

JJF (浙)

浙江省地方计量技术规范

JJF (浙) 1051-2010

热变形、维卡软化点温度测定仪校准规范

Calibration Specification for Heat Distortion and Vicat Softening Temperature Apparatus

2011-01-04 发布

2011-01-18 实施

浙江省质量技术监督局 发布

热变形、维卡软化点温度

测定仪校准规范

JJF (浙) 1051 —2010

Calibration Specification for Heat Distortion

and Vicat Softening Temperature Apparatus

本规范经浙江省质量技术监督局 2011 年 1 月 4 日批准，并自
2011 年 1 月 18 日起施行。

归口单位：浙江省质量技术监督局

主要起草单位：浙江省计量科学研究院

参加起草单位：乐清市质量技术监督检测院

本规范由浙江省计量科学研究院负责解释

本规范主要起草人:

余时帆 (浙江省计量科学研究院)

蔡伟勇 (浙江省计量科学研究院)

崔 超 (浙江省计量科学研究院)

参加起草人:

蒋献丰 (乐清市质量技术监督检测院)

黄建方 (乐清市质量技术监督检测院)

目 录

1 范围	(1)
2 引用文献	(1)
3 术语	(1)
3.1 热变形温度	(1)
3.2 维卡软化点温度	(1)
4 概述	(2)
5 计量特性	(2)
5.1 温度指示误差	(2)
5.2 升温速率指示误差	(2)
5.3 变形量指示误差	(2)
5.2 加载砝码指示误差	(2)
6 校准条件	(2)
6.1 校准环境条件	(2)
6.2 测量标准及其它设备	(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)
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	(7)
附录B 校准证书内页格式	(10)
附录C 温度指示误差测量不确定度评定实例	(12)
附录D 升温速率指示误差测量不确定度评定实例	(13)
附录E 变形量指示误差测量不确定度评定实例	(14)
附录F 加载砝码指示误差测量不确定度评定实例	(15)

热变形、维卡软化点温度测定仪计量校准规范

1 范围

本规范规定了温度范围为（室温～300℃）热变形、维卡软化点温度测定仪的计量特性、校准条件、校准项目、校准方法、校准结果表达，适用于热塑性塑料及塑料型材、管材、管件的热变形和维卡软化点温度测定仪计量性能的校准。

2 引用文献

- GB/T 8802-2001 热塑性塑料管材、管件维卡软化温度的测定
- GB/T 1633-2000 热塑性塑料维卡软化温度的测定
- GB/T 1634.1-2004 塑料 负荷变形温度的测定 第一部分 通用试验方法测定
- GB/T 1634.2-2004 塑料 负荷变形温度测定（塑料、硬橡胶和长纤维增强复合材料）
- GB/T 1634.3-2004 塑料 负荷变形温度测定（高强度热固性层压材料）
- JJG 99-2006 砝码检定规程
- JJF 1059-1999 测量不确定度评定与表示
- JJF 1071-2000 国家计量校准规范编写规则

使用本规范时，应注意使用上述引用文献的现行有效版本。

3 术语

3.1 热变形温度（Heat distortion temperature，英文缩写：HDT）

热变形温度（全称负荷热变形温度）是指对浸在一定的升温速率升温的导热的液体介质中的一些尺寸的矩形试样施以规定负荷，试样中心点的变形量达到与试样高度相对应的规定值时的温度。

3.2 维卡软化温度（Vicat softening temperature，英文缩写：VST）

维卡软化温度是将热塑性塑料放于液体传热介质中，在一定的负荷和一定的等速升温条件下，试样被1平方毫米的压针头压入1毫米时的温度。

4 概述

热变形、维卡软化点温度测定仪(以下简称温度测定仪),一般由加热浴槽、温度控制系统、搅拌装置、试样支架(一个~多个不等)、负载杆、测试软件等组成,可以实时监控试验温度、试验变形量的曲线,并实时动态地绘制温度、变形量的曲线,实现历史存盘,即时打印试验报告。温度测定仪主要用于非金属材料(如塑料、橡胶、尼龙、电绝缘材料等)的热变形及维卡软化点温度的测定。

5 计量特性

5.1 温度指示误差

在规定的升温速率下,温度测定仪即时显示的温度值和温度标准器测得的温度之差应不超过制造商的规定。

5.2 升温速率指示误差

温度测定仪在规定的升温速率下升温时,实际测得的升温速率的指示误差应不超过制造商的规定。

5.3 变形量指示误差

温度测定仪变形量指示装置的指示误差应不超过制造商的规定。

5.4 加载砝码的指示误差

用于加载的砝码的指示误差应不超过制造商的规定。

6 校准条件

6.1 校准环境条件

环境温度: $(23 \pm 5) ^\circ\text{C}$;

相对湿度: $\leq 80\% \text{RH}$;

供电电源: $(220 \pm 11) \text{V}$, $(50 \pm 1) \text{Hz}$;

周围应保持整洁,无影响正常工作的机械振动及电磁干扰。

6.2 测量标准及其它设备

校准装置的不确定度应不超过被校系统相应测量参数允许误差的 $1/3$ 。可

采用表 1 所示的校准仪器及设备。

表 1

序号	仪器设备名称	技术要求	用途	备注
1	数字温度仪或高精度数字多用表	MPE: $\pm 0.1^{\circ}\text{C}$	用于温度测定仪实际温度和升温速率的测量 (配合铠装铂电阻温度计)	
2	铠装铂电阻温度计	A 级或以上	用于测量温度测定仪实际温度和升温速率的测量 (配合数字温度仪或高精度数字多用表)	
3	金属量块	五等或以上	用于测量温度测定仪变形量的测量	
4	电子天平	①级或以上	用于加载砝码质量的测量	
5	电子秒表	MPE: $\pm 0.5\text{s/d}$	用于升温速率的测量	

7 校准项目和校准方法

7.1 校准项目

7.1.1 温度指示误差

7.1.2 升温速率指示误差

7.1.3 变形量示值误差

7.1.4 加载砝码的示值误差

7.2 校准方法

7.2.1 温度指示误差的校准

7.2.1.1 校准前的准备

(1) 校准的连接示意图如图 1 所示。

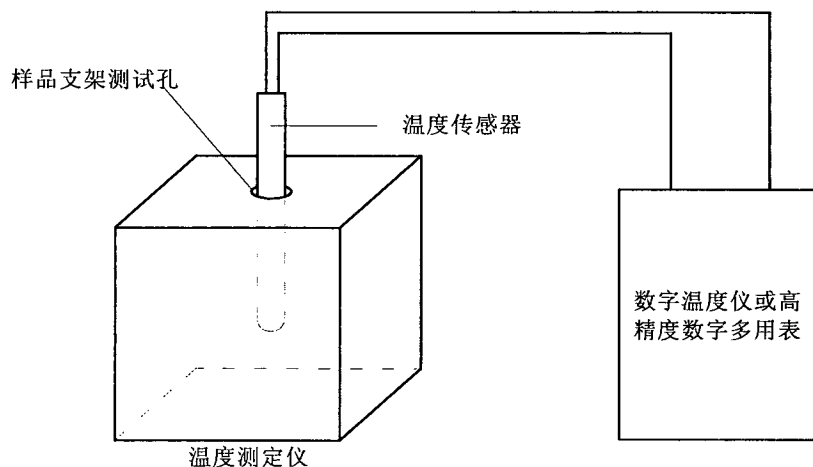


图 1

(2) 通电预热

数字温度仪或高精度数字多用表应通电预热 30min 以上。

(3) 校准点的选择

温度测定仪的温度校准点根据具体使用情况来定，一般选取（40℃～设定上限温度）之间每整十度温度点来校准。委托者另有要求时，按委托者的要求进行校准。

7.2.1.2 温度指示误差的校准

在开始校准前，将温度传感器插入温度测定仪样品架的测试孔（如有多个样品架，则在每个样品架布设温度传感器）中并固定位置，温度传感器的位置和用于试验的样品处在同一位置。开启温度测定仪的电源，设定温度测定仪的上限温度和升温速率，调节变形量零位直至达到要求，开启温度测定仪的搅拌装置，启动温度测定仪，观察温度测定仪的温度指示值和标准器的温度读数值，从 40℃ 开始每隔 10℃ 分别记录温度测定仪和标准器的温度读数值，直至温度测定仪达到设定的上限温度。

7.2.1.3 温度指示误差的计算

温度测定仪温度偏差按照公式（1）来计算，

$$\Delta t = t_i - (t_s + t_0) \quad (1)$$

式中： Δt ——温度测定仪温度指示误差值，℃；

t_i ——温度测定仪温度指示值，℃；

t_s ——标准器的测得值，℃；

t_0 ——标准器的修正值，℃。

7.2.2 升温速率指示误差的校准

升温速率指示误差的校准和温度指示误差的校准同时进行，当温度测定仪启动时，读取标准器初始温度读数值并记录时间，在 1 小时内每六分钟记录一次标准器的温度读数值，最后一次标准器的温度读数与标准器的初始温度读数差值除以 1h 即为温度测定仪的升温速率。

升温速率的指示误差按照公式（2）来计算，

$$\Delta v = v_s - v_d \quad (2)$$

式中： Δv ——升温速率指示误差， $^{\circ}\text{C}/\text{h}$ ；

v_s ——实际测得的升温速率， $^{\circ}\text{C}/\text{h}$ ；

v_d ——温度测定仪设定升温速率的标称值， $^{\circ}\text{C}/\text{h}$ 。

7.2.3 变形量指示误差的校准

将温度测定仪各个样品架上的变形量指示值调零，用量块来校准变形量指示误差。

变形量指示误差按照公式（3）来计算，

$$\Delta l = l_i - l_d \quad (3)$$

式中： Δl ——变形量指示误差，mm；

l_i ——温度测定仪变形量的指示值，mm；

l_d ——量块的标称值，mm。

7.2.4 加载砝码的示值误差的校准

校准前，电子天平应预热 30min 以上并进行自校准，然后用电子天平对温度测定仪的加载砝码逐一进行称量，记录各个加载砝码的质量。

加载砝码的指示误差按照公式（4）来计算，

$$\Delta m = m_i - m_d \quad (4)$$

式中： Δm ——加载砝码的指示误差，g；

m_i ——电子天平的测量值，g；

m_d ——砝码的标称值，g。

8 校准结果表达

校准试验完成后，按照本规范给出校准结果，开具相应的校准证书。校准结果的不确定度分析详见附录 C、D、E、F，校准证书内页格式见附录 B。

9 复校时间间隔

热变形、维卡软化点温度测定仪的复校时间间隔根据热变形、维卡软化点温度测定仪的使用重要程度、使用要求、环境条件等因素决定，但为了确保热

变形、维卡软化点温度测定仪在其规定的技术性能下使用，建议校准后的一年内进行复校。

附录 A

热变形、维卡软化点温度测定仪校准原始记录

型号规格_____ 器号_____ 测量范围_____ 样品标识号_____ 证书号_____

委托单位_____ 委托单位地址_____

制造单位_____ 校准地点_____

被校准仪器校准前状态: _____ 校准后状态: _____ 环境温度_____℃ 相对湿度
%RH校准设备 /编号: _____ /最大允许误差: _____ /证书号: _____/有效日期: _____ /状态: 使用前 正常 使用后 正常 /量值溯源单位: _____

校准依据_____ 校准地点_____

温度指示误差的校准

校准温度点 (°C)	标准器读数值 ()		温度测定仪温度指示值 (°C)	标准器修正值 ()	温度指示误差 (°C)	
	1号样品架				1号样品架	
	2号样品架				2号样品架	
	3号样品架				3号样品架	
	1号样品架				1号样品架	
	2号样品架				2号样品架	
	3号样品架				3号样品架	
	1号样品架				1号样品架	
	2号样品架				2号样品架	
	3号样品架				3号样品架	

◎ 测量不确定度的分析与计算

依据 JJF1059-1999《测量不确定度评定与表示》进行测量不确定度的分析与计算, 本次校准结果引用_____ 测量不确定度评定报告中的数据,

为: $U=$ _____ $k=$ _____

◎ 校准过程中的异常现象及偏离情况记录:

◎ 选择某项属性以在该属性文字前的“□”中打“√”表示。

校准_____ 校核_____ 日期_____ 共 页第 页

加载砝码指示误差的校准:

砝码标称值 (g)	电子天平显示值 (g)	加载砝码指示误差 (g)

◎ 测量不确定度的分析与计算

依据 JJF1059-1999《测量不确定度评定与表示》进行测量不确定度的分析与计算, 本次校准结果引用_____测量不确定度评定报告中的数据,

为: $U=$ $k=$

◎ 校准过程中的异常现象及偏离情况记录:

◎ 选择某项属性以在该属性文字前的“□”中打“√”表示。

校准_____校核_____日期_____共 页第 页

附录 B

校准证书内页格式

校准结果如下:

1. 温度指示误差:

校准温度点 ()	温度指示误差 ()	不确定度 U (K=2)

2. 升温速率指示误差:

设定升温速率 ()	升温速率指示误差 ()	不确定度 U (K=2)

3. 变形量指示误差:

校准值 ()	变形量指示误差 ()	不确定度 U (K=2)

4. 加载砝码指示误差:

标称值 ()	加载砝码指示误差 ()	不确定度 U (K=2)

附录 C

温度指示误差测量不确定度评定示例

C.1 被测对象

温度范围（室温~300）℃的热变形、维卡软化点温度测定仪。

以校准温度点为 80℃时温度测定仪温度偏差测量结果的不确定度为例进行评定。

C.2 测量仪器

高精度数字温度计配精密铠装铂电阻温度计：MPE：±0.3℃。

C.3 测量方法

将高精度数字温度计的温度传感器插入温度测定仪测量孔中，温度测定仪按照 50℃/h 的升温速率升温，当温度测定仪的显示温度到达 80℃，立即读取高精度数字温度计的显示值。

C.4 标准不确定度来源及大小、分量及合成不确定度一览表

来源	标准不确定度				灵敏系数 $ c_i $	标准不确定度分量 $u_i(y)$
	大小	分布	包含因子	u_i		
温度值的测量重复性	0.16℃	/	/	0.16℃	1	0.16℃
高精度数字温度计（带传感器）传递不确定度	0.1℃	正态	3	0.03℃	1	0.03℃
高精度数字温度计测量误差限	±0.2℃	均匀	$\sqrt{3}$	0.12℃	1	0.12℃
高精度数字温度计显示器的分辨力	0.1℃	均匀	$\sqrt{3}$	0.03℃	1	0.03℃
温度测定仪升温时显示值的滞后	0.1℃	均匀	$\sqrt{3}$	0.03℃	1	0.03℃
合成不确定度	0.2℃					

C.5 计算扩展不确定度

取 $k=2$ 计算扩展不确定度，则 $U=0.4℃$ 。

C.6 扩展不确定度报告

温度测定仪在校准温度点为 80℃时的温度偏差测量结果的不确定度为：

$$U=0.4℃ \quad (k=2)$$

附录 D

升温速率指示误差测量不确定度评定示例

D.1 被测对象

温度范围（室温~300）℃的热变形、维卡软化点温度测定仪。

以升温速率为 50℃/h 的温度测定仪升温速率指示测量结果的不确定度为例进行评定。

D.2 测量仪器

高精度数字温度计配精密铠装铂电阻温度计：MPE：±0.3℃；

电子秒表：MPE：±0.5s/d。

D.3 测量方法

将高精度数字温度计的温度传感器计插入温度测定仪测量孔中，温度测定仪按照 50℃/h 的升温速率升温，启动温度测定仪的加热装置，同时计时开始并记录高精度数字温度计的显示值，达到 1 小时，读取高精度数字温度计的显示值，两者相减就是温度测定仪的实测升温速率。

D.4 标准不确定度来源及大小、分量及合成不确定度一览表

来源	标准不确定度				灵敏系数 $ c_i $	标准不确定度分量 $u_i(y)$
	大小	分布	包含因子	u_i		
升温速率的测量重复性	0.08℃/h	/	/	0.08℃/h	1	0.08℃/h
高精度数字温度计（带传感器）传递不确定度	0.1℃	正态	3	0.03℃	1	0.03℃
高精度数字温度计显示器的分辨力	0.1℃	均匀	$\sqrt{3}$	0.03℃	1	0.03℃
高精度数字温度计测温时显示值的滞后	0.1℃	均匀	$\sqrt{3}$	0.03℃	1	0.03℃
电子秒表计时误差带来的温度读数误差	0.1℃	均匀	$\sqrt{3}$	0.03℃	1	0.03℃
合成不确定度	0.1℃/h					

D.5 计算扩展不确定度

取 $k=2$ 计算扩展不确定度，则 $U=0.2℃/h$ 。

D.6 扩展不确定度报告

温度测定仪在升温速率为 50℃/h 时的示值偏差测量结果的不确定度为：

$$U=0.2℃/h \quad (k=2)$$

附录 E

变形量指示误差测量不确定度评定示例

E.1 被测对象

温度范围 (室温~300) °C 的热变形、维卡软化点温度测定仪。

以变形量为 1.00mm 时温度测定仪变形量只是误差测量结果的不确定度为例进行评定。

E.2 测量仪器

五等量块: MPE: $\pm(0.5+0.5L)\mu\text{m}$ 。

E.3 测量方法

将标称值为 1.00mm 的量块放在位移传感器下面, 读取温度测定仪的变形量示值。

E.4 标准不确定度来源及大小、分量及合成不确定度一览表

来源	标准不确定度				灵敏系数 $ c_i $	标准不确定度分量 $u_i(y)$
	大小	分布	包含因子	u_i		
变形量的测量重复性	13 μm	/	/	13 μm	1	13 μm
五等量块传递不确定度	0.2 μm	正态	3	0.07 μm	1	0.07 μm
五等量块测量误差限	$\pm 0.505 \mu\text{m}$	均匀	$\sqrt{3}$	0.29 μm	1	0.29 μm
变形量显示器的分辨力	10 μm	均匀	$\sqrt{3}$	2.89 μm	1	2.89 μm
合成不确定度	13.3 μm					

E.5 计算扩展不确定度

取 $k=2$ 计算扩展不确定度, 则 $U=0.03\text{mm}$ 。

E.6 扩展不确定度报告

温度测定仪在校准变形量为 1.00mm 时的变形量指示误差测量结果的不确定度为:

$$U=0.03\text{mm} \quad (k=2)$$

附录 F

温度测定仪加载砝码指示误差测量不确定度评定示例

F.1 被测对象

温度范围（室温~300）℃的热变形、维卡软化点温度测定仪。

以加载砝码为 5000g 时温度测定仪加载砝码指示误差测量结果的不确定度为例进行评定。

F.2 测量仪器

电子天平：测量范围（0~5000）g，MPE：±0.1g。

F.3 测量方法

将 5000g 加载砝码放置在电子天平上进行测量。

F.4 标准不确定度来源及大小、分量及合成不确定度一览表

来源	标准不确定度				灵敏系数 $ c_i $	标准不 确定度 分量 $u_i(y)$
	大小	分布	包含因子	u_i		
电子天平的测量 重复性	0.13g	/	/	0.13g	1	0.13g
电子天平传递不 确定度	0.1g	正态	3	0.03g	1	0.03g
电子天平测量误 差限	±0.1g	均匀	$\sqrt{3}$	0.06g	1	0.06g
电子天平显示的 分辨力	0.1g	均匀	$\sqrt{3}$	0.03g	1	0.03g
合成不确定度	0.15g					

F.5 计算扩展不确定度

取 $k=2$ 计算扩展不确定度，则 $U=0.3g$ 。

F.6 扩展不确定度报告

温度测定仪在加载砝码为 5000g 时的加载砝码指示误差测量结果的不确定度为： $U=0.3g$ ($k=2$)。