

JJF

河北省地方计量技术规范

JJF (冀) 104—2011

比表面积仪校准规范

Calibration Specification for surface area analyzer

2011—07—22 发布

2011—10—01 实施

河北省质量技术监督局 发布

比表面积仪校准规范

Calibration Specification for

surface area analyzer



本规范经河北省质量技术监督局 2011 年 07 月 22 日批准，并自
2011 年 10 月 01 日起施行。

归 口 单 位：河北省质量技术监督局

主要起草单位：河北省计量监督检测院廊坊分院

本规范由河北省质量技术监督局负责解释。

本规程主要起草人：

吉 喆（河北省计量监督检测院廊坊分院）

马景铎（河北省计量监督检测院廊坊分院）

马天燕（河北省计量监督检测院廊坊分院）

参加起草人：

谢春景（河北省计量监督检测院廊坊分院）

刘 渤（河北省计量监督检测院廊坊分院）

目 录

1	范围	(1)
2	引用文献	(1)
3	术语	(1)
3.1	比表面积	(1)
3.2	空隙率	(1)
4	概述	(1)
5	计量特性	(3)
5.1	外观	(3)
5.2	连接	(3)
5.3	透气圆筒	(3)
5.4	穿孔板	(3)
5.5	捣器与透气圆筒间隙	(3)
5.6	示值误差	(3)
6	校准条件	(3)
6.1	环境条件	(3)
6.2	校准用的标准物质和其它辅助设备	(3)
7	校准项目和校准方法	(4)
7.1	外观	(4)
7.2	连接	(4)
7.3	透气圆筒	(4)
7.4	穿孔板	(4)
7.5	捣器与透气圆筒间隙	(4)
7.6	示值误差	(4)
8	校准结果的表达	(6)
9	复校时间间隔	(7)
附录 A	测量不确定度分析	(8)
附录 B	水银的防护措施	(11)
附录 C	水银在不同温度下的密度	(12)
附录 D	校准记录格式	(13)
附录 E	校准证书内页格式	(14)

比表面积仪校准规范

1 范围

本规范适用于新购置、使用中以及检修后的勃氏比表面积测定仪（以下简称勃氏仪，分手动和自动两种）的校准。

2 引用文献

本规范引用以下文献：

JJF 1001-1998 《通用计量术语及定义》

JJF 1059-1999 《测量不确定度评定与表示》

GB/T 8074-2008 《水泥比表面积测定方法 勃氏法》

JC/T 956 《勃氏透气仪》

使用本规范时，应注意使用上述引用文献的现行有效版本。

3 术语

3.1 比表面积

单位质量的粉状物质所具有的总表面积，以平方厘米每克（ cm^2/g ）或平方米每千克（ m^2/kg ）来表示。

3.2 空隙率

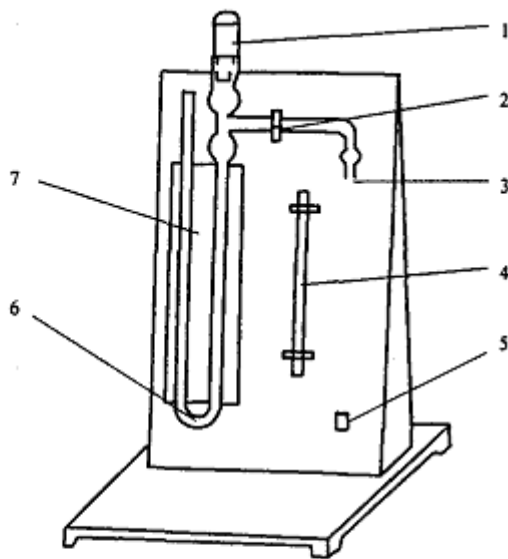
试料层中颗粒间空隙的容积与试料层总的容积之比，以 ε 表示。

4 概述

勃氏仪是用于按 GB/T 8074-2008 《水泥比表面积测定方法 勃氏法》测定水泥和其它粉状物质比表面积的专用仪器，主要由透气圆筒、穿孔板、捣器、U形压力计及抽气装置等部分组成，其基本原理是根据一定量的空气，通过具有一定空隙率和固定厚度的物料层时，所受阻力不同而引起流速的变化来测定粉状物质的比表面积值。

勃氏仪结构示意图见图 1。

勃氏仪 U 形压力计、捣器、透气圆筒的结构及部分尺寸示意图见图 2



- 1—透气圆筒;
- 2—活塞;
- 3—背面接微型电磁泵;
- 4—温度计;
- 5—开关;
- 6—“U”型压力计;
- 7—平面镜。

图1 勃氏仪示意图

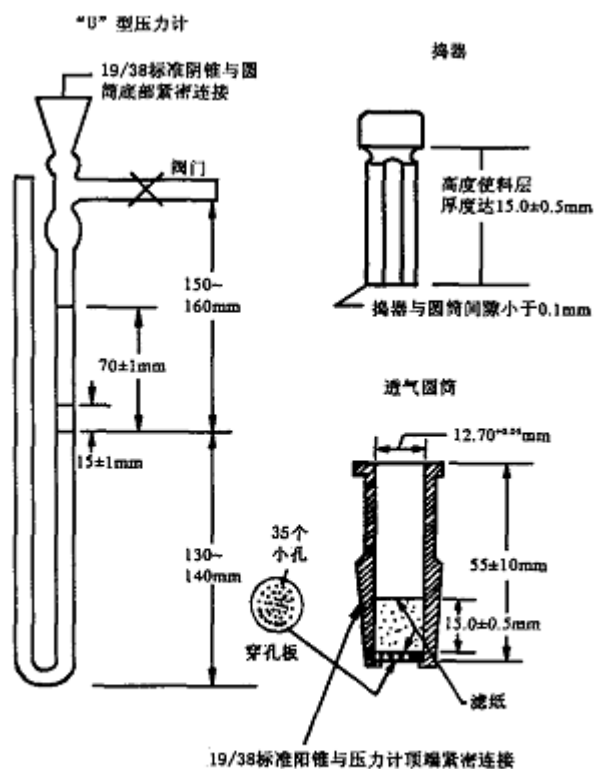


图2 U形压力计、捣器和透气圆筒的结构及部分尺寸示意图

5 计量特性

5.1 外观

勃氏仪应带有牢固的铭牌, 铭牌上应标明仪器名称、型号规格、出厂编号、生产日期、制造厂家等内容。

5.2 连接气密性

勃氏仪的外壳、各部分的连接件、按键等不应有影响使用及校准的缺陷, 各部件间连接要严密, 不得漏气。

5.3 透气圆筒

透气圆筒内腔直径为 $12.70_{+0.05}^{0}$ mm, 高 (55 ± 10) mm。

5.4 穿孔板

穿孔板直径为 $12.70_{-0.05}^{0}$ mm, 厚度为 (1.0 ± 0.1) mm, 在其面上均匀分布 35 个直径为 (1 ± 0.05) mm 的小孔。

5.5 捣器与透气圆筒间隙

捣器与透气圆筒的间隙应小于 0.1mm。

5.6 示值误差

勃氏仪的示值误差在实验室校准条件下获得。

6 校准条件

6.1 环境条件

6.1.1 环境温度: (20 ± 3) °C;

6.1.2 相对湿度: 小于 50%;

6.1.3 校准时周围应无影响校准结果的震动、强磁场干扰。

6.2 校准用器具

6.2.1 两种不同比表面积值的水泥细度比表面积标准粉: 比表面积值范围为 $(200 \sim 600)$ m²/kg;

6.2.2 电子天平: 测量范围 $(0 \sim 200)$ g, 检定分度值为 10mg;

6.2.3 游标卡尺: 测量范围 $(0 \sim 150)$ mm, 分度值为 0.02 mm;

6.2.4 烘干箱: 测量范围 $(0 \sim 110)$ °C, 控制温度灵敏度为 1°C;

6.2.5 塞规: 直径为 0.95 mm 和 1.05 mm 各一只;

6.2.6 水银: 分析纯;

- 6.2.7 无色蒸馏水;
- 6.2.8 中速定量滤纸;
- 6.2.9 方孔筛: 孔径为 0.9mm;
- 6.2.10 秒表: 分辨率 0.1s。

7 校准项目和校准方法

7.1 外观

勃氏仪的外观应符合 5.1 的要求。

7.2 连接气密性检查

U 型压力计内装水至第一刻度线, 用橡皮塞将透气圆筒上口塞紧, 将透气圆筒外部及阀门处涂上专用密封脂 (或黄油代替), 后插入 U 型压力计锥型磨口, 把阀门处也涂些比表仪专用密封脂或黄油 (注意不堵住活塞通气孔)。打开微型电磁泵抽水超过第三条刻度线关闭阀门, 观察压力计液面在 3min 内应不下降。

7.3 透气圆筒

按 JC/T 956-2005 《勃氏透气仪》4.3 中的检验方法测量透气圆筒内腔直径和高度、穿孔板直径及厚度, 应符合 5.3 的要求。

7.4 穿孔板

按 JC/T 956-2005 《勃氏透气仪》4.4 中的检验方法测量穿孔板直径、厚度, 应符合 5.4 的要求。

7.5 捣器与透气圆筒间隙

按 JC/T 956-2005 《勃氏透气仪》4.5 中的检验方法测量捣器与透气圆筒的间隙, 应符合 5.5 的要求。

7.6 示值误差

7.6.1 确定试料层体积

用水银排代法测量试料层体积:

a) 将穿孔板平放入圆筒内, 再放入两片滤纸, 用一直径比透气圆筒直径略小的长棒往下按直到滤纸平整的放在穿孔板上, 称透气圆筒质量 W_A 。

b) 将透气圆筒装满水银, 用一薄玻璃板轻压水银表面, 使水银面与圆筒上口平齐, 并保证在玻璃板和水银表面之间没有气泡或空间存在, 然后称透气圆筒质量 W_B 。

装在透气圆筒内的水银质量为 $W_1=W_B-W_A$ 。

c) 倒出透气筒内的水银后, 从透气圆筒中取出一片滤纸, 加入约 3.2 克[注]的标准粉 (取任一种标准粉, 事先在烘干箱中经 $110^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ 烘干 1 小时后, 在干燥皿冷却至室温), 轻敲圆筒的边, 使水泥层表面平坦。再放入一片滤纸, 用捣器均匀捣实试料, 直至捣器的支持环紧紧接触圆筒顶边, 并旋转二周, 慢慢取出捣器, 称重 W_C ; 再在透气圆筒上部空间加入水银, 同上述方法使用玻璃板将水银与透气圆筒上口齐平, 再称重 W_D ; 倒入透气筒内的水银质量 $W_2=W_D-W_C$ 。则试料层体积用下式公式计算

$$V=(W_1-W_2)/\rho_{\text{水银}} \quad (1)$$

式中: V —试料层体积, 单位为立方厘米 (cm^3);

W_1 —未装试料时, 充满圆筒的水银质量, 单位为克 (g);

W_2 —装试料后, 充满圆筒的水银质量, 单位为克 (g);

ρ —试验温度下水银的密度, 单位为克每立方厘米 (g/cm^3) (水银在不同温度下的密度见附录 C)。

试料层体积要重复测定三遍, 取平均值。

注 1、用标准粉制备试料层时, 应确保试料层的坚实, 如试料层太松或试料不能压到要求体积时, 应适当调整标准粉的用量。

2、使用水银时应注意防护, 水银的防护措施见附录 B。

7.6.2 标准粉试料层的制备

将穿孔板放入透气圆筒内, 取一片滤纸放入并放平。将准确称取的 M 克标准粉倒入透气圆筒, 使其表面平坦, 再上放入一片滤纸, 用捣器均匀压实标准粉直至捣压器的支撑环紧紧接触透气圆筒顶边, 旋转捣器 1~2 圈, 缓慢取出捣器。

$$M=\rho V(1-\varepsilon) \quad (2)$$

式中: M —制备试料层的标准粉质量, 单位为克 (g);

ρ —标准粉密度, 单位为克每立方厘米 (g/cm^3);

V —试料层体积, 单位为立方厘米 (cm^3);

ε —空隙率, 取 0.500。

7.6.3 测定透气时间

将装好标准粉的透气圆筒外涂一层专用密封脂或黄油, 把它连接到 U 型压

力计上, 打开阀门, 缓慢地从压力计一臂中抽出空气, 直到压力计内液面上升到超过第三条刻度线时关闭阀门, 当压力计内液面的凹月面下降到第三条刻度线开始计时, 当液面的凹月面下降到第二条刻度线时停止计时, 记录所需时间。透气试验要重复称取两次比表面积值相同的标准粉分别进行。当两次透气时间的差超过 0.5s 时, 要继续进行测试, 直至其中两次时间差不超过 0.5s, 取这两次的平均透气时间作为该仪器的透气时间 T。

7.6.4 确定仪器常数 (K)

7.6.4.1 半自动的比表面积仪 K 值的获得

根据测出的透气时间计算出 K 值:

$$K=S_1/T \quad (3)$$

S_1 -----标准粉的比表面积值, 单位为: m^2/kg ;

T-----比表面积仪的透气时间, 单位为 s。

7.6.4.2 全自动的比表面积仪 K 值的获得

在校准全自动比表面积仪时, 依照 7.6.2 制备标准粉试料层后, 在仪器上输入标准粉的比表面积值, 按测定 K 值键, 仪器自动测出仪器常数 K, 需进行三次测定, 取其平均值作为该仪器的仪器常数 K。

7.6.5 确定示值误差

取另一比表面积值 (S_2) 的标准粉, 按 7.6.2 制备试料层、按 7.6.3 测定透气时间, 计算测得的比表面积值:

$$S' = K \times T'$$

K-----仪器常数;

T' -----此次仪器测得的透气时间, 单位为 s;

示值误差为:

$$\delta = S' - S_2$$

S' -----测得的比表面积值; 单位为: m^2/kg ;

S_2 -----标准粉的比表面积值。单位为: m^2/kg ;

8 校准结果

校准结果中应给出试料层体积、仪器常数与示值误差。

校准结果中应注明所测得试料层体积、透气时间以及所用标准粉的比表面积值、

密度值等，并计算出其校准结果的不确定度。校准证书内页格式见附录 D

9 复校时间间隔

复校时间间隔由用户根据使用情况确定，建议为 1 年。使用频繁的应适当缩短。

附录 A:

比表面积仪示值误差校准不确定度评定

1、概述

- 1.1 校准方法：依据 JJF (冀) 104—2011 比表面积仪校准规范；
- 1.2 环境条件：温度：21℃ 湿度：40%RH；
- 1.3 标准物质：水泥比表面积标准样品；
- 1.4 校准对象：型号为 CZB-6 自动比表面积测定仪；
- 1.5 校准过程：确定试料层体积、制备试料层、测定透气时间、确定仪器常数、测量标准粉的比表面积值、计算示值误差。

2 校准的数学模型

$$\delta = S - S_2$$

式中： δ -----比表面积仪的示值误差；

S' -----由比表面积仪测得的比表面积值；

S_s -----标准粉的比表面积值。

3 不确定度来源

3.1.1 比表面积标准粉定值的不确定度

本规范在校准过程中使用的是中国建筑材料科学研究总院水泥科学与新型建筑材料研究所研制并定值的标准比表面积水泥粉（以比表面积值为 352.0 m²/kg 的标准水泥粉为例），其定值扩展不确定度为 1.56 m²/kg，视为正态分布，取包含因子 k=2，则由标准比表面积水泥粉引入的不确定度分量为

$$u_1 = \frac{U}{k} = \frac{1.56}{2} = 0.78 \quad (\text{m}^2/\text{kg})$$

自由度 $\nu_1 = \infty$

3.1.2 比表面积仪分辨力引入的不确定度

比表面积仪的最小分度值为 0.1 m²/kg，其不确定度视为均匀分布：半宽 a=0.05

$$u_2 = \frac{a}{k} = \frac{0.05}{\sqrt{3}} = 0.029 \quad (\text{m}^2/\text{kg})$$

估计其可靠度为 80%，自由度为 $\nu_2 = \left(\frac{1}{2}\right) \times \left(\frac{20}{100}\right)^{-2} = 12$

3.2 测量重复性引入的不确定度

环境温度、压力、人员操作等因素对校准引起的不确定度，体现在被校准仪器的重复性误差。在校准过程中，在重复性条件下，选用比表面积标准值为 353.8 m²/kg 的标准粉，独立测量 10 次，测得的数据如下：351.7m²/kg、353.2m²/kg、355.1m²/kg、357.7m²/kg、353.8m²/kg、355.8m²/kg、352.8 m²/kg，351.7 m²/kg，354.8 m²/kg，355.9m²/kg，平均值为 354.3m²/kg。用贝塞尔公式计算测

$$\text{量重复性的不确定度为 } S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{(n-1)}} = 1.96 \text{ m}^2/\text{kg}$$

则平均值测量结果的标准不确定度为：

$$u_3 = \frac{S}{\sqrt{10}} = 0.62 \text{ (m}^2/\text{kg)}$$

其自由度为： $\nu_3 = n - 1 = 9$

3.3 合成标准不确定度

输入量	确定度来源	不确定度 评定类别	标准不确定度	自由度
u_1	比表面积标准粉定 值的不确定度	B	0.78 m ² /kg	∞
u_2	比表面积仪分辨力 引入的不确定度	B	0.029 m ² /kg	12
u_3	测量重复性引入的 不确定度	A	0.62 m ² /kg	9

合成标准不确定度为：

$$u_c = \sqrt{u_1^2 + u_2^2 + u_3^2} = \sqrt{0.78^2 + 0.029^2 + 0.62^2} = 0.997 \text{ (m}^2/\text{kg)}$$

$$\text{相对标准不确定度 } u_{\text{crel}} = \frac{0.997}{352.0} = 0.28\%$$

$$\text{有效自由度: } \nu_{\text{eff}} = \frac{0.997^4}{\frac{0.78^4}{\infty} + \frac{0.029^4}{12} + \frac{0.62^4}{9}} = 60$$

3.4 扩展不确定度

取置信概率 $p=0.95$, 查表得包含因子 $k_p=2.01$

$$U_{95} = k_p \times u_c = 2.01 \times 0.997 = 2.0 \text{ (m}^2/\text{kg)}$$

$$U_{95\text{crel}} = k_p \times u_{\text{crel}} = 2.01 \times 0.28\% = 0.56\%$$

附录 B

水银的防护措施

- 1、在做试料层体积时用水银排代法。
- 2、做实验时在操作台上放个搪瓷盘用来接从试料筒溢出和洒落的水银，防止水银洒落在操作台和地上。
- 3、做试料层体积时，用漏斗往试料筒加注水银时，水银一旦溢出被打破，便会形成球体滚落到搪瓷盘中。这时，要先关掉室内所有加热装置，打开排风扇；然后戴上手套和口罩，立即将搪瓷盘中的水银回收到塑料瓶中，并在瓶中加入少量水瓶上注明“废弃水银”等标识性记号，并放在阴暗的地方存放。
- 4、如果出现搪瓷盘打翻等意外，水银洒落在操作台或地上，应立即收集，对不能完全收集起来的水银，可撒点备用的硫磺粉，可与水银发生化学反应，使水银不再有危害。

附录 C

水银在不同温度下的密度

温度℃	水银密度 g/cm ³
8	13.58
10	13.57
12	13.57
14	13.56
16	13.56
18	13.55
20	13.55
22	13.54
24	13.54
26	13.53
28	13.53
30	13.52
32	13.52
34	13.51

附录 D

校准记录格式

委托单位: _____ 规格型号: _____ 仪器编号: _____

制造单位: _____ 校准依据: _____ 校准地点: _____

环境条件:

温度: _____ 湿度: _____

校准用标准物质:

 $S_1 = \text{_____ cm}^2/\text{g}$; $\rho_1 = \text{_____ g/cm}^3$; $S_2 = \text{_____ cm}^2/\text{g}$; $\rho_2 = \text{_____ g/cm}^3$;

外观		符合要求			
气密性检查					
校准项目		校准数据			
		1	2	3	平均
透气圆筒	内腔直径 (mm)				
	高 (mm)				
穿孔板	直径 (mm)				
	厚度 (mm)				
	小孔直径 (mm)				
捣器与透气圆筒间隙 (mm)					
示值误差	试料层体积 (cm ³)				
	透气时间 s				
	仪器常数				
	测量值				
	示值误差 (cm ² /g)				

经校准, 发给编号为 _____ 校准证书。

校准日期: 年 月 日

校准员:

核验员:

附录 E

校准证书内页格式

校准结果

- 1、 外观：
- 2、 漏气检查：
- 3、 透气圆筒内腔直径 (mm)：
- 4、 透气圆筒高度 (mm)：
- 5、 穿孔板直径 (mm)：
- 6、 穿孔板厚度 (mm)：
- 7、 穿孔板小孔直径 (mm)：
- 8、 捣器与透气圆筒间隙 (mm)：
- 9、 试料层体积 (mm)：
- 10、 透气时间 (s)：
- 11、 仪器常数 (K)：
- 12、 示值误差 (cm^2/g)：
- 13、 测量结果的不确定度：