

黑龙江省地方计量技术规范

JJF（黑）XX—2024

旋转蒸发器校准规范

Calibration Specification for Rotary Evaporators

（审定稿）

20××－××－××发布 20××－××－××实施

黑龙江省市场监督管理局 发 布

脆碎度测试仪校准规范

JJF（黑）XX—2024

**旋转蒸发器校准规范**

Calibration Specification

for Rotary Evaporators

Calibration Specification for

Friability Testers

归 口 单 位：黑龙江省市场监督管理局

主要起草单位：绥化市检验检测中心

 绥化市特种设备检验研究所

哈尔滨永创计量检测有限公司

参加起草单位：黑龙江省计量检定测试研究院

哈尔滨市计量检定测试院

本规范委托绥化市检验检测中心负责解释

本规范主要起草人：

裴 健（绥化市检验检测中心）

张 宇（齐齐哈尔检验检测中心）

苏显军（绥化市特种设备检验研究所）

韩正阳（哈尔滨永创计量检测有限公司）

杨 瑾（哈尔滨市计量检定测试院）

曹立恒（绥化市检验检测中心）

宋文龙（绥化市检验检测中心）

 参加起草人：

穆 江 （哈尔滨永创计量检测有限公司）

陈 文 （黑龙江省计量检定测试研究院）

孙 冬 （哈尔滨市计量检定测试院）

目录

引言 II

1 范围 1

2 引用文件 1

3 术语 1

3.1 温度均匀度 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 测量标准 2

7 校准项目和校准方法 2

7.1 校准项目 2

7.2 校准方法 3

8 校准结果表达 4

8.1 校准记录 4

8.2 校准证书 4

9 复校时间间隔 5

附录A 旋转蒸发器校准原始记录格式（推荐性） 6

附录B 旋转蒸发器校准证书内页格式（推荐性） 7

附录C 温度示值误差校准结果的不确定度评定示例 8

附录D 转速示值误差校准结果的不确定度评定示例 11

引言

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

本规范为首次发布。

旋转蒸发器校准规范

# 1 范围

本规范适用于温度范围（10~200）℃的旋转蒸发器温度和转速参数的校准。

# 2 引用文件

本规范引用了下列文件：

JJF 2019 液体恒温试验设备温度性能测试规范

JJF 2121 恒转速源校准规范

SL 144.6 电热恒温水浴锅校验方法

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 术语

## 3.1 温度均匀度 temperature uniformity

设备在稳定状态下，加热装置在某一瞬时的各测量点最高温度与最低温度的差值。

# 4 概述

旋转蒸发器的基本原理是加热持续转动的蒸馏烧瓶，利用负压蒸馏的方式对烧瓶中的溶液进行提取、净化和浓缩。旋转蒸发器一般由旋转装置、加热装置和蒸馏冷凝装置等部分组成（见图1）。主要用于生物医药、化学化工、环境监测和食品等行业。



图1 旋转蒸发器示意图

1—加热装置；2—蒸馏烧瓶；3—旋转装置；4—冷凝装置

# 5 计量特性

旋转蒸发器的温度示值误差、温度均匀度及转速示值误差技术要求见表1。

表1 旋转蒸发器技术要求

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 序号 | 参数名称 | 测量范围 | 技术要求 |
| 1 | 温度示值误差 | （10～200）℃ | MPE：±3.0 ℃ |
| 2 | 温度均匀度 | （10～200）℃ | 3.0 ℃ |
| 3 | 转速示值误差 | （10～280）r/min | MPE：±3 r/min |

注：以上所有计量特性技术指标仅提供参考，不适用于合格性判定。

# 6 校准条件

## 6.1 环境条件

环境温度：（10~35） ℃。

相对湿度： ≤85 %。

旋转蒸发器周围应无强烈振动及腐蚀性气体存在，应避免其他冷、热源影响。

## 6.2 测量标准

测量标准见表2。

表2 测量标准

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 名称 | 测量范围 | 技术要求 |
| 温度测量标准 | （10～200）℃ | 分辨力：0.01 ℃最大允许误差：±（0.15 ℃+0.002*t*） |
| 转速表 | （10～280）r/min | 0.5级 |
| 注：1.*t*为校准温度，单位为℃。2.校准时也可选用符合要求的其他测量标准。 |

# 7 校准项目和校准方法

## 7.1 校准项目

旋转蒸发器校准项目见表3。

表3 旋转蒸发器校准项目

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 序号 | 校准项目名称 | 技术要求的条号 | 校准方法的条号 |
| 1 | 温度示值误差 | 5 | 7.2.3 |
| 2 | 温度均匀度 | 5 | 7.2.3 |
| 3 | 转速示值误差 | 5 | 7.2.5 |

## 7.2 校准方法

7.2.1 校准点选择

温度和转速校准点选择设备使用范围内均匀分布的3个点，也可根据用户需要选择测量点进行校准。

### 7.2.2 温度校准点的位置

温度测量标准布放位置为旋转蒸发器加热装置的中层，中层为通过工作区域几何中心的平行于底面的校准工作面，各布放位置与工作区域内壁的距离为直径的1/10，温度布放点用1、2、3、4、5数字表示，5点位于中层几何中心位置，布放位置如图2所示。



图2 布放位置示意图

### [7.2](6.2.2.1).3 温度校准

旋转蒸发器加热装置的液位需达到工作条件，在加热装置空载下进行校准。

将旋转蒸发器控制温度设定到第一个校准点，待其达到设定值并处于稳定状态后开始记录各布点温度。每2 min测量一次，共测量3次。调整控制温度至下一个校准点，以相同方法完成全部校准点测量。

7.2.4 温度校准的数据处理

7.2.4.1 温度示值误差

 取布放点5的测量结果为各校准点的温度示值误差。按公式（1）计算温度示值误差。

 （1）

式中：

**——第i点温度的示值误差，℃；

** ——第i点被校旋转蒸发器温度设定值，℃；

 ——第i点温度测量标准3次测量值的算术平均值，℃。

7.2.4.2 温度均匀度

取5个布放点测量的最高温度与最低温度的差值为各温度校准点的温度均匀度。按公式（2）计算温度均匀度。

$∆T^{'}=T\_{imax}−T\_{imin}$ （2）

式中：

$∆T^{'}$——第i点温度均匀度，℃；

$T\_{imax}$——第i点被校旋转蒸发器各布放点的最高温度，℃；

$T\_{imin}$——第i点被校旋转蒸发器各布放点的最低温度，℃。

### 7.2.5 转速示值误差

校准前，应在旋转蒸发器转动轴上选择合适的位置粘贴反光标识。

设置旋转蒸发器转速校准点，当转速输出稳定后，连续读取并记录转速表10个显示值。转速设定值与转速测量平均值之差即为转速示值误差。按公式（3）计算转速示值误差。

 （3）

式中：

——第i点转速示值误差，r/min；

——第i点被校旋转蒸发器转速设定值，r/min；

——第i点转速表10次测量平均值，r/min。

# 8 校准结果表达

## 8.1 校准记录

旋转蒸发器校准原始记录格式（推荐性）见附录A。

## 8.2 校准证书

经校准的旋转蒸发器出具校准证书，给出校准结果以及校准结果测量不确定度，旋转蒸发器校准证书内页格式（推荐性）见附录B。

旋转蒸发器的校准证书至少应包括以下信息：

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) 被校旋转蒸发器的型号、规格及序列号；

g) 进行校准的日期；

h) 本技术规范的名称及代号；

i) 本次校准所用测量标准溯源性及有效性的说明；

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) 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声明；

n) 未经实验室书面批准，不得部分复制证书的声明。

# 9 复校时间间隔

由于复校时间间隔的长短是由旋转蒸发器的使用情况、使用者、仪器本身质量等诸因素所决定的，因此，使用单位可根据实际使用情况决定复校时间间隔。建议复校时间间隔为1年。

# 附录A

# 旋转蒸发器校准原始记录格式（推荐性）

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 委托单位 |  | 证书编号 |  | 校准日期 |  |
| 制 造 厂 |  | 型号规格 |  | 出厂编号 |  |
| 温 度 |  | 相对湿度 |  | 校准地点 |  |
| 技术依据 |  | 校准人员 |  | 核验人员 |  |
| 校准使用的计量标准器具 |
| 标准器名称 | 型号/规格 | 不确定度/准确度等级/最大允许误差 | 证书编号及有效期 |
|  |  |  |  |

校准结果

一、 温度示值误差及温度均匀度 ℃

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 设定值 | 次数 | 布点位置 | 示值误差 | 温度均匀度 |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 |
|  | 1 |  |  |  |  |  |  |  |
| 2 |  |  |  |  |  |
| 3 |  |  |  |  |  |
| 平均值 |  |  |  |  |  |
|  | 1 |  |  |  |  |  |  |  |
| 2 |  |  |  |  |  |
| 3 |  |  |  |  |  |
| 平均值 |  |  |  |  |  |
|  | 1 |  |  |  |  |  |  |  |
| 2 |  |  |  |  |  |
| 3 |  |  |  |  |  |
| 平均值 |  |  |  |  |  |
| 温度示值误差的扩展不确定度： |

二、 转速示值误差 r/min

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 设定值 | 标准器测量值 | 平均值 | 示值误差 |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| 转速示值误差的扩展不确定度： |

附录B

旋转蒸发器校准证书内页格式（推荐性）

一 、温度示值误差及温度均匀度 ℃

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 设定值 | 示值误差 | 温度均匀度 |
|
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
| 温度示值误差的扩展不确定度： |

二、 转速示值误差 r/min

|  |  |
| --- | --- |
| 设定值 | 示值误差 |
|  |  |
|  |  |
|  |  |
| 转速示值误差的扩展不确定度： |

附录C

温度示值误差校准结果的不确定度评定示例

C.1 概述

被校仪器：旋转蒸发器。

测量标准：温度巡检仪MPE：±（0.15 ℃+0.002*t*），*t*—校准温度，℃，

分辨力为0.01 ℃。

环境条件：环境温度：21.0 ℃，相对湿度：30％。

测量方法：依据本规范中7.2.3的规定。

C.2 测量模型

温度示值误差根据下式计算：



式中：

**——第i点温度的示值误差，℃；

** ——第i点被校旋转蒸发器温度设定值，℃；

 ——第i点温度巡检仪3次测量值的算术平均值，℃。

C.2.1 不确定度传播律和灵敏系数



灵敏系数：  ， 

各输入量互相彼此不相关，因此：



C.3 标准不确定度分量评定

C.3.1 测量重复性引入的标准不确定度

在旋转蒸发器温度设定为40.0 ℃时，测量10次的示值误差的结果为：-0.24 ℃、-0.15 ℃、-0.25 ℃、-0.39 ℃、-0.38 ℃、-0.48 ℃、-0.22 ℃、-0.14 ℃、-0.39 ℃、-0.38 ℃，依据贝塞尔公式计算：

0.11 ℃

计算示值误差时对各设定值分别进行3次测量，按公式计算如下：

0.064 ℃

C.3.2 分辨力引入的标准不确定度

旋转蒸发器显示温度分辨力为0.1 ℃，区间半宽为0.05 ℃，按均匀分布，取包含因子，则：

0.029 ℃

由于重复性引入的标准不确定度大于分辨力引入的标准不确定度，故在计算合成标准不确定度时不需考虑分辨力引入的标准不确定度，则：

0.064 ℃

C.3.3 温度巡检仪引入的标准不确定度

在40.0 ℃时温度巡检仪的MPE：±（0.15 ℃+0.002×40 ℃）≈±0.16 ℃，区间半宽度=0.16 ℃，按均匀分布，取包含因子，则：

0.092 ℃

C.3.4 温度巡检仪稳定性引入的标准不确定度

温度巡检仪年稳定性为0.10 ℃，按均匀分布，取包含因子，则：

0.058 ℃

C.4 标准不确定度分量汇总

标准不确定度分量汇总见表C.1。

表C.1 标准不确定度分量汇总表

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 不确定度分量 | 不确定度来源 | 标准不确定度 |
|  | 测量重复性引入不确定度分量 | 0.064 ℃ |
|  | 标准器引入不确定度分量 | 0.092 ℃ |
|  | 标准器稳定性引入的不确定度分量 | 0.058 ℃ |

C.5 合成标准不确定度$u\_{c}$

由于、、相互独立不相关，则合成标准不确定度$u\_{c}$按下式计算：

0.13 ℃

C.6 扩展不确定度

 取包含因子，温度示值误差校准结果的扩展不确定度为：

0.3 ℃

附录D

转速示值误差校准结果的不确定度评定示例

D.1 概述

 被校仪器：旋转蒸发器。

 测量标准：0.5级转速表。

 环境条件：环境温度：21.0 ℃，相对湿度：30％。

 测量方法：依据本规范中7.2.5的规定。

D.2 测量模型

转速示值误差根据下式计算：



式中：

**——第i点转速示值误差，r/min；

** ——第i点被校旋转蒸发器转速设定值，r/min；

** ——第i点转速表10次测量平均值，r/min。

D.2.1 不确定度传播律和灵敏系数



灵敏系数： 

各输入量相互独立彼此不相关，因此：



D.3 标准不确定度分量评定

D.3.1 测量重复性引入的标准不确定度

在100.0 r/min校准点重复测量10次，数据如下：103.6 r/min、104.6 r/min、103.8r/min、103.4 r/min、103.3 r/min、104.2 r/min、104.3 r/min、103.5 r/min、102.5 r/min、101.8 r/min，依据贝塞尔公式计算：

0.84 r/min

计算示值误差时对各设定值分别进行10次测量，按公式计算如下：

0.27 r/min

D.3.2 分辨力引入的标准不确定度

被校旋转蒸发器分辨力为1 r/min，区间半宽度为$a$=0.5 r/min，按均匀分布，取包含因子 ，则：

0.29 r/min

由于标准器分辨力引入的标准不确定度$u\_{2}$大于重复性引入的标准不确定度$u\_{1}$，故在计算合成标准不确定度时不需考虑标重复性引入的标准不确定度$u\_{1}$，则：

0.29 r/min

D.3.3 标准器准确度等级引入的标准不确定度

转速表为0.5级，100 r/min的MPE：±0.5 r/min，区间半宽度$a$=0.5 r/min，按均匀分布，包含因子，则：

0.29 r/min

D.4 标准不确定度分量汇总

标准不确定度分量汇总见表D.1。

表D.1 标准不确定度分量汇总表

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 不确定度分量 | 不确定度来源 | 标准不确定度 |
|  | 分辨力引入不确定分量 | 0.29 r/min |
|  | 标准器引入不确定度分量 | 0.29 r/min |

D.5 合成标准不确定度

由于、相互独立不相关，则合成标准不确定度按下式计算：

0.4 r/min

D.6 扩展不确定度

取包含因子，转速示值误差校准结果的扩展不确定度为：

1 r/min

JJF（黑）XX-2024