

数显烘干法水分测定仪测量不确定度的评定

□隋佳硕¹ 贾琨² 王倩²

- (1. 吉林省水文水资源局 (吉林省水环境监测中心)
2. 吉林省计量科学研究院 (吉林省计量测试仪器与技术重点实验室))

【摘 要】本文结合实际工作，分别对烘干法水分测定仪的称量装置和烘干装置分别建立数学模型，并对其测量结果不确定分量分析，给予对应的扩展不确定度，为水分测定仪的校准和建立计量标准提供技术参考。

【关键词】烘干法水分测定仪；称量装置；烘干装置；测量不确定度

文献标识码：B 文章编号：1003-1870 (2024) 04-0025-03

概述

水分测定仪按照测定原理分为物理测定法和化学测定法，物理测定法分为烘干法水分测定仪和电容电阻法水分测定仪。烘干法水分测定仪（以下简称水分测定仪）是基于烘干原理直接对称量样品表面分离或微量水分进行计量分析的仪器，其主要由称量装置和烘干装置组成。烘干装置的加热方法有隧道式烘箱、红外陶瓷加热器、石英加热器、远红外加热器、卤素灯、激光、微波等^[1-3]。

由于烘干法水分测定仪是由称量装置和烘干装置组成，故在检定中也同时兼顾称量装置和烘干装置两项指标，两项技术参数都符合规程要求方能判定水分仪合格。因此在对水分测定仪不确定度评定

时也将两项指标分别评定，分别为称量装置示值误差测量结果不确定度和烘干装置水分测定误差测量结果不确定度，并将其两项指标的扩展不确定度分别给出。

1 样机信息

依据JJG 658-2022《烘干法水分测定仪》检定规程，水分测定仪主要由烘干装置和称量装置两部分组成，对数字指示的烘干法水分测定仪称量装置部分采用直接测量法，烘干装置部分采用间接测量法。因此，在对水分测定仪测量结果不确定度评定时应给予分开评定。以技术比武样机为例分析其测量结果不确定度，样机为数字显示水分测定仪，如表1所示，选用的测量标准如表2所示。

表1 样机信息

名称	规格型号	最大称量Max(g)	显示分度值d(g)	检定分度值e(g)	准确度等级	备注
水分测定仪	HE53/02	54	0.001	0.01	级	数显

表2 测量标准信息

序号	名称	测量范围	准确度等级或不确定度
1	砝码	500g~1mg	F ₁ 等级
2	氯化钠溶液标准物质（有证）	质量分数：5%	U≤0.03%，k=2

2 称量装置示值误差测量结果不确定度评定

2.1 数学模型

$$E=I-m$$

其中：E——示值误差；

I——称重装置显示值；

m——载荷的约定质量实际质量值。

2.2 称量示值测量计算结果

称量示值测量计算结果如表3所示。

表3 称量示值测量计算结果

载荷 m (g)	0.000	0.020	5.000	20.000	50.000	54.000
示值 I (g)	0.000	0.020	5.001	20.001	50.001	54.002
示值误差 E (g)	0.000	0.000	0.001	0.001	0.001	0.002

2.3 重复性引入的测量结果不确定度 μ_1

水分测定仪的称量装置选用50g 砝码进行重复性试验,其10次测量结果为(单位为g): 50.000、50.000、50.000、50.003、50.001、50.000、50.000、50.001、50.001、50.000,故:

$$s_p = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{10} (I_i - \bar{I})^2}{n-1}} = 0.97 \text{ mg}$$

由于测量过程中采用单次测量结果,故:

$$\mu_1 = s_p = 0.97 \text{ mg}$$

2.4 标准砝码引入的测量结果不确定度 μ_2

根据JJG 99-2022《砝码》检定规程要求, F_1 等级砝码各载荷点最大允许误差分别为(单位为mg): 0、 ± 0.03 、 ± 0.16 、 ± 0.25 、 ± 0.3 、 ± 0.56 ,服从均匀分布,包含因子 $k=\sqrt{3}$,因此:

$$\mu_2 = \frac{|\text{MPE}|}{\sqrt{3}}$$

通过计算可得各载荷点标准砝码引入的测量结果不确定度分别为(单位为mg): 0、0.017、0.092、0.14、0.17、0.32。

2.5 称量装置分辨力引入的测量结果不确定度 μ_3

水分测定仪称量装置在全量程范围内的显示分度值(d)为1 mg,服从均匀分布,包含因子 $k=\sqrt{3}$,因此:

$$\mu_3 = \frac{d}{2\sqrt{3}} = \frac{1 \text{ mg}}{2\sqrt{3}} = 0.29 \text{ mg}$$

分辨率引起的不确定度与重复性引起的不确定度相比,两者取大者,故取重复性引起的不确定度分量。

2.6 称量装置示值误差合成测量结果不确定度

$$\mu_c = \sqrt{\mu_1^2 + \mu_2^2}$$

通过计算,各载荷点合成示值误差测量结果不确定度分别为(单位为mg): 1.0、1.0、1.0、1.0、1.0、1.1。

2.7 称量装置示值误差测量结果扩展不确定度

$$U = k \times \mu_c, k = 2$$

通过计算后保留有效位数,在54 g 载荷点 $U=3$ mg, $k=2$; 其余载荷点为: $U=2$ mg, $k=2$ 。

3 烘干装置水分测定误差测量结果不确定度评定

3.1 数学模型

$$\Delta M = M_2 - M_{\text{NaCl}} = \frac{\Delta W}{W_1} \times 100\% - M_{\text{NaCl}}$$

其中: ΔM ——水分测定误差, %;

M_{NaCl} ——氯化钠纯度标准物质的标准水分含量, %。

ΔW ——烘干前后水分仪显示的样品质量变化量, g。

通过预烘水分测定仪后,在玻璃纤维纸上滴入5 mL 的氯化钠溶液标准物质,烘干前后示值分别为: $W_1=5.012$ g, $W_2=0.240$ g,经计算可得 $M_2=95.21\%$ 。

3.2 烘干前后水分测定仪显示样品质量变化量的相对不确定度度评定 $\mu_{\Delta W}/\Delta W$

烘干前后水分测定仪显示样品质量变化量的测量误差不超过水分测定仪称量装置在该载荷点的最大允许误差。当滴入5g 的氯化钠溶液时,根据称量装置在该载荷点的最大允许误差为: $\text{MPE}=\pm 5$ mg,服从均匀分布,包含因子 $k=\sqrt{3}$,故:

$$\mu_{\Delta W} = \frac{5 \text{ mg}}{\sqrt{3}} = 2.9 \text{ mg},$$

$$\frac{\mu_{\Delta W}}{\Delta W} = \frac{2.9 \text{ mg}}{5 \text{ g} \times 95\%} \times 100\% = 0.061\%$$

3.3 初始水分测定仪显示样品的相对不确定度 μ_W/W_1

3.3.1 初始水分测定仪显示样品的质量值的重复性 μ_4

水分测定仪当加载5 g 氯化钠溶液时,其10次测量结果中的最大值与最小值之差不得超过其载荷点

的最大允许误差的绝对值，即该载荷点 $|MPE|=5\text{ mg}$ ，采用极差法，因此：

$$s = \frac{R}{C_n} = \frac{5\text{ mg}}{3.08} = 1.6\text{ mg}$$

其中： R ——10次测量结果最大值与最小值之差，g；
 C_n ——极差系数，查表可得3.08。

在实际中，取单次作为测量结果，故 $\mu_4=S=1.6\text{ mg}$

3.3.2 衡量装置和标准砝码引入的测量结果不确定的

由上述可知：在载荷为5g的称量点，标准砝码引入的测量结果不确定度 $\mu_2(5g)=0.092\text{ mg}$ ；称量装置

$$\mu_{rel} = \sqrt{\left(\frac{\mu_{\Delta W}}{\Delta W}\right)^2 + \left(\frac{\mu_W}{W_1}\right)^2 + (\mu_{NaCl})^2} = \sqrt{0.061\%^2 + 0.032\%^2 + 0.015\%^2} = 0.071\%$$

3.6 烘干装置示值误差测量结果扩展不确定度

$$U_{rel} = k \times \mu_{rel} = 0.14\%;$$

$$U_{rel} = 0.2\%, k = 2$$

分辨率引入的测量结果不确定度 $\mu_3=0.29\text{ mg}$ 。
 由初始水分测定仪显示样品的质量的不确定度为：

$$\mu_W = \sqrt{\mu_4^2 + \mu_2^2(5g) + \mu_3^2}$$

$$= \sqrt{1.6^2 + 0.092^2 + 0.29^2}\text{ mg} = 1.6\text{ mg}$$

$$\frac{\mu_W}{W_1} = \frac{1.6\text{ mg}}{5\text{ g}} \times 100\% = 0.032\%$$

3.4 氯化钠溶液引入测量结果不确定度 μ_{NaCl}

本次测量采用氯化钠溶液有证标准物质，质量分数为5%，扩展不确定度 $U \leq 0.03\%$ ， $k=2$ ，故：
 $\mu_{NaCl}=0.03\%/2=0.015\%$ 。

3.5 烘干装置示值误差合成测量结果不确定度

4 测量结果及其扩展不确定度

水分测定仪测量结果及其不确定度一览表，如表4所示。

表4 测量结果及其不确定度一览表

称量装置	载荷 m (g)	0.000	0.020	5.000	20.000	50.000	54.000
	示值 I (g)	0.000	0.020	5.001	20.001	50.001	54.002
	示值误差 E (g)	0.000	0.000	0.001	0.001	0.001	0.002
	示值误差测量结果不确定度 U (g) $k=2$	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.003
烘干装置	水分测量误差		0.2%				
	水分测量示值误差测量结果不确定度 U_{rel} , $k=2$		0.2%				

5 结语

本文以数显水分测定仪为例，分别对水分测定仪的称量装置和烘干装置测量结果不确定度进行了分析，并给出称量装置的每个校准点的示值、示值误差及其测量结果不确定度，计算烘干装置水分测量误差及其测量结果相对不确定度。希望本文对专业技术人员在实际工作中和建立烘干法水分测定仪检定标准中有所帮助。

参考文献

[1] JJG 658-2022 烘干法水分测定仪检定规程[S]. 北京：中国标准出版社，2022.

[2] JJG 99-2022 砝码检定规程[S]. 北京：中国标准出版社，2023.

[3] JJG 1036-2022 电子天平检定规程[S]. 北京：中国标准出版社，2023.

[4] JJF 1847-2020 电子校准规程[S]. 北京：中国

标准出版社，2020.

[5] 郑艺. 烘干法模拟指示水分测定仪测得值的不确定度评定[J]. 计量与测试技术,2020.(1):106-108.

[6] JJF 1059.1-2012 测量不确定度评定与表示[S]. 北京：中国质检出版社，2013.

[7] 陈一统. 烘干法水分测定仪测量结果不确定度评定[J]. 品牌与标准化,2023(2):47-49.

[8] 王鹏. 烘干法数显水分测定仪不确定度的评定研究[J]. 仪器仪表标准化计量,2022(4):36-37,45.

[9] 姚凌萍. 浅谈砝码对烘干法水分测定仪装置和测量结果的影响及不确定度评定[J]. 衡器,2014(3):36-39,51.

作者简介

隋佳硕（1989—），女，汉族，硕士研究生，高级工程师，吉林省水文水资源局，研究方向：水文水资源。