

JJF (浙)

浙江省地方计量技术规范

JJF (浙) 1198-2023

比表面积仪校准规范

Calibration Specification for Specific Surface Apparatus

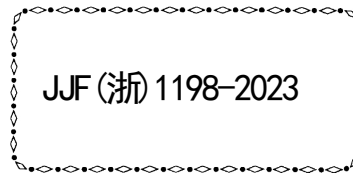
2023-08-08 发布

2023-11-08 实施

浙江省市场监督管理局 发布

比表面积仪校准规范

Calibration Specification for
Specific Surface Apparatus



归口单位：浙江省市场监督管理局

主要起草单位：宁波市计量测试研究院

浙江公路技师学院

参加起草单位：宁波市鄞州试阳仪器设备有限公司

本规范技术条文由起草单位负责解释

本规范主要起草人：

夏天豪（宁波市计量测试研究院）

李东方（浙江公路技师学院）

陈博杰（宁波市计量测试研究院）

夏 鑫（宁波市计量测试研究院）

参加起草人：

杨贵德（宁波市鄞州试阳仪器设备有限公司）

屠林光（宁波市计量测试研究院）

目 录

引 言.....	II
1 范围.....	1
2 引用文件.....	1
3 术语和定义.....	1
3.1 比表面积.....	1
3.2 空隙率.....	1
4 概述.....	1
4.1 主要用途.....	1
4.2 工作原理.....	1
4.3 仪器结构.....	1
5 计量特性.....	2
6 校准条件.....	3
6.1 环境条件.....	3
6.2 测量标准及其他设备.....	3
7 校准项目和校准方法.....	4
7.1 校准项目.....	4
7.2 校准方法.....	4
8 校准结果表达.....	6
9 复校时间间隔.....	6
附录 A 比表面积仪校准原始记录内页参考格式.....	7
附录 B 比表面积仪校准证书内页参考格式.....	8
附录 C 比表面积仪示值误差校准的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。在编写时参考了 JC/T956《勃氏透气仪》和 GB/T 8074《水泥比表面积测定方法 勃氏法》相关术语定义和技术内容。

本技术规范首次发布。

比表面积仪校准规范

1 范围

本规范适用于测定水泥和其他粉状物料比表面积值的勃氏比表面积测定仪（简称勃氏仪）的校准。

2 引用文件

本规范引用了下列文件：

GB/T 8074 水泥比表面积测定方法 勃氏法

JC/T 956 勃氏透气仪

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 术语和定义

3.1 比表面积 specific area（源于 GB/T 8074）

单位质量的水泥和其他粉状物料所具有的总表面积，计量单位用平方厘米每克（ cm^2/g ）或平方米每千克（ m^2/kg ）来表示。

3.2 空隙率 area ratio（源于 GB/T 8074）

物料层中颗粒间空隙的容积与物料层总的容积之比，一般以 ϵ 表示。

4 概述

4.1 主要用途

比表面积仪主要用于测定水泥和其他各种粉状物料的比表面积值。

4.2 工作原理

当一定量的空气通过一定空隙率及固定厚度的水泥和其他粉状物料层时，用其受阻力不同而引起流速的变化来测定其比表面积。

4.3 仪器结构

比表面积仪分手动和自动两种。手动比表面积仪由透气圆筒、穿孔板、捣器、U形压力计、抽气装置等组成。自动比表面积仪由透气圆筒、穿孔板、捣器、U形压力计、抽气装置、光电管、单片机等组成。关键部分结构见图1。

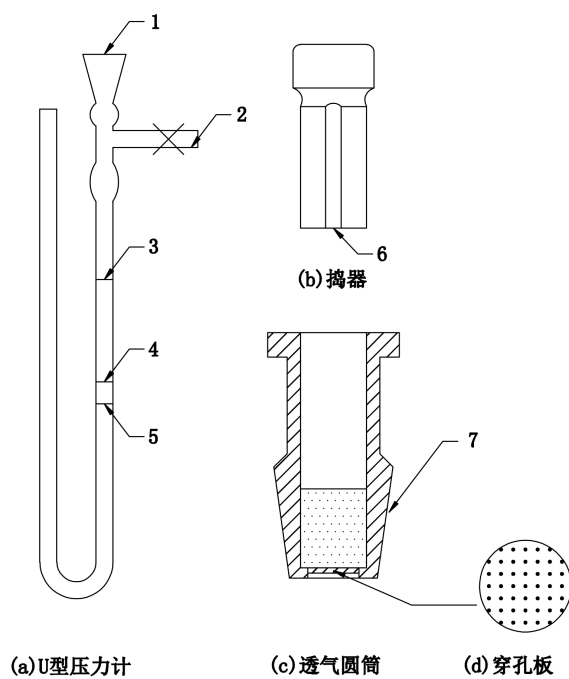


图1 U形压力计、捣器和透气圆筒的结构示意图

1—19/38 标准阴锥；2—阀门；3—第三条刻度线；4—第二条刻度线；
5—第一条刻度线；6—扁平槽；7—19/38 标准阳锥

5 计量特性

比表面积仪计量特性如表 1 所示。

表 1 计量特性

序号	校准项目	测量设备
1	密封性	目视/秒表
2	透气圆筒内径	游标卡尺
3	透气圆筒内表面和阳锥外表面的粗糙度	表面粗糙度比较样块
4	透气圆筒上边口到穿孔板支撑台深度	深度卡尺
5	穿孔板厚度	游标卡尺
6	穿孔板直径	游标卡尺
7	穿孔板孔数及孔径	光滑塞规
8	捣器与透气圆筒间隙	游标卡尺
9	捣器扁平槽宽度	游标卡尺
10	捣器底面与穿孔板间的距离	深度卡尺
11	U形压力计刻度一与刻度二的距离	钢直尺
12	U形压力计刻度一与刻度三的距离	钢直尺
13	示值误差和测量重复性	水泥细度和比表面积标准物料

6 校准条件

6.1 环境条件

环境条件应满足：

- a) 环境温度：(20±2) °C；
- b) 相对湿度：不大于 50 %；
- c) 无明显影响校准的振动、冲击以及其他干扰。

6.2 测量标准及其他设备

推荐使用表 2 所列设备，允许使用其他满足不确定度要求的测量标准进行校准。

表 2 测量标准及其他设备

序号	设备名称	技术要求
1	水泥细度和比表面积标准物料	满足 GSB 14-1511 要求, 比表面积值范围为 (2000~6000) cm^2/g
2	游标卡尺	MPE: $\pm 0.03\text{mm}$
3	深度卡尺	MPE: $\pm 0.03\text{mm}$
4	光滑塞规	$\Phi 0.95\text{mm}$ 和 $\Phi 1.05\text{mm}$ 各一只, MPE: $\pm 0.002\text{mm}$
5	电子天平	MPE: $\pm 10\text{mg}$
6	秒表	MPE: $\pm 0.5\text{s/d}$
7	表面粗糙度比较样块	MPE: (+12~-17) %
8	钢直尺	MPE: $\pm 0.10\text{mm}$
9	万能角度尺	MPE: $\pm 5'$

7 校准项目和校准方法

7.1 校准项目

比表面积仪的校准项目为密封性检查、外形尺寸（透气圆筒、穿孔板、捣器和 U 形压力计）、示值误差和测量重复性。

7.2 校准方法

7.2.1 密封性检查

a) 手动比表面积仪

U 形压力计内装水至第一条刻度线, 用橡皮塞将透气圆筒上口塞紧, 将透气圆筒外部涂上凡士林（或其他活塞油脂）后插入 U 形压力计锥形磨口, 把阀门处也涂上凡士林（注意不要堵塞通气孔）, 打开抽气装置抽水超过第三条刻度线时关闭阀门, 观察压力计内液面, 在 3min 内应不下降。

b) 自动比表面积仪

U 形压力计内装水至第一条刻度线, 用橡皮塞将透气圆筒上口塞紧, 将透气圆筒外部涂上凡士林（或其他活塞油脂）后插入 U 形压力计锥形磨口。按测量键, 抽气装置抽水超过第三条刻度线时会根据单片机程序自动关闭阀门, 观察压

力计内液面，在 3min 内应不下降。

7.2.2 透气圆筒

透气圆筒的校准包含圆筒内径、内表面和阳锥外表面的粗糙度、圆筒上边口到穿孔板支撑台深度，分别使用游标卡尺、表面粗糙度比较样块和深度卡尺进行对应尺寸测量。

7.2.3 穿孔板

穿孔板的厚度和直径用游标卡尺测量，孔数按要求目测检查，孔径取 10 个均匀分布孔用 $\Phi 0.95\text{mm}$ 和 $\Phi 1.05\text{mm}$ 的光滑塞规进行通止判断测量。

7.2.4 捣器

用游标卡尺测量捣器直径，透气圆筒内径与其之差即为捣器与透气圆筒的间隙。

将穿孔板放入透气圆筒底部，用深度卡尺测量穿孔板到透气圆筒上口边的距离，其与捣器底面到支持环距离的差值即为捣器底面与穿孔板间的距离。

扁平槽宽度用游标卡尺直接测量。

7.2.5 U形压力计

用钢直尺测量刻度一与刻度二的距离，刻度一与刻度三的距离。

7.2.6 示值误差和测量重复性

对水泥细度和比表面积标准物料制备特定空隙率的标准试样进行 6 次测量，分别由公式(1)计算示值误差，用相对误差表示，由公式(2)计算测量重复性。标准试样的制备、空隙率选择及比表面积值的测试方法依据 GB/T 8074。

$$\Delta = \frac{\bar{S} - S_s}{S_s} \quad (1)$$

式中：

Δ ——比表面积仪的相对示值误差；

\bar{S} ——比表面积仪 6 次测量的算术平均值；

S_s ——标准物料的比表面积值。

$$\gamma = \frac{S_{\max} - S_{\min}}{S_s} \quad (2)$$

式中：

- γ ——比表面积仪的测量重复性；
- S_{\max} ——测量结果中比表面积值的最大值；
- S_{\min} ——测量结果中比表面积值的最小值；
- S_s ——标准物料的比表面积值。

8 校准结果表达

校准后的比表面积仪，应填发校准证书或报告，校准结果应在校准证书上反映，校准证书至少应包括 JJF 1071-2010《国家计量校准规范编写规则》5.12 条款中的信息。校准结果内页格式可参见附录 B。

9 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。

附录 A

比表面积仪校准原始记录内页参考格式

序号	校准项目	校准结果											
1	密封性												
2	透气圆筒内径												
3	透气圆筒内表面和阳 锥外表面的粗糙度												
4	透气圆筒上边口到穿 孔板支撑台深度												
5	穿孔板厚度												
6	穿孔板直径												
7	穿孔板孔数												
8	穿孔板孔径	孔号	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	
		通规											
		止规											
9	捣器与透气圆筒间隙												
10	捣器扁平槽宽度												
11	捣器底面与穿孔板间 的距离												
12	U形压力计刻度一与 刻度二的距离												
13	U形压力计刻度一与 刻度三的距离												

示值误差和测量重复性

比表面积实测值： (cm^2/g)						
标准粉的比表面积值： (cm^2/g)	示值误差： %		测量重复性： %			

校准结果的扩展不确定度： _____

附录 B

比表面积仪校准证书内页参考格式

证书编号 ××××××—××××

序号	校准项目	校准结果
1	密封性	
2	透气圆筒内径	
3	透气圆筒内表面和阳锥外表面的粗糙度	
4	透气圆筒上边口到穿孔板支撑	
5	穿孔板厚度	
6	穿孔板直径	
7	穿孔板孔数及孔径	
8	捣器与透气圆筒间隙	
9	捣器扁平槽宽度	
10	捣器底面与穿孔板间的距离	
11	U形压力计刻度一与刻度二的距	
12	U形压力计刻度一与刻度三的距	

示值误差和测量重复性

标准值(cm ² /g)	示值误差 (%)	测量重复性 (%)

本次校准结果的扩展不确定度： _____

附录 C

比表面积仪示值误差校准的测量不确定度评定示例

C.1 概述

C.1.1 依据

依据《比表面积仪校准规范》对比表面积示值误差的测量不确定度进行分析和评定。

C.1.2 测量方法: 采用比表面积值为 $3820\text{cm}^2/\text{g}$ 的水泥细度和比表面积标准物料对示值误差进行校准。

C.2 不确定度分析

C.2.1 测量模型

用被校比表面积仪重复测量标准物料 6 次, 分别由以下公式计算示值误差。比表面积值的测试方法依据 GB/T 8074。

$$\Delta S = \bar{S} - S_s$$

式中:

ΔS ——比表面积仪的示值误差, cm^2/g ;

\bar{S} ——比表面积仪 6 次测量的算术平均值, cm^2/g ;

S_s ——标准粉的比表面积值, cm^2/g 。

C.2.2 测量不确定度的主要来源

比表面积仪示值误差的测量不确定度的主要来源:

- a) 由被校比表面积仪引入的标准不确定度 $u(\bar{S})$;
- b) 由标准物料引入的标准不确定度 $u(S_s)$ 。

由于各输入量彼此独立不相关, 合成标准不确定度可表示为:

$$u_c(\Delta S) = \sqrt{c_1^2 \cdot u^2(\bar{S}) + c_2^2 \cdot u^2(S_s)}$$

式中各灵敏系数分别为:

$$c_1 = \frac{\partial \Delta S}{\partial \bar{S}} = 1, \quad c_2 = \frac{\partial \Delta S}{\partial S_s} = -1$$

C.3 标准不确定度评定

C.3.1 由被校比表面积仪引入的标准不确定度 $u(\bar{S})$

由被校比表面积仪引入的不确定度主要为测量重复性引入的不确定度, 其他

如分辨力等引入的不确定度可以忽略不计。

在重复性条件下,使用比表面积值为 $3820\text{cm}^2/\text{g}$ 的水泥细度和比表面积标准物料,用全自动比表面积仪测量 10 次,测得的数据如下所示:

表 C.1 重复性条件下的 10 次测量值

序号	测量值 (cm^2/g)	序号	测量值 (cm^2/g)
1	3817.5	2	3833.0
3	3803.9	4	3845.2
5	3843.5	6	3821.4
7	3818.7	8	3803.9
9	3848.5	10	3847.0

比表面积平均值:

$$\bar{S} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n S_i = 3828.26 \text{ cm}^2/\text{g}$$

用贝塞尔公式计算标准偏差为:

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (S_i - \bar{S})^2}{n-1}} = 17.46 \text{ cm}^2/\text{g}$$

实际校准过程,取 6 次测量值的算术平均值作为测量结果,可得到:

$$u(\bar{S}) = \frac{s}{\sqrt{6}} = \frac{17.46}{\sqrt{6}} = 7.13 \text{ cm}^2/\text{g}$$

C.3.2 标准物料定值引入的标准不确定度 $u(S_s)$

在校准过程中使用的是中国建筑材料科学研究总院研制并定值的水泥细度和比表面积标准物料(以比表面积值为 $3820 \text{ cm}^2/\text{g}$ 的标准水泥粉为例),其定值扩展不确定度为 $15.6 \text{ cm}^2/\text{g}$,视为正态分布,取包含因子 $k=2$,则由标准物料引入的不确定度分量为:

$$u(S_s) = \frac{U}{k} = \frac{15.6}{2} = 7.8 \text{ cm}^2/\text{g}$$

C.4 合成标准不确定度

C.4.1 灵敏系数

由于各输入量彼此独立不相关,合成标准不确定度可表示为:

$$u_c(\Delta S) = \sqrt{c_1^2 \cdot u^2(\bar{S}) + c_2^2 \cdot u^2(S_s)}$$

式中各灵敏系数分别为:

$$c_1 = \frac{\partial \Delta S}{\partial S} = 1, \quad c_2 = \frac{\partial \Delta S}{\partial S_s} = -1$$

C.4.2 标准不确定度汇总表

表 C.2 标准不确定度汇总表

标准不确定度分量	不确定度来源	标准不确定度	c_i
$u(\bar{S})$	测量重复性	7.13 cm ² /g	1
$u(S_s)$	标准物料定值	7.8 cm ² /g	-1

C.4.3 合成标准不确定度的计算

以上分量独立不相关, 根据合成标准不确定度公式, 则:

$$u_c(\Delta S) = \sqrt{c_1^2 \cdot u^2(\bar{S}) + c_2^2 \cdot u^2(S_s)} = \sqrt{7.13^2 + 7.8^2} = 10.57 \text{ cm}^2/\text{g}$$

C.5 确定扩展不确定度

取 $k = 2$, 则比表面积仪示值误差校准的扩展不确定度为:

$$U = k \cdot u_c(\Delta S) = 2 \times 10.57 \approx 21.2 \text{ cm}^2/\text{g}$$

C.6 计算相对扩展不确定度

相对扩展不确定度为:

$$U_{\text{rel}} = \frac{U}{S_s} = \frac{21.2}{3820} \approx 0.6\%$$