

湖北省地方计量技术规范

JJF (鄂) **—2023

毛细管塞比重瓶校准规范

Calibration Specification for Capillary Stoppered Pyknometers

20**-**-**发布

20**-**-**实施

湖北省市场监督管理局 发布

毛细管塞比重瓶校准规范

Calibration Specification for

Capillary Stoppered Pyknometers

JJF (鄂) **—2023

归口单位：湖北省市场监督管理局

主要起草单位：湖北省计量测试技术研究院

本规范委托湖北省计量测试技术研究院负责解释

本规范主要起草人：

王 娜（湖北省计量测试技术研究院）

陈 媛（湖北省计量测试技术研究院）

陈 芸（湖北省计量测试技术研究院）

参加起草人：

吕 婷（湖北省计量测试技术研究院）

程硕桢（湖北省计量测试技术研究院）

陈 康（湖北省计量测试技术研究院）

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)
5 计量特性	(2)
6 校准条件	(2)
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 校准前准备	(3)
7.3 校准方法	(3)
8 校准结果表达	(4)
9 复校时间间隔	(5)
附录 A 衡量法 $K(t)$ 值表	(6)
附录 B 毛细管塞比重瓶校准原始记录参考格式	(7)
附录 C 毛细管塞比重瓶校准证书 (内页) 参考格式	(8)
附录 D 毛细管塞比重瓶容量测量的不确定度评定示例	(9)

引 言

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

本规范参考了 JJG 196—2006《常用玻璃量器检定规程》、GB/T 6682—2008《分析实验室用水规格和试验方法》、GB/T 13377—2010《原油和液体或固体石油产品 密度或相对密度的测定 毛细管塞比重瓶和带刻度双毛细管比重瓶法》、ISO3507—1999《实验室玻璃器皿—比重瓶》文件中相关术语、技术指标、测量方法等内容。

本规范为首次发布。

毛细管塞比重瓶校准规范

1 范围

本规范适用于测量范围（1~100）mL 的玻璃毛细管塞比重瓶的校准。

其他容量的玻璃毛细管塞比重瓶也可参照本规范校准。

2 引用文件

JJG 196—2006 常用玻璃量器检定规程

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 13377—2010 原油和液体或固体石油产品 密度或相对密度的测定 毛细管塞比重瓶和带刻度双毛细管比重瓶法

ISO 3507—1999 实验室玻璃器皿—比重瓶（Laboratory glassware-Pyknometers）

凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本规范。

3 术语和计量单位

3.1 术语

3.1.1 空气中的表观质量 apparent mass in air

对照标准砝码，在空气中称重所得的值，其中标准砝码和所称物体均未进行空气浮力影响的修正。

3.1.2 毛细管塞比重瓶 capillary stoppered pyknometer

由玻璃制成，配有一个中心有毛细孔的瓶塞，测量液体或固体密度的瓶状量器。

3.2 计量单位

3.2.1 容量单位 capacity unit

玻璃量器的容量单位为立方厘米（cm³）或毫升（mL）。毫升（mL）为立方厘米（cm³）的专用名称。

4 概述

毛细管塞比重瓶是一种量入式玻璃量器，通常采用钠钙玻璃或硼硅玻璃制成，常用于测定原油和石油产品的密度。其原理是通过比较相同体积的试样和水的质量来确

定密度。毛细管塞比重瓶常见型式为防护帽型、盖-卢塞克型、广口型，如图 1。

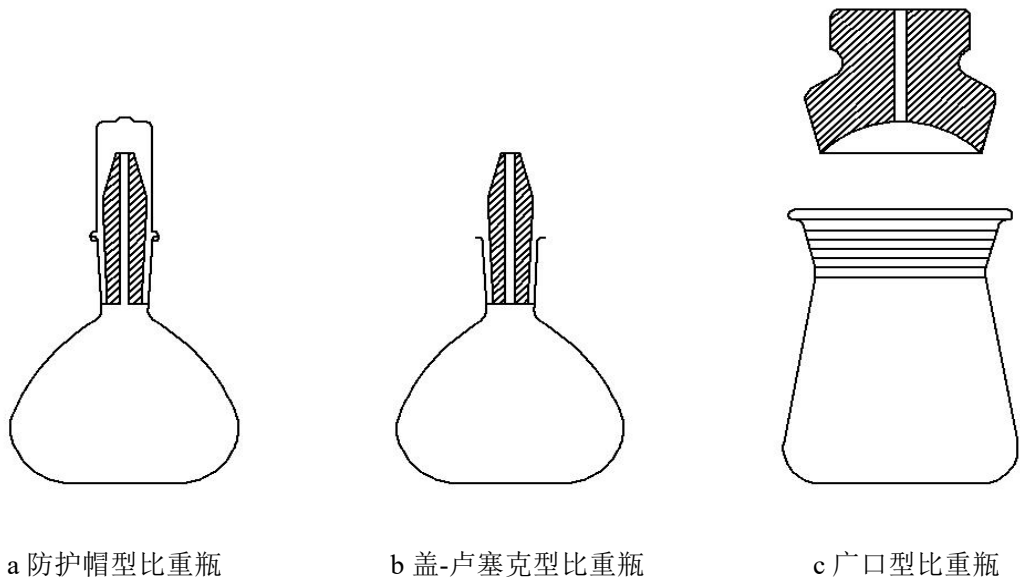


图 1 毛细管塞比重瓶

5 计量特性

毛细管塞比重瓶主要计量特性见表 1。

表 1 毛细管塞比重瓶计量特性

标称容量（mL）	校准点（mL）	容量允许误差（mL）
1	1	±0.2
2	2	±0.3
5	5	±0.5
10	10	±1
25	25	±2
50	50	±3
100	100	±3
注：以上指标不适用于合格性判断，仅供参考。		

6 校准条件

6.1 环境条件

6.1.1 环境温度：(20±5)℃，且室温变化不得大于 1℃/h；

6.1.2 环境相对湿度：不大于 80%；

6.1.3 水温：水温和室温之差不得大于 2℃。

6.2 校准介质

校准介质为纯水（去离子水或蒸馏水），应符合 GB/T 6682—2008 三级水及以上要求。

6.3 测量标准及其他设备

6.3.1 电子天平：测量范围（0~200）g，分度值不大于 0.1 mg 的Ⅰ级天平。

6.3.2 温度计：测量范围（0~50）℃，分度值不大于 0.1℃的合格温度计。

7 校准项目和校准方法

7.1 校准项目

容量示值

7.2 校准前准备

7.2.1 实验用纯水提前 24 h 放入实验室，使水温和室温之差不超过 2℃；

7.2.2 毛细管塞比重瓶应具有下列标记：厂名或商标、标准温度（20℃）、型式标记（In）、标称总容量与单位（XXmL）。

7.2.3 毛细管塞比重瓶密合性检查：注水约 2/3 处，盖上瓶塞，用手按住瓶塞上小孔，倒置 10 次。每次倒置状态至少持续 10 s，瓶塞和瓶体应配合严密，无渗漏现象。

7.2.4 毛细管塞比重瓶及配套毛细管瓶塞应清洗干净并进行干燥处理后，至少提前 4 h 放入实验室恒温；

7.3 校准方法

毛细管塞比重瓶的容量示值采用衡量法进行校准，步骤如下：

7.3.1 将毛细管塞比重瓶放入电子天平中，待天平显示稳定后，按下去皮键使天平复零。

7.3.2 从天平上取出毛细管塞比重瓶，打开毛细管瓶塞，将纯水注满比重瓶，注意此时防止比重瓶中产生气泡。盖上瓶塞，用滤纸或其它辅助工具迅速擦干比重瓶表面和瓶塞孔中溢出的水分。

7.3.3 将毛细管塞比重瓶放回天平称量盘上,待天平显示稳定后,记录此时天平显示纯水质量 m ,用温度计测量并记录毛细管塞比重瓶内纯水的温度 t 。

7.3.4 重复测量至少两次,两次测量结果的差值应不超过被测玻璃量器容量允许误差的 $1/4$,并取其平均值作为其实际容量。

7.3.5 毛细管塞比重瓶在标准温度 $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下的实际容量按照下式计算:

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

式中: V_{20} ——标准温度 $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时被校比重瓶的实际容量, mL;

m ——被校比重瓶所能容纳水的表观质量, g;

ρ_B ——砝码密度,取 8.00 g/cm^3 ;

ρ_A ——校准时实验室内的空气密度,取 0.0012 g/cm^3 ;

ρ_w ——纯水在 $t\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时的密度, g/cm^3 ;

β ——被校比重瓶的体胀系数, $^{\circ}\text{C}^{-1}$;

t ——校准时纯水的温度, $^{\circ}\text{C}$ 。

为方便计算,公式 (1) 可以简化为下列公式 (2)

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

$$\text{其中: } K(t) = \frac{(\rho_B - \rho_A)}{\rho_B(\rho_w - \rho_A)} [1 + \beta(20 - t)] \quad (3)$$

$K(t)$ 值列于附录 A 中。

7.3.6 实际容量示值误差

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

式中: ΔV ——实际容量的示值误差, mL;

V ——标称容量, mL;

\bar{V} ——2 次测量的算术平均值, mL。

8 校准结果表达

校准后,出具校准证书。校准结果应在校准证书上反映,校准证书应至少应包括

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) 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) 环境条件的描述；
- 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。

校准测量不确定度评定示例见附录 D，校准原始记录参考格式见附录 B，校准证书内页参考格式见附录 C。

9 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取决于仪器的使用保养情况、使用者、仪器本身质量等诸多因素，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

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

水温 / $^\circ\text{C}$	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 A.2 (硼硅玻璃体胀系数 $10 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$, 空气密度 0.0012 g/cm^3)

水温 / $^\circ\text{C}$	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

附录 B

毛细管塞比重瓶校准原始记录参考格式

证书号 (记录号): _____

客户单位		仪器名称	
外观检查		生产单位	
规格型号		仪器编号	
标准温度		校准依据	
校准介质		环境温度	°C
环境相对湿度	%	校准地点	
标准器名称		标准器型号	
标准器编号		标准器测量范围	
标准器证书号		标准器证书有效期	
标准器不确定度或准确度等级或最大允许误差			
标准器溯源机构		其他	

容量示值:

标称容量 (mL)	序号	水温 t (°C)	纯水质 量 m (g)	$K(t)$ 值	实际容量 V_{20} (mL)	校准结果	示值误差 (mL)	容量允差 (mL)
	1					$\overline{V}_{20} =$		
	2					$U =$ ($k=2$)		
备注: $V_{20} = m \cdot K(t)$								

校准员: _____ 核验员: _____ 日期: _____年____月____日

共 页 第 页

附录 C

毛细管塞比重瓶校准证书（内页）参考格式

证书号（记录号）：_____

校准结果				
校准环境条件	温 度：_____℃ 相对湿度：_____%		校准地点：_____ 其 他：_____	
标称容量 (mL)	实际容量 (mL)	实际容量的扩展 不确定度 U ($k=2$)	示值误差 (mL)	容量允差 (mL)

以下空白

附录 D

毛细管塞比重瓶容量测量的不确定度评定示例

D.1 测量概述

D.1.1 测量原理：采用衡量法进行容量测量。通过电子天平称量被测毛细管塞比重瓶装满纯水时纯水的质量，用温度计测量纯水温度，根据该温度下的修正值计算得到毛细管塞比重瓶在标准温度 20 °C 时的实际容量。

D.1.2 测量依据：JJF (鄂) ***—20** 《毛细管塞比重瓶校准规范》。

D.1.3 测量对象：标称容量为 50 mL 的毛细管塞比重瓶，材质为钠钙玻璃。

D.1.4 仪器设备：电子天平，测量范围（0~220）g，分度值 0.1 mg；精密温度计，测量范围（0~50）°C，分度值 0.1 °C。

D.1.5 测量条件：室温要求（20±5）°C，实际测量水温为 22.0 °C。

D.2 测量模型

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

式中：\$V_{20}\$——标准温度 20 °C 时被校比重瓶的实际容量，mL；

\$m\$——被校比重瓶所能容纳水的表观质量，g；

\$\rho_B\$——砝码密度，取 8.00 g/cm³；

\$\rho_A\$——校准时实验室内的空气密度，取 0.0012 g/cm³；

\$\rho_w\$——纯水在 \$t\$ °C 时的密度，g/cm³；

\$\beta\$——被校比重瓶的体胀系数，°C⁻¹；

\$t\$——校准时纯水的温度，°C。

(D.1) 式可化简为：

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

其中：

$$K(t) = \frac{(\rho_B - \rho_A)}{\rho_B(\rho_w - \rho_A)} [1 + \beta(20 - t)] \quad (D.3)$$

(D.2) 式中，根据测定纯水质量 \$m\$ 值和测定水温所对应的 \$K(t)\$ 值，可以由式 (D.2)

计算被检玻璃量器在 20 °C 时的实际容量。

D.3 输入量标准不确定度的评定和不确定度分量

主要是由输入量 m 和 $K(t)$ 引入的不确定度分量 $u(m)$ 和 $u[K(t)]$ ， $u(m)$ 引入的不确定度主要来自天平的最大允许误差和测量重复性， $u[K(t)]$ 来自水温测量带来的温度修正。由公式 (D.2)， $V_{20} = m \cdot K(t)$ 可得：

$$c_1 = \frac{\partial V_{20}}{\partial m} = K(t) \quad (\text{D.4})$$

$$c_2 = \frac{\partial V_{20}}{\partial K(t)} = m \quad (\text{D.5})$$

因 $u(m)$ 和 $u[K(t)]$ 不相关，因此合成标准不确定度为：

$$u_c = \sqrt{c_1^2 u^2(m) + c_2^2 u^2[K(t)]} \quad (\text{D.6})$$

D.3.1 纯水质量 m 引入的标准不确定度分量 $u(m)$

D.3.1.1 称量时电子天平引入的标准不确定度 $u(m_1)$

称量时，该电子天平最大允许误差为 ± 0.0015 g，服从均匀分布，所以：

$$u(m_1) = 0.0015 \text{ g} / \sqrt{3} = 0.00087 \text{ g} \quad (\text{D.7})$$

D.3.1.2 测量重复性引入的标准不确定度 $u(m_2)$

测量重复性由 10 次测量数据测得，分别为 51.2089 g、51.2147 g、51.2208 g、51.2075 g、51.2121 g、51.2048 g、51.2078 g、51.2144 g、51.2227 g、51.2120 g。

重复性计算

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}} = 0.0058 \text{ g} \quad (\text{D.8})$$

$$\bar{x} = \frac{\sum_{i=1}^{10} x_i}{10} = 51.2126 \text{ g} \quad (\text{D.9})$$

实际测量次数为 2 次，分别为 51.2118 g、51.2096 g，平均值

$$\bar{m} = 51.2107 \text{ g} \quad (\text{D.10})$$

$$u(m_2) = \frac{s}{\sqrt{n}} = \frac{s}{\sqrt{2}} = 0.0041 \text{ g} \quad (\text{D.11})$$

由 m 引入的标准不确定度分量 $u(m)$ 为:

$$u(m) = \sqrt{u^2(m_1) + u^2(m_2)} = 0.0042 \text{ g} \quad (\text{D.12})$$

标准不确定度分量 $u(m)$ 的灵敏系数为:

$$c_1 = \frac{\partial V_{20}}{\partial m} = K(t) = 1.00323 \text{ cm}^3/\text{g} \quad (\text{D.13})$$

D.3.2 $K(t)$ 引入的不确定度分量 $u[K(t)]$

校准时用 $0.1^\circ\text{C}/50^\circ\text{C}$ 时水银水温计测量水温, 查附录 A 中 $K(t)$ 值可知, 温度每变化 0.1°C , $K(t)$ 值的最大变化量为 $0.00003 \text{ cm}^3/\text{g}$, 温度计的最大允许误差为 $\pm 0.15^\circ\text{C}$, 服从均匀分布, 所以:

$$u[K(t_1)] = 1.5 \times 0.00003 / \sqrt{3} = 0.000026 \text{ cm}^3/\text{g} \quad (\text{D.14})$$

校准时, 实验室温度会发生变化, 本规范室温变化不得大于 $1^\circ\text{C}/\text{h}$, 水温会跟着室温变化, 取水温变化量为 1°C , 则 $K(t)$ 值的最大变化量为 $0.00025 \text{ cm}^3/\text{g}$ 。

$$u[K(t_2)] = 0.00025 / \sqrt{3} = 0.00014 \text{ cm}^3/\text{g} \quad (\text{D.15})$$

输入量 $K(t)$ 引入的标准不确定度为:

$$u[K(t)] = \sqrt{u^2[K(t_1)] + u^2[K(t_2)]} = 0.00014 \text{ cm}^3/\text{g} \quad (\text{D.16})$$

不确定度分量 $u[K(t)]$ 灵敏系数为:

$$c_2 = \frac{\partial V_{20}}{\partial K(t)} = m = 51.2107 \text{ g} \quad (\text{D.17})$$

D.4 不确定度分量汇总表

表 D.1 不确定度分量汇总表

标准不确定度分量	不确定度来源	标准不确定度分量	灵敏系数 c_i	标准不确定度
$u(m)$	纯水质量	0.0042 g	1.00323 cm ³ /g	0.0042 cm ³
$u[K(t)]$	温度变化	0.00014 cm ³ /g	51.2107 g	0.0072 cm ³

D.5 合成标准不确定度

合成标准不确定度：

$$u_c = \sqrt{c_1^2 u^2(m) + c_2^2 u^2[K(t)]} = 0.0083 \text{ cm}^3/\text{g} = 0.0083 \text{ mL} \quad (\text{D.18})$$

D.6 扩展不确定度

$$U = k u_c = 0.02 \text{ mL}, k = 2 \quad (\text{D.19})$$

D.7 测量不确定度报告

在环境温度 21.5 °C，实际测量水温为 22.0 °C 的条件下，测得标称容量 50 mL 的钠钙玻璃毛细管塞比重瓶在标准温度 20 °C 的实际容量为 (51.38±0.02) mL。

所报告的扩展不确定度是由测量标准不确定度 0.0083 mL 乘以包含因子 $k=2$ 得到。