	5.8×10^{-2}
$u(\rho_B)$	砝码密度引入的标准不确定度	0.024g/cm^3	-3.2×10^{-2}（cm^3）^{2}/g	7.7×10^{-4}
$u(\rho_A)$	空气密度引入的标准不确定度	1.8×10^{-5} g/cm^3	1734.88（cm^3）^{2}/g	3.1×10^{-2}
$u(\rho_w)$	水密度引入的标准不确定度	2.9×10^{-5} g/cm^3	-1734.88（cm^3）^{2}/g	5.0×10^{-2}
$u(\beta)$	体胀系数引入的标准不确定度	2.8×10^{-5}℃	−691.82cm^3℃	1.9×10^{-2}
$u(t)$	温度变化引入的标准不确定度	0.12 ℃	-8.3×10^{-2}（cm^3）^{2}/℃	1.0×10^{-2}
注：水温 t=20.4℃ $\rho_w=0.99812\,g/cm^3$				

D.8 合成标准不确定度

由于以上分量相互独立，所以合成标准不确定度为：

$$u_c=\sqrt{u^2(V)+u^2(m)+u^2\left(\rho_B\right)+u^2\left(\rho_A\right)+u^2\left(\rho_w\right)+u^2(\beta)+u^2(t)}=0.24\text{mL}$$

D.9 扩展不确定度

当置信概率 $p=95\%$ 时，取包含因子 $k=2$ ，扩展不确定度为：

$$U=k\cdot u_c=2\times 0.24\text{mL}=0.47\text{mL}$$

D.10 测量结果不确定度报告

水泥浆体流动度测定仪容量测量结果的不确定度为U=0.47mL，k=2。

JJF(吉) xxx—xxxx

吉林省地方计量技术规范

水泥浆体流动度测定仪容量校准规范

JJF(吉) xxx—xxxx

吉林省市场监督管理厅发布

*

版权所有　不得翻印

297 mm×210 mm A4 纸

xxxx 年 xx 月第 1 版　　xxxx 年 xx 月第 1 次印刷