

电导率仪电计与电导池配套检定装置配置的探讨

邱 昶

刘亚东

(上海市计量测试技术研究院, 上海 200233) (国防科工委化学计量一级站, 济南 250031)

摘要 根据 JJF 1059 - 1999《测量不确定度评定与表示》、JJG 376 - 1985《电导仪试行检定规程》, 经过测量不确定度分析, 探讨了在进行电计与电导池配套检定时, 由不同级别的国家电导率标准物质及配套设备组成的检定装置所适合检定的电导率仪, 以及检定装置的最佳配置。

关键词 电导率仪 检定装置 不确定度 配置 检定

根据 JJG 376 - 1985^[1]《电导仪试行检定规程》, 电导仪的检定方法主要由两部分组成:(1)除去电导电极的仪器(简称电计)用交流电阻箱作标准检定, 称为电计检定;(2)电导电极连上电计用电导率标准溶液作标准进行检定, 称为电计与电导池配套检定。不同级别仪器的电计与电导池配套检定所需的控温条件相差较大。为了合理使用标准装置, 方便检定人员到现场进行电计与电导池配套检定, 笔者通过不确定度评定, 探讨了适合检定各级电导仪的检定装置的配置, 以便在不影响测量精度的前提下, 找出性价比最合适的配置。

按照《电导仪试行检定规程》对电计检定的要求, 标准交流电阻箱的级别应优于被检仪器的引用误差的三分之一。根据 JJF 1059 - 1999^[2]《测量不确定度评定与表示》, 所用标准交流电阻箱的不确定度可用交流电阻的准确度等级及其它信息进行评定, 即以该准确度等级($a\%$)作为分散区的半宽, 假定标准电导为均匀分布(包含因子 $k_1 = 1.732$), 可计算出交流电阻箱电导值的标准不确定度 $u = a\% / k_1$, 再根据该电导值的可靠性, 估计标准不确定度的自由度 v 及包含因子 k_2 , 并据此计算出标准交流电阻箱电导值的扩展不确定度 $U = u k_2$ 。一般情况下, $k_2 \approx 2$, 则 $a\% \approx 0.866 U$, 交流电阻箱即标准装置的准确度等级为 $a \approx 0.866 U \times 100$ 。将上式推广, 可估算用电导率标准溶液检定时标准装置的准确度的等级。

1 电计与电导池配套检定装置的不同配置及适合检定的仪器

电计与电导池配套检定时, 装置的不确定度来源有两个部分, 即特定温度下电导率标准溶液电导率值的不确定度和溶液温度的波动引起的不确定度。溶液温度的波动引起的不确定度可按低温恒温槽的控温精度引起标准溶液电导率值的变化产生的

不确定度或温度计测量误差引起的不确定度计算。以下讨论 3 种检定装置常用的配置情况。

1.1 用国家一级电导率标准溶液作标准, 配用控温精度为 $\pm 0.03^\circ\text{C}$ 的低温恒温槽

国家一级电导率标准溶液的标准物质证书上所列的扩展不确定度为: $U = 0.03\% \sim 0.07\%$, $k = 2$ 。取 $U = 0.07\%$, 则由标准溶液引起的标准不确定度 $u_1 = 0.035\%$, 估计可靠性为 90%, 则 $\Delta u_1/u_1 = 10\%$, u_1 的自由度 $v_1 = 0.5(\Delta u_1/u_1)^{-2} = 50$ 。

低温恒温槽的控温精度为 $\pm 0.03^\circ\text{C}$, 氯化钾标准溶液的温度系数约为 $2\%/\text{°C}$, 假定标准溶液的电导率为均匀分布(包含因子 $k_1 = 1.732$), 则由低温恒温槽的控温精度引起的标准不确定度 $u_2 = (0.03 \times 2\%) / 1.732 = 0.0346\%$, 估计可靠性为 90%, 则 $\Delta u_2/u_2 = 10\%$, u_2 的自由度 $v_2 = 0.5(\Delta u_1/u_1)^{-2} = 50$ 。

检定装置的合成标准不确定度 $u_c = \sqrt{u_1^2 + u_2^2} = 0.049\%$, 有效自由度 $v_{\text{eff}} = u_c^{-2} / \sum(u_j^{-2}/v_j) = 98$, 包含因子 $k = 1.985$, 则检定装置的扩展不确定度 $U = 0.097\%$ 。

检定装置的准确度等级 $a = 0.866 U \times 100 = 0.08$, 该装置可用于检定 0.2 ~ 5.0 级的电导率仪。

1.2 用国家二级电导率标准溶液作标准, 配用控温精度为 $\pm 0.03^\circ\text{C}$ 的低温恒温槽

国家二级电导率标准溶液的标准物质证书上所列的扩展不确定度为: $U = 0.25\%$, $k = 2$, $v_1 = 50$, 则由标准溶液引起的标准不确定度 $u_1 = 0.125\%$ 。

低温恒温槽的控温精度为 $\pm 0.03^\circ\text{C}$, 氯化钾标准溶液的温度系数约为 $2\%/\text{°C}$, 则由低温恒温槽的控温精度引起的标准不确定度 $u_2 = 0.0346\%$, $v_2 =$

50。

装置的合成标准不确定度 $u_c = \sqrt{u_1^2 + u_2^2} = 0.13\%$, $v_{\text{eff}} = 59$, 包含因子 $k = 2.005$, 则装置的扩展不确定度 $U = 0.26\%$ ($k = 2.005$), 装置的准确度等级 $a = 0.866U \times 100 = 0.23 \approx 0.2$, 该套装置可用于检定 1.0 ~ 5.0 级的电导率仪。

1.3 用国家二级电导率标准溶液作标准, 配用分度值为 0.1℃ 的温度计

国家二级电导率标准溶液的标准物质证书上所列的扩展不确定度为 $U = 0.25\%$, $k = 2$, 则由标准溶液引起的标准不确定度 $u_1 = 0.125\%$, $v_1 = 50$ 。

温度计的最小分度值为 0.1℃, 氯化钾标准溶液的温度系数约为 0.02%/℃, 则温度计测量误差引起的标准不确定度 $u_2 = 0.115\%$, $k = 1.732$, $v_2 = 50$ 。

装置的合成标准不确定度 $u_c = \sqrt{u_1^2 + u_2^2} = 0.17\%$, $v_{\text{eff}} = 100$, 包含因子 $k = 1.984$ 。装置的扩展不确定度: $U = 0.34\%$ 。

装置的准确度等级 $a = 0.866U \times 100 = 0.29 \approx 0.3$, 该套装置可用于检定 1.0 ~ 5.0 级的电导率仪。

1.4 电计与电导池配套检定时标准溶液与配套设备的各种可能组合

在《电导仪试行检定规程》中, 仪器的级别是按仪器分度值占满量程的分数(即引用误差)划分的, 分为 0.2、0.5、1.0、1.5、2.0、3.0、4.0、5.0 共 8 个级别。

以上分别讨论了电计与电导池配套检定时 3 种常用配置能够检定的仪器级别。当电计与电导池配套检定时, 不同级别的国家标准、不同分度值的温度计及控温精度为 ±0.03℃ 的低温恒温槽的各种可能组合见表 1。

表 1 电计与电导池配套检定时标准溶液与配套设备的各种组合

项目	配置编号					
	1	2	3	4	5	6
国家标准物质级别	一级	一级	一级	二级	二级	二级
低温恒温槽	使用	不使用	不使用	使用	不使用	不使用
温度计分度值	不使用	0.1℃	0.01℃	不使用	0.1℃	0.01℃
装置的扩展不确定度	0.097%	0.24%	0.074%	0.26%	0.34%	0.25%
装置的准确度等级	0.08	0.2	0.06	0.2	0.3	0.2
适合的被检仪器级别	0.2~5.0	1.0~5.0	0.2~5.0	1.0~5.0	1.0~5.0	1.0~5.0

2 电计与电导池配套检定时电导率仪检定装置的最佳配置

电计与电导池配套检定时, 由于涉及多种不同规格的国家标准物质及配套设备, 实际工作中需要根据具体情况, 选用最佳的配置组合。

由表 1 可见, 从理论上讲, 1.0 ~ 5.0 级电导率仪电计与电导池配套检定时, 有 4 种方案可供选择: 配置 2、配置 4、配置 5 和配置 6(由于配置 1 和配置 3 所复现的电导率值的精确度过高, 从性价比角度考虑, 不适合作检定 1.0 ~ 5.0 级仪器的标准), 其中配置 4 使用恒温槽将溶液的温度控制到国家电导率标准溶液所列标准电导率值相应的温度, 其余 3 种配置将溶液暴露于空气中, 对溶液的温度不加控制, 用温度计测量溶液的温度, 以求得标准溶液实际的标准电导率值。

配置 2 和配置 5 的区别为使用不同级别的国家标准物质作标准, 由于国家一级标准物质的价格比国家二级标准物质贵得多, 从性价比考虑应选用配置 5。配置 5 和配置 6 的区别为使用不同级别的温度计, 由于分度值为 0.01℃ 的温度计的价格比分度值为 0.1℃ 的温度计贵 10 倍, 且量程范围仅为 2℃, 另一方面, 实际室温的波动往往大于 0.01℃, 使实际测量的误差大于分度值。因此, 从性价比考虑应选用配置 5。

配置 4 和配置 5 提供标准电导率值的原理不同, 配置 4 将标准溶液的温度控制在标准电导率值相应的温度, 直接复现标准物质证书上所示的标准电导率值, 所提供的标准值准确, 从配置 5 测得的溶液温度往往与标准物质证书上所示的标准电导率值相应的溶液温度不一致, 标准电导率值需要通过近似方法求得, 计算值与标准值可能有一定的误差。

对于送检的 1.0 ~ 5.0 级电导率仪的电计与电导池配套检定, 可选用配置 4, 这样可以保证标准电导率值的准确性; 对于上门检定的 1.0 ~ 5.0 级电导率仪, 可用配置 5, 因为配置 5 便于携带。

从表 1 可知, 0.2 ~ 5.0 级电导率仪电计与电导池配套检定时, 有两种方案可供选择: 配置 1 和配置 3。从理论上讲, 配置 3 可以满足 0.2 ~ 5.0 级电导率仪电计与电导池配套检定的要求, 而实际上室温的波动很可能影响标准电导率值的不确定度, 因此, 恰当的办法是将配置 1 和配置 3 合二为一, 用恒温槽控制标准溶液的温度, 用分度值为 0.01℃ 的温度计监测标准溶液的温度, 观察其是否达到《电导仪

试行检定规程》的要求。

3 结语

在进行电计与电导池配套检定时, 应根据具体情况, 在不影响测量精度的前提下, 找出性价比最合

适的配置。

参 考 文 献

- 1 JJG 376 - 1985 电导仪试行检定规程.
- 2 JJF 1059 - 1999 测量不确定度评定与表示.

DISCUSSION ON THE ARRANGEMENT FOR THE DEVICE USED TO VERIFY CONDUCTIVITY METER LINK WITH ELECTRODE

Qiu Yang

(Shanghai Institute of Measurement and Testing Technology, Shanghai 200233, China)

Liu Yadong

(The First - Rank Chemometric Station of the Commission of Science, Jinan 250031, China)

ABSTRACT According to evaluation and expression of uncertainty in measurement (JJF 1059 - 1999) and verification regulation of electrolytic conductance meter (JJG 376 - 1985), by analyzing uncertainty in measurement, every kind of verification device consisting of national KCl conductivity certified reference material and the equipment to control or measure the temperature of it's solution were discussed, and suitable conductivity meter linked with conductivity electrode verified by the device and the optimal arrangement of the device were determined.

KEYWORDS conductivity meter, verification device, uncertainty in measurement, arrangement, verification