10mL 单标线吸量管测量结果不确定度评定

□榆林市计量技术研究院 杨洋 尚闰伟

【摘 要】玻璃量器广泛应用化学分析配制准确精度的溶液或定量地稀释溶液。本文以一个10mL 单标线 吸量管为例,依据检定规程,对其测量结果的不确定度进行了分析与评定。

【关键词】单标线吸量管;不确定度分析;10mL

文献标识码: B 文章编号: 1003-1870 (2023)05-0044-03

概述

常用玻璃量器是化学分析实验中普遍使用的计量器具,其量值是否准确可靠,直接影响化学分析测试结果的准确。本文拟分析10mL的单标线吸量管测量结果不确定度,分析出影响不确定度的主要分量来源。

- 1 10mL 单标线吸量管测量结果不确定评定
- 1.1 测量方法
- 1.1.1 测量依据

JJG196-2006《常用玻璃量器检定规程》。

1.1.2 环境条件

温度(17~23)℃,湿度58%RH。

1.1.3 测量标准

选用电子天平厂家为sartorius,型号为BS224S,准确度等级为①级,量程为 $(0\sim220)g$,分度值e=0.1mg,最大允许误差为1mg。

1.1.4 被测对象

标称容量为10mL 的单标线吸量管。

1.1.5 测量方法

采用衡量法测定玻璃量器的容量示值。将清洗干净单标线吸量管测量前4h放入室温为温度(20 ± 2) $^{\circ}$ 且室温变化不大于1 $^{\circ}$ C/h的实验室内恒温,电子天平称出常用玻璃量器内纯水质量值,乘以测量纯水温度下的K(t)值,即得到20 $^{\circ}$ C时的实际容量。

1.2 测量模型

$$V_{20} = m \cdot K(t) \tag{1}$$

式中, V_{20} ——标准温度20 $^{\circ}$ 0时的吸量管的实际容量 (mL);

m ——吸量管内所能容纳水的表观质量(g);

K(t)——测量温度下的修正值(mL/g)。

1.3 方差和灵敏系数

根据
$$u_c^2 = \sum_{i=1}^n \left(\frac{\partial f}{\partial x_i}\right)^2 u^2(x_i)$$

由(1)可得:

$$u_{\circ}(V) = \sqrt{c^{2}(m) u^{2}(m) + c^{2}(K) u^{2}(K)}$$

灵敏系数为
$$c(m) = \frac{\partial V}{\partial m} = K(t);$$
 ; $c(K) = \frac{\partial V}{\partial K(t)} = m$

1.4 输入量的标准不确定度评定

1.4.1 输入量m 的标准不确定度u(m)的评定

输入量m 的标准不确定度u(m)不确定度由以下各分量组成: 测量重复性引入的标准不确定度分量 $u(m_1)$,采用A 类方法进行评定;电子天平引入的不确定度分量 $u(m_2)$,采用B 类方法进行评定;人员估读引入的标准不确定度分量 $u(m_3)$ 。

(1)测量重复性引入的标准不确定度分量 $u(m_1)$ 对10 mL 单标线吸量管进行测量,测量数据 x_i 如表1:

表1

ĺ	\/ ₁ *\/ ₁ *\/ ₁	1		2 4 5			
Į	伙釵	1	2	3	4	5	6
	$x_i (g)$	9.9701	9.9726	9.9764	9.9719	9.9713	9.9721

测量平均值为: $\overline{m} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^{n} m_i = 9.9724g$ 测量标准偏差为:

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n} (m_i - \overline{m})^2}{n-1}} \approx 0.0021g$$

在实际测量中,测量结果是6次测量的平均值,则引入的A类不确定度

$$u_1 = \frac{s}{\sqrt{6}} \approx 0.0009g$$

经过计算得水温为20.2℃时实际容量为:则相对不确定度为

$$V_{20} = m \cdot K(t) = 9.9724 \times 1.00288 = 10.001 \,\text{mL}$$

$$c(m) = \frac{\partial V}{\partial m} = K(t) = 1.00288 \,\text{mL/g}$$

$$\frac{\partial m}{m} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^{n} m_i = 9.9724g$$

(2) 电子天平引入的标准不确定度分量 $u(m_2)$

选取的标准器为电子天平量程为(0~220)g,分度值为0.1mg,最大允许误差为 e=10d,可根据电子天平最大允许误差,采用B 类方法进行评定,认为服从均匀分布,包含因子 $k=\sqrt{3}$ 。

则
$$u(m_2) = \frac{0.001}{\sqrt{3}} \approx 0.000577g$$

(3)人员估读引入的标准不确定度分量u(m3)

被检玻璃量器分度线内径约为4mm,由于读数不准引入高度误差为0.2mm,则体积误差为0.00251mL。采用B类方法进行评定,认为其服从均匀分布,包含因子 $k=\sqrt{3}$ 。则

$$u(m_3) = \frac{0.00251}{\sqrt{3}} = 0.001449 \text{ mL}$$

1.4.2 输入量K的标准不确定度u(K)的评定

输入量K 的标准不确定度主要来源于温度测量时引入的标准不确定度 $u(K_1)$,水温变化引入的标准不确定度分量 $u(K_2)$,空气密度引入的标准不确定度分量 $u(K_3)$ 。

(1) 温度测量时引入的标准不确定度 $u(K_1)$

使用分度值为0.1℃的温度计测量,且根据检定证书误差查的温度计本身存在±0.1℃,人员估读引入的误差为±0.1℃,则温度变化范围为±0.2℃。因测量水温为20.2℃则温度偏差引入的标准不确定度分量可查表得到。采用B 类方法进行评定,认为服从均匀分布,包含因子 $k = \sqrt{3}$ 。

$$\text{for } u(K_1) = \frac{(1.00292 - 1.00285)}{2\sqrt{3}} = 0.00002 \text{ mL/g}$$

(2) 水温变化引入的标准不确定度u(K₂)

测得水温为20.2 $^{\circ}$ 、规程中规定测量的水温为测温桶内的温度,所以测量值与实际值之间存在温差,其变化为 \pm 0.2 $^{\circ}$ 。采用B 类方法进行评定,认为其服从均匀分布,包含因子 $k = \sqrt{3}$ 。

$$\iiint u(K_2) = \frac{(1.00292 - 1.00285)}{2\sqrt{3}} = 0.00002 \text{ mL/g}$$

(3) 空气密度引入的标准不确定度分量u(K₃)

实验室内空气密度一般取0.0012g/cm³,实际变化范围为(0.00117~0.00123)g/cm³,代入公式 $K(t) = \frac{\rho_B - \rho_A}{\rho_B(\rho_W - \rho_A)} \cdot [1 + \beta(20 - t)]$,对应的K(t) 值范围为1.00102~1.00108,采用B类方法进行评定,认为服从均匀分布,包含因子 $k = \sqrt{3}$ 。

则
$$u(K_3) = \frac{(1.00108 - 1.00102)}{2\sqrt{3}} = 0.000017 \text{ mL/g}$$

1.5 标准不确定度汇总表

表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 u(x;)	灵敏系数 $c_{\rm i}$	标准不确定度值 c _i ・u(x _i)
u(m)	输入量m 引入的标准不确定度	0.001801mL		
$u(m_1)$	重复性测量引入的不确定度	0.0009g	K(t)	0.0009mL
$u(m_2)$	电子天平引入的不确定度	0.000577g	K(t)	0.000577mL
$u(m_3)$	人员估读引入的不确定度	0.001449mL		
u(K)	输入量K 引入的标准不确定度	0.0003mL		
$u(K_1)$	温度计引入的不确定度	0.00002mL/g	m	0.0002mL
$u(K_2)$	水温变化引入的不确定度	0.00002mL/g	m	0.0002mL
$u(K_3)$	空气密度引入的不确定度	0.000017mL/g	m	0.00017mL

$$t=20.2$$
 °C, $K(t) = 1.00288$ mL/g, $m=9.9724$ g

输入量m 的标准不确定度u(m) 的计算

$$u(m) = \sqrt{u^2(m_1) + u^2(m_2) + u^2(m_3)} = \sqrt{0.0009^2 + 0.000577^2 + 0.001449^2} \approx 0.001801 \text{ mL}$$

输入量K的标准不确定度u(K)的计算

$$u(K) = \sqrt{u^2(k_1) + u^2(k_2) + u^2(k_3)} = \sqrt{0.0002^2 + 0.00002^2 + 0.00017^2} \approx 0.0003 \text{ mL}$$

1.6 合成标准不确定度

输入量m 与K 彼此独立不相关,得

$$u_c(V) = \sqrt{u^2(m) + u^2(K)} = \sqrt{0.001801^2 + 0.0003^2 + 0.00017^2} \approx 0.001826 \text{ mL}$$

1.7 扩展不确定度

取k=2,得到10mL单标线吸量管的扩展不确定度为

$$U = k \cdot u_c(V) = 2 \times u_c(V) \approx 0.004$$
 m

1.8 不确定度报告

 $V_{20}=10.001 \text{mL}$; U=0.004 mL, k=2

2 结论

本文评定了10mL 单标线吸量管的测量结果不确定度,较全面分析了影响测量结果的各个因素。可以看出,其中人员估读引入的不确定度分量为测量结果不确定度的主要来源。

参考文献

- [1] 蔡永洪. 基于机器视觉的玻璃量器液面调定不确定度研究[]]. 中国测试,2022,48(S1):73-78.
- [2] 张霖, 杨寒, 付光玲, 朱晓娟, 邵博臣. 标准玻璃量器和常用玻璃量器计量方法探讨[J]. 中国计量,2022(04):113-115.DOI:10.16569/j.cnki.cn11-3720/t.2022.04.041.
- [3] 王颖, 唐蕾, 谢晋, 范玉涛. 深入探讨常用玻璃量器的容量比较法[J]. 中国计量,2020(04):126-129. DOI:10.16569/j.cnki.cn11-3720/t.2020.04.043.
- [4] 李琴, 王美兰. 常用玻璃量器计量检定工作中应注意的事项[J]. 计量与测试技术,2017,44(10):82+85. DOI:10.15988/j.cnki.1004-6941.2017.10.039.
 - [5] 王宁. 常用玻璃量器衡量法测得值的不确

定度评定[J]. 计量与测试技术,2018,45(06):115-117. DOI:10.15988/j.cnki.1004-6941.2018.06.040.

- [6] 方茜. 关于玻璃量器及移液器检定操作时的工作经验[]]. 大众标准化,2021(06):259-261.
- [7] 李慧敏. 常用玻璃量器容量测量结果的不确定 度评定[J]. 中国计量,2019(01):104-107.DOI:10.16569/j.cnki.cn11-3720/t.2019.01.041.
- [8] 梁宝玲. 常用玻璃量器检定工作的注意事项以及示值误差的测量结果不确定度分析和评定方式建立[[]. 内蒙古科技与经济,2012(15):80-81.
- [9] 梁宝玲. 常用玻璃量器检定工作的注意事项以及示值误差的测量结果不确定度分析和评定方式建立[[]. 内蒙古科技与经济,2012(15):80-81.
- [10] 解敏丽,魏子勇.玻璃量器滴定管容量示值误差对分析结果的影响[J]. 中国环境管理干部学院学报,2011,21(01):62-64.
- [11] 邹秀丽, 黄俊华, 杨帆, 黄志凡. 常用玻璃量器量值比对问题分析与建议[J]. 计量与测试技术,2020,47(01):63-65.DOI:10.15988/j.cnki.1004-6941.2020.1.023.

作者简介

杨洋,1988年生,男,硕士研究生,一级注册 计量师,主要研究方向:衡器、化学计量与检测技 术,所在单位:榆林市计量技术研究院。