



北京市地方计量技术规范

JJF (京) xxx- xxxx

实验室用大容积玻璃单标线容量瓶 校准规范

Calibration Specification of Large volume glass one-mark volumetric
flasks used in laboratory

(征求意见稿)

20xx-xx-xx发布

20xx-xx-xx实施

北京市市场监督管理局 发布

实验室用大容积玻璃单标线 容量瓶校准规范

Calibration Specification of Large

volume glass one-mark volumetric flasks used in laboratory

JJF (京) xxx—xxx

归口单位：北京市市场监督管理局

主要起草单位：钢研纳克检测技术股份有限公司

北京市计量检测科学研究院

参加起草单位：

长春市计量检定测试技术研究院

本规范委托 XXXXXXXX 负责解释

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)
6 校准项目和校准方法	(2)
7 校准结果表达	(3)
8 复校时间间隔	(4)
附录 A 衡量法 $K(t)$ 值表	(5)
附录 B 校准原始记录格式	(6)
附录 C 校准证书内页格式	(8)
附录 D 容量误差测量不确定度评定示例	(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》和 JJF 1059.1—2012《测量不确定度评定与表示》共同构成本规范制定的基础性系列规范。

本规范参考了 JJG 196—2006《常用玻璃量器检定规程》、JJF 1009—2006《容量计量术语及定义》、GB/T 12806—2011《实验室玻璃仪器 单标线容量瓶》的相关内容。

本规范为首次发布。

实验室用大容积玻璃单标线容量瓶校准规范

1 范围

本规范适用于实验室用容积范围（2000-10000）mL 间的玻璃单标线容量瓶的校准。

2 引用文件

本规范引用了下列文件：

JJG 196—2006 常用玻璃量器检定规程

JJF 1009—2006 容量计量术语及定义

GB/T 12806—2011 实验室玻璃仪器 单标线容量瓶

凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本规范。

3 概述

实验室用大容积玻璃单标线容量瓶（以下简称大容积容量瓶）外形与实验室常用玻璃单标线容量瓶（容积不大于 2000mL）相似，容积大于 2000mL，比较常见的单个体积容积有 5000mL 和 10000mL，量入式类型，材质为硼硅酸盐或钠钙酸盐。

大容积容量瓶常用于实验室用量大的贮备溶液、滴定溶液配制等，另外溶液标准物质研制单位也常用大容积容量瓶配制标准溶液再进行分装。

4 计量特性

大容积容量瓶的计量性能见表 1。

表 1 计量特性

标称容量	5000mL	10000mL
容量误差	±1.2mL	±2.4mL

注：以上技术指标不用于合格性判定，仅供参考。

5 校准条件

5.1 环境条件

5.1.1 环境温度：（15~25）℃，且室温变化不大于 1℃/h；相对湿度：不大于 80%；

5.1.2 水温与室温之差不大于 2℃；

5.1.3 校准介质为纯水（蒸馏水或去离子水），应符合 GB/T 6682 中三级水及以上要求。

5.2 测量标准

测量标准见表 2.

表 2 测量标准

测量标准	测量范围	技术要求
电子天平	6kg	分度值不大于 0.1g, 满足准确度 II 级要求
电子天平	15kg	分度值不大于 0.1g, 满足准确度 II 级要求
温度计	(10~30) °C	分度值不大于 0.1°C, 最大允许误差不大于 ±0.2°C

6 校准项目和校准方法

6.1 校准前准备

校准前将大容积容量瓶清洗干净：用铬酸洗液（重铬酸钾与浓硫酸 1:1 配制）或 20% 发烟硫酸倒入容量瓶进行清洗，必要时可用软毛刷子清理，然后用 5.1.3 中的水冲干净，容量瓶壁上不应挂壁或其他可见附着物。

清洗干净的容量瓶和纯水须在校准前 4h 放入实验室内静置。

6.2 容量误差

采用衡量法校准大容积容量瓶。

将清洗干净并干燥处理过的被校容量瓶放置在天平上，读数稳定后将天平清零。将大容积容量瓶取下，将纯水倒入其中，并在单标线处定容，放置在天平上称重，得到纯水质量。用温度计测量容量瓶中纯水温度，读数应准确至 0.1°C。用式（1）计算容量瓶在标准温度 20°C 时的实际容量。

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

式中：

V_{20} ——标准温度 20°C 时被校准容量瓶的实际容量，mL；

ρ_B ——砝码密度，一般取 8.00g/cm³；

ρ_A ——校准时实验室内空气密度，一般取 0.0012g/cm³；

ρ_w ——纯水在温度 t °C 时的密度，g/cm³；

β ——被校准容量瓶的体积膨胀系数，°C⁻¹；

t ——校准时纯水温度, °C;

m ——大容积容量瓶所容纳纯水的质量, g;

为简便计算, 将式 (1) 可转化为式 (2) 计算:

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

其中:

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

$K(t)$ 值见附录 A。

再次重复以上校准过程, 校准次数一般为 2 次, 2 次校准数据的差值应不超过表 1 中容量误差计量特性要求的 1/4, 取 2 次的平均值。用式 (3) 计算容量瓶的容量误差。

$$\Delta V = V_c - V_{20} \quad (3)$$

式中:

ΔV ——容量瓶的容量误差, mL;

V_c ——容量瓶的标称容量, mL;

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: “校准证书”;
- b) 实验室名称和地址;
- D) 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) 客户名称和地址;
- f) 被校仪器的制造单位、名称、型号及编号;
- 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 (如有);
- 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。

8. 复校时间间隔

复校时间间隔建议为 1 年。复校时间间隔的长短是由仪器的使用情况、使用者、仪器本身质量等诸因素所决定, 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 $K(t)$ 值表衡量法 $K(t)$ 值表见表 A.1

表 A.1 硼硅玻璃材质容量瓶衡量法 $K(t)$ 值表
 (硼硅玻璃体积膨胀系数取 $10 \times 10^{-6} \text{C}^{-1}$, 空气密度 0.0012g/cm^3)

水温 /°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：当容量瓶材质为钠钙玻璃时，参照 JJG 196-2006《常用玻璃量器》附录 B。

附录 B

校准原始记录格式

证书编号:

原始记录编号:

送校单位:		校准地点:		
制造厂商:	仪器型号:		仪器编号:	
环境温度:	环境湿度:		校准依据:	
校准日期:	校准员:		核验员:	
计量器具	型号/编号	不确定度/准确度/最大允许误差	有效期	溯源单位/ 生产厂家

一 外观检查

二 容量误差

水温 _____ °C K (t) _____

标称容量	纯水质量/g	实际容量测量值 /mL	容量平均值 /mL	容量误差/mL	扩展不确定度, $k=2$

附录 C

校准证书内页格式

证书编号: ××××—××××

校准结果

标称容量	实测容量	容量误差	扩展不确定度, $k=2$

附录 D

容量误差测量不确定度评定示例

D.1 概述

D.1.1 测量过程

采用衡量法对容量瓶容量误差进行校准。

D.1.2 测量标准

电子天平、水银温度计。

D.1.3 被校准仪器

5000mL 容量瓶

D.2 测量模型

容量误差的测量模型见式 (D.1) :

$$\Delta V = V_c - m \cdot K(t) \quad (\text{D.1})$$

式中:

ΔV ——容量瓶的容量误差, mL;

V_c ——容量瓶的标称容量, mL;

m ——容量瓶所容纳纯水的质量, g;

$K(t)$ ——水温 $t^\circ\text{C}$ 时的 $K(t)$ 值, g/mL。

由于 m 和 $K(t)$ 彼此不相关, V_c 为常数, 则容量误差不确定度计算见式 (D.2) :

$$u_c^2(\Delta V) = c_1^2 u(m)^2 + c_2^2 u(K(t))^2 \quad (\text{D.2})$$

其中灵敏系数为:

$$c_1 = \frac{\partial \Delta V}{\partial m} = -K(t), \quad c_2 = \frac{\partial \Delta V}{\partial K(t)} = -m$$

因此不确定度计算公式 (D.2) 可转化为 (D.3) :

$$u_c(\Delta V) = \sqrt{K(t)^2 u(m)^2 + m^2 u(K(t))^2} \dots\dots\dots (\text{D.3})$$

式中, $u_c(\Delta V)$ 、 $u(m)$ 、 $u(K(t))$ 分别为容量误差的合成标准不确定度以及纯水质量、水温对应的 $K(t)$ 值输入量引入的标准不确定度。

D.3 不确定度评定

D.3.1 不确定度来源分析

合成标准不确定度主要由纯水质量和 $K(t)$ 值引入的标准不确定度带来，其中纯水质量引入的标准不确定度包括称量重复性和电子天平的示值误差引入的不确定度， $K(t)$ 值引入的标准不确定度包括水温测量和水温变化引入的不确定度。

D.3.2 称量引入的标准不确定度

D.3.2.1 称量重复性引入的不确定度

标称 5000mL 容量瓶所容纳的纯水重复测量 2 次，称重结果为 4986.2g 和 4986.4g，平均值 4986.3 g，由极差法计算单次测量的实验标准偏差为 0.18g，因此称量重复性引入的不确定度为：

$$u_1(m) = \frac{0.18}{\sqrt{2}} = 0.13\text{g}$$

D.3.2.2 电子天平示值误差引入的不确定度

电子天平在 5000g 左右称量点的最大允许误差 $\pm 0.5\text{g}$ ，服从均匀分布，称量 2 次，泽质量称重引入的不确定为：

$$u_2(m) = \sqrt{\left(\frac{0.5}{\sqrt{3}}\right)^2 + \left(\frac{0.5}{\sqrt{3}}\right)^2} = 0.41\text{g}$$

因此质量引起的标准不确定度计算见公式 (D.11)：

$$u(m) = \sqrt{u_1(m)^2 + u_2(m)^2} = \sqrt{0.13^2 + 0.41^2} = 0.43\text{g}$$

D.3.3 $K(t)$ 值引入的标准不确定度

D.3.3.1 水温测量引入的不确定度

水温 20.4°C ， $K(t)$ 取值 $1.00292\text{cm}^3/\text{g}$ ，温度计的最小分度值 0.1°C ， $K(t)$ 取值的最大差值为 $0.00003\text{mL}/\text{g}$ ，取半宽度为 $0.000015\text{ mL}/\text{g}$ ，按均匀分布，则温度计读数引入的不确定度为：

$$u_{k(t)} = \frac{0.000015}{\sqrt{3}} = 0.87 \times 10^{-5}\text{ mL}/\text{g}$$

D.3.3.2 水温变化引入的不确定度

校准过程中，水温会随着室温变化有一些波动，由于测量时间比较短，水温变化一般不大于 0.2°C ， $K(t)$ 取值最大差值为 $0.00006\text{mL}/\text{g}$ ，取半宽度为 $0.00003\text{mL}/\text{g}$ ，按均匀分度，则水温变化引入的不确定为：

$$u_{k(t)2} = \frac{0.00003}{\sqrt{3}} = 1.7 \times 10^{-5} \text{ mL/g}$$

因此 $K(t)$ 引入的标准不确定度为:

$$u(K(t)) = \sqrt{u_{K(t)1}^2 + u_{K(t)2}^2} = 1.9 \times 10^{-5} \text{ mL/g}$$

D.4 标准不确定度一览表

容量误差校准的标准不确定度一览表见表 D.1。

表 D.1 标准不确定度一览表

不确定度分量	不确定度来源	标准不确定度 u	c_i	$ c_i u$
$u(m)$	质量引入的不确定度	0.43g	-1.00292 mL/g	0.4313mL
$u(K(t))$	$K(t)$ 值引入的不确定度	1.9×10^{-5} mL/g	4986.3g	0.09474mL

D.5 合成标准不确定度

由公式 (D.3) 计算合成标准不确定度:

$$u_c(\Delta V) = \sqrt{K(t)^2 u(m)^2 + m^2 u(K(t))^2} = \sqrt{0.4313^2 + 0.09474^2} = 0.44 \text{ mL}$$

D.6 扩展不确定度

取包含因子 $k=2$, 则容量瓶容量误差校准结果的扩展不确定度为:

$$U = k \cdot u_c(\Delta V) = 0.9 \text{ mL}$$