

《毛细管塞比重瓶校准规范》 编制说明

编制组

2023 年 12 月

毛细管塞比重瓶校准规范编制说明

一、编制规范的项目背景（任务来源、目的和意义等）

根据鄂市监办〔2022〕60号《省市场监管局办公室关于印发2022年度地方计量规范修订计划的通知》的要求,《毛细管塞比重瓶校准规范》列入2022年计划,主要起草单位为湖北省计量测试技术研究院。毛细管塞比重瓶用于测定固体和煤焦油产品,包括道路沥青、木馏油或焦油沥青或是与石油产品混合物。湖北省企业每年送检毛细管塞比重瓶达几百台,因没有相应的国家规程规范,我省暂时不能对该仪器出具检定证书,仅能根据相近的规范出具校准证书。制定《毛细管塞比重瓶校准规范》,能满足客户要求,使毛细管塞比重瓶的校准有规可依。迄今为止,国内没有与毛细管塞比重瓶相关的规程规范,其容量的校准一般参照相近的规程规范,如JJG 196—2006《常用玻璃量器检定规程》、JJG10—2005《专用玻璃量器检定规程》,但由于其毛细管口的特殊性,需要一个专门的校准规范对其校准方法对其规范化。

二、编制工作简况（包括起草过程等）

1.2022年10月14日,下发了关于《湖北省市场监督管理局办公室关于印发2022年度地方计量规范制修订计划的通知(鄂市监办量〔2022〕60号)》等多项地方计量技术规范制修订计划的通知。2022年10月14日,毛细管塞比重瓶校准规范编制工作组正式成立。

2.2022年10月至2022年12月,编制工作组成员分工协作,收集和整理了毛细管塞比重瓶的相关的标准和资料,对毛细管塞比重瓶的相关使用方法进行了分类整理,对仪器原理,仪器型号规格、仪器校准条件,以及适用范围有了进一步的研究。根据本规范的结构内容设定,校准项目的初步确定等问题向仪器生产厂家及相关的使用单位的专家进行了沟通,收集了意见和建议。根据毛细管塞比重瓶的量程范围以及使用场景,参考ISO3507—1999,通过线下会议讨论校准规范初稿。同时收集了毛细管塞比重瓶的生产厂家清单及使用企业清单,为下一步的试验计划准备条件

3.2023年01月至2023年03月,根据收集资料和讨论结果,编制了毛细管

塞比重瓶的校准规范的初稿。根据常见的毛细管塞比重瓶品牌型号，进行仪器的分析试验并整理分析数据，完成验证试验。对测量结果进行不确定度评定，完善校准规范初稿。

4.2023 年 4 月，编制组拟召开规范初稿评审会，由湖北省计量测试技术研究院科技委专家召开会议，编制组成员参会，对编制说明、规范初稿、不确定度评定报告、试验验证报告进行审查。

5.2023 年 5 月-2023 年 8 月，完成验证报告，收集意见，根据收集的意见汇总表完善《毛细管塞比重瓶校准规范》征求意见稿。

6.2023 年 9 月，将《毛细管塞比重瓶校准规范》编制说明、试验报告、验证报告、征求意见汇总表、征求意见稿等进行公示，公示期 1 个月。

7.2023 年 11 月 17 日，邀请省内外专家对《毛细管塞比重瓶校准规范》进行预评审，预评审通过后开具评审意见书。

8.2023 年 12 月，《毛细管塞比重瓶校准规范》编写组根据评审意见进行整改，形成送审稿。

三、规范编制依据（包括重要技术条款的依据和有关说明）

1. JJF 1071—2010 《国家计量校准规范编写规则》
2. JJF 1001—2011 《通用计量术语及定义》
3. JJF 1059.1—2012 《测量不确定评定与表示》
4. JJG 196—2006 《常用玻璃量器检定规程》7.3.5.1 衡量法和附录 B 中 $K(t)$ 表
5. GB/T 6682—2008 《分析实验用水规格和试验方法》条款 4 级别和条款 5 规格的规定。
6. 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》术语 3.2 的引用
7. ISO3507—1999 《实验室玻璃器皿-比重瓶》表 4 对于毛细管塞比重瓶最大允许误差的规定。

以上共同构成支撑校准规范制定工作的基础性系列规范。

四、编制的主要内容（包括对重大分歧意见的处理结果和依据等）

1 关于范围

本规范适用于测量范围（1~100）mL 的毛细管塞比重瓶的校准，超出本范围段容量的毛细管塞比重瓶也可以参考本规范校准，但是没有规定容量允许误差的参考值。

2 关于引用文件

本规范的术语和定义来自于 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》、不确定度来评定参考 JJF 1059.1—2012《测量不确定评定与表示》、校准方法参考 JJG 196—2006《常用玻璃量器检定规程》、校准介质要求满足 GB/T 6682—2008《分析实验用水规格和试验方法》、最大允许误差参考值来自于 ISO3507—1999《实验室玻璃器皿-比重瓶》

3 关于术语

为有效本规范的条文，对一些名词进行了解释，均来自于引用标准，术语“容量单位”出自 JJG 196—2006《常用玻璃量器检定规程》、术语“空气中的表观质量”出自 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》，术语“毛细管塞比重瓶”由其本身材质、型式、结构、用途等经验定义，概念上保持了一致性。

4 关于概述

主要介绍了毛细管塞比重瓶分类、原理、用途，给出了相应的图片样式。

5 关于计量特性

容量示值是毛细管塞比重瓶最主要最天然的计量特性，本规范给出了标称容量（1~100）mL 范围段内允许误差，该允许误差仅供参考，不做合格性判断。密合性检查做为校准前准备工作。残余应力有可能导致玻璃量器的破裂，但应力检查对于容量示值影响不大，且应力测量对于实验室要求较高，需要专门的应力仪，且价格昂贵。对于即将修订的 JJG 196—2006《常用玻璃量器检定规程》，应力正在考虑是否删除，所以未做应力测量。

6 关于校准条件

其中环境条件、校准介质、校准设备参考了 JJG 196—2006《常用玻璃量器检定规程》，满足了钠钙玻璃和硅硼玻璃材质的容量校准要求。

7 关于校准项目和校准方法

其中校准项目是实际应用中客户关注的实际容量示值，方法参照 JJG 196—2006 《常用玻璃量器检定规程》7.3.5.1 衡量法和附录 B 中 $K(t)$ ，实验用水提前 24 小时放入实验室，使水温和室温之差不超过 2°C 。被校准比重瓶及配套毛细管瓶塞应清洗干净并进行干燥处理后提前 4 小时放入实验室。

校准方法如下：将清洗干净并干燥处理过的毛细管塞比重瓶放入电子天平中，待天平显示稳定后，按下操作键使天平去皮复零。从天平上取出毛细管塞比重瓶，向比重瓶中注入纯水，盖上毛细管瓶塞，使多余的水由瓶塞上的毛细管挤出，用滤纸或其它辅助工具迅速擦干比重瓶表面的水分。将毛细管塞比重瓶放回天平称量盘上，待天平显示稳定后，记录此时天平显示数值 m ，同时测量并记录毛细管塞比重瓶内纯水的温度 t 。重复测量至少两次，两次测量数值的差值应不超过该测量点允许误差的 $1/4$ ，并取其平均值作为其实际容量。

毛细管塞比重瓶在标准温度 20°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°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 $t^{\circ}\text{C}$ 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）

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

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

$K(t)$ 值列于附录 A 中。

实际容量示值误差按下式计算：

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

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 关于校准结果表达

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 关于复校时间间隔

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。

10 关于附录

包含衡量法 $K(t)$ 表、校准证书（内页）格式、校准原始记录参考格式、不确定度评定示例

五、与国内外标准、规程规范等技术文件的兼容情况

玻璃量器的校准是一个很成熟的方法，其中衡量法在国内外沿用至今，其准确性一直得到验证。迄今为止，毛细管塞比重瓶一直没有相关的国家检定规程或校准规范，我省现在主要参照 JJG 10—2005《专用玻璃量器检定规程》或 JJG 196—2006《常用玻璃量器检定规程》对其进行校准，其校准过程使用纯水做为介质，用温度计测量纯水温度，用电子天平做为称量标准器，然后根据衡量法 $K(t)$ 表，换算到标准温度 20℃ 下毛细管塞比重瓶的容量。根据毛细管塞比重瓶的设计原理来看，上述测量方法均是用纯水做介质，利用天平称量的衡量法来测量其容量，该规范将其校准方法规范化。

六、风险评估及社会经济效益（实施规程的风险评估、对经济社会发展可能产生的影响、贯彻实施规程的要求、措施等建议）

该规范主要由湖北省计量测试技术研究院承担试验，编制小组验证规范各项技术条款和方法制定的合理性。验证试验方面，试验对象覆盖了毛细管塞比重瓶主流型号产品。试验过程中，首先同省级法定计量机构和同行业从事小容量校准的第三方公司进行了技术交流，也通过线上模式与主要生产厂家的技术工程师进行了交流沟通，讨论规范所述校准方法与厂家出厂校验方法的一致性。具体试验验证结果见试验报告，结果表明规范编制条款制定合理，可操作性强。近五年内湖北省计量测试技术研究院校准的毛细管塞比重瓶每年都在 200 只以上，加上省内各个地市和第三方校准机构的，数量更多，且每年有增加趋势，急需一个能全面衡量毛细管塞比重瓶性能的规范。该项目完成后，可以依据该地方规范建立计量标准，完成企业送检的毛细管塞比重瓶的溯源工作，为毛细管塞比重瓶校准工作提供技术支持，切实解决企业的溯源要求。

七、其它说明的事项（如涉及的必要专利信息等）

无