

吉林省地方计量技术规范

JJF(吉) 140—2024

水泥浆体自由泌水率和自由膨胀率试验仪 校准规范

Calibration Specification for Apparatus for Testing Free Bleeding Rate And
Free Expansion Rate of Cement Paste

2024 - 10-20 发布

2025 - 01-01 实施

吉林省市场监督管理厅 发布

水泥浆体自由泌水率和自由 膨胀率试验仪校准规范

Calibration Specification for Apparatus for
Testing Free Bleeding Rate and Free Expan
sion Rate of Cement Paste

JJF(吉) 140—2024

归口单位：吉林省市场监督管理厅

主要起草单位：长春市计量检定测试技术研究院

吉林省计量科学研究院

青岛市计量技术研究院

本规范主要起草人：

刘 妍（长春市计量检定测试技术研究院）

刘 丹（长春市计量检定测试技术研究院）

钱俊如（吉林省计量科学研究院）

宫兆隆（青岛市计量技术研究院）

参加起草人：

安 军（长春市计量检定测试技术研究院）

目 录

引言	(II)
1 范围	(1)
2 引用文件	(1)
3 术语和计量单位	(1)
3.1 术语	(1)
3.2 计量单位	(1)
4 概述	(1)
4.1 试验仪的用途	(1)
4.2 试验仪的结构	(1)
5 计量特性	(2)
6 校准条件	(2)
6.1 环境条件	(2)
6.2 校准介质	(2)
6.3 校准用标准器及其他辅助设备	(2)
7 校准项目和校准方法	(3)
7.1 校准项目	(3)
7.2 校准方法	(3)
7.3 数据处理	(3)
8 校准结果表达	(4)
9 复校时间间隔	(4)
附录 A 校准记录格式 (供参考)	(5)
附录 B 校准证书内页参考格式	(6)
附录 C 水泥浆体自由泌水率和自由膨胀率试验仪衡量法 $K(t)$ 值表	(7)
附录 D 水泥浆体自由泌水率和自由膨胀率试验仪容量测量结果不确定度评定示例	(8)
附录 E 确定弯月面的方法	(12)

引 言

JJF 1071《国家计量校准规程编写规则》、JJF 1001《通用计量术语及定义》和JJF 1059.1《测量不确定度评定与表示》共同构成支撑本校准规范制定工作的基础性系列规范。

本规范为首次发布。

水泥浆体自由泌水率和自由膨胀率试验仪校准规范

1 范围

本规范适用于水泥浆体自由泌水率和自由膨胀率试验仪（以下简称试验仪）的校准。

2 引用文件

本规范引用了下列文件：

JJG 196 常用玻璃量器

JTG 3420 公路工程水泥及水泥混凝土

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

ISO 6706 实验室塑料器皿—刻度量筒（Plastics laboratory ware-Graduated measuring cylinders）

凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本规范；凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本规范。

3 术语和计量单位

下列术语和定义适用于本规范。

3.1 术语

3.1.1 水泥浆体自由泌水率和自由膨胀率试验仪 apparatus for pavement permeability

水泥浆体自由泌水率和自由膨胀率试验仪是用于评价水泥浆体料外泌水性能检验，和评价水泥浆体的无压状态微膨胀补偿性能的试验仪器。

3.2 计量单位

3.1.2 使用的计量单位：毫升(mL)。

4 概述

4.1 试验仪的用途

试验仪是反映黏性土的膨胀性指标之一，对判别膨胀土有较大参考价值，广泛应用于水泥工业领域。

4.2 试验仪的结构

4.2.1 试验仪的结构示意图，如图 1 所示：

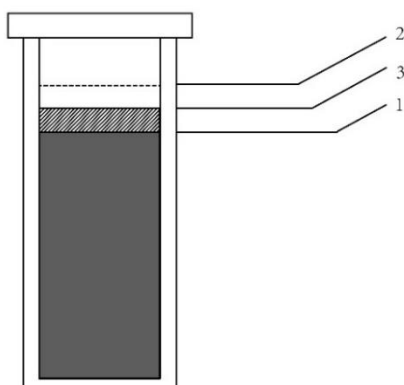


图1 试验仪的结构示意图

1—最初灌满的水泥浆面；2—膨胀后的水泥浆面；3—水面

5 计量特性

5.1 试验仪容量的最大允许误差： $\pm 10\text{mL}$ 。

注：以上指标不适用于合格性判定，仅供参考。

6 校准条件

6.1 环境条件

6.1.1 环境温度： $(20\pm 5)\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，且室温变化不得大于 $1\text{ }^{\circ}\text{C/h}$ 。

6.1.2 水温与室温之差不得大于 $2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

6.1.3 相对湿度： $(30\sim 80)\%$ 。

6.1.4 室内环境清洁、无腐蚀性气体和振动干扰。

6.2 校准介质

校准介质为纯水（蒸馏水或去离子水），应满足GB/T 6682《分析实验室用水规格和试验方法》三级水的要求。

6.3 校准用标准器及其他辅助设备

校准用设备及其他辅助设备应符合表1中的技术指标要求：

表1 校准用设备及其他辅助设备一览表

设备类型	仪器名称	测量范围	技术要求
主要设备	电子天平	适用容量范围： $10\text{mL} \leq V \leq 1000\text{mL}$	实际分度值：不大于 0.01g ； 准确度等级：Ⅱ级
配套设备	温度计	$(0\sim 30)\text{ }^{\circ}\text{C}$	MPE： $\pm 0.2\text{ }^{\circ}\text{C}$

7 校准项目和校准方法

7.1 校准项目

外观、容量示值

7.2 校准方法

采用衡量法进行校准

7.2.1 校准前准备

7.2.1.1 清洗：校准前应将试验仪清洗干净，使液面能够形成良好的弯月面，并且不应有挂壁现象。清洗时，建议使用弱碱性温和清洁剂，清洗后，需用纯水对试验仪内进行冲洗。

7.2.1.2 将清洗干净的试验仪及纯水提前 4h 放入恒温实验室内，使试验仪、水温和室温相平衡。

7.2.2 参考校准点的选取

试验仪容量参考校准点选取见表 2，也可根据客户要求选择其他容量校准点。

表 2 试验仪参考校准点选取

标称容量 (mL)	参考校准点(mL)				
1000	200	400	600	800	1000
注：根据客户要求选择其他容量校准点。					

7.2.3 容量校准

7.2.3.1 外观：试验仪应标注商标、标称总容量、单位、标准温度（20℃）；分度线的数值应清晰、完整、耐久。

7.2.3.2 容量示值校准

- a) 将试验仪放到天平上置零，注入纯水至各校准点刻线处，记录质量值。
- b) 测量纯水的温度，读数应准确到 0.1℃。

7.3 数据处理

7.3.1 试验仪在标准温度 20℃时的实际容量按式（1）计算：

$$V_{20} = \frac{m(\rho_B - \rho_A)}{\rho_B(\rho_w - \rho_A)} [1 + \beta(20 - t)] \quad (1)$$

式中：

- V_{20} ——20℃时 试验仪的实际容量，mL；
- m ——被校试验仪所容纳纯水的表观质量，g；
- ρ_B ——标准砝码材料密度，取8.00g/cm³；
- ρ_A ——校准时实验室内的空气密度,取0.0012g/cm³；
- ρ_w ——纯水在 t℃时的密度，g/cm³；
- β ——被校试验仪的体胀系数，11.7×10⁻⁵℃⁻¹；

t ——校准时纯水温度，℃。

为简便计算过程，也可将式（1）化为下列形式：

$$V_{20} = m \cdot K(t) \quad (2)$$

$$K(t) = \frac{\rho_B - \rho_A}{\rho_B(\rho_w - \rho_A)} [1 + \beta(20 - t)] \quad (3)$$

值列于附录C中。根据测定的质量值(m)和测定的水温对应的值，即可由式（2）求出量水器在20℃时的实际容量。每个校准点重复测量2次，2次校准结果的差值应不超过试验仪最大允许误差的1/4，并取2次校准结果的平均值作为实际容量值。

7.3.2 试验仪容量示值误差按公式（4）计算：

$$\Delta V = V_s - V_{20} \quad (4)$$

式中：

ΔV ——试验仪参考校准点的容量示值误差，mL；

V_s ——试验仪参考校准点的标称容量，mL

V_{20} ——温度20℃时试验仪参考校准点的实际容量，mL。

8 校准结果表达

校准结束后，出具校准证书，校准结果应体现在校准证书上，校准证书应至少包括以下相关信息：

- a) 标题，如“校准证书”；
- b) 进行校准的实验室名称和地址；
- c) 证书编号，及页数标识；
- d) 客户的单位名称和地址；
- e) 被校水泥浆体自由泌水率和自由膨胀率试验仪的型号、编号及唯一性标识；
- f) 接收日期、校准日期；
- g) 校准所依据的技术规范名称及代号；
- h) 校准所用标准器的溯源信息；
- i) 校准员、核验员、批准人的签名；

按本规范进行校准，并出具校准证书，校准原始记录格式见附录A，校准证书内页格式见附录B，校准结果不确定度评定示例见附录D。

9 复校时间间隔

复校时间间隔建议为不超过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、仪器本身质量等诸多因素所决定的，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

校准记录参考格式

记录（证书）编号：

第 页 共 页

记录编号：		证书编号：			
客户名称：					
联系地址：					
器具名称：					
制造单位：					
器具编号：			型号/规格：		
唯一性标识：			接收状态：		
校准依据：					
校准地点：					
温度：			相对湿度： %		
接收日期：			校准日期：		
校准员：		核验员：		批准人：	
校准所使用的主要计量标准器具：					
名称及本院编号	测量范围	不确定度/准确度等级/最大允许误差	检定/校准单位及证书号	有效期至	

标称容量		量器型式	
材质		外观检查	
纯水温度（℃）		室温变化（℃/h）	
$K(t)$ 值			
校准点（mL）			
实测质量（g）			
实际容量（mL）			
实际容量平均值（mL）			
容量示值误差（mL）			
扩展不确定度 U （mL） $k=2$			

附录 B

校准证书内页参考格式

校 准 结 果

Results of calibration

校准点 (mL)	实际容量平均值 (mL)	容量示值误差 (mL)	扩展不确定度 U (mL) $k=2$

以下空白

附录 C

水泥浆体自由泌水率和自由膨胀率试验仪衡量法 $K(t)$ 值表

表 C.1 (聚甲基戊烯体胀系数 $\beta=11.7\times 10^{-5}/^{\circ}\text{C}$, 空气密度 $0.0012\text{g}/\text{cm}^3$)

水温/ $^{\circ}\text{C}$	0.0	0.1	0.2	0.3	0.4	0.5	0.6	0.7	0.8	0.9
15	1.00254	1.00254	1.00255	1.00255	1.00255	1.00255	1.00256	1.00257	1.00257	1.00258
16	1.00257	1.00258	1.00259	1.00259	1.00260	1.00261	1.00260	1.00261	1.00262	1.00262
17	1.00263	1.00264	1.00264	1.00264	1.00265	1.00266	1.00267	1.00268	1.00267	1.00268
18	1.00269	1.00270	1.00271	1.00272	1.00272	1.00273	1.00273	1.00274	1.00275	1.00276
19	1.00276	1.00277	1.00278	1.00279	1.00280	1.00281	1.00282	1.00282	1.00283	1.00284
20	1.00285	1.00286	1.00287	1.00288	1.00289	1.00290	1.00291	1.00292	1.00293	1.00293
21	1.00294	1.00296	1.00297	1.00298	1.00299	1.00299	1.00301	1.00302	1.00303	1.00304
22	1.00306	1.00306	1.00307	1.00309	1.00310	1.00311	1.00313	1.00313	1.00314	1.00316
23	1.00317	1.00318	1.00320	1.00321	1.00321	1.00323	1.00324	1.00326	1.00327	1.00329
24	1.00330	1.00331	1.00332	1.00334	1.00335	1.00337	1.00338	1.00339	1.00340	1.00342
25	1.00343	1.00345	1.00346	1.00347	1.00349	1.00350	1.00352	1.00353	1.00355	1.00357

附录 D

水泥浆体自由泌水率和自由膨胀率试验仪容量测量结果不确定度评定示例

D.1 被测对象

水泥浆体自由泌水率和自由膨胀率试验仪。

D.2 测量标准

电子天平：适用容量范围： $10\text{mL} \leq V \leq 1000\text{mL}$ ，实际分度值：不大于 0.01g ，准确度等级： II 级。

温度计：测量范围： $(0.1 \sim 30)^\circ\text{C}$ ，MPE： $\pm 0.2^\circ\text{C}$ 。

D.3 环境条件

环境温度： $(20 \pm 5)^\circ\text{C}$ ，室内温度变化不大于 1°C ，水温与室温之差不得大于 2°C ；相对湿度： $(30 \sim 80)\%$ 。

D.4 测量模型

$$V_{20} = \frac{m(\rho_B - \rho_A)}{\rho_B(\rho_w - \rho_A)} [1 + \beta(20 - t)]$$

式中：

V_{20} —— 20°C 时试验仪的实际容量，mL；

m ——被校试验仪所容纳纯水的表观质量，g；

ρ_B ——标准砝码材料密度，取 8.00g/cm^3 ；

ρ_A ——校准时实验室内的空气密度，取 0.0012g/cm^3 ；

ρ_w ——纯水在 $t^\circ\text{C}$ 时的密度， g/cm^3 ；

β ——被校试验仪的体胀系数， $11.7 \times 10^{-5}^\circ\text{C}^{-1}$ ；

t ——校准时纯水温度， $^\circ\text{C}$ 。

D.5 各灵敏度系数：

由于各影响量相互独立，根据数学模型，计算得到相应的灵敏系数为：

$$c_m = \frac{\partial V_{20}}{\partial(m)} = \frac{1}{\rho_w - \rho_A} \times \left(1 - \frac{\rho_A}{\rho_B}\right) \times [1 + \beta(20 - t)]$$

$$c_{\rho_B} = \frac{\partial V_{20}}{\partial \rho_B} = -\frac{m}{\rho_w - \rho_A} \times \frac{\rho_A}{\rho_B^2} \times [1 + \beta(20 - t)]$$

$$c_{\rho_A} = \frac{\partial V_{20}}{\partial \rho_A} = \frac{m}{(\rho_w - \rho_A)^2} \times \left(1 - \frac{\rho_A}{\rho_B}\right) \times [1 + \beta(20 - t)]$$

$$c_{\rho_w} = \frac{\partial V_{20}}{\partial \rho_w} = -\frac{m}{(\rho_w - \rho_A)^2} \times \left(1 - \frac{\rho_A}{\rho_B}\right) \times [1 + \beta(20 - t)]$$

$$c_{\beta} = \frac{\partial V_{20}}{\partial \beta} = \frac{m}{\rho_w - \rho_A} \times \left(1 - \frac{\rho_A}{\rho_B}\right) \times (20 - t)$$

$$c_m = \frac{\partial V_{20}}{\partial(m)} = \frac{1}{\rho_w - \rho_A} \times \left(1 - \frac{\rho_A}{\rho_B}\right) \times [1 + \beta(20-t)]$$

$$c_t = \frac{\partial V_{20}}{\partial t} = -\frac{m}{\rho_w - \rho_A} \times \left(1 - \frac{\rho_A}{\rho_B}\right) \times \beta$$

D.6 不确定度的来源与评定

D.6.1 测量重复性引入的标准不确定度分量 $u(V)$

对试验仪800mL校准点进行重复测量10次，测量结果分别为：802.51mL、802.54mL、802.60mL、802.62mL、802.53mL、802.66mL、802.64mL、802.49mL、802.56mL、802.52mL，以单次测量值的算术平均值作为测量结果，则其重复性带来的标准不确定度分量为：

$$u(V) = \frac{s(V)}{\sqrt{10}} = 2 \times 10^{-2} \text{ mL}$$

D.6.2 电子天平引入的标准不确定度分量 $u(m)$

分度值为0.01g的电子天平，测量范围为（0.5~4100）g，最大允许误差为±0.15g，服从均匀分布，则电子天平引入的标准不确定度分量 $u(m)$ 为：

$$u(m) = \frac{0.15 \text{ g}}{\sqrt{3}} = 0.087 \text{ g}$$

D.6.3 砝码密度引入的标准不确定度分量 $u(\rho_B)$

根据砝码规程中规定所使用天平的标准砝码密度不确定度 $U=0.14\text{g}/\text{cm}^3, (k=2)$ ，则砝码密度引入的标准不确定度分量 $u(\rho_B)$ 为：

$$u(\rho_B) = \frac{0.14 \text{ g} / \text{cm}^3}{2} = 0.07 \text{ g} / \text{cm}^3$$

D.6.4 空气密度引入的标准不确定度分量 $u(\rho_A)$

恒温室中测量的空气密度通常为 $0.0012\text{g}/\text{cm}^3$ ，由于空气密度变化会对质量产生影响，按照CIPM推荐使用的空气密度公式，水温相差 0.2°C 时，其空气密度差值为 $0.000003\text{g}/\text{cm}^3$ ，属于均匀分布，包含因子 $k = \sqrt{3}$ ，则空气密度引入的标准不确定度分量 $u(\rho_A)$ 为：

$$u(\rho_A) = \frac{0.000003 \text{ g} / \text{cm}^3}{\sqrt{3}} = 2 \times 10^{-6} \text{ g} / \text{cm}^3$$

D.6.5 水密度引入的标准不确定度分量 $u(\rho_w)$

采用BIPM推荐的Tanaka纯水密度公式计算，测量过程中，水温大约有 0.2°C 的变化，水密度变化约为 $0.00003\text{g}/\text{cm}^3$ ，属于均匀分布，包含因子 $k = \sqrt{3}$ ，则水密度引入的标准不确定度分量 $u(\rho_w)$ 为：

$$u(\rho_w) = \frac{0.00003 \text{ g} / \text{cm}^3}{\sqrt{3}} = 2 \times 10^{-5} \text{ g} / \text{cm}^3$$

D.6.6 体胀系数引入的标准不确定度分量 $u(\rho_\beta)$

测量过程中，体胀系数为 $11.7 \times 10^{-5} / ^\circ\text{C}$ ，属于均匀分布，包含因子 $k = \sqrt{3}$ ，则体胀系数引入的标准不确定度 $u(\beta)$ 为：

$$u(\beta) = \frac{0.0000117 / ^\circ\text{C}}{\sqrt{3}} = 7 \times 10^{-6} ^\circ\text{C}^{-1}$$

D.6.7 温度变化引入的标准不确定度分量 $u(t)$

引起温度变化主要有两个因素：

(1)在测量中，采用 $50^\circ\text{C}/0.1^\circ\text{C}$ 水银温度计，故温度计本身存在 $\pm 0.2^\circ\text{C}$ 的误差。

(2)由于实验室温度分布不均匀，造成被测水温变化，其变化大小与被测容量的大小有关，从而引起约 $\pm 0.3^\circ\text{C}$ 的变化。

综合上述两个因素，合并此两项误差，则会有 $\pm 0.13^\circ\text{C}$ 的误差，属于均匀分布，包含因子 $k = \sqrt{3}$ ，则温度变化引入的标准不确定度分量 $u(t)$ 为：

$$u(t) = \frac{0.13^\circ\text{C}}{\sqrt{3}} = 0.08^\circ\text{C}$$

D.7 标准不确定度一览表

标准不确定度一览表，见表D.1

表 D.1 标准不确定度一览表

标准不确定度分量 u_i	不确定度来源	标准不确定度 $u(x_i)$	C_i	$ c_i u(x_i)/\text{mL}$
$u(V)$	测量重复性引入的标准不确定度	$2 \times 10^{-2} \text{mL}$	1	2×10^{-2}
$u(m)$	电子天平引入的标准不确定度	0.087g	$1.00290 \text{cm}^3/\text{g}$	8.7×10^{-2}
$u(\rho_B)$	砝码密度引入的标准不确定度	$0.07 \text{g} / \text{cm}^3$	$-1.8 \times 10^{-5} (\text{cm}^3)^2 / \text{g}$	1.3×10^{-6}
$u(\rho_A)$	空气密度引入的标准不确定度	$2 \times 10^{-6} \text{g} / \text{cm}^3$	$805.062 (\text{cm}^3)^2 / \text{g}$	1.6×10^{-3}
$u(\rho_w)$	水密度引入的标准不确定度	$2 \times 10^{-5} \text{g} / \text{cm}^3$	$-805.062 (\text{cm}^3)^2 / \text{g}$	1.6×10^{-2}
$u(\beta)$	体胀系数引入的标准不确定度	$7 \times 10^{-6} ^\circ\text{C}^{-1}$	$-321 \text{cm}^3 ^\circ\text{C}$	2.2×10^{-3}
$u(t)$	温度变化引入的标准不确定度	0.08 $^\circ\text{C}$	$-9.3 \times 10^{-2} (\text{cm}^3)^2 / ^\circ\text{C}$	7.4×10^{-3}

注：水温 $t=20.4^\circ\text{C}$ $\rho_w = 0.99812 \text{g} / \text{cm}^3$

D.8 合成标准不确定度

由于以上分量相互独立，所以合成标准不确定度为：

$$u_c = \sqrt{u^2(V) + u^2(m) + u^2(\rho_B) + u^2(\rho_A) + u^2(\rho_w) + u^2(\beta) + u^2(t)} = 0.09\text{mL}$$

D.9 扩展不确定度

当置信概率 $p = 95\%$ 时，取包含因子 $k = 2$ ，扩展不确定度为：

$$U = k \cdot u_c = 0.09\text{mL} \cdot 2 = 0.18\text{mL}$$

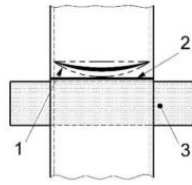
D.10 测量结果不确定度报告

试验仪800mL校准点容量测量结果的不确定度为 $U = 0.18\text{mL}$ ， $k = 2$ 。

附录 F

确定弯月面的方法

弯月面的最低点应与分度线上边缘的水平面相切，视线应与分度线在同一水平面上；为使弯月面最低点的轮廓清晰显现，可在量水器的背面衬一黑色纸带，黑色纸带的上缘放在弯月面的下缘1mm处。



1、弯月面 2、刻度线 3、黑色纸带

图 D.1 弯月面观察图

吉林省地方计量技术规范

水泥浆体自由泌水率和自由膨胀率试验仪校准规范

JJF(吉)140—2024

吉林省市场监督管理厅发布

*

版权所有 不得翻印

297 mm×210 mm A4 纸

2024年10月 第1版

2024年10月 第1次印刷