

中国人民共和国工业和信息化部发布

202X-XX-XX实施

202X-XX-XX发布

闭路循环法

铝及铝合金液态测氢仪校准规范

Calibration Specification for liquid hydrogen meter

of aluminum and aluminum alloy by closed cycle method

（送审稿）

JJF（有色金属）XXX—XXXX

中华人民共和国工业和信息化部有色金属计量技术规范

闭路循环法铝及

铝合金液态测氢仪校准规范

Calibration Specification for liquid hydrogen meter of aluminum and aluminum alloy by closed cycle method



JJF（有色金属）XXX-XXXX

归 口 单 位：中国有色金属工业协会

主要起草单位：西南铝业（集团）有限责任公司

本规范委托有色金属行业计量技术委员会负责解释

**本规范主要起草人：**

XXX（西南铝业（集团）有限责任公司）

**参加起草人：**

xxx（xxx）

目 录

[引 言 II](#_Toc15105)

[1 范围 1](#_Toc25139)

[2 引用文件 1](#_Toc15772)

[3 术语和计量单位 1](#_Toc26451)

[3.1 术语与定义 1](#_Toc27014)

[3.2 计量单位 1](#_Toc2906)

[4 概述 1](#_Toc31051)

[5 计量特性 2](#_Toc3870)

[5.1 气密性 2](#_Toc24801)

[5.2 泵压 2](#_Toc23382)

[5.3 真空度 2](#_Toc24686)

[5.4 循环流量 2](#_Toc26796)

[5.5 氢含量示值误差 2](#_Toc27279)

[5.6 氢含量示值重复性 2](#_Toc12674)

[5.7 温度示值误差 3](#_Toc24968)

[6 校准条件 3](#_Toc17094)

[6.1 环境条件 3](#_Toc2885)

[6.2 校准用标准器及其他设备 3](#_Toc27790)

[7 校准项目和校准方法 3](#_Toc23062)

[7.1 检查与校准项目 3](#_Toc22599)

[7.2 校准方法 4](#_Toc22661)

[8 校准结果表达 8](#_Toc14791)

[9 复校时间间隔 9](#_Toc14530)

[附录A](#_Toc14718)[铝及铝合金液态测氢仪校准记录 10](#_Toc19568)

[附录B](#_Toc27032)[铝及铝合金液态测氢仪校准证书内页参考格式 11](#_Toc4057)

[附录C](#_Toc25812)[标准气体及其要求 12](#_Toc3035)

[附录D](#_Toc27985)[液态测氢仪氢含量示值误差测量结果的不确定度评定报告举例 13](#_Toc11263)

[附录E](#_Toc21167)[液态测氢仪温度示值误差测量结果的不确定度评定举例 17](#_Toc21156)

引 言

本规范依据国家计量技术规范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》编制。

本规范参考了JJF1664-2017《温度显示仪校准规范》、YS/T 600-2009《铝及铝合金液态测氢方法 闭路循环法》的技术内容。

本规范为首次发布。

闭路循环法铝及铝合金液态测氢仪校准规范

1. 范围

本规范适用于采用闭路循环法的铝及铝合金液态测氢仪的校准。

1. 引用文件

本规范没有引用文件。

1. 术语和计量单位

下列术语和定义适用于本规范。

* 1. 术语
     1. 气密性 gas tightness

测氢仪工作循环气路的密闭性能。

* + 1. 泵压 pump pressure

测氢仪气路循环泵打压能力。

* + 1. 真空度 vacuum

测氢仪气路循环泵抽真空能力。

* + 1. 循环流量 Circulating flow Rate

测氢仪工作循环气路中密闭气体在气路中的循环流动能力。

* + 1. 吹洗 Purge

启动测氢仪内置气源，使气源内的气体充满整个工作气路。

* 1. 计量单位

液态测氢仪测量结果为氢含量，氢含量的计量单位为“mL/100g”，表示100克铝内溶解的氢气体积。

1. 概述

闭路循环法铝及铝合金液态测氢仪主要用于测量铝及铝合金熔液内氢气含量，如图1所示，测氢仪与测氢探头、热电偶组成氢含量检测系统。系统工作时，测氢探头与热电偶浸入铝液，测氢仪通过循环系统促使循环气体在测氢探头与测氢仪间循环，循环气体在流经测氢探头时，铝熔液中的氢气向循环气体内扩散，直到铝熔液内的氢分压与循环气体内的氢分压达到平衡，测氢仪根据循环气体热导率的变化检测出铝熔液内的氢分压，再根据Sivert定律计算出铝熔液内的氢含量。

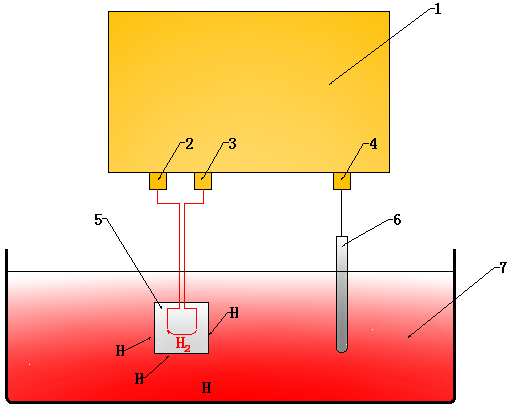


图1：测氢仪工作示意图

1-测氢仪； 2-仪器气体入口； 3-仪器气体出口； 4-仪器热电偶插座；

5-测氢探头； 6-热电偶； 7-铝熔液

1. 计量特性
   1. 气密性

5分钟内最大压降不超过试验压力的1%。

* 1. 泵压

不小于10kPa。

* 1. 真空度

不大于-10kPa。

* 1. 循环流量

不小于30mL/min。

* 1. 氢含量示值误差

最大允许误差：±0.01 mL/100g，或读数的±5%，取二者中大值。

* 1. 氢含量示值重复性

氢含量示值重复性以单次测量的标准偏差s来表示，s不大于0.005mL/100g,或读数的2.5%，取二者中大值。

* 1. 温度示值误差

（600～800）℃测量范围内，最大允许误差：±3℃。

1. 校准条件
   1. 环境条件
      1. 温度：(15～25) ℃，环境温度波动不超过1℃/10min。
      2. 相对湿度：不大于85%。
      3. 电源：满足产品说明书的要求。
   2. 校准用标准器及其他设备

校准用标准器及其他设备的技术指标见表1。

表1 测量标准技术要求

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 序号 | 测量标准 | 技术要求 | 用途 | 备注 |
| 1 | 标准气体 | 见附录C | 用于校准仪器的氢含量示值误差、氢含量示值重复性。 |  |
| 2 | 标准直流电压源或温度校准仪 | 不低于0.05级 | 模拟热电偶的输出，为仪器提供热电偶的输入，用于校准仪器温度示值误差。 | 输出阻抗不大于100Ω |
| 3 | 数字压力计 | （-100～100）kPa,0.05级，分辨率不大于0.1kPa | 用于检查仪器的气密性。 | 也可用U形压力计替代，水位高度须达到4.5m |
| 4 | 压力表 | （-100～100）kPa，1.6级 | 用于检查仪器的真空、泵压等。 |  |
| 5 | 流量计 | (0～250)mL/min，4级 | 用于检查仪器的循环流量。 |  |
| 6 | 补偿导线 | K型热电偶补偿导线，应有经校准后20℃的修正值。 | 校准具有参考端温度自动补偿功能的测温仪器时用的专用连线。 |  |
| 7 | 零度恒温器 | 恒温器深度应不小于200mm,工作区域温度变化为(0±0.1)℃。 | 用于校准仪器的温度示值误差。 | 零度恒温器可用冰点槽代替 |

1. 校准项目和校准方法
   1. 检查与校准项目

a）功能性检查项目：外观与功能、气密性、真空、泵压、循环流量。

b）校准项目：氢含量示值误差、氢含量示值重复性、温度示值误差。

* 1. 校准方法
     1. 准备工作

在测氢仪的内置气瓶内充上足量的载气，载气纯度不低于99.995%。

* + 1. 外观与功能

被校测氢仪外形结构完好，外露件等不应损坏或脱落，各开关、按键、显示器等部件不应有影响正常工作的机械碰伤，打印功能正常。

* + 1. 气密性

将数字压力计连接在仪器的气路入口处，气路出口用堵头堵住。打开仪器电源，打开仪器内置气瓶阀门，启动仪器的“吹洗”功能，使气瓶内的气体充满仪器整个气路,试验气压不低于35kPa。然后关闭仪器“吹洗”功能，记下这时数字压力计上的压力读数，5分钟后再次对数字压力计进行读数，计算并记录两次压力读数的差值。

* + 1. 泵压

操作仪器启动循环泵，将压力表连接在仪器的出口，确保连接处不漏气，入口通大气，此时压力表的指针应向正方向转动，指针在转动的过程中不左右摆动，当指针不再转动时，记录下这时压力表指示的压力值，再操作仪器停止循环泵。

* + 1. 真空度

操作仪器启动循环泵，将压力表连接在仪器的入口，确保连接处不漏气，出口通大气，此时压力表的指针应向负方向转动，指针在转动的过程中不左右摆动，当指针不再转动时，记录下这时压力表指示的压力值，再操作仪器停止循环泵。

* + 1. 循环流量

操作仪器启动循环泵，用胶管将玻璃转子流量计与仪器串连起来，流量计的入口与仪器的出口相连，流量计的出口与仪器的入口相连，将转子流量计的调节旋钮调到最大，观察浮子的跳动情况，记录下转子流量计的指示流量。

* + 1. 氢含量示值误差

7.2.7.1 准备工作

1)通电预热

仪器在校准环境静置4小时后，校准前仪表应通电预热，预热时间按仪器说明书中的规定确定，一般不少于30min。

2)仪器设置

在测氢仪校准前将合金修正系数调为1.00,仪表显示温度设为700℃，设置仪器为单次测量，测量时间至少为3min。

3)校准点选择

测氢仪的校准点一般不少于4个，包括氢气组份分别为1%，4%，9%，20%的标准气体，各组份标准气体在700℃时对应的氢含量见表2：

表2：标准气体、氢含量对应表

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 标准气体 | 1%H2,余气N2 | 4%H2,余气N2 | 9%H2,余气N2 | 20%H2,余气N2 |
| 氢含量mL/100g | 0.092 | 0.184 | 0.276 | 0.411 |

若使用其它组份的标准气体，其对应的氢含量使用公式(1)计算：

(1)

注1：其中：为各标准气体释放到仪器中后，氢组份对应的氢分压。比如：2%的氮中氢标准气体降压释放到测氢仪中，其对应的氢分压为0.02个标准大气压，计算后其在700℃时对应的氢含量为0.130mL/100g。

注2：若测氢仪使用氩气作为载气，使用的标准气体应为氩中氢标准气体，9%的氩中氢标准气体，建议使用高纯氮气替代，其对应的氢含量为0.284mL/100g。

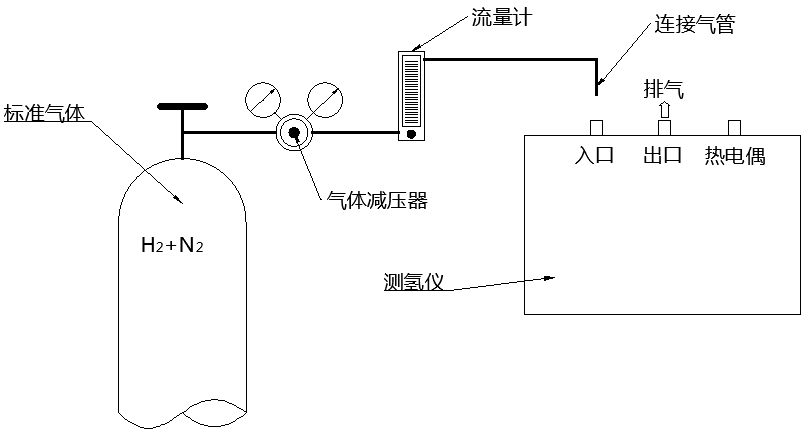


图2 氢含量示值误差校准前标准气体连接图

7.2.7.2 如图2，连接好1%的标准气体、气体减压器、流量计，打开标准气体瓶上阀门，调节气体减压器的输出压力为(30～35)kPa,调节流量计的流量为(65±5)mL/min。

7.2.7.3 启动测氢仪自动测量功能，待测氢仪的循环泵启动，进入采样环节，迅速将流量计的出口连接气管连接到测氢仪的入口，如图3所示，确保连接处不漏气，测氢仪对标准气体进行采样。

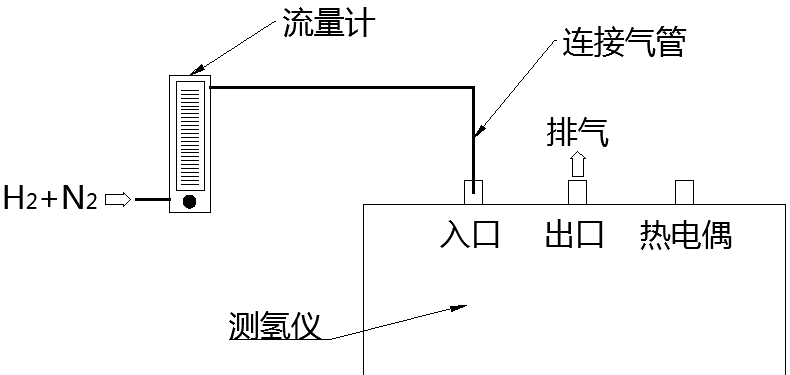
测氢仪

图3 氢含量示值误差校准时标准气体接入图

7.2.7.4 待测氢仪循环泵停止运转，马上将流量计出口连接气管从测氢仪的入口端拔出，如图2所示，得到测氢仪显示的氢含量，记录下该数值，重复7.2.7.2～7.2.7.4测量3次，并计算其平均值。

7.2.7.5 关闭1%标准气体的阀门，将气体减压器取下，安装在下一组需测量的标准气体瓶上，重复7.2.7.2～7.2.7.4，得到测氢仪测量各标准气体的氢含量示值。

注：对各标准气体的测量最好按氢组份含量从低到高进行测量。

7.2.7.6 如式（2）所示计算氢含量示值误差：

（2）

式中：—第i校准点氢含量示值绝对误差，mL/100g；

—第i校准点，氢含量示值平均值，mL/100g；

—第i校准点，标准气体对应的氢含量，mL/100g。

* + 1. 氢含量示值重复性校准

通入浓度为9%氢组份的标准气体，按7.2.7.2～7.2.7.4步骤，重复测量6次，重复性以单次测量的标准偏差s来表示，按式(3)来计算氢含量示值重复性。

（3）

式中：—仪器6次氢含量示值平均值，mL/100g；

—第i次仪器氢含量示值，mL/100g。

* + 1. 温度示值误差

7.2.8.1通电预热

仪器接通电源,预热30min后，开始温度测量示值误差校准。

7.2.8.2校准点选择

对650℃、700℃、750℃三个温度点进行校准。

7.2.8.3校准过程

温度校准时的接线如图4、图5所示。

标准

直流电压源

测氢仪

铜导线

+

+

0℃恒温槽

补偿导线

0℃

输入端

图4:标准器用标准直流电压源的温度示值误差校准连接图

温度校准仪

（模拟热电偶）

测氢仪

补偿导线

+

+

输入端

图5：标准器用温度校准仪的温度示值误差校准连接图

a)使用标准直流电压源作为标准器

如图4接线。温度信号的输入值依据相应的分度表。首先输入下限值温度对应的电势值，读取测氢仪的温度示值；然后开始增大输入信号（上行程时），分别输入各校准点温度所对应的电势值，并读取测氢仪的温度示值，直至上限；在输入上限温度信号并读取测氢仪示值后减小输入信号（下行程时），分别输入各校准点温度所对应的电势值，并读取测氢仪的温度示值，直至下限。用同样的方法重复测量一次。

校准时标准直流电压源输出的电势值应是被校点温度对应的标称电势值减去补偿导线修正值。

取两个循环读数的平均值计算示值误差。因此，每个校准点有4个仪器示值，取4个仪器示值的平均值与校准点温度之差作为该校准点的示值误差，如式（4）：

 （4）

式中：**—各被校点的示值误差，℃；

—测氢仪温度示值的平均值，℃；

—被校点温度值，℃。

注：按图4接线时，示值误差的计算公式应为。其中为各被校点温度的微分电势，e为补偿导线修正值。由于操作时标准直流电压源的输出信号为被校点温度对应的标称电势值减去补偿导线修正值，从而同样得到式（4）的示值误差计算公式。

b）使用温度校准仪作为标准器

如图5接线。首先在温度校准仪上输入下限值温度值，读取测氢仪的温度示值；然后开始增大输入温度（上行程时），分别输入各校准点温度值，并读取仪表的温度示值，直至上限；在输入上限温度值并读取测氢仪示值后减小输入温度（下行程时），分别输入各校准点温度值，并读取测氢仪的温度示值，直至下限。用同样的方法重复测量一次。如式（4）计算示值误差。

1. 校准结果表达

经校准的测氢仪出具校准证书，校准结果应在校准证书上反应。校准证书应至少包括以下信息：

1. 标题，如“校准证书”；
2. 实验室名称和地址；
3. 进行校准的地点（如与实验室的地址不同）；
4. 证书的唯一性标识，每页及总页数的标识；
5. 客户的名称和地址；
6. 被校对象的描述和明确标识；
7. 进行校准的日期，如果与校准结果的有效性和应用有关时，应说明被校对象的接受日期；
8. 校准所依据的技术规范的标识，包括名称及代号；
9. 本次校准所用测量标准的溯源性及有效性说明；
10. 校准环境的描述；
11. 校准结果及测量不确定度的说明；
12. 对校准规范的偏离的说明；
13. 校准证书批准人的签名或等效标识；
14. 校准结果仅对被校对象有效的声明；
15. 未经实验室书面批准，不得部分复制证书的声明。
16. 复校时间间隔

建议复校时间间隔最长为12个月。测氢仪使用频繁时应适当缩短复校时间间隔，在使用过程中测氢仪经过修理、更换重要部件的需要重新校准。

附录A

铝及铝合金液态测氢仪校准记录

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 记录编号: |  | | 证书编号： |  | |
| 送校单位 |  | | 制造厂 |  | |
| 仪器名称 |  | 规格型号 |  | 仪器编号 |  |
| 校准地点 |  | 环境温度 | ℃ | 环境湿度 | %RH |
| 校准依据 |  | | | 补偿导线修正值 | e= mV |

校准用主要标准器

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 名称 | 型号规格 | 技术特征 | 仪器编号 | 证书编号 | 有效期 |
|  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |

A.1 功能性检查

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 检查项目 | | 检查结果 | 检查项目 | | 检查结果 |
| 1.1 | 外观 |  | 1.2 | 打印功能 |  |
| 1.3 | 气密性 |  | 1.4 | 泵压 |  |
| 1.5 | 真空度 |  | 1.6 | 循环流量 |  |

A.2 氢含量示值误差

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 校准点 | | 校准结果（mL/100g） | | | | | 校准结果的扩展不确定度*U*rel*，k* = 2 |
| 标准气体 | 氢含量mL/100g | 1 | 2 | 3 | 平均值 | 示值误差 |
|  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |

A.3 氢含量示值重复性

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 校准点 | | 校准结果mL/100g | | | | | | | |
| 标准气体 | 氢含量mL/100g | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 平均值 | *s* |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |

A.4 温度示值误差

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 校准点（℃） | 校准结果（℃） | | | | | | 校准结果的扩展不确定度*U*（℃）*,k* = 2 |
| 上行程 | 下行程 | 上行程 | 下行程 | 平均值 | 示值误差 |
|  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |

附录B

铝及铝合金液态测氢仪校准证书内页参考格式

**校准结果**

B.1功能性检查

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 检查项目 | | 检查结果 | 检查项目 | | 检查结果 |
| 1.1 | 外观 |  | 1.2 | 打印功能 |  |
| 1.3 | 气密性 |  | 1.4 | 泵压 |  |
| 1.5 | 真空度 |  | 1.6 | 循环流量 |  |

B.2氢含量示值误差 单位：mL/100g

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 标准值 | 仪器示值 | 示值误差 | 校准结果的扩展不确定度*U*rel*，k* = 2 |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |

B.3氢含量示值重复性： 。

B.4温度示值误差 单位：℃

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 校准点 | 仪器示值 | 示值误差 | 校准结果的扩展不确定度*U，k* = 2 |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |

附录C

标准气体及其要求

C.1 标准气体应是有证标准物质，应在有效期内使用。

C.2 测氢仪若以N2作为载气，其纯度不低于99.995%，校准所用标准气体应为氮中氢标准气体，所用标准气体至少为:1%H2/N2,4%H2/N2,9%H2/N2,20%H2/N2,标准气体标称值的相对扩展不确定度不能大于2%,*k*=2。

表C.1：标准气体、氢含量对应表

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 标准气体 | 1%H2/N2 | 4%H2/N2 | 9%H2/N2 | 20%H2/N2 |
| 氢含量mL/100g | 0.092 | 0.184 | 0.276 | 0.411 |

C.3 测氢仪若以Ar作为载气，其纯度不低于99.995%，校准所用标准气体应为氩中氢标准气体，所用标准气体至少为:1%H2/Ar,4%H2/Ar,N2,20%H2/Ar,标准气体标称值的相对扩展不确定度不能大于2%,*k*=2，N2的纯度不低于99.995%。

表C.2：标准气体、氢含量对应表

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 标准气体 | 1%H2/Ar | 4%H2/Ar | N2 | 20%H2/Ar |
| 氢含量mL/100g | 0.092 | 0.184 | 0.284 | 0.411 |

附录D

液态测氢仪氢含量示值误差测量结果的不确定度评定举例

D.1概述

D.1.1 被测对象

被校准液态测氢仪，测量范围为(0～9.999)mL/100g，分辨力为0.001mL/100g。

D.1.2 测量标准

使用在有效期内的氮中氢标准气体作为测量标准。其技术指标如表D.1所示。

表D.1 标准气体主要技术指标

|  |  |
| --- | --- |
| 标准气体 | 扩展不确定度 |
| 1%H2，余气N2  4%H2，余气N2  9%H2，余气N2  20%H2，余气N2 | ,*k*=2 |

D.1.3测量方法

按本规范的方法进行。校准点分别为（mL/100g）：0.092、0.184、0.276、0.411。

D.1.4 测量环境

温度：15℃~25℃，相对湿度：≤85%。

D.2 测量模型

（D.1）

（D.2）

因此：

（D.3）

式中：—测氢仪氢含量示值绝对误差，mL/100g；

—测氢仪氢含量示值，mL/100g；

—标准气体对应的氢含量，mL/100g。

—标准气体对应的氢分压，标准大气压。

D.3 输入量的标准不确定度分析

D.3.1 输入量的相对标准不确定度

输入量的不确定度来源主要有两部分：测量重复性和仪表的分辩力。

D.3.1.1 测量重复性导致的标准不确定度、、、

测量重复性导致的标准不确定度采用*A*类方法进行评定。可以通过连续测量得到的测量列，用贝塞尔公式计算单次测量的实验标准偏差*s*得到，测量数据见表D.2。

表D.2 重复性测量结果 单位：mL/100g

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 校准点 | 测量结果 | | | | | | | | | | 标准偏差s |
| 0.092 | 0.092 | 0.091 | 0.092 | 0.091 | 0.09 | 0.091 | 0.092 | 0.093 | 0.091 | 0.091 | 0.000843 |
| 0.184 | 0.182 | 0.181 | 0.182 | 0.181 | 0.180 | 0.181 | 0.182 | 0.183 | 0.181 | 0.181 | 0.000843 |
| 0.276 | 0.276 | 0.275 | 0.276 | 0.275 | 0.274 | 0.273 | 0.276 | 0.277 | 0.275 | 0.275 | 0.001135 |
| 0.411 | 0.412 | 0.412 | 0.413 | 0.412 | 0.411 | 0.412 | 0.413 | 0.413 | 0.411 | 0.411 | 0.000816 |

实际测量时，在每个测量点重复测量3次，取其平均值，因此测量重复性引入的标准不确定度为：

D.3.1.2 仪表分辨力导致的标准不确定度

仪表分辨力导致的标准不确定度采用*B*类方法进行评定。由仪表分辨力b导致的示值误差区间半宽为*a*=b/2；包含因子*k*=。因此：＝0.0005/*k*=0.00029mL/100g。

输入量的灵敏系数为：。

由于重复性与分辨力有一定关联，在分辨力导致的不确定度小于重复性时，只取重复性的影响，可得输入量的相对标准不确定度。

D.3.2输入量的标准不确定度)

输入量的不确定度主要来源于标定标准气体时的扩展不确定度。由于标准气体标称值的扩展不确定度为：,*k*=2,所以。

其灵敏系数为：

因此：

D.4 合成标准不确定度

D.4.1 标准不确定度汇总表

输入量的标准不确定度汇总于表D.3。

表D.3 仪表各校准点标准不确定度汇总表

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 相对标准不确定度 | 不确定度来源 | 标准不确定度值 | | 灵敏系数*ci* | ∣ci∣*u*(xi)/*CHSi* | |
| 校准点*CHSi*  mL/100g | *u*(*xi*)  mL/100g | 校准点*CHSi*  mL/100g | 相对不确定度 |
|  | 测量重复性及分辨力 | 0.092 | 0.000487 | 1 | 0.092 | 0.53% |
| 0.184 | 0.000487 | 0.184 | 0.27% |
| 0.276 | 0.000656 | 0.276 | 0.24% |
| 0.411 | 0.000472 | 0.411 | 0.12% |
|  | 标准气体标称值 |  | |  | 0.5% | |

D.4.2合成标准不确定度的计算

输入量*、*相互间彼此独立，所以合成标准不确定度可按下式得到：

（E.3）

各测量点的合成标准不确定度分别为：

，，,，

D.5 扩展不确定度的评定

取*k*=2，得到扩展不确定度，各校准点的相对扩展不确定度如表D.4所示。

表D.4 各校准点的相对扩展不确定度*U*rel，*k*=2

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 校准点mL/100g | 0.092 | 0.184 | 0.276 | 0.411 |
| 不确定度*U*rel,% | 1.5 | 1.2 | 1.2 | 1.1 |

附录 E

液态测氢仪温度示值误差测量结果的不确定度评定举例

E.1概述

E.1.1 被测对象

液态测氢仪配接的温度传感器为K型热电偶，测量范围为600℃～800℃，分辨力为1℃，最大允许误差为±3℃。

E.1.2 测量标准

用0.02级的温度校准仪作为测量标准。它的主要技术指标：在（-100～1372）℃的温度范围内的最大允许误差为±0.4℃，如果使用内部接点，误差加0.2℃。

E.1.3测量方法

按本规范图5的方法进行。校准点分别为（℃）：650，700，750。

E.1.4 测量环境

温度：15℃~25℃；相对湿度：≤85%。

E.2 测量模型

**  （E.1）

式中符号的含义同正文。

E.3 输入量的标准不确定度分析

E.3.1 输入量*td*的标准不确定度*u*(*td*)

输入量*td*的不确定度来源主要有两部分：测量重复性和仪表的分辩力。

E.3.1.1 测量重复性导致的标准不确定度*u*(*td1*)

测量重复性导致的标准不确定度*u*(*td1*) 采用*A*类方法进行评定。可以通过连续测量得到的测量列用贝塞尔公式计算单次测量的实验标准偏差*s*得到（测量次数少宜用极差法计算）。由于被校仪表的分辨力较低，因此重复性可以忽略不计。

E.3.1.2 仪表分辨力导致的标准不确定度*u*(*td2*)

仪表分辨力导致的标准不确定度*u*(*td2*)可以采用*B*类方法进行评定。由仪表分辨力b导致的示值误差区间半宽为*a*=b/2；包含因子*k*＝。因此：*u*(*td2*)＝0.5/*k*=0.29℃。

由于重复性与分辨力有一定关联，在分辨力导致的不确定度大于重复性时，只取分辨力的影响，即*u*(*td*)= 0.29℃。

E.3.2输入量*ts*的标准不确定度*u*(*ts*)

输入量*ts*的不确定度主要来源于温度校准仪的输出误差。因校准时的环境温度不影响标准器的准确度，引入的不确定度可以忽略不计。

*u*(*ts*) 可以采用*B*类方法进行评定：标准器在各检定点的最大允差，按均匀分布考虑，*k*=。本例仪表各校准点的*u*(*ts*)为：0.35℃。

E.4 合成标准不确定度

E.4.1 灵敏系数

数学模型*Δt*的灵敏系数：



E.4.2 标准不确定度汇总表

输入量的标准不确定度汇总于表E.1。

表E.1 仪表各校准点标准不确定度汇总表

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 标准不确定度  *u*(xi) | 不确定度来源 | 标准不确定度值  ℃ | | 灵敏系数  *ci* | ∣*ci*∣*u*(*xi*)  ℃ | |
| *u*(td) | 测量重复性及分辨力 | 0.29 | | 1 | 0.29 | |
| *u*(ts) | 温度校准仪的  输出误差 | 650℃ | 0.35 | -1 | 650℃ | 0.35 |
| 700℃ | 0.35 | 700℃ | 0.35 |
| 750℃ | 0.35 | 750℃ | 0.35 |

E.4.3合成标准不确定度的计算

输入量*td、ts*及*e*相互间彼此独立，所以合成标准不确定度可按下式得到：



各测量点的合成标准不确定度分别为：

*uc*(*Δ*650)=*uc*(*Δ*700)=*uc*(*Δ*750)=0.46℃

E.5 扩展不确定度的评定

取*k*=2，得到扩展不确定度*U*=2 *uc*(*Δt*)，各校准点的扩展不确定度如表E.2所示。

表E.2 各校准点的扩展不确定度*U*，*k*=2 单位：℃

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 校准点 | 650 | 700 | 750 |
| 扩展不确定度*U* | 1 | 1 | 1 |