



中华人民共和国国家计量技术规范

JJF XXXX—XXXX

同步热分析仪校准规范

Calibration Specification for Simultaneous Thermal Analyzers

(征求意见稿)

XXXX - XX - XX 发布

XXXX - XX - XX 实施

国家市场监督管理总局 发布

同步热分析仪校准规范

Calibration Specification for
Simultaneous Thermal Analyzers

JJF XXXX—XXXX

归口单位：全国物理化学计量技术委员会
主要起草单位：中国计量科学研究院

本规范委托全国物理化学计量技术委员会负责解释

本规范起草人：

李 佳（中国计量科学研究院）

王海峰（中国计量科学研究院）

全国物理化学计量技术委员会MTC11

目 录

1	范围	3
2	引用文件.....	3
3	概述	3
4	计量特性.....	3
5	校准条件.....	4
5.1	环境条件.....	4
5.2	测量标准及其他设备.....	4
6	校准项目和校准方法	4
6.1	热流基线漂移和质量基线漂移	4
6.2	质量零点漂移	5
6.3	质量重复性和示值误差.....	5
6.4	温度重复性和示值误差.....	6
6.5	热量重复性和示值误差.....	7
6.6	程序升温速率示值误差.....	8
7	校准结果表达	8
8	复校时间间隔	9
附录 A	同步热分析仪校准原始记录格式.....	10
附录 B	校准证书内页格式.....	13
附录 C	标准物质的取样量和升温范围（参考）	14
附录 D	同步热分析仪的温度示值误差测量不确定度评定示例	15
附录 E	同步热分析仪的热量示值误差测量不确定度评定示例	18
附录 F	同步热分析仪的质量示值误差测量不确定度评定示例.....	22

引 言

JF 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》、JJF 1059.1-2012 《测量不确定度评定与表示》共同构成支撑本规程制定工作的基础性系列规范。

本规范参考了 JJG 936-2012 《示差扫描热量计》、JJG 1135-2017 《热重分析仪》文件中的相关术语、技术指标、实验方法等内容。

本规范为首次发布。

全国物理化学计量技术委员会

同步热分析仪校准规范

1 范围

本规范适用于同步热分析仪的校准。

2 引用文件

本规范引用了下列文件：

JJG 936-2012 示差扫描热量计

JJG 1135-2017 热重分析仪

凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本规范。

3 概述

同步热分析仪是示差扫描热量技术和热重分析技术的结合，其原理是在程序控制温度下同时测得样品与参比物之间的温度差以及样品质量的变化，即在样品产生热效应的同时监测到样品质量的变化，以此来表征材料的熔融结晶、挥发分解、相变热、反应热等热物理性能等信息。

同步热分析仪主要由加热炉、程序温度控制和测量系统、质量称量系统、气氛控制系统、数据采集和处理系统等组成。

4 计量特性

仪器的计量特性见表 1。

表 1 计量特性

计量特性	计量特性指标
热流基线漂移	$\leq 10.0\text{mW}$
质量基线漂移	$\leq 0.20\text{mg}$
质量零点漂移	$\leq 0.05\text{mg}$
质量重复性	$\leq (0.001 \cdot m_0 + 0.008\text{mg})$
质量示值误差	不超过 $(0.001 \cdot m_0 + 0.080\text{mg})$
温度重复性	$\leq 1.0^\circ\text{C}$

温度示值误差	不超过 $\pm 3.0^{\circ}\text{C}$
热量重复性	$\leq 3\%$
热量示值误差	不超过 $\pm 6\%$
程序升温速率示值误差	不超过 $\pm 4.0\%$
注：以上指标不适用于合格性判别，仅供参考。	

5 校准条件

5.1 环境条件

5.1.1 温度： $(15\sim 30)^{\circ}\text{C}$ ；

5.1.2 相对湿度：不大于 85%；

5.1.3 供电电源：电压 $(220\pm 22)\text{V}$ ， $(50\pm 1)\text{Hz}$ ；

5.1.4 仪器周围应无影响仪器正常工作的震动源，无易燃易爆物品和腐蚀性气体，仪器应置于平稳的工作台上，保证仪器处于水平状态。

，且避免阳光直射。

5.2 测量标准及其他设备

5.2.1 有证标准物质：有证热分析标准物质，温度不确定度不大于 1°C ($k=2$)；热量相对不确定度不大于 2% ($k=2$)。

5.2.2 砝码：标称值为 1mg、10mg 和 20mg 的 F₁ 等级不锈钢砝码。砝码经过计量检定合格，且处于有效期内。

5.2.3 分析天平：分度值不大于 0.01mg，经检定合格。

5.2.4 秒表：分辨力不大于 0.01s，经检定合格。

5.2.5 氮气：纯度为 99.9% 以上。

6 校准项目和校准方法

6.1 热流基线漂移和质量基线漂移

取两个空坩埚，分别放在试样支持器和参比支持器上，设置氮气流动速率为 50mL/min，当质量读数稳定后，清零，以 $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的速率程序从 30°C 升温至 500°C ，记录温度-热流曲线谱图，取 $(100\sim 500)^{\circ}\text{C}$ 范围内曲线上热流值极大值 (h_{\max}) 和热流值极小值 (h_{\min})，按照公式 (1) 计算热流基线漂移值 $\Delta h_{\text{baseline}}$ ；记录温度-质量曲线谱图，取 $(100\sim 500)^{\circ}\text{C}$ 范围内曲线上质量值极大值 (m_{\max}) 和质量值

极小值 (m_{\min})，按照公式 (2) 计算热流基线漂移值 m_{baseline}

$$\Delta h_{\text{baseline}} = h_{\max} - h_{\min} \quad (1)$$

$$\Delta m_{\text{baseline}} = m_{\max} - m_{\min} \quad (2)$$

式中：

$\Delta h_{\text{baseline}}$ ——热流的基线漂移值，mW；

h_{\max} ——热流值极大值，mW；

h_{\min} ——热流值极小值，mW；

$\Delta m_{\text{baseline}}$ ——质量的基线漂移值，mg；

m_{\max} ——质量值极大值，mg；

m_{\min} ——质量值极小值，mg。

6.2 质量零点漂移

取两个空铝坩埚，分别放在试样支持器和参比支持器上，设置氮气流动速率为 50 mL/min，程序温度设置为 30℃，待质量读数稳定后，清零。30℃下保持 30 min，记录温度-质量曲线谱图，取 30min 内质量值极大值 (m_{\max}) 和质量值极小值 (m_{\min})，按照公式 (3) 计算质量零点漂移值 (Δm_{zero})。

$$\Delta m_{\text{zero}} = m_{\max} - m_{\min} \quad (3)$$

式中：

m_{zero} ——质量的零点漂移值，mg；

m_{\max} ——质量值极大值，mg；

m_{\min} ——质量值极小值，mg。

6.3 质量重复性和示值误差

取两个空坩埚，分别放在试样支持器和参比支持器上，设置氮气流动速率为 50 mL/min，在室温下待质量读数稳定后，清零。将 1mg 的砝码放入坩埚内，关闭炉体，待质量读数稳定后，记录质量测量值。测量 2 次该砝码的质量。按照公式 (4) 计算质量重复性；按照公式 (5)、(6) 计算质量示值误差。

$$s_m = |m_1 - m_2| \quad (4)$$

$$\bar{m} = \frac{|m_1 + m_2|}{2} \quad (5)$$

$$\Delta m = \bar{m} - m_s \quad (6)$$

式中：

s_m ——砝码质量的重复性，mg；

m_1 ——砝码质量的第一次测量结果，mg；

m_2 ——砝码质量的第二次测量结果，mg；

\bar{m} ——砝码质量的的平均值，mg；

m_s ——砝码质量的实际值，mg；

Δm ——砝码质量测量结果的示值误差，mg。

按相同方法依次测量 10mg 和 20mg 砝码，分别计算质量的重复性和示值误差。

6.4 温度重复性和示值误差

设置氮气流动速率为50 mL/min，待质量读数稳定后，清零。参考附录A中的升温范围和取样量，样品坩埚内加入适量的热分析标准物质，设定升温速率为10°C/min，加热直至熔化完成。如图1所示计算热分析标准物质的外推起始温度，即外推基线与测量曲线峰的起始边最大斜率处所做切线的交点，单位为°C。

选择 2 种热分析标准物质，每种标准物质测量 2 次。按照公式（7）计算温度重复性；按照公式（8）计算温度的平均值；按照公式（9）计算温度示值误差。

$$s_T = |T_1 - T_2| \quad (7)$$

$$\bar{T}_m = \frac{|T_1 + T_2|}{2} \quad (8)$$

$$\Delta T = \bar{T}_m - T_s \quad (9)$$

式中：

s_T ——温度的重复性，°C；

T_1 ——温度第一次测量结果，°C；

T_2 ——温度第二次测量结果，°C；

\bar{T}_m ——温度的平均值，°C；

T_s ——标准物质的标准值，°C；

ΔT ——温度的示值误差，°C。

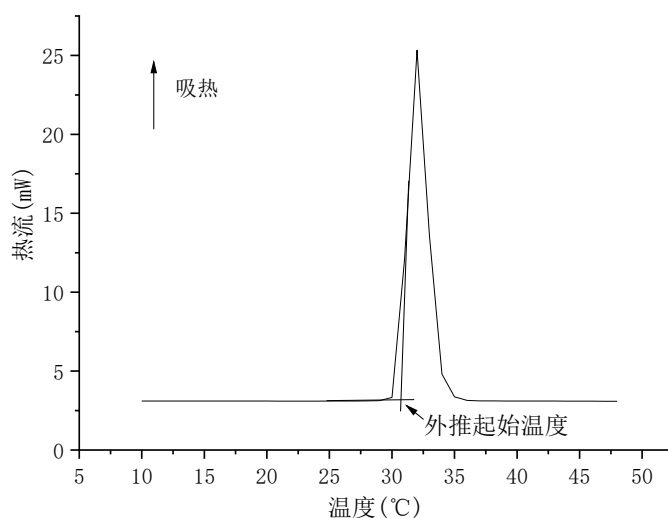


图1 外推起始温度示意图

6.5 热量重复性和示值误差

根据6.4测得的结果，如图2所示在热流-温度测量曲线中对熔化峰积分，通过曲线的面积与输入的样品质量可以得到热量值，按照公式（10）、（11）（12）计算热量重复性；按照公式（10）、（11）和（13）计算热量示值误差。

$$\Delta H = \frac{Q}{m} \quad (10)$$

$$\overline{\Delta H} = \frac{\Delta H_1 + \Delta H_2}{2} \quad (11)$$

$$s_H = \frac{|\Delta H_1 - \Delta H_2|}{\overline{\Delta H}} \times 100\% \quad (12)$$

$$\delta = \frac{\overline{\Delta H} - \Delta H_s}{\overline{\Delta H}} \times 100\% \quad (13)$$

式中：

ΔH ——标准物质的熔化热，J/g；

Q ——标准物质熔化时吸收的热量，J；

m ——标准物质的质量，g；

$\overline{\Delta H}$ ——热量的平均值，J/g；

ΔH_1 ——热量第一次测量结果，J/g；

ΔH_2 ——热量第二次测量结果，J/g；

ΔH_s ——标准物质的标准值, J/g;

s_H ——热量的重复性, %;

δ ——热量的示值误差, %。

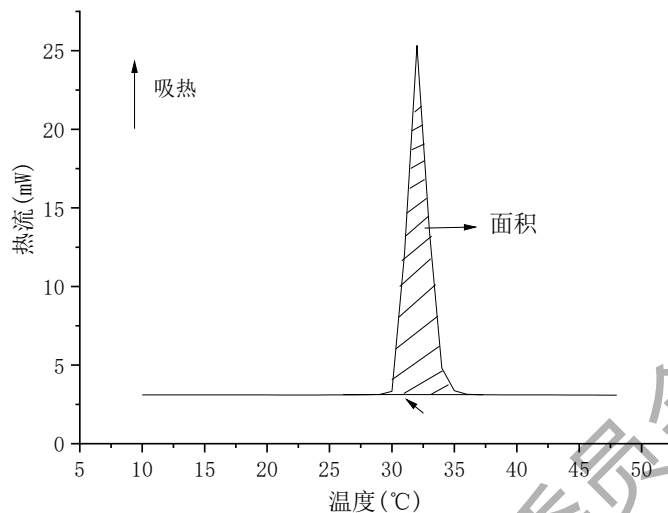


图 2 热量测量示意图

6.6 程序升温速率示值误差

取两个空坩埚, 分别放在试样支持器和参比支持器上, 设置氮气流动速率为 50mL/min, 在 30°C 保持恒温, 当质量读数稳定后, 清零。以 10°C/min 的速率从 30°C 升温至 500°C。以样品温度为 100°C 的时刻为计时起点, 记录 35min 后样品温度。按照公式 (14) 计算程序升温速率示值误差。

$$\Delta v = \left[\frac{T_{35} - T_0}{t \cdot v} - 1 \right] \times 100\% \quad (14)$$

式中:

Δv ——程序升温速率示值误差, %;

T_{35} ——35min 时样品温度, °C;

T_0 ——开始计时样品温度, °C;

t ——计时时间间隔, 35min;

v ——升温速率, 10°C/min。

7 校准结果表达

校准结果应在校准证书上反映。校准证书应至少包括以下信息:

a) 标题: “校准证书”;

- b) 实验室名称和地址;
- c) 进行校准的地点 (如果与实验室的地址不同);
- d) 证书的唯一性标识 (如编号), 每页及总页数的标识;
- e) 客户名称和地址;
- f) 被校仪器的制造单位、名称、型号及编号;
- g) 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收日期;
- h) 校准所依据的技术规范的标识, 包括名称及代号;
- i) 本次校准所用测量标准的溯源性及有效性说明;
- j) 校准环境的描述;
- k) 校准结果及其测量不确定度的说明;
- l) 对校准规范的偏离的说明 (如有);
- m) 校准证书或校准报告签发人的签名、职务或等效标识;
- n) 校准结果仅对被校对象有效的声明;
- o) 未经实验室书面批准, 不得部分复制证书的声明。

8 复校时间间隔

仪器复校时间间隔建议为1年。由于复校时间间隔的长短是由仪器的使用情况、使用者、仪器本身质量等诸因素所决定的, 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

同步热分析仪校准原始记录格式

委托单位			
校准地址			
校准日期		仪器型号	
仪器编号		制造厂家	
证书编号		原始记录编号	
环境温度		环境湿度	
校准依据			
校准使用的标准物质			

一、热流基线漂移

热流极大值 (h_{\max}) / mW	
热流极小值 (h_{\min}) / mW	
热流基线漂移 ($\Delta h_{\text{baseline}}$) / mW	

二、质量基线漂移

质量极大值 (m_{\max}) / mg	
质量极小值 (m_{\min}) / mg	
质量基线漂移 ($\Delta m_{\text{baseline}}$) / mg	

三、质量零点漂移

质量极大值 (m_{\max}) / mg	
质量极小值 (m_{\min}) / mg	
质量基线漂移 (Δm_{zero}) / mg	

四、温度重复性和示值误差

标准物质	取样量 (mg)	温度			校准结果		
		标准值 (℃)	实测值 (℃)	平均实测值 (℃)	重复性 (℃)	示值误差 (℃)	示值误差不确定度 (℃, $k=2$)

五、热量重复性和示值误差

标准物质	取样量 (mg)	热量			校准结果		
		标准值 (J/g)	实测值 (J/g)	平均实测值 (J/g)	重复性 (%)	示值误差 (%)	示值误差不确定度 (%, $k=2$)

六、质量重复性和示值误差

砝码实际值 (mg)	测量值 (mg)	重复性 (mg)	平均值 (mg)	示值误差 (mg)	示值误差不确定度 (mg, $k=2$)

七、程序升温速率示值误差

T_0 (°C)	
T_{35} (°C)	
程序升温速率/(°C/min)	10
t (min)	35
程序升温速率示值误差(%)	

全国物理化学计量技术委员会MTC17

附录 B

校准证书内页格式

证书编号：××××——××××

校准结果

校准项目	校准结果	示值误差不确定度 ($k=2$)
热流零点漂移 (mW)		/
质量基线漂移 (mg)		/
质量零点漂移 (mg)		/
质量重复性 (mg)		/
质量示值误差 (mg)		
温度重复性 (°C)		/
温度示值误差 (°C)		
热量重复性 (%)		/
热量示值误差 (%)		
程序升温速率示值误差 (%)		

(以下空白)

附录 C

标准物质的取样量和升温范围（参考）

标准物质名称	取样量（mg）	升温范围（℃）
镓	10~20	-20~60
铟	10~20	120~180
锡	10~20	200~260
铅	10~20	290~350
锌	10~20	380~450
铝	10~20	630~700
银	10~20	930~1000
水杨酸苯酯	10~20	-20~70
硝酸钾	10~20	100~160
二氧化硅	10~20	540~600

附录 D

同步热分析仪的温度示值误差测量不确定度评定示例

D.1 概述

D.1.1 环境条件：温度：（10~35）℃；相对湿度：不大于 80%。

D.1.2 校准用标准物质：采用热分析标准物质，标准物质的温度不确定度为（0.06~0.94）℃， $k=2$ ，热量不确定度为（0.20~1.3）J/g， $k=2$ 。

D.1.3 测量方法：待仪器进入正常的工作状态并校准后按规范的要求，选用适用的热分析标准物质 2 种，分别重复测量 2 次，计算温度-热流谱图中的外推起始温度值，按照公式（D.1）计算示值误差。

D.2 测量模型及不确定度计算公式

D.2.1 测量模型

$$\Delta T = \overline{T_m} - T_s \quad (\text{D.1})$$

式中：

ΔT ——温度的示值误差，℃；

$\overline{T_m}$ ——温度的平均值，℃；

T_s ——标准物质的标准值，℃。

D.2.2 方差和灵敏系数

根据不确定度传播定律，方差和灵敏系数可表示为：

$$u_c^2(\Delta T) = c_1^2 u(\overline{T_m})^2 + c_2^2 u(T_s)^2 \quad (\text{D.2})$$

灵敏系数为：

$$c_1 = \frac{\partial \Delta T}{\partial \overline{T_m}} = 1, \quad c_2 = \frac{\partial \Delta T}{\partial T_s} = -1$$

D.3 标准不确定度计算

根据测量模型，示值误差的标准不确定度来源于测量重复性引入的标准不确定

度 $u(\overline{T_m})$ 和标准物质引入的标准不确定度 $u(T_s)$ 。

D.3.1 测量重复性引入的不确定度

采用 A 类评定方法，选用一台同步热分析仪，采用热分析标准物质（钢）进行重复性测量，测量结果见表 D.1。

表 D.1 重复性测量数据

次数	1	2	3	4	5	6
测量值 (°C)	156.57	156.90	156.84	156.59	156.45	156.21

计算得到平均值为：156.59°C，标准偏差为：0.25°C。

实际校准中，重复测量 2 次，取平均值为校准结果，所以

$$u(\overline{T_m}) = \frac{0.16}{\sqrt{2}} = 0.18^\circ\text{C}$$

规范中规定采用 2 种标准物质，本例选用校准热分析标准物质（锌），同样采用 A 类评定方法，得到其标准不确定度，A 类不确定度见表 D.2。

表 D.2 标准物质 A 类不确定度

标准物质	$u(\overline{T_m})/^\circ\text{C}$
钢	0.18
锌	0.16

D.3.2 标准物质引入的不确定度

标准物质的不确定度，通过标准物质证书获得，见表 D.3。

表 D.3 标准物质 B 类不确定度

标准物质	$u(T_s)/^\circ\text{C}$
钢	0.13
锌	0.30

D.4 合成标准不确定度

D.4.1 标准物质不确定度汇总

标准物质不确定度汇总见表 D.4。

表 D.4 标准不确定汇总

热分析标准物质	不确定度来源	标准不确定度/°C
钢	测量重复性引入 $u(\overline{T_m})$	0.18
锌		0.16
钢	标准物质引入 $u(T_s)$	0.13
锌		0.30

D.4.2 合成标准物质不确定度计算

将不确定度分量合成，得到：

$$u_c(\Delta T) = \sqrt{c_1^2 u(\overline{T_m})^2 + c_2^2 u(T_s)^2}$$

汇总示例中的热分析标准物质，分别计算合成不确定度，见表 D.5。

表 D.5 标准物质合成不确定度

标准物质	$u_c(\Delta T)/^{\circ}\text{C}$
钢	0.22
锌	0.34

D.5 扩展不确定度

取 $k=2$ ，则扩展不确定度为 $U(\Delta T) = k \times u_c(\Delta T) = 2 \times u_c(\Delta T)$ ，对于以上标准物质，分别计算扩展不确定度，见表 D.6。

表 D.6 标准物质扩展不确定度

标准物质	$U(\Delta T)/^{\circ}\text{C}$
钢	0.44
锌	0.68

附录 E

同步热分析仪的热量示值误差测量不确定度评定示例

E.1 概述

E.1.1 环境条件：温度：（10～35）℃；相对湿度：不大于 80%。

E.1.2 校准用标准物质：采用热分析标准物质，标准物质的温度不确定度为（0.06～0.94）℃， $k=2$ ，热量不确定度为（0.20～1.3）J/g， $k=2$ 。

E.1.3 测量方法：待仪器进入正常的工作状态并校准后按规范的要求，选用适用的热分析标准物质 2 种，分别重复测量 2 次，计算温度-热流谱图中的热量值，按照公式（E.1）计算示值误差。

E.2 测量模型及不确定度计算公式

E.2.1 测量模型

$$\delta = \frac{\overline{\Delta H} - \Delta H_s}{\overline{\Delta H}} \times 100\% = \frac{\frac{Q}{m} - \Delta H_s}{\overline{\Delta H}} \times 100\% \quad (\text{E.1})$$

式中：

δ ——热量的示值误差，%；

$\overline{\Delta H}$ ——热量的平均值，J/g；

ΔH_s ——标准物质的标准值，J/g；

Q ——标准物质熔化时吸收的热量，J；

m ——标准物质的质量，g。

E.2.2 方差和灵敏系数

根据不确定度传播定律，方差和灵敏系数可表示为：

$$u_c^2(\delta) = c_1^2 u^2(Q) + c_2^2 u^2(m) + c_3^2 u^2(\Delta H_s) \quad (\text{E.2})$$

灵敏系数为：

$$c_1 = \frac{\partial \delta}{\partial Q} = \frac{1}{m \cdot \Delta H_s}, \quad c_2 = \frac{\partial \delta}{\partial m} = -\frac{Q}{m^2 \cdot \Delta H_s}, \quad c_3 = \frac{\partial \delta}{\partial \Delta H_s} = -\frac{Q}{\Delta H_s^2 \cdot m}$$

E.3 标准不确定度计算

根据测量模型，热量示值误差的标准不确定度来源于测量重复性引入的标准不确定度 $u(\overline{\Delta H})$ 、标准物质引入的标准不确定度 $u(\Delta H_s)$ 、样品熔化时吸收热引入的标准不确定度 $u(Q)$ 以及样品质量引入的不确定度 $u(m)$ 。

E.3.1 测量重复性引入的不确定度

采用 A 类评定方法，选用一台同步热分析仪，采用热分析标准物质（钢）进行重复性测量，测量结果见表 E.1。

表 E.1 重复性测量数据

次数	1	2	3	4	5	6
测量值 (J/g)	28.83	28.22	28.56	28.47	28.48	28.51

计算得到平均值为：28.51 J/g，标准偏差为：0.20 J/g。

实际校准中，重复测量 2 次，取平均值为校准结果，所以

$$u(\overline{\Delta H}) = \frac{0.20}{\sqrt{2}} = 0.14 \text{ J/g}$$

规范中规定采用 2 种标准物质，本例选用校准热分析标准物质（锌），同样采用 A 类评定方法，得到其标准不确定度，A 类不确定度见表 E.2。

表 E.2 标准物质 A 类不确定度

标准物质	$u(\overline{\Delta H})$ (J/g)
钢	0.14
锌	0.18

E.3.2 标准物质引入的不确定度

标准物质的不确定度，通过标准物质证书获得，见表 E.3。

表 E.3 标准物质 B 类不确定度

标准物质	$u(\Delta H_s)$ (J/g)
钢	0.15
锌	0.65

E.3.3 样品吸收热引入的不确定度

样品吸收热由仪器软件通过峰面积积分所得，与所选取的边界相关，根据经验其最大允许误差为 $\pm 2.5\text{mJ}$ ，按均匀分布估计 $k = \sqrt{3}$ ，则

$$u(Q) = \frac{0.0025}{\sqrt{3}} = 0.0014 \text{ (J)}$$

E.3.3 样品称量的不确定度

样品称量量 $m=10.51\text{mg}\pm 0.05\text{mg}$ ，按均匀分布估计， $k = \sqrt{3}$ ，则

$$u(m) = \frac{5 \times 10^{-5}}{\sqrt{3}} = 3 \times 10^{-5} \text{ (g)}$$

E.4 合成标准不确定度

E.4.1 标准物质不确定度汇总

以热分析标准物质（钢）为例，热量示值误差的不确定度分量汇总见表 E.4。

表 E.4 不确定度分量汇总表

标准不确定度分量	不确定度来源	标准不确定度值	灵敏系数	不确定度分量
$u(\Delta H)$	重复性	0.14 (J/g)	/	4.9×10^{-3}
$u(Q)$	吸收热	0.0014 (J)	3.33	4.7×10^{-3}
$u(m)$	样品称量	3×10^{-5} (g)	-95.09	-2.9×10^{-3}
$u(\Delta H_s)$	标准物质	0.15 (J/g)	-0.035	-5.3×10^{-3}

E.4.2 合成标准物质不确定度计算

以热分析标准物质（钢）为例，将不确定度分量合成，得到：

$$\begin{aligned}
 u_c(\delta) &= \sqrt{c_1^2 u^2(Q) + c_2^2 u^2(m) + c_3^2 u^2(\Delta H_s)} \\
 &= \sqrt{(4.9 \times 10^{-3})^2 + (4.7 \times 10^{-3})^2 + (-2.9 \times 10^{-3})^2 + (-5.3 \times 10^{-3})^2} \\
 &= 0.90\%
 \end{aligned}$$

汇总示例中的热分析标准物质，分别计算合成不确定度，见表 E. 5。

表 E.5 标准物质合成不确定度

标准物质	$u_c(\delta)/\%$
钢	0.90

锌	0.70
---	------

E.5 扩展不确定度

取 $k=2$ ，则扩展不确定度为 $U(\delta) = k \times u_c(\delta)$ ，，对于以上标准物质，分别计算扩展不确定度，见表 E. 6。

表 E.6 标准物质扩展不确定度

标准物质	$U(\delta)/\%$
钢	1.8%
锌	1.4%

全国物理化学计量技术委员会MTC11

附录 F

同步热分析仪的质量示值误差测量不确定度评定示例

F.1 概述

F.1.1 环境条件：温度：（10～35）℃；相对湿度：不大于 80%。

F.1.2 校准器：采用标称值为1 mg、10 mg和20 mg的F₁等级不锈钢砝码。

F.1.3 测量方法：待仪器进入正常的工作状态并校准后按规范的要求，选用标称值为 1mg、10mg 和 20mg 的砝码，分别重复测量 2 次砝码的质量，按照公式(F.1) 计算示值误差。

F.2 测量模型及不确定度计算公式

F.2.1 测量模型

$$\Delta m = \bar{m} - m_s \quad (\text{F.1})$$

式中：

式中：

Δm ——砝码质量测量结果的示值误差，mg；

\bar{m} ——砝码质量的 2 次测量结果的平均值，mg；

m_s ——砝码质量的实际值，mg。

F.2.2 方差和灵敏系数

根据不确定度传播定律，方差和灵敏系数可表示为：

$$u_c^2(\Delta m) = c_1^2 u(\bar{m})^2 + c_2^2 u(m_s)^2 \quad (\text{F.2})$$

灵敏系数为：

$$c_1 = \frac{\partial \Delta m}{\partial \bar{m}} = 1, \quad c_2 = \frac{\partial \Delta m}{\partial m_s} = -1$$

F.3 标准不确定度计算

根据测量模型，示值误差的标准不确定度来源于砝码测量重复性引入的标

准不确定度 $u(\bar{m})$ 和砝码检定证书引入的标准不确定度 $u(m_s)$ 。

F.3.1 测量重复性引入的不确定度

采用 A 类评定方法，选用一台同步热分析仪，重复测量 1mg 砝码，测量结果见表 F.1。

表 F.1 重复性测量数据

次数	1	2	3	4	5	6
测量值 (mg)	1.006	1.008	1.005	1.006	1.007	1.009

计算得到平均值为：1.007mg，标准偏差为：0.0015mg。

实际校准中，重复测量 2 次，取平均值为校准结果，所以

$$u(\bar{m}) = \frac{0.0015}{\sqrt{2}} = 0.0010 \text{ mg}$$

对于校准所用的10mg、20mg 砝码，同样采用A类评定方法，分别得到其标准不确定度，汇总见表F.2。

表 F.2 砝码 A 类不确定度

砝码	$u(\bar{m})/\text{mg}$
1mg	0.0010
10mg	0.0020
20mg	0.0038

F.3.2 砝码证书引入的不确定度

砝码质量示值误差的B类不确定度主要来自于砝码检定证书。由证书给出F₁等砝码1mg、10mg及20mg最大允许误差分别为±0.020mg、±0.025mg和±0.03mg，按照均匀分布计，则砝码质量的标准不确定度为最大允许误差的 $1/\sqrt{3}$ ，即0.0115mg、0.0144mg和0.0173mg。

F.4 合成标准不确定度

F.4.1 不确定度汇总

不确定度分量汇总见表F.3。

表 F.3 砝码不确定度汇总

砝码	不确定度来源	标准不确定度/mg
1mg	测量重复性引入 $u(\overline{m})$	0.0010
10mg		0.0020
20mg		0.0038
1mg	检定证书引入 $u(m_s)$	0.0115
10mg		0.0144
20mg		0.0173

F.4.2 合成不确定度计算

将不确定度分量合成，得到：

$$u_c(\Delta m) = \sqrt{c_1^2 u(\overline{m})^2 + c_2^2 u(m_s)^2}$$

分别计算合成不确定度，见表F.4。

表 F.4 合成不确定度汇总

砝码	$u_c(\Delta m)/\text{mg}$
1mg	0.0115
10mg	0.0145
20mg	0.0175

F.5 扩展不确定度

取 $k=2$ ，则扩展不确定度为 $U(\Delta m) = k \times u_c(\Delta m) = 2 \times u_c(\Delta m)$ ，对于以上砝码，分别计算扩展不确定度，见表 F.5。

表 F.5 扩展不确定度汇总

砝码	$U(\Delta m)/\text{mg}$
1mg	0.023
10mg	0.029
20mg	0.035