

**中华人民共和国工业和信息化部**

**建材计量技术规范**

**JJF（建材）xxxx-xxxx**

建材用负荷变形温度/维卡软化温度测定仪校准规范

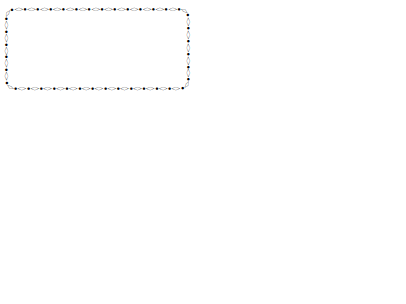
**Calibration Specification for**

**Tester for Heat Deflection /VicatSofting Temperature**

（征求意见稿）

**xxxx―xx―xx发布 xxxx―xx―xx实施**

**中华人民共和国工业和信息化部发布**

**负荷变形温度/维卡软化温度测定仪校准规范**

JJF（建材）**××××——××××**

**Calibration Specification for**

**Tester forHeat Deflection /VicatSoftingTemperature**

**归 口 单 位：**中国建筑材料联合会

**主要起草单位：**

**参加起草单位：**

本规范委托全国建材计量技术委员会负责解释

**本规范主要起草人：**

XXX （XXX）

XXX （XXX）

**参加起草人：**

XXX （XXX）

XXX （XXX）

XXX （XXX）

**目 录**

引言.......................................................(Ⅱ)

1范围 (1)

2引用文件 (1)

3术语 (1)

4 概述 (1)

5 计量特性 (1)

6校准条件 (3)

6.1环境条件 (2)

6.2校准用设备 (3)

7校准项目和校准方法 (4)

7.1校准项目 (4)

7.2校准方法 (4)

8 校准结果表达 (5)

9 复校时间间隔 (6)

附录A 位移示值误差的测量不确定度评定 (7)

附录B 砝码质量的测量不确定度评定 (10)

附录C 温度示值误差的测量不确定度评定 (13)

附录D 校准证书内容及内页格式 (16)

引 言

JJF（建材）**××××**-**××××**《建材用负荷变形温度/维卡软化温度测定仪校准规范》是针对负荷变形温度/维卡软化温度测定仪校准而制定的计量技术法规。负荷变形温度/维卡软化温度测定仪是用于测定塑料和硬橡胶及其制品在液浴内进行负荷变形温度或维卡软化温度测试的仪器。

JJF（建材）**××××**-**××××**《建材用负荷变形温度/维卡软化温度测定仪校准规范》的编写是以JJF1071-2010《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》、JB/T12723-2016《热变形/维卡软化温度测定仪 技术规范》、GB/T8802-2001《热塑性塑料管材、管件维卡软化温度的测定》、GB/T1633-2000《热塑性塑料维卡软化温度(VST)的测定》、GB/T1634.1—2004《塑料负荷变形温度的测定第1部分:通用试验方法》为基础和依据，新制定的建材行业计量技术规范。

本规范为首次发布。

建材用负荷变形温度/维卡软化温度测定仪校准规范

1范围

本规范适用于温度控制范围不大于300℃的负荷变形温度/维卡软化温度测定仪的校准。

注：负荷变形温度也称为热变形温度。适用于热变形温度/维卡软化温度测定仪的校准。

2引用文件

本规范引用了下列文件：

JB/T 12723-2016 热变形/维卡软化温度测定仪 技术规范

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负荷变形温度tmperature of deflection under load

[GB/T 1634.1]

随着试验温度的增加，试样挠度达到标准挠度值时的温度。

注：以摄氏度（℃）为单位。

3.2软化温度softingtemperature

[ISO 306]

在规定的试验条件下材料达到规定的变形量时所测的温度。

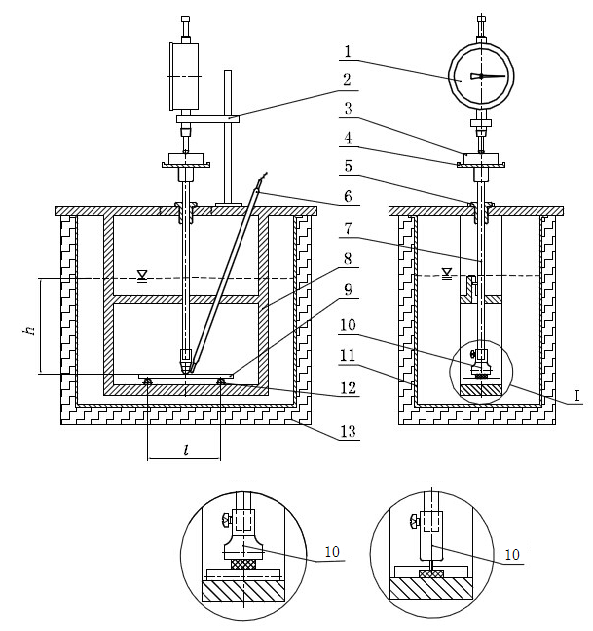
4 概述

负荷变形温度/维卡软化温度测定仪是用于塑料和硬橡胶及其制品在液浴（或气浴）内进行负荷变形温度或维卡软化温度测定的仪器（以下简称测定仪）。

测定仪主机主要由试验架、砝码、加热系统、测控系统四部分组成。其中试验架应包括负载杆、位移测量装置、压针或压头、砝码托盘、试样支架五部分。测定仪结构一般如图1所示。

5 计量特性

负荷变形温度/维卡软化温度测定仪的计量特性包括：试验架的膨胀变形量、基础负荷、压头/压针尺寸、温度示值误差、升温速率、位移分辨力及示值误差、砝码质量最大允许误差，各项技术指标见表1。



说明：

1—位移测量装置 8—试验架

2—位移测量装置支架 9—试样

3—砝码 10—压针（或压头）

4—砝码托盘 11—液浴槽

5—导向装置 12—负荷变形温度试样支座

6—温度测量装置 13—保温层

7—负载杆

图1 负荷变形温度/维卡软化温度测定仪

表1 负荷变形温度/维卡软化点温度测定仪主要技术指标

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 序号 | 技术指标 | 要求 |
| 1 | 试验架膨胀变形量 | 负荷变形试验：150℃以下3N负荷，变形量≤0.01mm；  维卡软化温度试验：150℃以下50N负荷，变形量≤0.02mm；  超过上述变形量要求的，仪器要能够在空白试验过程中自动记录和记忆膨胀变形量，并代入最后试验结果。 |
| 2 | 基础负荷（负载杆、砝码托盘、压针或压头、位移测量装置的组合力） | ≤0.676N,数值应在说明书或软件中标明； |
| 3 | 压头/压针尺寸 | 压头圆柱面曲率半径为3.0mm±0.2mm；  压针直径为1.128mm±0.008mm，长度3mm+0.2mm |
| 4 | 温度示值最大允许误差 | ±0.5℃ |
| 5 | 试验架间温度偏差 | ≤1℃ |
| 6 | 升温速率 | (5±0.5)℃/6min；(12±0.5)℃/6min |
| 7 | 位移测量装置分辨力及示值最大允许误差 | 分辨力≤0.001mm；  示值最大允许误差±0.005mm |
| 8 | 砝码质量最大允许误差 | ±2% |
| 9 | 系统采样周期 | ≤3s |
| 注：校准工作不判断合格与否，上述计量特性要求仅供参考。 | | |

6 校准条件

6.1环境条件

6.1.1环境温度(15～25)℃, 相对湿度不大于80%。

6.1.2校准前测定仪及所用量块平衡温度的时间不少于1h。

6.1.3校准前测定仪与数字温度计均应通电预热15min以上。

6.2校准用设备

校准用设备见表2。

表2 校准项目和校准用设备

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 序号 | 校准项目 | 设备名称及计量特性 |
| 1 | 试验架膨胀变形量 | 千分表MPE：±0.005mm |
| 2 | 基础负荷及砝码质量 | 电子天平:e=0.001g,级，最大秤量100g；  电子天平：e=0.1g，级，最大秤量1000g |
| 3 | 压头/压针尺寸 | 半径规MPE：±0.020mm、万能工具显微镜或相同精度的测量仪；  外径千分尺MPE:±4μm |
| 4 | 温度示值误差 | 温场测试仪或多支数字温度测量仪MPE：±0.05%FS，分辨力0.01℃，测量范围0℃～300℃；  电子秒表MPE:±0.5s/d，分辨力0.01s |
| 5 | 试验架间温度偏差 |
| 6 | 升温速率 |
| 7 | 系统采样周期 |
| 8 | 位移示值误差 | 三级量块（或其他标准器MPE：±1.5μm） |

7 校准项目和校准方法

首先检查外观和各部分的相互作用，确定没有影响校准计量性能的因素后再进行校准。

7.1校准项目

校准项目见表2。

7.2校准方法

7.2.1试验架膨胀变形量

试验架膨胀量的检测，负载杆上端固定好砝码托盘，下端固定好压头，将一根80mm×10mm×4mm的殷瓦钢试样平放于试样支座上，压头或压针垂直压于试样上表面，将试验架浸入浴槽内。将相应的砝码放置到砝码托盘上，负荷变形温度测量组总试验力为3N±0.06N，维卡软化温度测量组总试验力为50N±1N，再将位移测量装置垂直压于砝码托盘上或砝码上。启动控温系统，在150℃和最高使用温度范围内读取位移测量装置的读数，结果符合表1中的要求。

7.2.2基础负荷

用电子天平称量负载杆、砝码托盘、压针（压头）、位移测量装置（施力部分）的总质量，共测量三次，取平均值作为总质量的结果。再根据式（1）计算基础负荷：

*F* =*M·*g (1)

*F* —基础负荷，N；

*M*—负载杆、砝码托盘、压针（压头）、位移测量装置（施力部分）的总质量，kg；

g —当地重力加速度,m/s2。

7.2.3 压头/压针尺寸

压针直径用千分尺测量，应在相互垂直的两个位置上进行，每个位置各测一次，取两次平均值作为结果。压头的曲率半径用半径规或万能工具显微镜等工具测量。

7.2.4温度示值误差及试验架间温度偏差

校准开始前，液浴温度应低于27℃，根据测定仪实际使用范围和所使用介质的闪点，设定合理的温度上限值，再将校准用数字温度测量仪的传感器置于各试验架试样上表面中心不超过2mm的位置。设定恒温温度为常用试验温度值，开始升温，待恒温5min后，记录测定仪显示温度和校准用数字测温仪的显示温度，计算温度示值误差。对于只有一个温度传感器的测定仪，取离测定仪温度传感器位置最近的试验架数据作为温度示值误差结果，其他试验架样品中心数字温度计的读数与该试验架样品中心数字温度计的读数温度之差应在1℃范围内。根据仪器的实际使用情况，可再设定一点温度进行校准。结果应符合表1中的要求。

校准方法也可按照JB/T 12723-2016中4.5的方法进行校准。

7.2.5升温速率

校准开始前，液浴温度一般选择低于27℃，把测定仪的升温速率设定为50℃/h，根据测定仪实际使用范围和所使用介质的闪点，设定合理的温度上限，再将数字温度计传感器置于各试验架试样上表面中心不超过2mm的位置。升温的同时用秒表开始计时，在升温过程中，每6min记录校准用测温仪的读数，并计算升温速率，结果应满足表1中的要求。

待液浴温度冷却至27℃以下时，设定升温速率为120℃/h，按照上述步骤记录测温仪读数，并计算升温速率，结果应满足表1的要求。

7.2.6位移示值误差

目视检查测量装置的分辨力，应不低于0.001mm；选择合适尺寸的量块配以三珠工作台或平面工作台，应在测定仪全量程内大致均匀选取不少于五个点进行校准，每个点测量三次，取平均值作为该点结果。也可按照JB/T 12723-2016中4.3.5的方法进行校准。

7.2.7砝码质量

用电子天平称量砝码。当砝码质量大于100g时,可选择*e*=0.01g的天平进行称量；当砝码质量为100g及以下时，应选择*e*=0.001g的天平进行称量，每个砝码称量三次，取平均值作为结果。

7.2.8 系统采样周期

120℃/h的升温速率测量过程中，用秒表记录温度显示值更新所用的时间，即为系统采样周期。

**8校准结果表达**

校准后的测定仪，出具校准证书。校准证书应给出校准结果及测量不确定度。

**9复校时间间隔**

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情况自主决定复校时间间隔，一般建议为1年。

附录A

**负荷变形温度/维卡软化温度测定仪位移示值误差的测量不确定度评定**

**A.1 概述**

A.1.1计量标准：三级量块

A.1.2被测对象：分度值为0.001mm、测量范围为（0～5）mm的测定仪的位移测量装置

A.1.3 测量方法：选择0.5mm、1mm、5mm的量块，使位移测量装置的压针与标准量块充分接触，读取该校准点测定仪的位移示值，测定仪位移的示值和量块标称尺寸之差即为该测量点的示值误差。

**A.2测量模型**

 （A.1）

式（A.1）中：—负荷变形温度/维卡软化温度测定仪的示值误差(mm)；

—负荷变形温度/维卡软化温度测定仪的示值（mm）；

0—标准量块标称值（mm）。

**A.3方差和灵敏系数**

依据 

有 

式中 ,

故 

**A.4标准不确定度评定**

A.4.1示值重复性引入的标准不确定度分量

用标准量块对负荷变形温度/维卡软化温度测定仪5mm点重复测量10次，结果如下：

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 次 数 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 平均值 |
| 结果（mm） | 5.001 | 5.001 | 5.002 | 5.001 | 5.000 | 5.001 | 5.001 | 5.002 | 5.002 | 5.001 | 5.0012 |

mm

测量三次取平均值，则重复性引入的标准不确定度分量为：

mm

A.4.2 测定仪分辨力误差引入的标准不确定度分量

测定仪的分辨力为0.001mm，则有：

mm

A.4.3标准量块引入的标准不确定度分量

按照JJG146-2011《量块检定规程》，三级量块长度为10mm以内的长度极限偏差允许值为±1µm，则其标准不确定度为：

==0.58µm=0.00058mm

测定仪在等温条件下进行校准，而且测定仪一般最大全量程只有5mm，经分析：由测定仪位移测量装置和标准量块的线膨胀系数差以及两者的温度差对测定仪位移示值误差的影响量很小，可忽略不计。

**A.5合成标准不确定度**

**A.5.1标准不确定度分量汇总见表A.1**

表A.1标准不确定度分量汇总表

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 标准不确定度分量 | 不确定度来源 | 标准不确定度值 |  |  |
|  | 示值重复性 | 0.00036mm | +1 | 0.00036mm |
|  | 分辨力 | 0.00029mm | +1 | 0.00029mm |
|  | 标准量块示值误差 | 0.00058mm | -1 | 0.00058mm |

**A.5.2合成标准不确定度****的计算**

由公式得：

mm

**A.5.3扩展不确定度*U***

按正态分布，取*k*=2，则扩展不确定度***U***为：

***U=***=2×0.00074 mm=1.48μm

附录B

**负荷变形温度/维卡软化温度测定仪砝码质量的测量不确定度评定**

**B.1 概述**

B.1.1 计量标准：电子天平，级、级、M2等级标准砝码

B.1.2 被测对象：测定仪砝码

B.1.3 测量方法：依据JJG99-2006《砝码》检定规程中的替代称量法，得到被测砝码与标准砝码的质量差值以确定被测砝码的质量值。

**B.2 测量模型**

**（B.1）

式中： —被测砝码的质量（g）；

—标准砝码的质量(g)；

D —被测砝码与标准砝码读数的差值（g）。

**B.3 方差和灵敏系数**

依据 

有 

式中 

故

**B.4 标准不确定度评定**

B.4.1 电子天平示值重复性引入的标准不确定度分量

用电子天平对加载砝码重复测量3次，则示值重复性为0.5*e*,引入的标准不确定度分量为：

当电子天平分辨力为0.001g时，

==0.0028g

当电子天平分辨力为0.1g时，

==0.28g

B.4.2 电子天平分辨力引入的标准不确定度分量

电子天平分辨力为0.001g时，则在半宽为0.0005g区间内为均匀分布，则有：

g

电子天平分辨力为0.1g时，则在半宽为0.05g区间内为均匀分布，则有：

g

B.4.3 电子天平示值误差引入的标准不确定度分量

电子天平在500e以内时，其示值误差为±0.5e,其引入的标准不确定度分量为：

当电子天平分辨力为0.001g时，

==0.0025g

当电子天平分辨力为0.1g时，

==0.25g

B.4.4 标准砝码引入的不确定度

以1g、500g、1000g砝码的不确定度分析为例。标称值为1g、500g、1000g的M2等级标准砝码的最大允许误差分别为±3mg、±80mg、±160mg。根据JJG 99-2006中的规定，单个砝码的质量扩展不确定度（k=2）应不大于最大允许误差绝对值的三分之一，因此由M2级标准砝码引入的不确定为：

1g：g

500g：g

1000g：g

**B.5 合成标准不确定度**

**B.5.1 标准不确定度分量汇总见表B.1**

表B.1 主要标准不确定度分量汇总表

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 标准不确定度分量 | | 不确定度来源 | 标准不确定度值 |  |  |
|  |  | 电子天平示值重复性 | 0.0028g（分辨力为0.001g） | +1 | 0.0028g |
| 0.28g（分辨力为0.1g） | 0.28g |
|  | 电子天平分辨力 | 0.0003g（分辨力为0.001g） | +1 | 0.0003g |
| 0.03g（分辨力为0.1g） | 0.03g |
|  | 电子天平示值误差 | 0.0025（分辨力为0.001g） | +1 | 0.0025g |
| 0.25（分辨力为0.1g） | 0.25g |
|  | M2级标准砝码 | 0.0005g（分辨力为0.001g） | +1 | 0.0005g |
| 0.0267g（分辨力为0.1g） | +1 | 0.0267g |

**B.5.2 合成标准不确定度的计算**

1g砝码，电子天平分辨力为0.001g时，

g

1000g砝码，电子天平分辨力为0.1g时，

g

**B.5.3 扩展不确定度*U***

按正态分布，取*k*=2，则扩展不确定度***U***为:

1g砝码，电子天平分辨力为0.001g时，g

1000g砝码，电子天平分辨力为0.1g时，g

附录C

**温度示值误差的测量不确定度评定**

**C.1 概述**

C.1.1测量标准：标准铂电阻温度计及显示仪表（MPE：±0.05%FS，分辨力：0.01℃）。对于多工位温度测量的负荷变形温度、维卡软化点温度测定仪，需要准备至少3套标准铂电阻温度计和显示仪表。

C.1.2被测对象：温度范围(室温~300℃)的负荷变形温度、维卡软化点温度测定仪。

以校准点为150℃时测定仪温度示值误差测量结果的不确定度为例进行评定。

C.1.3测量方法:将数字温度计插入测定仪试验架样品中心2mm处，设置测定仪恒温温度为150℃，开始升温，当测定仪的显示温度到达150℃并恒定5min后，立即读取数字温度计的显示值，测定仪的温度示值与数字温度计的显示值之差即为该点的示值误差。

**C.2 测量模型**

 （C.1）

式（C.1）中:—测定仪温度示值误差，℃；

—测定仪温度示值，℃；

—数字温度计的显示值，℃。

**C.3 方差和灵敏系数**

式（C.1）中、互为独立，因而得





故 

**C.4 标准不确定度评定**

C.4.1的标准不确定度的评定

4.1.1测定仪示值重复性引入的标准不确定度

用A类标准不确定度评定，当测定仪的显示温度到达150℃，重复测量10次，测量显示值如下表：

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 次数 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 |
| 显示值/℃ | 150.1 | 150.2 | 150.1 | 150.2 | 150.2 | 150.2 | 150.1 | 150.1 | 150.1 | 150.1 |

得到标准差s=0.052℃，则

=0.052℃

4.1.2测定仪温度显示的分辨力引入的不确定度

负荷变形温度/维卡软化温度测定仪的分辨力（0.1℃）引入的不确定度：



取其半宽区间，按均匀分布计算：

℃

C.4.2 的标准不确定度的评定

4.2.1数字温度计的分辨力引入的不确定分量

数字温度计的分辨力为0.01℃，取其半宽区间，按均匀分布计算：

℃

4.2.2数字温度计的最大允许误差引入的不确定分量

高精度数字温度计的最大允许误差为±0.1℃，按均匀分布计算：

℃

**C.5 合成标准不确定度**

**C.5.1 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

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 标准不确定度分量 | 不确定度来源 | 标准不确定度值/℃ | 灵敏系数 | /℃ |
|  | 测定仪示值重复性 | 0.052 | 1 | 0.052 |
|  | 测定仪温度显示的分辨力 | 0.029 | 1 | 0.029 |
|  | 数字温度计的分辨力 | 0.003 | 1 | 0.003 |
|  | 数字温度计的最大允许误差 | 0.058 | 1 | 0.058 |

**C.5.2 合成标准不确定度的计算**

根据公式****计算可得

****℃

**C.5.3 扩展不确定度*U***

按正态分布，取*k*=2，则扩展不确定度*U*为：

℃

附录D

校准证书内容及内页格式

D.1 校准证书至少包括以下信息：

a）标题“校准证书” ；

b）实验室名称和地址；

c）进行校准的地点（如果不在实验室内进行校准）；

d）证书或报告的唯一性标识（如编号），每页及总页的标识；

e）客户的名称和地址；

f）被校对象的描述和明确标识；

g）进行校准日期，如果与校准结果的有效性应用有关时，应说明被校对象的接受日期；

h）如果与校准结果的有效性和应用有关时，应对抽样程序进行说明；

i）对校准所依据的技术规范的标识，包括名称及代号；

j）本次校准所用计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。

D .2 校准证书内页格式见表D.1

表D.1 校准证书内页格式

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 校准项目 | 校准数据 | 扩展不确定度 |
| 试验架膨胀变形量，mm | 负荷变形试验 | —— |
| 维卡软化温度试验 | —— |
| 说明 | —— |
| 基础负荷，N |  | —— |
| 压头尺寸，mm |  | —— |
| 压针尺寸，mm |  | —— |
| 温度示值误差，℃ |  |  |
| 试样架间温度偏差，℃ |  |  |
| 升温速率，℃/6min |  |  |
| 位移测量装置分辨力，mm |  |  |
| 位移测量装置示值误差，mm |  |  |
| 砝码质量，g |  |  |
| 系统采样周期，s |  |  |

校准：核验：

注：校准证书的内容应符合JJF1071《国家计量校准规范编写规则》的要求。由于各实验室对校准证书有自己的设计，本附录仅建议与校准内结果相关部分的内页格式。其中的部分内容可以由于实验室的证书格式不同而在其他部分表述。