

JJF

中华人民共和国国家计量技术规范

JJF XXXX-XXXX

旋转流变仪校准规范

Calibration Specification for Rotational Rheometer

(征求意见稿)

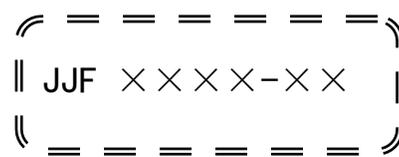
20XX-XX-XX 发布

20XX-XX-XX 实施

国家市场监督管理总局发布

物理吸附仪校准规范

Calibration Specification for
Physisorption Analyzer



归口单位：全国新材料与纳米计量技术委员会

主要起草单位：

参与起草单位：

本规范委托全国新材料与纳米计量技术委员会负责解释

本规范主要起草人：

参加起草人：

目 录

1 范围.....	1
2 引用文件.....	1
3 术语.....	1
4 概述.....	1
5 计量特性.....	2
5.1 温度设定值误差和波动误差.....	2
5.2 剪切黏度示值误差和示值重复性.....	2
6 校准条件.....	3
6.1 环境条件.....	3
6.2 标准物质.....	3
6.3 校准用设备.....	3
7 校准项目和校准方法.....	3
7.1 校准前准备.....	3
7.2 温度校准.....	3
7.3 剪切黏度示值误差.....	4
7.4 剪切黏度示值重复性.....	4
8 校准结果表达.....	5
9 复校时间间隔.....	5
附录 A 校准原始记录格式.....	6
附录 B 校准证书内页格式.....	1
附录 C 剪切黏度测量结果示值误差不确定度评定示例.....	1

引 言

本规范是针对旋转流变仪校准制定的计量技术规范。本规范的编写以 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》为基础和依据，主要参考了 ISO 6721-2010 《塑料-动态力学性能测定 - 第 10 部分：用平行板振荡流变仪测量复数剪切黏度 (Plastics-Determination of dynamic mechanical properties-part 10: Complex shear viscosity using a parallel-plate oscillatory rheometer)》和 ASTM E2509-2014 《等温模型流变仪温度校准的试验方法 (Standard Test Method for Temperature Calibration of Rheometers in Isothermal Mode)》等文件中的技术指标、检测方法等内容。

本规范为首次发布。

旋转流变仪校准规范

1 范围

本规范适用于应力控制型和应变控制型旋转流变仪的校准。

2 引用文件

本规范引用下列文件：

JJF 1071-2010 《国家计量校准规范编写规则》

ISO 6721-2010 《塑料-动态力学性能测定-第 10 部分：用平行板振荡流变仪测量复数剪切黏度》

ASTM E2509-2014 《等温模型流变仪温度校准的试验方法》

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，其最新版本适用于本规范。

3 术语

3.1 旋转流变仪 rotational rheometer

采用对样品施加强制稳态速率载荷、稳态应力载荷、动态正弦周期应变载荷或动态正弦周期应力载荷的方式，观察样品对所施加载荷的响应数据，通过测量剪切速率、剪切应力等流变数据，计算样品黏度的仪器。

3.2 非牛顿流体 non-newtonian fluid

不服从牛顿粘性定律，黏度随剪切应力与剪切速率的变化而改变的流体。

3.3 剪切应力 shear stress; τ

物体由于外部载荷变化而发生变形时，在其内部任一剪切面的两方出现的相互作用力，单位为帕斯卡 Pa。

3.4 剪切速率 shear rate; $\dot{\gamma}$

物体在两界面之间流动时，由于摩擦力的存在，使物体内部与物体和界面接触处的流动速度发生偏差，产生一个渐变的速度场，单位为倒秒 s^{-1} 。

3.5 剪切黏度 shear viscosity; η

非牛顿流体剪切应力与剪切速率之比，单位为帕秒 Pa s。

4 概述

旋转流变仪是一种在旋转的运动下使样品受到剪切的作用而产生移动，进而

用于测量材料的黏度等性能参数的仪器，按工作原理可分为应力控制型和应变控制型，应力控制型旋转流变仪的驱动马达与扭矩传感器在样品上方，通过直接控制驱动马达使样品达到一定扭矩并产生法向应力，其结构和测量原理见图 1。应变控制型旋转流变仪的驱动马达在样品下方，而扭矩传感器在样品上方，通过直接驱动马达的旋转使样品产生一定的应变产生扭矩和法向应力，其结构和测量原理见图 2。

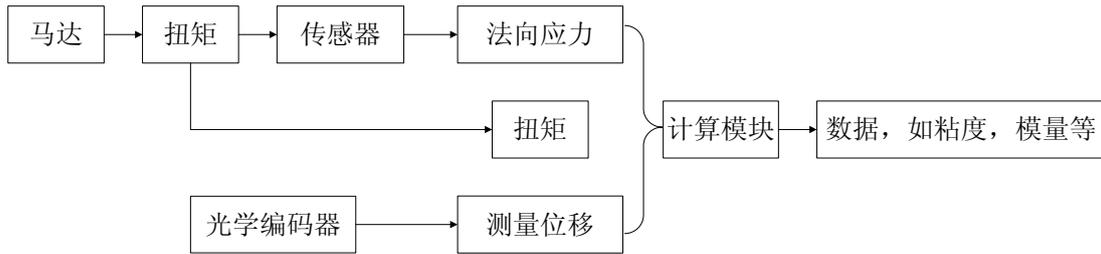


图 1 应力控制型旋转流变仪结构和测量原理

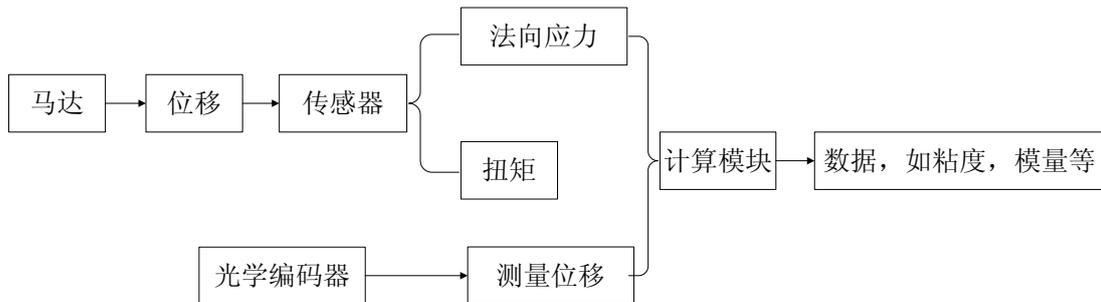


图 2 应变控制型旋转流变仪结构和测量原理

5 计量特性

5.1 温度设定值误差和波动误差

温度设定值误差：不超过 $\pm 0.5^{\circ}\text{C}$

温度波动误差：不超过 $0.5^{\circ}\text{C}/30\text{min}$

5.2 剪切黏度示值误差和示值重复性

旋转流变仪的剪切黏度示值误差和重复性应符合表1的要求。

表1 剪切黏度示值误差和重复性要求

温度/℃	夹具	剪切速率 (s^{-1})	剪切黏度	
			示值误差 (%)	示值重复性 (%)
25	锥板	1	±10	≤7
		2		
		5		
		10		
		20		
	同轴圆筒	5	±5	≤5
		10		
		50		
		100		
		200		

注：以上指标不作为合格性判断标准，仅供参考。

6 校准条件

6.1 环境条件

6.1.1 环境温度：20℃～30℃；

6.1.2 相对湿度：不大于 80%；

6.1.3 供电电源：(220±22) V，(50±5) Hz；

6.1.4 实验室洁净，仪器周围环境安静无扰动，无影响仪器正常工作的电磁场。

6.2 标准物质

经准确定值，并经过溯源确认的非牛顿流体黏度有证标准物质

6.3 校准用设备

标准铂电阻温度计（经检定合格）

测量精度为 0.1℃，最大允许误差为 ±0.2℃。

7 校准项目和校准方法

7.1 校准前准备

开机预热不少于 60min；按照仪器说明书完成仪器的空气校正、马达调整、夹具惯量校正等工作，使仪器进入正常工作状态。

7.2 温度校准

安装测试用夹具，将铂电阻温度计的温度传感器安装在夹具的中央，加热（或冷却）夹具至校准设定温度（根据用户使用温度设定），并平衡，直到温度变化小于 ±0.1℃/5min。记下温度计读数并开始计时，每隔 5min 记录一次温度值，

连续测试 6 次。按照公式 (1) 和公式 (2) 计算温度设定值误差和波动性误差。如有多个温度校准点, 则取其中绝对值最大的 ΔT 和 T_c 作为仪器的温度设定值误差和温度波动性误差。

$$\Delta T = \bar{T} - T_s \quad (1)$$

$$T_c = \frac{T_{\max} - T_{\min}}{2} \quad (2)$$

式中: ΔT — 温度设定值误差, °C;

T_c — 温度波动误差, °C;

T_s — 设定温度, °C

T_{\max} — 温度测量最大值, °C;

T_{\min} — 温度测量最小值, °C。

7.3 剪切黏度示值误差

仪器调至正常工作状态后, 在设定剪切速率条件下, 选择不同剪切黏度值的非牛顿流体黏度标准物质, 每种标准物质的黏度值重复测量 3 次, 以算术平均值 $\bar{\eta}$ 作为测量值, 按照公式 (3) 和公式 (4) 计算示值误差。

$$\Delta\eta = \bar{\eta} - \eta_s \quad (3)$$

$$\delta = \frac{\bar{\eta} - \eta_s}{\eta_s} \times 100\% \quad (4)$$

式中: $\Delta\eta$ — 示值误差, Pa s;

δ — 相对示值误差, %;

$\bar{\eta}$ — 3 次测量平均值, Pa s;

η_s — 剪切黏度标准参考值, Pa s。

7.4 剪切黏度示值重复性

仪器调至正常工作状态后, 在设定剪切速率条件下, 选择不同剪切黏度值的非牛顿流体黏度标准物质, 每种非牛顿流体黏度标准物质重复测量 6 次, 按照公式 (5) 和公式 (6) 计算剪切黏度示值重复性。

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (\eta_i - \bar{\eta})^2}{n-1}} \quad (5)$$

$$s_r = \frac{s}{\bar{\eta}} \times 100\% \quad (6)$$

式中： s — 测量结果标准偏差，Pa s；

η_i — 黏度单次测量值，Pa s；

$\bar{\eta}$ — 6次黏度测量平均值，Pa s；

n — 测量次数；

s_r — 测量重复性，%。

8 校准结果表达

校准结束后应出具校准证书。校准证书应准确、客观地报告校准结果，校准结果以校准数据的形式给出。校准证书应包括委托方要求的、说明校准结果所必需的和所用方法要求的全部信息。

9 复校时间间隔

复校时间间隔由旋转流变仪的使用状况、使用者、仪器本身质量等诸因素决定，送校单位可根据仪器实际使用情况自主决定复校时间间隔。建议复校时间间隔为1年。

附录 A

校准原始记录格式

旋转流变仪校准记录（内页）

记录编号：

共 页 第 页

送校单位		单位地址		
仪器名称		仪器型号		
仪器编号		生产厂家		
校准依据		送校日期		
校准日期		环境温度/湿度		
校准用标准器具				
名称	型号/规格	不确定度	证书编号	有效期至

一. 温度校准

温度设定值 ℃	测量结果 ℃						平均值 ℃	温度设定 值误差 ℃	温度波 动误差 ℃
	①	②	③	④	⑤	⑥			

温度设定值误差, °C	
温度波动误差, °C	

二. 剪切黏度示值误差

夹具	剪切速率 设定值 s^{-1}	剪切黏度 标准参考值 $Pa\ s$	测量次数			测量 平均值 $Pa\ s$	相对示 值误差 %
			1	2	3		

三. 剪切黏度测量重复性

夹具	剪切速率 设定值 s^{-1}	剪切黏度标 准参考值 $Pa\ s$	测量结果 $Pa\ s$						平均值 $Pa\ s$	标准 偏差 $Pa\ s$	相对标 准偏差 %
			①	②	③	④	⑤	⑥			

--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--

校准人： _____ 审核人： _____

附录 B

校准证书内页格式

证书编号：

第 页 共 页

校准所依据的技术文件（代号、名称）： 						
校准环境条件 温度： 湿度： 其他：						
校准所使用的标准物质：						
名称	型号/规格	不确定度	证书编号	有效期至		
校准结果						
校准项目	校准结果					
温度设定值误差 ℃						
温度波动误差， ℃						
剪切黏度示值误差及重复性						
温度 ℃	测量 夹具	剪切速率 设定值 s^{-1}	剪切黏度 标准参考值 $Pa\ s$	示值误差 %	示值重复性 %	

校准员：

核验员：

注：

1. 未经书面授权，不得部分复制本证书；
2. 本证书的校准结果仅对所校计量器具有效；
3. 本证书未加盖校准专用章无效。

附录 C

剪切黏度测量结果示值误差不确定度评定示例

1 示值误差的测量结果不确定度评定

1.1 概述

仪器通电预热稳定后,在规定的测试条件下,将已知黏度的非牛顿流体黏度标准物质放入仪器进行测试,待示值稳定后读数。每种黏度标准物质重复测量 3 次,取算术平均值。

1.2 建立测量模型

$$\begin{aligned}\Delta\eta &= \bar{\eta} - \eta_s \\ \delta &= \frac{\bar{\eta} - \eta_s}{\eta_s} \times 100\% \end{aligned} \quad (\text{C.1})$$

式中:

$\Delta\eta$ — 示值误差, Pa s;

δ — 相对示值误差, %;

$\bar{\eta}$ — 3 次测量平均值, Pa s;

η_s — 剪切黏度标准参考值, Pa s。

公式(1)可写成:

$$\delta = \frac{\bar{\eta}}{\eta_s} - 1 \quad (\text{C.2})$$

所以示值误差的合成标准不确定度:

$$u_c^2(\delta) = \left(\frac{\partial\delta}{\partial\bar{\eta}}\right)^2 u^2(\bar{\eta}) + \left(\frac{\partial\delta}{\partial\eta_s}\right)^2 u^2(\eta_s) \quad (\text{C.3})$$

$$u_c(\delta) = \sqrt{\left(\frac{1}{\eta_s}\right)^2 u^2(\bar{\eta}) + \left(\frac{\bar{\eta}}{\eta_s^2}\right)^2 u^2(\eta_s)} \quad (\text{C.4})$$

1.3 不确定度评定

由式(C.4)可以看出,示值误差的相对不确定度主要包括以下不确定度来源:

- a) 测量重复性引入的标准不确定度分量 $u(\bar{\eta})$;
- b) 非牛顿流体黏度标准物质引入的标准不确定度分量 $u(\eta_s)$ 。

1.3.1 测量重复性引入的标准不确定度分量 $u(\bar{\eta})$

校准时重复测量 3 次, 按式(E.5)用极差法计算测量重复性引入的不确定度分量。

$$u(\bar{\eta}) = \frac{(\eta_{\max} - \eta_{\min})}{C} / \sqrt{3} \quad (\text{C.5})$$

式中:

C — 极差系数 ($C=1.69$)

η_{\max} — 3 次测量值中的最大值;

η_{\min} — 3 次测量值中的最小值;

1.3.2 非牛顿流体黏度标准物质引入的标准不确定度分量 $u(\eta_s)$

非牛顿流体黏度标准物质引入的标准不确定度可直接根据标准物质证书给出的不确定度来评定, 黏度标准物质标准黏度值为 η_0 , 相对扩展不确定度为 U_0

($k=2$), 由此引入的标准不确定度分量为: $u(\eta_s) = \frac{U_0}{2}$ 。

1.4 合成标准不确定度 $u_c(\delta)$

应用 $u(\bar{\eta})$ 、 $u(\eta_s)$ 计算示值误差的合成标准不确定度 $u_c(\delta)$:

$$u_c(\delta) = \sqrt{\left(\frac{1}{\eta_s}\right)^2 u^2(\bar{\eta}) + \left(\frac{\bar{\eta}}{\eta_s^2}\right)^2 u^2(\eta_s)}$$

1.5 扩展不确定度 U_r

$$U_r = k u_c(\delta) \quad (k=2)$$

1.6 不确定度评定实例

以标准值为 111.1 Pa s (25℃, 剪切速率 1s⁻¹) 非牛顿流体黏度标准物质为例, 在温度 25℃, 剪切速率 1s⁻¹ 条件下对仪器进行校准, 扩展不确定度 $U=5.3$ Pa s ($k=2$)。

1.6.1 重复性引入的标准不确定度分量 $u(\bar{\eta})$

重复测量 3 次, 示值分别为 105.5 Pa s、105.9 Pa s、112.5 Pa s, 按式(C.5)计算重复性引入的不确定度分量 $u(\bar{\eta})=2.39$ Pa s。

1.6.2 黏度标准物质引入的标准不确定度分量 $u(\eta_s)$

非牛顿流体黏度标准物质引入的标准不确定度可直接根据标准物质证书给出的不确定度来评定, 非牛顿流体黏度标准物质扩展不确定度为 U 为 5.3 Pa s ($k=2$), 由此引入的标准不确定度分量为: $u(\eta_s)=\frac{U_0}{2}=2.65$ Pa s。

1.6.3 合成标准不确定度 $u_c(\delta)$

根据公式(C.4)计算得到 $u_c(\delta)=3.2\%$

1.6.4 扩展不确定度 U_r

$$U_r=k u_c(\delta)=2 \times 3.2\% \approx 6.3\% \quad (k=2)$$