

建立常用玻璃量器检定装置计量标准

邓雄鹰

(广西河池市疾病预防控制中心, 广西 河池 547000)

摘要: 计量是为社会提供公正数据不可缺少的手段, 其准确与否直接影响数据的公正性。计量不仅应明确被测量的值, 而且还应给出该量值的不确定度, 也就是说, 量值要在一定准确性范围获得统一。为使计量结果的准确一致, 有必要建立本单位的最高计量标准, 以保证本单位的量值获得准确一致的测量, 数据的公正性就有保证。为此, 建立本单位的最高计量标准, 对本单位使用的常用玻璃量器进行检定, 作为本单位工作量值的依据。

关键词: 玻璃量器; 计量标准

1 材料和方法

1.1 计量标准的工作原理及组成

本单位的常用玻璃量器采用 JJG 196—2006 中衡量法进行检定。工作原理如下:

在工作室温度为 $(20 \pm 5)^\circ\text{C}$ 的条件下, 对于量入式的量器, 取洁净、干燥的量器在电子天平上称量, 去皮重 (清零), 加入纯水至标称容量的刻度, 天平显示的数值即是被检容量测定的质量值 (m);

对于量出式的量器, 取容量大于被检量器的洁净具塞量瓶, 在电子天平上称量, 去皮重 (清零), 用被检量器加入标称容量的纯水, 天平显示的数值即是被检容量测定的质量值 (m);

称完后将温度计直接插入瓶内测温, 读数准确到 0.1°C , 然后在附录 B 常用玻璃量器衡量法 $K(t)$ 值表中, 根据被检量器的材质, 材质为钠钙玻璃查表 B.1、如为硼硅玻璃则查表 B.2, 得到所测水温对应的 $K(t)$ 值, 根据公式计算出被检玻璃量器在 20°C 时的实际容量。二次检定数据的差值应不超过被检玻璃量器容量允差的 $1/4$, 并取二次的平均值。

玻璃量器在标准温度 20°C 时的实际容量 V_{20} 按下式计算:

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

式中: V_{20} —标准温度 20°C 时的被检玻璃量器的实际容量, mL;

m —被检玻璃量器内所能容纳水的表观质量, g;

$K(t)$ —测量温度下的修正值。

1.2 计量标准器及主要配套设备

1.2.1 计量标准器

万分之一电子天平，型号 AG204，测量范围(0.0001~210)g，准确度等级级，梅特勒-托利多集团计量标准的主要技术指标，(0~50)g MPE: ± 0.0005 g (>50~200)g MPE: ± 0.0010 g >200g MPE: ± 0.0015 g

1.2.2 主要配套设备

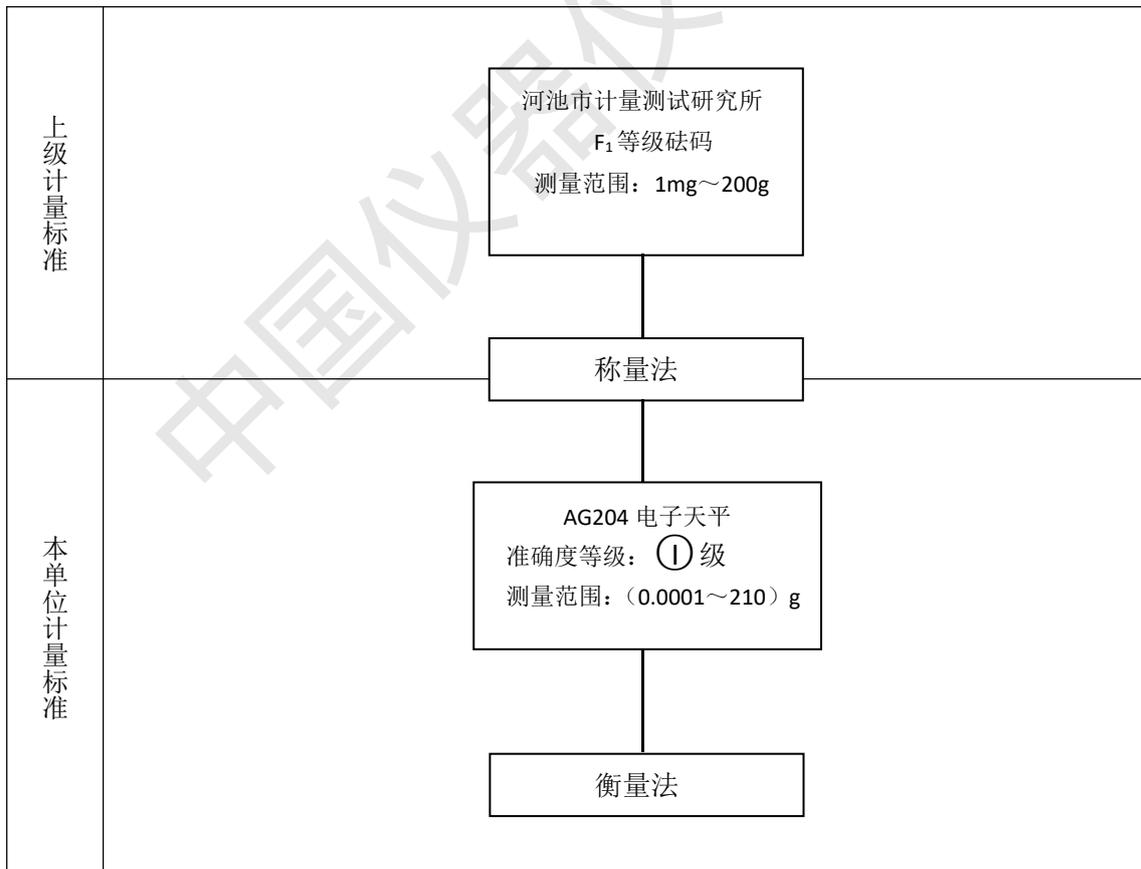
数字温度计，型号 WMY-01，测量范围 (0~50) °C，最大允许误差 ± 0.3 °C，上海医用仪表厂

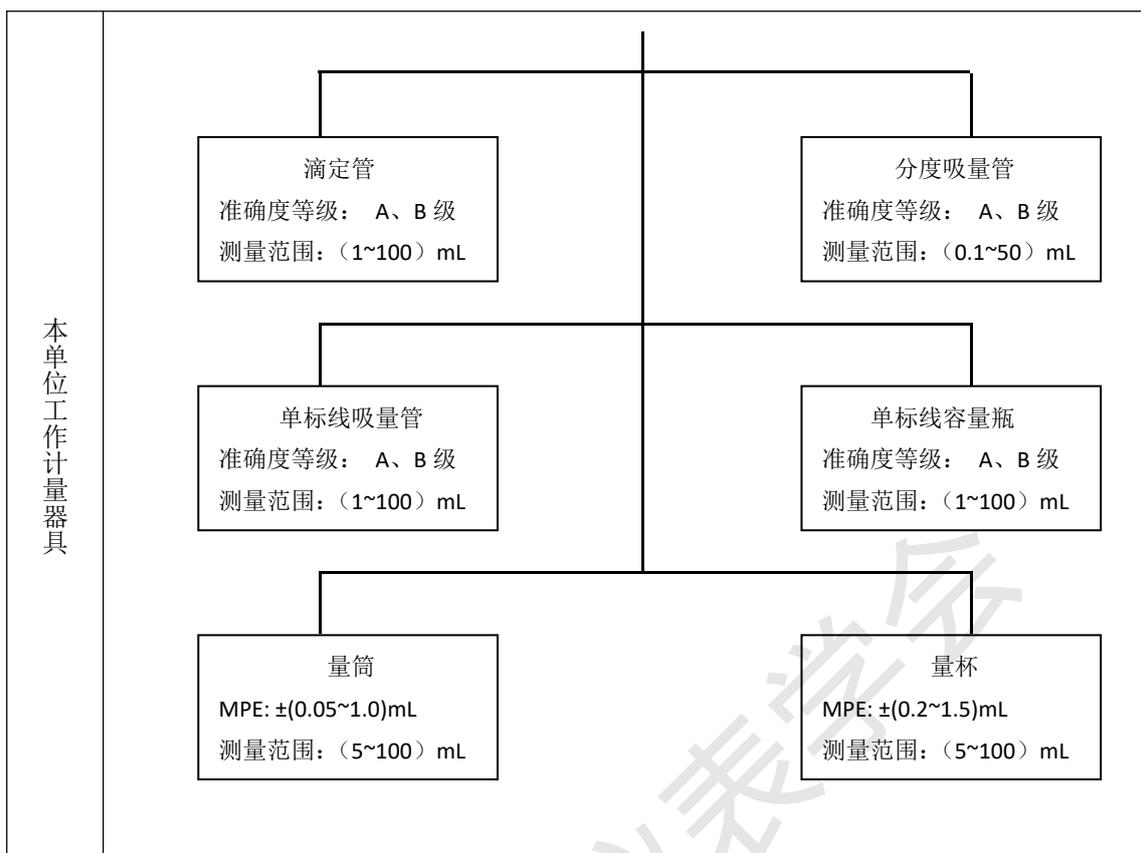
机械秒表，型号 807，测量范围 (0~30) min，不确定度 $U(s) = 0.06k=2$ ，上海秒表厂

1.2.3 环境条件

玻璃量具检定室环境要求，温度范围 (20 \pm 5) °C，室内温度变化 ≤ 1 °C/h，室温与水温之差 ≤ 2 °C

1.3 计量标准的量值溯源和传递





1.4 检定规程方法

检定操作步骤按照 JJG 196—2006 中衡量法进行，适用于滴定管、分度吸量管、单标线吸量管、单标线容量瓶、量筒、量杯等常用玻璃量具的首次检定、后续检定和使用中的检验。

1.4.1 通用技术要求

玻璃量具材质通常采用钠钙玻璃或硼硅玻璃制成，内应力符合要求。外观不允许有影响计量读数及使用强度等缺陷，具体要求应符合现行国家标准，分度线与量的数值应清晰、完整、耐久，其他标记应符合要求。结构要完整，玻璃量具的口应与玻璃量具轴线相垂直，扣边要平整光滑，不得有粗糙处及未经熔光的缺口。密合性要求良好，具塞玻璃量具不应有渗水，渗漏量应符合要求。

1.4.2 计量性能要求

玻璃量具的流出时间和等待时间应符合要求，容量允差要在规定范围内。

1.4.3 计量器具控制方法

室温、水温及其变化符合要求，电子天平、温度计、秒表取得检定合格证书。

2 检测结果

2.1 计量标准的重复性试验

对 210g/0.1mgAG204 电子天平进行的重复性试验。选取一支 0.1ml 分度吸量管，连续

测量 10 次。重复性试验结果如下：

测量值/ml 测量次数	试验时间				年 月日
	2021 年 5月5日	2021 年 7月30日	2021 年 9月18日	2021 年 11月27日	
试验条件	室温 18.9°C 水温 19.3°C 衡量法	室温 19.0°C 水温 18.7°C 衡量法	室温 21.7°C 水温 19.7°C 衡量法	室温 20.8°C 水温 20.8°C 衡量法	
1	0.1005	0.1009	0.1005	0.1008	
2	0.1006	0.1006	0.1004	0.1007	
3	0.1007	0.1011	0.1011	0.1008	
4	0.1009	0.1004	0.1007	0.1003	
5	0.1012	0.1004	0.1012	0.1010	
6	0.1007	0.1005	0.1006	0.1007	
7	0.1005	0.1011	0.1012	0.1004	
8	0.1005	0.1005	0.1006	0.1010	
9	0.1007	0.1005	0.1010	0.1008	
10	0.1005	0.1004	0.1008	0.1004	
\bar{y}	0.1007	0.1006	0.1008	0.1007	
$s(y_i) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (y_i - \bar{y})^2}{n-1}}$	0.00023	0.00028	0.00029	0.00025	
结论	符合要求	符合要求	符合要求	符合要求	
备注	$s(y_i) < U_{95}$ $U_{95} = 0.013$				

2.2 计量标准的稳定性试验

选取一支 A 级 10mL 分度吸管，连续测量 10 次。在不同的时间间隔重复此实验，所

得稳定性考核结果如下：

测量值/ml 测量次数	试验时间				年 月日
	2021年 5月5日	2021年 7月30日	2021年 9月18日	2021年 11月27日	
核查标准	A 级 10mL 分度吸管，最大容量允差±0.05 ml				
1	10.0297	10.0259	10.0210	10.0181	
2	10.0217	10.0273	10.0263	10.0276	
3	10.0291	10.0207	10.0125	10.0247	
4	10.0230	10.0250	10.0163	10.0221	
5	10.0302	10.0234	10.0097	10.0261	
6	10.0271	10.0272	10.0131	10.0203	
7	10.0307	10.0288	10.0136	10.0199	
8	10.0251	10.0247	10.0186	10.0223	
9	10.0274	10.0195	10.0099	10.0247	
10	10.0301	10.0275	10.0225	10.0211	
\bar{y}_i	10.0274	10.0250	10.0163	10.0227	
变化量 $ \bar{y}_i - \bar{y}_{i-1} $		0.0024	0.0087	0.0064	
允许变化量		0.05	0.05	0.05	
结论		符合要求	符合要求	符合要求	

2.3 检定或校准结果的测量不确定度评定

以测量常用玻璃量器 10 mL 分度吸管为例，对数学模型中各个输入量的不确定度进行分类评定，最后合成扩展不确定度为 10mL： $U_{95} = 0.013 \text{ mL}$ ， $k_p = t_{95}(50) = 2.01$

2.4 检定或校准结果的验证

选取一支 A 级 10mL 分度吸管，自检一组数据后送上级法定计量检定机构测得一组数据，比对检定结果见下表：

表 检定结果比对结果表

量器名称	标称容量 (mL)	检定点 (mL)	上级法定计量检定 机构检定结果 (mL)	自检结果 (mL)	比对结果差值 Δy (mL)
10mL 分度吸管	10	0~1	0.990	1.0083	0.0183
		5~0	5.005	5.0105	0.0055
		10~0	10.008	10.0274	0.0194

结论：根据 $\Delta y = |y_1 - y_2|$

若 $\Delta y \leq \sqrt{U_1^2 + U_2^2}$ 条件成立，则常用玻璃量器检定装置满足 JJF1033-2016《计量标准考核规范》要求。

本检定室用 AG204 电子天平检定 10mL 分度吸管（10~0）检定点得： $y_1 = 10.0274$ mL

上级法定计量检定机构检定 10mL 分度吸管（10~0）检定点得： $y_2 = 10.008$ mL

比对结果差值 $\Delta y = 0.0194$ mL

$U_1 = 0.014$ mL， $U_2 = 0.014$ mL

$$\sqrt{U_1^2 + U_2^2} = \sqrt{0.014^2 + 0.014^2} = 0.020 \text{ mL}$$

故 $\Delta y = |y_1 - y_2| \leq \sqrt{U_1^2 + U_2^2}$ 条件成立，比对检定结果可靠，由 AG204 电子天平建立的常用玻璃量器检定装置满足 JJF1033-2008《计量标准考核规范》要求。

3 结论

用 AG204 电子天平作为计量标准器对常用玻璃量器进行衡量法检定工作，根据 JJF 1033-2016《计量标准考核规范》的要求进行考核，所得考核结果如下：

3.1 计量标准的重复性试验：

$s(y_i) = 0.00029$ mL， $U_{95} = 0.013$ mL， $s(y_i) < U_{95}$ 符合要求。

3.2 计量标准的稳定性考核：

变化量 $|\bar{y}_i - \bar{y}_{i-1}| = 0.0087$ mL，允许变化量为 0.05 mL，符合要求。

3.3 检定结果的测量不确定度评估

AG204 电子天平检定 A 级 10mL 分度吸管： $U_{95} = 0.013$ mL， $k_p = t_{95}(50) = 2.01$

3.4 检定结果的验证

检定 A 级 10mL 分度吸管比对结果差值为 $\Delta y = 0.0194 \text{ mL}$

$$\sqrt{U_1^2 + U_2^2} = \sqrt{0.014^2 + 0.014^2} = 0.020 \text{ mL}$$

故 AG204 电子天平的 $\Delta y = |y_1 - y_2| \leq \sqrt{U_1^2 + U_2^2}$ 条件均成立，比对检定结果可靠。

以上结果表明，由 AG204 电子天平作为计量标准器建立的常用玻璃量器检定装置满足 JJF1033-2016《计量标准考核规范》要求，可以开展常用玻璃量器的检定工作。

4 分析讨论

玻璃量具是日常实验室使用最多的计量器具，在配制检测校准曲线时，常用于转移、稀释、定容标准溶液，其量值的准确度是否符合要求，直接影响着最终计量结果的准确性，所以需要日常所用的玻璃量具进行检定，如果全部外包检定，既增加经济负担，也不利日常管理使用。建立一套实验室常用玻璃量具检定装置的计量标准，对实验室所有的玻璃量具进行自检，这显得尤为重要，也是实验室资质认证要求的考核内容。通过对新购买的、使用中的玻璃量具进行检定，及时发现不合格的量具，以避免在实验过程中因使用不合格的量具而造成的误差，这也是实验室质量控制最基础的要求。

移液枪也是实验室常用计量器具，常用于生物和化学分析中的取样和加样，与玻璃刻度移液器相比有着操作方便、快速的特点，很多时候可以代替玻璃量具使用，尤其是在一些有机物标准溶液稀释时优势更明显。其检定规程为 JJG646-2006，和玻璃量具检定工作原理一致。在实际工作中可以举一反三，通过建立的计量标准进行两者之间的分析比对，验证合格后移液枪可以和玻璃量具配合使用，更方便实际工作，提高效率。

5 技术依据

JJG 196-2006《常用玻璃量器检定规程》

JJF 1033-2016《计量标准考核规范》

《测量不确定度的分析与评定》