



内蒙古自治区地方计量技术规范

JJF (蒙) 070—2024

盖勃乳脂计校准规范

Calibration Specification for Gerber butyrometer

2024-03-01 发布

2024-06-01 实施

内蒙古自治区市场监督管理局 发布

盖勃乳脂计校准规范

Calibration Specification for

Gerber butyrometer

JJF(蒙)070—2024

归口单位：内蒙古自治区市场监督管理局

主要起草单位：内蒙古自治区计量测试研究院

参加起草单位：安徽省计量科学研究院

本规范委托内蒙古自治区计量测试研究院负责解释

本规范主要起草人：

陈 嘉（内蒙古自治区计量测试研究院）

张 鹏（内蒙古自治区计量测试研究院）

徐津生（内蒙古自治区计量测试研究院）

参加起草人：

康文成（内蒙古自治区计量测试研究院）

包玉敏（内蒙古自治区计量测试研究院）

王 艳（内蒙古自治区计量测试研究院）

李领录（安徽省计量科学研究院）

目 录

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)
5 计量特性	(2)
6 校准条件	(2)
6.1 环境条件	(2)
6.2 校准用设备	(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	(5)
附录 A K(t) 值表	(6)
附录 B 20℃时乳品脂肪溶液体积分数(%)与容量值(mL)换算表	(7)
附录 C 盖勃乳脂计校准记录参考格式	(8)
附录 D 盖勃乳脂计校准证书内页参考格式	(9)
附录 E 盖勃乳脂计测量结果的不确定度评定	(10)

引 言

JJF 1071《国家计量校准规范编写规则》、JJF 1001《通用计量术语及定义》、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。

乳脂计容量校准规范

1 范围

本规范适用于盖勃法乳脂计的容量校准。

2 引用文件

JJG 196-2016《常用玻璃量器》

GB/T 6682-2008《分析实验室用水规格和试验方法》

GB12809-1991《实验室玻璃仪器玻璃量器的设计和结构原则》

ISO/TR 20461-2000《重量法体积测量不确定度的测定》(Determination of uncertainty for volume measurements made using the gravimetric method)

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）适用于本规范。

3 术语和计量单位

3.1 术语

3.1.1 盖勃乳脂计 Gable Butyrometer

盖勃乳脂计是用于鲜乳及乳制品中脂肪含量测定的计量仪器，采用直接测量法测定，又称乳脂测定器。将鲜乳或乳制品用化学试剂处理，使其中的蛋白质消化，在一定温度条件下，离心处理，所含脂肪分离析出并位于液体上层，脂肪量值在乳脂计分度表上直接读取，即为脂肪含量。

3.2 计量单位

容量计量单位为毫升，符号 mL。

乳品脂肪溶液体积分数单位为%(20℃时乳品脂肪溶液体积分数(%)与容量值(mL)换算表见附录 B)。

4 概述

盖勃乳脂计通常采用硬质硼硅玻璃制成，是量入式玻璃量器。在乳制品行业应用广泛，是一种测量乳品中脂肪含量的计量器具，通过实验分离出乳品脂肪，读取脂肪层上下弯月型下缘数字之差，即为脂肪的重量百分数。

乳脂计有盖勃乳脂计、巴布科克乳脂计等种类，常见的盖勃乳脂计的结构为带有刻度（每格 0.125mL）的直管一端连玻璃小球，另一端连接玻璃大球，其中大球端与外界联通。

盖勃乳脂计的结构参见图 1

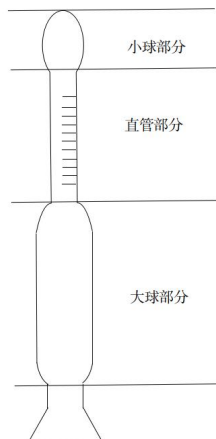


图 1 盖勃乳脂计结构示意图

5 计量特性

5.1 盖勃乳脂计采用无色透明的优质玻璃制造。其内应力:单位厚度光程差 $\leq 100\text{nm}/\text{cm}$ 。

5.2 盖勃乳脂计的实际容量值 (mL) 或乳品脂肪溶液体积分数 (%)。

6 校准条件

6.1 环境条件

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

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

6.1.3 校准介质为纯水(蒸馏水或去离子水)，应符合 GB6682-2008《分析实验室用水规格和试验方法》要求。

6.2 校准用设备

表 1 校准设备一览表

仪器名称	测量范围	技术要求
电子天平	Max $\geq 200\text{g}$	d=0.1mg
温度计	(0~30) $^\circ\text{C}$	MPE: $\pm 0.1^\circ\text{C}$
游标卡尺	(0~200) mm	MPE:0.10mm
偏光应力仪	定量检测	/
附属设备	支架、烧杯、读数放大镜、滴管杯等	

7 校准项目和校准方法

7.1 校准项目

校准项目见表 2

表 2 校准项目一览表

序号	项目名称	备注
1	外观与工作正常性检查	应符合 7.2.1
2	应力检查	单位厚度光程差 $\leq 100\text{nm/cm}$
3	容量示值	实际容量值 (mL) 或乳脂率 (%)

7.2.1 外观与工作正常性检查

盖勃乳脂计不允许有影响计量及使用强度等缺陷,量的数值应清晰、完整、耐久;盖勃乳脂计的口应与轴线相垂直,口边要平整光滑,不得有粗处及缺口;分度线应清晰、完整、耐久,宽度均匀。

7.2.2 应力校准

首次送校应对盖勃乳脂计做内应力检查,将应力仪调零后,将被检量器平直放入视场中,进行单位厚度光程差的测量。

7.2.3 示值误差校准

7.2.3.1 将清洁干燥的盖勃乳脂计固定在校准架上,并放置在天平上,将天平置零。

7.2.3.2 用滴管缓慢将蒸馏水或去离子水调整弯液面使其最低点与被校准分度线上缘水平面相切,视线应与刻线上缘在同一水平面上方可读数(为使弯月面的最低点的轮廓清晰的显现,可在盖勃乳脂计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)。注水时不要让水附在管壁上。

7.2.3.3 记录电子天平的读数,称得纯水的质量 (m)。按上述步骤将盖勃乳脂计所有测量点校准完毕。

7.2.3.4 取出待校准盖勃乳脂计,将温度计插入液体中记录此时测量纯水的温度值,读数应准确到 0.1℃。

7.3 数据处理

7.3.1 盖勃乳脂计实际容量计算

将测的质量值,温度值和空气密度值分别代入公式(1),即可求得被校盖勃乳脂计在标准温度 20℃时的实际容量值。

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

式中:

- V_{20} —— 为标准温度 20℃ 时的盖勃乳脂计的实际容量, mL;
- m —— 被校盖勃乳脂计的蒸馏水或去离子水的表观质量, g;
- ρ_B —— 砝码密度, 取 8.00g/cm³;
- ρ_A —— 校准时实验室内的空气密度, 取 0.0011 g/cm³;
- ρ_w —— 蒸馏水或去离子水在 t℃ 时的密度, g/cm³;
- β —— 被校水分接收器的体积膨胀系数, 取 $9.9 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$;
- t —— 校准时蒸馏水或去离子水的温度, °C;

为了简便计算过程, 也可将公式 (1) 化为下列形式

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

其中:

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

$K(t)$ 值列于附录 A 中。根据测定值 m 和校准时蒸馏水或去离子水的温度所对应的 $K(t)$ 值, 即可求出被校盖勃乳脂计在标准温度 20℃ 时的实际容量值。

注: 可根据实际使用情况按照附录 B (20℃ 时乳品脂肪溶液体积分数 (%) 与容量值 (mL) 换算表) 换算为乳品脂肪溶液体积分数。

8 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, 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) 如果与校准结果的有效性应用有关时, 应对被校样品的抽样程序进行说明;
- i) 校准所依据的技术规范的标识, 包括名称及代号;
- j) 本次校准所用测量标准的溯源性及有效性说明;
- k) 校准环境的描述;
- l) 校准结果及其测量不确定度的说明;
- m) 对校准规范的偏离的说明;

- n)校准证书或校准报告签发人的签名、职务或等效标识;
- o)校准结果仅对被校对象有效的声明;
- p)未经实验室书面批准,不得部分复制证书的声明。

$K(t)$ 值见附录 A, 20℃时乳品脂肪溶液体积分数(%)与容量值(mL)换算表见附录 B, 校准原始记录格式见附录 C, 校准证书(报告)内页格式见附录 D, 不确定度评定示例见附录 E。

9 复校时间间隔

盖勃乳脂计的复校时间间隔建议为 1 年。由于复校时间间隔的长短是由盖勃乳脂计的使用情况、使用者、乳脂计本身质量等诸因素所决定的,因此,送检单位可根据实际使用情况自主决定复校时间间隔。

附录 A

 $K(t)$ 值表(空气密度 0.0011g/cm^3 $\beta=9.9 \times 10^{-6}/^\circ\text{C}$)

水温/ $^\circ\text{C}$	$K(t)$ (cm^3/g)	水温/ $^\circ\text{C}$	$K(t)$ (cm^3/g)	水温/ $^\circ\text{C}$	$K(t)$ (cm^3/g)
15.0	1.001916	18.4	1.002464	21.8	1.003140
15.1	1.001930	18.5	1.002482	21.9	1.003161
15.2	1.001945	18.6	1.002500	22.0	1.003183
15.3	1.001959	18.7	1.002519	22.1	1.003205
15.4	1.001974	18.8	1.002537	22.2	1.003227
15.5	1.001988	18.9	1.002556	22.3	1.003249
15.6	1.002003	19.0	1.002574	22.4	1.003272
15.7	1.002018	19.1	1.002593	22.5	1.003294
15.8	1.002033	19.2	1.002612	22.6	1.003316
15.9	1.002048	19.3	1.002631	22.7	1.003339
16.0	1.002064	19.4	1.002650	22.8	1.003361
16.1	1.002079	19.5	1.002669	22.9	1.003384
16.2	1.002094	19.6	1.002688	23.0	1.003407
16.3	1.002110	19.7	1.002708	23.1	1.003430
16.4	1.002126	19.8	1.002727	23.2	1.003453
16.5	1.002142	19.9	1.002747	23.3	1.003476
16.6	1.002158	20.0	1.002767	23.4	1.003499
16.7	1.002174	20.1	1.002787	23.5	1.003523
16.8	1.002190	20.2	1.002806	23.6	1.003546
16.9	1.002206	20.3	1.002827	23.7	1.003570
17.0	1.002223	20.4	1.002847	23.8	1.003593
17.1	1.002239	20.5	1.002867	23.9	1.003617
17.2	1.002256	20.6	1.002887	24.0	1.003641
17.3	1.002272	20.7	1.002908	24.1	1.003665
17.4	1.002289	20.8	1.002928	24.2	1.003689
17.5	1.002306	20.9	1.002949	24.3	1.003713
17.6	1.002323	21.0	1.002970	24.4	1.003737
17.7	1.002341	21.1	1.002991	24.5	1.003762
17.8	1.002358	21.2	1.003012	24.6	1.003786
17.9	1.002375	21.3	1.003033	24.7	1.003811
18.0	1.002393	21.4	1.003054	24.8	1.003835
18.1	1.002411	21.5	1.003075	24.9	1.003860
18.2	1.002428	21.6	1.003097	25.0	1.003885
18.3	1.002446	21.7	1.003118	—	—

附录 B

20℃时乳品脂肪溶液体积分数(%)与容量值(mL)换算表

乳品脂肪溶液 体积分数 %	容量值 mL	乳品脂肪溶液 体积分数 %	容量值 mL
1	0.125	7	0.875
2	0.250	8	1.000
3	0.375	9	1.125
4	0.500	/	/
5	0.625	/	/
6	0.750	/	/
注：采用国际温标(TS-90)。			

附录 C

盖勃乳脂计校准记录参考格式

委 托 单 位				地 址:
制 造 厂 家				
规 格 型 号				
出 厂 编 号				
环 境 温 度	℃	环 境 湿 度	%RH	
证 书 编 号		记 录 编 号		
校 准 员		核 验 员		
校 准 日 期				
校 准 依 据				
计量标准证书有效期				

本次校准使用计量标准器:

一、外观与工作正常性检查:

二、应力检查:

三、示值误差:

编号	标称容量	纯水质量	K(t)	实际容量	不确定度

附录 D

乳脂计校准证书内页参考格式

校准证书第 3 页

证书编号：××××-××××

校准结果

- 一、外观与工作正常性检查：
- 二、应力校准：
- 三：示值误差：

编号	标称容量	实际容量	不确定度

以下空白

附录 E

盖勃乳脂计测量结果的不确定度评定

E.1 概述:

E.1.1 测量方法

选 0.75mL 盖勃乳脂计为例, 盖勃乳脂计校准采用衡量法, 即通过称量盖勃乳脂计量入蒸馏水或去离子水的质量, 并根据该温度修正下的修正值进行计算, 得到盖勃乳脂计经过温度修正的实际容量。

E.1.2 环境条件:

室温 (20 ± 5) °C, 室温变化不大于 1°C/h; 水温与室温之差不大于 2°C。

E.1.3 测量标准:

电子天平, 最大称量 20g, 分度值 0.01mg。

E.2 测量模型

E.2.1 数学模型

$$V_{20} = (m_0) \times \frac{1}{(\rho_w - \rho_A)} \times (1 - \frac{\rho_A}{\rho_B}) \times [1 - \gamma(t - 20)] \times 10^3$$

式中: V_{20} : 为 20°C 温度下的容量值, 单位 μL ;

m_0 : 为称量容器中装有待测液体时的天平示值, 单位 g;

ρ_w : 为水密度, 单位 g/cm^3 ;

ρ_A : 为空气密度, 单位 g/cm^3 , 公式{3};

ρ_B : 为砝码密度, 取值为 $8.00\text{g}/\text{cm}^3$;

γ : 为热膨胀系数, 取值为 $2.6 \times 10^{-4}/\text{°C}$;

t : 为测量介质水的温度, 单位为 °C。

E.3 标准不确定度的评定

E.3.1 容量测量 A 类不确定度

对盖勃乳脂计容量按校准规范测量 10 次, 测量结果见表 E.1:

表 E.1 测量结果统计表

序号	V20 (μL)	m_0 (g)	ρ_w ($\text{mg}/\mu\text{L}$)	ρ_A ($\text{mg}/\mu\text{L}$)	空气压力 (hPa)	空气相对 湿度 (%)	t (°C)	空气温度 (°C)
1	750.8539	0.74872	0.998288	0.0011	903	56	20.0	20.0
2	750.5480	0.748415	0.998288	0.0011	903	56	20.0	20.0
3	750.9812	0.748847	0.998288	0.0011	903	56	20.0	20.0

4	750.4567	0.748324	0.998288	0.0011	903	56	20.0	20.0
5	750.2862	0.748154	0.998288	0.0011	903	56	20.0	20.0
6	750.7967	0.748663	0.998288	0.0011	903	56	20.0	20.0
7	750.5811	0.748448	0.998288	0.0011	903	56	20.0	20.0
8	750.3675	0.748235	0.998288	0.0011	903	56	20.0	20.0
9	750.1468	0.748015	0.998288	0.0011	903	56	20.0	20.0
10	750.6222	0.748489	0.998288	0.0011	903	56	20.0	20.0
平均值	750.564	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----

由贝赛尔公式求得测量值的实验标准差：

$$s_{(v)} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (V_i - \bar{V})^2}{n-1}} = 0.26 \mu\text{L}$$

由测量重复性带来的标准不确定度系用 A 类评定方法得：

$$u_A(\bar{V}) = \frac{s(V)}{\sqrt{n}} = 8.28 \times 10^{-2} \mu\text{L}$$

E.3.2 标准不确定度的 B 类评定：

标准不确定度分项 u_g ，为电子天平引入的标准不确定度分项 u_g ：经查溯源证书知，最大允许误差为 $\pm 0.005\text{mg}$ （上级出具的电子天平证书），MPE 属于均匀分布，包含因子 $k = \sqrt{3}$ ，故标准不确定度 $u_g = 0.005 / \sqrt{3} = 2.89 \times 10^{-3} \text{mg}$ ；

不确定度分量 $u(\rho_A)$ ，由空气密度引入；按照 Tanaka 公式，经分析后可取得空气密度引入的不确定度为： $u(\rho_A) = 7.15 \times 10^{-7} \text{g/cm}^3$ ；

水密度引入的不确定度分量 $u(\rho_w)$ ：去离子水（纯水）为本次实验用介质，所以采用的是国际上实用的温标水的密度值，其允差为 $\pm 1 \times 10^{-4} \text{g/cm}^3$ ，服从均匀分布条件，其测量标准不确定度为： $u(\rho_w) = 1 \times 10^{-4} / \sqrt{3} = 5.77 \times 10^{-5} \text{g/cm}^3$ ；

盖勃乳脂计体胀系数引入的不确定度分量 $u(\gamma)$ ：根据经验取值 $u(\gamma) = 1.0 \times 10^{-6} \text{°C}^{-1}$ ；

不确定度分量 $u(t)$ ，由水温度引入：液体温度测量误差为 $\pm 0.15 \text{°C}$ ，此为均匀分布，包含因子 $k = \sqrt{3}$ ，其测量标准不确定度为： $u(t) = 0.15 / \sqrt{3} = 8.66 \times 10^{-2} \text{°C}$ ；

不确定度分量 $u(t)$ ，由称量中水蒸发量引入：按经验取值 $1.20 \times 10^{-2} \mu\text{L}$ ，此为在操作过程中，所排放及称量液体的蒸发量；

不确定度分量 $u(\rho_B)$ ，由砝码密度引入：经测量砝码密度的测量误差为 0.14g/cm^3 ，（ $k=2$ ），所以： $u(\rho_B) = 0.14 / 2 = 7.00 \times 10^{-2} \text{g/cm}^3$ ；

E.4 合成标准不确定度（见表 E.2）

表 E.2 不确定度分量汇总表

分量 (x_i)	值	分布类型	标准不确定度 $u(x_i)$	灵敏系数 c_i	不确定度 $u(y_i)$	备注
重复性 (μL)	0.26	正态	8.28×10^{-2}	1.00	8.28×10^{-2}	
质量值 (mg)	± 0.005	均匀	5.77×10^{-3}	1.00	5.77×10^{-3}	
空气密度(mg/ μL)	0.0011	均匀	7.15×10^{-7}	8.77×10^{-2}	6.27×10^{-5}	
水密度(mg/ μL)	1×10^{-4}	均匀	5.77×10^{-5}	-1.00×10^{-1}	-5.79×10^{-3}	
砝码密度(mg/ μL)	0.14	均匀	7.00×10^{-2}	1.72×10^{-6}	1.20×10^{-4}	
膨胀系数 ($^{\circ}\text{C}^{-1}$)	2.6×10^{-4}	均匀	1.00×10^{-6}	4.00×10^{-2}	4.00×10^{-5}	
水温 ($^{\circ}\text{C}$)	± 0.15	均匀	8.66×10^{-2}	-2.40×10^{-5}	-2.08×10^{-3}	
水蒸发量 (μL)	-----	-----	1.20×10^{-2}	1.00	1.20×10^{-2}	按经验取
合成不确定度 (μL)					0.0841	

E.5 扩展不确定度

取 $k=2$ ，则扩展不确定度为：

$$U = 2 \times u_c = 2 \times 8.41 \times 10^{-2} \mu\text{L} = 1.7 \times 10^{-4} \text{mL}, k=2$$