



河南省地方计量技术规范

JJF(豫) XXXX—202X

高温黏度计校准规范

Calibration Specification for
High Temperature Viscometers

2025-xx-xx 发布

2025-xx-xx 实施

河南省市场监督管理局发布

高温黏度计校准规范

Calibration Specification for

High Temperature Viscometers

JJF (豫) XXXX—XXXX

归口单位：

主要起草单位：河南心连心化肥检测有限公司

参加起草单位：河南省计量测试科学研究院

新乡县公共检验检测中心

内乡县产品质量检验检测中心

本规范委托主要起草单位负责解释

本规范主要起草人：

陈颖超（河南心连心化肥检测有限公司）

宋笑明（河南省计量测试科学研究院）

齐海社（河南心连心化肥检测有限公司）

朱命国（新乡县公共检验检测中心）

刘明星（内乡县产品质量检验检测中心）

参加起草人：

XXX（XXX）

XXX（XXX）

目录

引 言.....	(V)
1 范围.....	(1)
2 引用文件.....	(1)
3 术语和定义.....	(1)
3.1 高温黏度.....	(1)
3.1 高温黏度特性.....	(1)
4 概述.....	(1)
5 计量特性.....	(2)
5.1 升温速率.....	(2)
5.2 控温误差和稳定度.....	(2)
5.3 黏度示值误差和重复性.....	(2)
6 校准条件.....	(2)
6.1 环境条件.....	(2)
6.2 校准用标准设备.....	(3)
6.3 校准用标准黏度物质.....	(3)
7 校准项目和校准方法.....	(3)
7.1 校准项目.....	(3)
7.2 外观检查.....	(3)
7.3 校准方法.....	(3)
8 校准结果表达.....	(5)
9 复校时间间隔.....	(6)
附录 A 高温黏度计黏度校准结果不确定度评定(示例).....	(7)
附录 B 高温黏度计温度校准结果不确定度评定(示例).....	(9)
附录 C 高温黏度计校准记录参考格式.....	(11)
附录 D 高温黏度计校准证书内页校准结果参考格式.....	(13)

引 言

本规范按照 JJF1071-2010《国家计量校准规范编写规则》、JJF1059.1-2012《测量不确定度评定与表示》为基础性系列规范进行制定。

本规范为首次发布。

高温黏度计校准规范

1 范围

本规范适用于工作温度范围不高于 1500℃、黏度测量范围为 (15~1800) Pa·s 的旋转式高温黏度计计量性能的校准, 其他范围的类似仪器也可参照本规范进行校准。

2 引用文件

本规范引用了下列文件:

GB/T 31424 煤灰黏度测定方法

GB/T 42653 玻璃高温黏度试验方法

JJF1376 箱式电阻炉校准规范

以上文件最新版本 (包括所有的修改单) 适用于本规范。

3 术语和计量单位

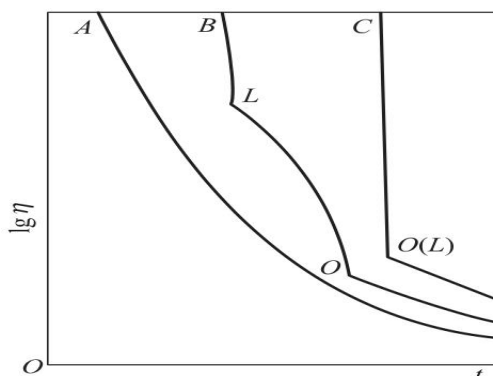
下列术语和计量单位适用于本规范。

3.1 高温黏度 high-temperature viscosity

煤灰、玻璃、陶瓷等在高温熔融状态下流动特性的量值, 单位为 Pa·s。

3.2 高温黏度特性 the viscosity of coal ash in high-temperature

高温黏度特性是煤灰、玻璃、陶瓷等在一定高温条件下呈熔融状态时的高温流动特性。反映了煤灰、玻璃、陶瓷熔体在降温过程中黏度与温度之间的关系。

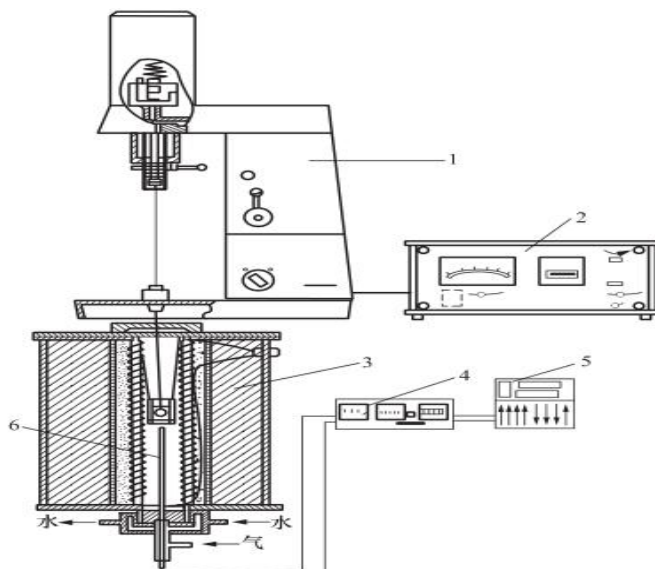


A-玻璃体渣; B-塑性渣; C-结晶渣; O-临界温度点; L-准凝固温度点

图 1 煤灰、玻璃、陶瓷黏度特性的类型

4 概述

旋转式高温黏度计由高温炉、旋转测量系统、温度控制系统和数据采集系统组成, 用于测定高温下的黏度特性。



1-测量头；2-黏度显示；3-高温炉；4、5-温度自动控制信号仪；6-钨、铼热电偶（或铂铑30-铂铑）

图2 旋转式高温黏度计

5 计量特性

5.1 升温速率

室温至 900℃，升温速率为 5℃/min~10℃/min；

900℃至 1500℃，升温速率为 3℃/min~5℃/min。

5.2 控温误差和稳定度

温度示值的最大允许误差和稳定度要求见表 1。

5.3 黏度示值误差和重复性

黏度示值的最大允许误差和重复性要求见表 1。

表 1：仪器校准结果技术指标

项目	技术指标	
温度℃	控温误差	稳定度
	±5	±10
黏度 (%)	示值误差	重复性
	±5	±3

6 校准条件

6.1 环境条件

6.1.1 环境温度：(15~35)℃。

6.1.2 相对湿度： $\leq 80\%$ 。

6.1.3 供电电源：AC (220 \pm 10) V, (50 \pm 0.5) Hz, 无强振动及电磁干扰。

6.2 校准用标准设备

表 2：校准用标准设备

序号	名称	测量范围	技术要求	备注
1	炉温测定装置	(0~1500) °C	分辨力：不低于 0.1°C； 温度传感器宜选用 S 型或 B 型热电偶，不低于二等	可用满足技术要求的其他测量设备
2	电子秒表	(0~3600) s	分辨力：0.1s	/
3	电子天平	(0~120) g	①级	/

6.3 校准用标准黏度物质

6.3.1 应使用国家有证标准物质，扩展不确定度 $U_{rel}=0.03\%$, $k=2$ 。

7 校准项目和校准方法

7.1 校准项目

控温误差、稳定度、升温速率、黏度示值误差和重复性。

7.2 外观检查

用目测的方法进行检查。高温黏度计的外观结构应完好，附件、备件齐全；铭牌上应有产品名称、规格型号、出厂编号、制造厂、电源电压、温度范围、黏度测试范围、黏度测试准确度、升温速度、热电偶型号；数字式温控器能正常调节温度，控温系统工作正常。

7.3 校准方法

7.3.1 温度校准

控温误差、稳定度、升温速率可同时进行校准。

7.3.1.1 控温误差和稳定度

将炉温测定装置的测量端放入到炉膛中，使其与被校仪器控温热电偶的测量端处在同一截面，依次将被校仪器的炉温设定为 1000°C、1200°C、1500°C，当炉温达到设定值并稳定后，在 30min 内，每隔 3min 分别记录一次炉温测定装置的示值和被校仪器的显示温度，连续记录 10 次，按公式(1)计算控温误差，按公式(2)、公式(3)计算稳定度。

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

式中： Δt —控温误差， $^{\circ}\text{C}$ ；

\bar{t} —被校仪器显示温度的算术平均值， $^{\circ}\text{C}$ ；

\bar{t} —炉温测定装置温度读数的算术平均值， $^{\circ}\text{C}$ 。

$$\delta_{+} = t_{max} - \bar{t} \quad (2)$$

$$\delta_{-} = t_{min} - \bar{t} \quad (3)$$

式中： δ_{+} 、 δ_{-} —稳定度， $^{\circ}\text{C}$ ；

t_{max} —炉温测定装置温度读数的最大值， $^{\circ}\text{C}$ ；

t_{min} —炉温测定装置温度读数的最小值， $^{\circ}\text{C}$ 。

7.3.1.2 升温速率

将炉温测定装置的测量端放入到炉膛中，使其与被校仪器控温热电偶的测量端处在同一截面，从室温开始升温至 1500°C ，每隔 10min 记录一次炉温测定装置的示值。（当炉温达到 900°C 时，记录一次温度值及相应的时间间隔，之后再按照 10min 的间隔继续记录。）按照公式（4）计算升温速率。

$$\delta_i = \frac{\Delta T_i}{10} \quad (4)$$

式中： δ_i —升温速率， $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ；

ΔT_i —相应时间间隔的温度变化， $^{\circ}\text{C}$ 。

分别计算室温至 900°C 、 900°C 至 1500°C 各升温速率的平均值，作为各温度段的升温速率。

7.3.2 黏度示值误差和重复性

7.3.2.1 黏度示值误差

a) 将标准黏度物质破碎成约 $10\text{mm} \times 10\text{mm} \times 10\text{mm}$ 的块状，称取 $50\text{g} \sim 70\text{g}$ ，待用。

b) 高温黏度特性的校准是控制温度由高到低，读取黏度值由低到高的过程，依次选取校准温度点 1400°C 、 1200°C 、 1000°C ，根据客户的需求可增加校准点。

c) 炉温升至 1400°C ，将黏度标准物质逐块投入炉中坩埚内熔融，投入量液位高度确认以标准液液面与转子上标志线持平为准。待炉温升至标准物质黏度时，启动电动机，恒温 3min ，在同一转速下重复两次读数 η_1 ， η_2 ，取其算术平均值作为测量结果，按照公式（5）计算黏度示值误差。

$$\Delta\eta = (\eta_{\text{平均}} - \eta_{\text{标准}}) / \eta_{\text{标准}} \quad (5)$$

式中： $\Delta\eta$ ——黏度示值误差，%；

$\eta_{\text{平均}}$ ——两次读数 η_1 ， η_2 的算术平均值，Pa·s；

$\eta_{\text{标准}}$ ——标准物质标准值，Pa·s。

d) 将炉温依次降至 1200℃、1000℃，按照 7.3.2.1 c) 方法测量相应的黏度值。

7.3.2.2 重复性

a) 用一种标准黏度物质，在同一转速下按照 7.3.2.1 条款的方法进行重复测量，得两次黏度示值测量结果 η_{11} ， η_{22} ，按照公式 (6) 计算重复性。

$$s_r = (\eta_{11} - \eta_{22}) / \eta'_{\text{平均}} \quad (6)$$

式中： s_r ——重复性，%；

η_{11} ， η_{22} ——两次黏度示值测量结果，Pa·s；

$\eta'_{\text{平均}}$ ——两次黏度示值测量结果的平均值，Pa·s。

7.3.2.3 黏度示值误差和重复性应符合 5.3 技术指标的规定。

8 校准结果

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：

- 8.1 标题：“校准证书”；
- 8.2 实验室名称和地址；
- 8.3 进行校准的地点（如果与实验室的地址不同）；
- 8.4 证书的唯一性标识(如编号)，每页及总页数的标识；
- 8.5 客户的名称和地址；
- 8.6 被校对象的描述和明确标识；
- 8.7 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；
- 8.8 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；
- 8.9 校准所依据的技术规范的标识，包括名称及代号；
- 8.10 本次校准所用测量标准的溯源性及有效性说明；
- 8.11 校准环境的描述；
- 8.12 校准结果及其测量不确定度的说明；

- 8.13 对校准规范的偏离的说明；
- 8.14 校准证书签发人的签名、职务或等效标识；
- 8.15 校准结果仅对被校对象有效的声明；
- 8.16 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

建议复校时间间隔为1年，由于复校时间间隔的长短是由仪器的使用情况、使用者、仪器本身质量等诸因素所决定的，因此，送校单位可根据实际使用情况自主决定复校时间间隔。

附录 A

高温黏度计黏度校准结果不确定度评定(示例)

A.1 概述

A1.1 技术依据: JJF (豫) -20XX 《高温黏度计校准规范》。

A1.2 环境条件: $(20 \pm 5)^\circ\text{C}$ 。

A1.3 校准用主要标准器及标准物质: 炉温测定装置, 温度指示分辨力为 0.1°C ; 标准黏度物质 GBW13619 ($U_{\text{rel}}=0.03\%$, $k=2$)。

A1.4 被校对象: RHEOTRONIC 型高温黏度计。

A.2 测量模型

$$\Delta\eta = (\eta_{\text{平均}} - \eta_{\text{标准}}) / \eta_{\text{标准}} \quad (\text{A.1})$$

式中: $\Delta\eta$ ——黏度示值误差, %;

$\eta_{\text{平均}}$ ——两次读数 η_1 , η_2 的算术平均值, $\text{Pa} \cdot \text{s}$;

$\eta_{\text{标准}}$ ——标准物质标准值, $\text{Pa} \cdot \text{s}$ 。

A.3 灵敏度系数

$$c_1 = \frac{\partial \Delta\eta}{\partial \eta_{\text{平均}}} = 1 \quad c_2 = \frac{\partial \Delta\eta}{\partial \eta_{\text{标准}}} = -1$$

A.4 不确定度来源

A4.1 标准黏度物质定值的标准不确定度 (证书给出) 记作 $u_{\text{rel}}(w)$

A4.2 炉温测定装置修正值 0.1°C 引起标准黏度物质黏度变化记作 $u_{\text{rel}}(t)$

A4.3 重复性引入的测量不确定度记作 $u_{\text{rel}}(s)$

A.5 标准不确定度分量评定

A5.1 标准黏度物质定值不确定度引入的分量

由标准物质证书可知: GBW13619 的相对扩展不确定度为 0.03% , $k=2$, 相对标准不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(w) = \frac{0.03\%}{2} = 0.015\%$$

A5.2 炉温测定装置修正值不确定度引入的分量

由经验可得, 0.1°C 引起的黏度变化 0.1% , 按均匀分部考虑, $k = \sqrt{3}$, 该分量

的相对标准不确定度为 $u_{\text{rel}}(t) = \frac{0.1\%}{\sqrt{3}} = 0.06\%$ 。

A5.3 重复测量引入的不确定度

炉温升至 1200℃时，进行连续 3 次测量，得黏度示值误差测量结果见表 A.1。

表 A.1 测量值

单位： %

次数	1	2	3
实测值	2.1	1.6	1.4

用极差法：

$$s(\Delta\eta) = (\eta_{\text{max}} - \eta_{\text{min}}) / C_n = (2.1\% - 1.4\%) / 1.69 = 0.41\%$$

$$u_{\text{rel}}(s) = \frac{s(\Delta\eta)}{\sqrt{2}} \frac{0.41\%}{1.414} = 0.29\%$$

A.6 标准不确定度汇总表

标准不确定度汇总见表 A.2。

表 A.2 标准不确定度汇总表

标准不确定度分量	不确定度来源	标准不确定度分量值 (%)	灵敏度系数
$u_{\text{rel}}(w)$	标准黏度物质定值引入的不确定度	0.015	-1
$u_{\text{rel}}(t)$	炉温测定装置修正值引入的不确定度	0.06	-1
$u_{\text{rel}}(s)$	重复测量引入的测量不确定度	0.29	1

A.7 合成不确定度的评定

$$u_{\text{rel}}(c) = \sqrt{u_{\text{rel}}^2(w) + u_{\text{rel}}^2(t) + u_{\text{rel}}^2(s)} = 0.30\%$$

A.8 相对扩展不确定度

取 $k=2$ ，相对扩展不确定度

$$U_{\text{rel}} = 2 \times u_{\text{rel}}(c) = 2 \times 0.30\% = 0.6\%$$

附录 B

高温黏度计温度校准结果不确定度评定(示例)

B.1 概述

B1.1 技术依据: JJF (豫) -20XX 《高温黏度计校准规范》。

B1.2 环境条件: $(20 \pm 5)^\circ\text{C}$ 。

B1.3 校准用主要标准器: 炉温测定装置。

B1.4 被校对象: RHEOTRONIC 型高温黏度计。

B.2 数学模型

$$\Delta t = \bar{t} - \bar{t} \quad (\text{B.1})$$

式中: Δt —控温误差, $^\circ\text{C}$;

\bar{t} —被校仪器显示温度的算数平均值, $^\circ\text{C}$;

\bar{t} —炉温测定装置温度读数的算数平均值, $^\circ\text{C}$ 。

B.3 合成方差和灵敏度系数

$$u_c^2 = [c_1 u(\bar{t})]^2 + [c_2 u(\bar{t})]^2$$

在式中 \bar{t} 、 t 互为独立, 因而得:

$$c_1 = \frac{\partial \Delta t}{\partial \bar{t}} = 1 \quad c_2 = \frac{\partial \Delta t}{\partial \bar{t}} = -1$$

故: $u_c^2 = u^2(\bar{t}) + u^2(\bar{t})$

B.4 不确定度来源及分析

B4.1 输入量 \bar{t} 引入的不确定度 $u(\bar{t})$

在设定温度为 1500°C 时, 用炉温测定装置读取温度值, 共计 10 次, 测量值见表

B.1, 服从正态分布。

表 B.1 测量值

单位: $^\circ\text{C}$

次数	1	2	3	4	5
实测值	1501.1	1501.2	1502.5	1501.3	1501.3
次数	6	7	8	9	10

实测值	1501.4	1502.6	1501.2	1501.5	1502.5
-----	--------	--------	--------	--------	--------

$$\bar{t}_i=1401.7^{\circ}\text{C}$$

$$s(t) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (t_i - \bar{t})^2}{(n-1)}} = 0.61^{\circ}\text{C}$$

平均值的标准不确定度:

$$u(\bar{t}) = s/\sqrt{10} = 0.19^{\circ}\text{C}$$

B4.2 温度校准装置修正值引入的不确定度 $u(\bar{t})$

从校准证书中可知, 温度校准装置的扩展不确定度 0.9°C ($k=2$), 标准不确定度为:

$$u(\bar{t}) = 0.45^{\circ}\text{C}$$

B.5 标准不确定度汇总表

标准不确定度汇总见表 B.2。

表 B.2 标准不确定度汇总表

标准不确定度分量	不确定度来源	标准不确定度分量值 ($^{\circ}\text{C}$)	灵敏度系数
$u(\bar{t})$	输入量 \bar{t} 引入的不确定度	0.19	1
$u(\bar{t})$	温度校准装置修正值引入的不确定度	0.45	-1

B.6 合成标准不确定度

$$u_c = \sqrt{u^2(\bar{t}) + u^2(\bar{t})} = 0.49^{\circ}\text{C}$$

B.7 扩展不确定度

测量结果的扩展不确定度取 $k=2$, 则

$$U = k u_c = 2 \times 0.40^{\circ}\text{C} = 1.0^{\circ}\text{C}$$

附录 C

高温黏度计校准记录参考格式

表 C.1 高温黏度计校准记录

委托单位		委托地址					
仪器名称		型号规格					
生产厂家		仪器编号					
校准依据				温度	℃	湿度	%RH
校准员		核验员		校准日期			

校准使用的主要标准器

名称	测量范围	不确定度/准确度等级/最大允许误差	溯源机构/证书编号	有效期至

校准结果

1、外观检查：

2、控温误差和稳定度 (°C)

设定炉温						
次数	显示温度	实测温度	显示温度	实测温度	显示温度	实测温度
1						
2						
3						
4						
5						

6						
7						
8						
9						
10						
平均值						
控温误差						
稳定度	δ_+	δ_-	δ_+	δ_-	δ_+	δ_-

3、升温速率：

时间(min)							
温度(°C)							
升温速率							
时间(min)							
温度(°C)							
升温速率							
时间(min)							
温度(°C)							
升温速率							
升温速率(室温至900°C) (°C/min)					升温速率(900°C至 1500°C)(°C/min)		

4、黏度示值误差及重复性

转子号	转速 rpm	液温 °C	标准值 Pa. s	测量值 Pa. s		平均值 Pa. s	误差 %	允差 %
				测量 1	测量 2			
重复性/%					允差/%			

5、扩展不确定度

黏度示值误差扩展不确定度 U_{rel} ($k=2$);

温度偏差的扩展不确定度 U ($k=2$)。

附录 D

高温黏度计校准证书内页校准结果参考格式

表 D.1 高温黏度计校准结果

1、外观检查：

2、控温误差和稳定度 (°C)

设定炉温						
次数	显示温度	实测温度	显示温度	实测温度	显示温度	实测温度
1						
2						
3						
4						
5						
6						
7						
8						
9						
10						
平均值						
控温误差						
稳定度	δ_+	δ_-	δ_+	δ_-	δ_+	δ_-

3、升温速率

温度	升温速率	温度	升温速率
室温至 900°C (°C/min)		900°C至 1500°C (°C /min)	

4、黏度示值误差及重复性

转子号	转速	液温	标准值	测量值 Pa. s	平均值	误差	允差

	rpm	℃	Pa. s	测量 1	测量 2	Pa. s	%	%
重复性/%					允差/%			

5、扩展不确定度

黏度示值误差扩展不确定度 U_{rel} ($k=2$);

温度偏差的扩展不确定度 U ($k=2$)