



中华人民共和国工业和信息化部 建材计量技术规范

JJF(建材)200—2023

非金属密封材料用氮气泄漏率试验机 校准规范

Calibration Specification for Nitrogen Leakage Tester of
Non-metallic Sealing Materials

2023-07-28 发布

2023-09-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布



非金属密封材料用氮气泄漏率试验机 校准规范

Calibration Specification for Nitrogen Leakage Tester
of Non-metallic Sealing Materials

JJF(建材)200—2023

归口单位：中国建筑材料联合会

主要起草单位：中国国检测试控股集团咸阳有限公司

参加起草单位：咸阳非金属矿研究设计院有限公司

咸阳海龙密封复合材料有限公司

本规范委托全国建材工业计量技术委员会负责解释

本规范主要起草人：

闫文刚（中国国检测试控股集团咸阳有限公司）

侯立兵（咸阳非金属矿研究设计院有限公司）

董任重（中国国检测试控股集团咸阳有限公司）

参加起草人：

杨 菲（中国国检测试控股集团咸阳有限公司）

祝海峰（咸阳海龙密封复合材料有限公司）

张红林（咸阳非金属矿研究设计院有限公司）

目 录

引言.....	II
1 范围	1
2 引用文件.....	1
3 概述	1
4 计量特性.....	1
5 校准条件和校准仪器.....	2
5.1 环境条件.....	2
5.2 校准用标准器具.....	2
6 校准项目和校准方法.....	2
6.1 校准项目.....	2
6.2 设备校准前检查.....	2
6.3 载荷力值的校准.....	2
6.4 体积变化量的校准.....	3
7 校准结果表达.....	3
8 复校时间间隔.....	4
附录 A 校准记录及校准证书内页格式	5
附录 B 氮气泄漏率试验机载荷力值的示值误差不确定度评定示例	7
附录 C 氮气泄漏率试验机体积变化量的示值误差不确定度评定示例	9

引 言

本规范依据 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》的相关规定编写。

本规范为首次发布。



非金属密封材料用氮气泄漏率试验机校准规范

1 范围

本规范适用于非金属密封材料用氮气泄漏率试验机的校准。

2 引用文件

本规范引用了下列文件：

JJF 1059.1 测量不确定度评定与表示

GB/T 20671.4 非金属垫片材料分类体系及试验方法 第4部分：垫片材料密封性试验方法。

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 概述

氮气泄漏率试验机依据 GB/T 20671.4 检测非金属密封垫片材料的氮气泄漏率。

氮气泄漏率试验机的工作原理：把试样置于两个钢性法兰之间，给法兰施加规定的系统载荷，并将氮气瓶施加的介质压力通过下法兰的小孔通入垫片内壁与上下法兰形成的密封腔体之中。通过管路中刻度管内液体的体积变化量来评价材料的泄漏程度。氮气泄漏率试验机示意图如图 1 所示。

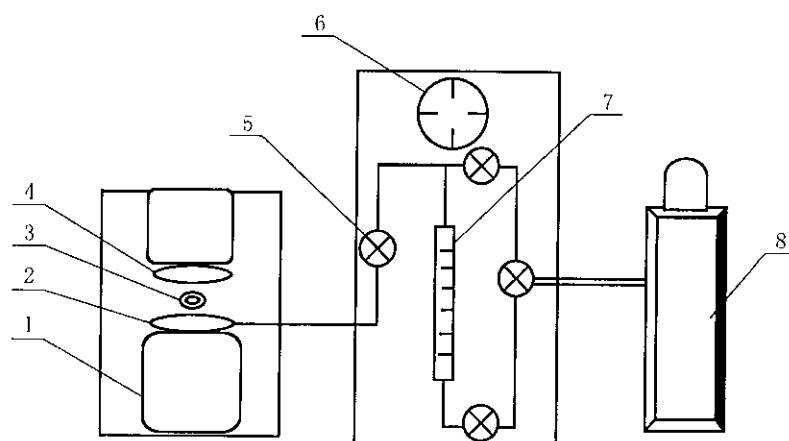


图 1 非金属密封材料用氮气泄漏率试验机示意图

1—力传感器；2—下法兰；3—试样；4—上法兰；5—阀门；6—压力表；7—刻度管；8—氮气瓶

4 计量特性

氮气泄漏率试验机的计量特性见表 1。

表1 计量特性

序号	计量项目	技术指标
1	载荷力值	测试范围: 0 kN~15 kN 示值相对误差: $\pm 1\%$
2	体积变化量	测试范围: 0 mL~5 mL 0.1 mL 示值相对误差: $\pm 10\%$ 1 mL、5 mL 示值相对误差: $\pm 1\%$

注: 以上所有指标不用于合格性判别, 仅提供参考。

5 校准条件和校准仪器

5.1 环境条件

5.1.1 温度: $(23 \pm 5)^\circ\text{C}$ 。

5.1.2 相对湿度: $(50 \pm 10)\%$ 。

5.2 校准用标准器具

校准时所需的校准器具按照表2参考选择, 校准器具的最大允许误差应小于被校准参数的技术要求, 以满足校准工作的要求。

表2 校准器具

序号	器具名称	测量范围及准确度等级	用途
1	压力校准仪	测量范围应包含 0 kN~20 kN 最大允许误差: $\pm 0.1\%$	测量载荷力值
2	微量滴定管	测量范围应包含 0 mL~10 mL 最大允许误差: $\pm 0.1\%$	测量体积变化量

6 校准项目和校准方法

6.1 校准项目

根据试验机的试验特性和功能, 对试验机需要校准的参数有: 载荷力值、体积变化量。

6.2 设备校准前检查

氮气泄漏率试验机外形结构应完好, 设备标牌(名称、规格型号、使用范围、制造厂及出厂编号)应齐全, 所配备的电器控制系统和测试元件应能正常工作。

用目测方法进行检查, 接通电源, 检查设备各个控制部分运行情况是否正常。

6.3 载荷力值的校准

6.3.1 选取 5 MPa、10 MPa、15 MPa 的载荷压力作为校准点, 计算各校准点的示值误差。将压力校准仪放置在上下法兰之间, 并把显示仪的参数置零, 同时在试验机屏幕将力传感器的值置零; 匀速转动加载轴至校准点, 连续 5 次记录各校准点压力校准仪示值和试验机示值。

6.3.2 通过公式(1)、(2)计算示值误差和示值相对误差。

$$F_0 = F_2 - F_1 \quad (1)$$

$$F_r = \frac{F_2 - F_1}{F_1} \times 100\% \quad (2)$$

式中:

F_0 ——载荷力值示值误差, kN;

F_1 ——每次压力校准仪示值, kN;

F_2 ——每次试验机示值, kN;

F_r ——载荷力值示值相对误差, %。

6.3.3 各校准点中, 5次示值相对误差绝对值最大者, 作为载荷力值的校准结果。

6.4 体积变化量的校准

6.4.1 选取 0.1 mL、1 mL、5 mL 的体积作为校准点, 计算各校准点的示值误差。将刻度管注入适量的水并关闭连接处的开关, 记录此时的刻度数, 将注水的微量滴定管置于刻度管之上, 并用支架固定为垂直状态。用微量滴定管给刻度管滴水, 连续 5 次记录各校准点微量滴定管示值和刻度管示值。

6.4.2 通过公式(3)、(4)计算示值误差和示值相对误差。

$$V_0 = V_2 - V_1 \quad (3)$$

$$V_r = \frac{V_2 - V_1}{V_1} \times 100\% \quad (4)$$

式中:

V_0 ——体积变化量示值误差, mL;

V_1 ——每次微量滴定管示值, mL;

V_2 ——每次刻度管示值, mL;

V_r ——体积变化量示值相对误差, %。

6.4.3 各校准点中, 5次示值相对误差绝对值最大者, 作为体积变化量的校准结果。

7 校准结果表达

7.1 氮气泄漏率试验机校准后出具校准证书, 校准证书应包括的信息及推荐的校准证书内页格式见附录 A, 校准记录应详尽记录测量数据和计算结果。

7.2 氮气泄漏率试验机校准结果的不确定度按照 JJF 1059.1 的要求评定, 具体计算示例见附录 B、附录 C。

7.3 校准证书应至少包括以下信息:

- a) 标题, 如“校准证书”或“校准报告”;
- b) 实验室名称和地址;
- c) 进行校准的地点(如果不是在校准单位的实验室内进行校准);
- d) 证书或报告的唯一性标识(如编号), 每页及总页数标识;
- e) 送校单位的名称和地址;
- f) 被校对象的描述和明确标识;
- g) 进行校准的日期;
- h) 对校准所用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) 校准结果及测量不确定度的说明;
- h) 校准证书或校准报告签发人的签名、职务或等效标识、以及签发日期;
- m) 校准结果仅对被校对象有效的说明;
- n) 未经校准实验室书面批准, 不得部分复制证书的声明。

8 复校时间间隔

根据氮气泄漏率试验机的实际使用情况而定, 建议试验机复校间隔(有效期)为一年。

附录 A

校准记录及校准证书内页格式

委托单位: _____ 证书编号: _____
 设备名称: _____ 型号: _____ 出厂编号: _____
 生产厂家: _____ 环境温度: _____ 相对湿度: _____
 校准日期: _____ 校准地点: _____
 校准依据: _____
 校准设备: _____

1. 校准前检查: _____

2. 载荷力值校准记录:

表 A.1 载荷力值记录计算表

设定值 (kN)	压力校准仪示值 (kN)					试验机示值 (kN)					示值误差 (kN)	示值相对 误差 (%)
	1	2	3	4	5	1	2	3	4	5		
5												
10												
15												

3. 体积变化量校准记录:

表 A.2 体积变化量记录计算表

设定值 (mL)	微量滴定管示值 (mL)					刻度管示值 (mL)					示值误差 (mL)	示值相对 误差 (%)
	1	2	3	4	5	1	2	3	4	5		
0.1												
1												
5												

校准员: _____ 核验员: _____ 校准日期: _____ 共 页第 页

校准证书内页推荐格式

序号	校准项目		校准结果		
1	设备校准前检查				
校准点			示值误差	示值相对误差(%)	测量不确定度
2	载荷力值 (kN)	5			
		10			
		15			
3	体积变化量 (mL)	0.1			
		1			
		5			
校准依据					
校准环境要求			温度： ℃，相对湿度： %		

校准员:

核验员:

校准日期:

共 页第 页

附录 B

氮气泄漏率试验机载荷力值的示值误差不确定度评定示例

B.1 校准方法

本次以载荷力值 10kN 为设定值, 给出测试数值的测量不确定度评定。将压力校准仪按照 6.3.1 的方法进行安装, 然后开启设备进行工作, 当压力达到设定值时进行数据测量并记录, 其他校准点的不确定度评定可参考本方法。

B.2 测量模型

$$F_0 = F_2 - F_1 \quad (\text{B.1})$$

$$F_r = \frac{F_2 - F_1}{F_1} \times 100\% \quad (\text{B.2})$$

式中:

F_0 ——载荷力值示值误差, kN;

F_1 ——每次压力校准仪示值, kN;

F_2 ——每次试验机示值, kN。

F_r ——载荷力值相对误差, %。

B.3 计算载荷力值的不确定度

B.3.1 输入量 F_0 引入的不确定度 $u(F_0)$

在试验设备校准点设定压力值为 10 kN 时, 记录压力校准仪的示值, 共计 5 次, 计算压力校准仪示值和试验机示值相对偏差分别为: F_{01} 、 F_{02} 、 F_{03} 、 F_{04} 、 F_{05} , 其平均值为 $\bar{F}_0$, 测量值及计算结果见表 B.1, 属 A 类不确定度分量。

表 B.1 测量值及计算结果

测量次数	1	2	3	4	5
压力校准仪测量值(kN)	10.1	10.1	10.1	10.2	10.1
试验机显示测量值(kN)	10.2	10.4	10.5	10.5	10.2
偏差(kN)	0.1	0.3	0.4	0.3	0.1
相对偏差(%)	0.990	2.970	3.960	2.941	0.990
偏差平均值(kN)	0.024				
相对偏差平均值(%)	2.370				
$s(F_0)=\sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n(F_{0i}-\bar{F}_0)^2}{n-1}}=1.325\%$					

示值相对误差标准不确定度： $u(F_0) = s(F_0) = 1.325\%$ 。

B.3.2 压力校准仪修正值引入的不确定度 $u(F_{1x})$

输入量 F_{1x} 的不确定度主要来源于压力校准仪的不确定度，可根据最大允许示值误差进行评定，因此采用 B 类方法进行评定。

压力校准仪的示值相对误差为： $\pm 0.1\%$ ，按均匀分布， $k = \sqrt{3}$ ，标准不确定度为：

$$u(F_{1x}) = \frac{0.1\%}{2 \times \sqrt{3}} = 0.029\%$$

B.4 合成标准不确定度的评定

B.4.1 灵敏系数

数学模型：

$$F_0 = F_2 - F_1 \quad (\text{B.3})$$

由于 F_1 和 F_2 相互独立，互不相关。因此，灵敏系数：

$$c_1 = \frac{\partial F_0}{\partial F_1} = -1, \quad c_2 = \frac{\partial F_0}{\partial F_2} = 1$$

B.4.2 标准不确定度汇总表

表 B.3 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(%)
$u(F_0)$	压力 F_0 测量重复性	1.325
$u(F_{1x})$	压力校准仪输出不确定度	0.029

B.4.3 合成不确定度的计算

输入量 F_1 和 F_2 彼此独立，互不相关，因此合成标准不确定度可按式得到：

$$u_c^2 = [c_1 u(F_0)]^2 + [u(F_{1x})]^2$$

$$u_c = \sqrt{u^2(F_0) + u^2(F_{1x})} = 1.327\%$$

B.4.4 扩展不确定度的评定

试验机载荷力值测试结果的扩展不确定度，取 $k=2$ ，则：

$$U = k u_c = 2 \times 1.327\% = 2.7\%$$

附录 C

氮气泄漏率试验机体积变化量的示值误差不确定度评定示例

C.1 校准方法

本次以体积 1 mL 为设定值,给出测试数值的测量不确定度评定。将微量滴定管按照 6.4.1 的方法进行安装,然后开启设备进行工作,当体积达到设定值时进行数据测量并记录,其他校准点的不确定度评定可参考本方法。

C.2 测量模型

$$V_0 = V_2 - V_1 \quad (\text{C.1})$$

$$V_r = \frac{V_2 - V_1}{V_1} \times 100\% \quad (\text{C.2})$$

式中:

V_0 ——体积变化量示值误差, mL;

V_1 ——每次微量滴定管示值, mL;

V_2 ——每次刻度管示值, mL;

V_r ——体积变化量示值相对误差, %。

C.3 计算体积变化量的不确定度

C.3.1 输入量 V_0 引入的不确定度 $u(V_0)$

在试验设备校准点设定体积为 1 mL 时,记录微量滴定管的示值,共计 5 次,计算微量滴定管和刻度管示值示值相对偏差分别为: V_{01} 、 V_{02} 、 V_{03} 、 V_{04} 、 V_{05} , 其平均值为: $\bar{V}_0$, 测量值及计算结果见表 C.1, 属 A 类不确定度分量。

表 C.1 测量值及计算结果

测量次数	1	2	3	4	5
微量滴定管测量值(mL)	1.01	1.02	1.01	1.01	1.00
刻度管显示测量值(mL)	1.06	1.05	1.05	1.05	1.04
偏差(mL)	0.05	0.03	0.04	0.04	0.04
相对偏差(%)	4.950	2.941	3.960	3.960	4.000
偏差平均值(mL)	0.01				
相对偏差平均值(%)	3.962				
$s(V_0)=\sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n(V_{0i}-\bar{V}_0)^2}{n-1}}=0.711\%$					

示值相对误差标准不确定度： $u(V_0)=s(V_0)=0.711\%$ 。

C.3.2 微量滴定管引入的不确定度 $u(V_{1x})$

输入量 V_{1x} 的不确定度主要来源于微量滴定管的不确定度，可根据最大允许示值误差进行评定，因此采用 B 类方法进行评定。

微量滴定管的示值相对误差为： $\pm 0.1\%$ ，按均匀分布， $k=\sqrt{3}$ ，标准不确定度为：

$$u(V_{1x}) = \frac{0.1\%}{2 \times \sqrt{3}} = 0.029\%$$

C.4 合成标准不确定度的评定

C.4.1 灵敏系数

数学模型：

$$V_0 = V_2 - V_1 \quad (C.2)$$

由于 V_1 和 V_2 相互独立，互不相关。因此，灵敏系数：

$$c_1 = \frac{\partial V_0}{\partial V_1} = -1, \quad c_2 = \frac{\partial V_0}{\partial V_2} = 1$$

C.4.2 标准不确定度汇总表

表 C.3 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(%)
$u(V_0)$	体积 V_0 测量重复性	0.711
$u(V_{1x})$	微量滴定管输出不确定度	0.029

C.4.3 合成不确定度的计算

输入量 V_1 和 V_2 彼此独立，互不相关，因此合成标准不确定度可按下式得到：

$$u_c^2 = [c_1 u(V_0)]^2 + [u(V_{1x})]^2$$

$$u_c = \sqrt{u^2(V_0) + u^2(V_{1x})} = 0.712\%$$

C.4.4 扩展不确定度的评定

试验机体积变化量结果的扩展不确定度，取 $k=2$ ，则：

$$U = k u_c = 2 \times 0.712\% = 1.4\%$$

