**《旋转流变仪校准规范》**

（征求意见稿）

**编制说明**

国防科技工业应用化学一级计量站

**2021.6**

**一、任务来源**

2019年起草小组根据旋转流变仪在国内的应用情况以及社会对仪器的校准需求现状提出了制定《旋转流变仪校准规范》的计划项目，经全国新材料与纳米计量技术委员会上报国家市场监管总局并获批准，2020年下达任务，计划于2021年底完成。山东非金属材料研究所负责起草，中国计量科学研究院、西安近代化学研究所分别作为主要起草单位和参加起草单位参与了本规范起草工作。

**二、目的及意义**

黏度是流体流变性能的重要物理性质之一，表示的是流体材料黏性程度的大小，从微观角度来讲，黏度表示的就是在稳态剪切场中剪切应力与剪切速率的比值。测量材料的黏度是材料生产加工过程中最重要的必检项目之一。在聚合物材料的研究中，对聚合物材料进行黏度的测量和流动性能的研究对工业生产和科学研究具有重要的意义；在石油化工领域，对原油黏度的准确性测量对石油的开采效率有着较大影响；此外，黏度的准确测量还能够分辨润滑油产品质量的好坏，从而可以确定其在工业生产上的应用领域；在国防领域，航天发射时经常使用凝胶推进剂，其黏度是影响凝胶推进剂射流破碎、雾化乃至混合的主要因素，与火箭发动机的正常运行关系极大，因此得到不同温度下准确的黏度测试数据，成为凝胶推进剂研制过程中的一项重要内容，使用前必须对凝胶推进剂的黏度进行准确测量。此外，由于武器装备轻量化的要求，聚酰亚胺、聚醚醚酮等工程塑料广泛应用于装甲车辆、火箭、导弹等武器装备，而对于制备工程塑料的重要原材料—合成树脂熔体黏度的准确测量是工程塑料的配方设计、加工工艺设计的基础，是工程塑料制品质量的保障。综上所述，黏度测量广泛应用于国民经济众多领域，黏度指标已经成为材料最重要的特性参数之一。

按照黏度是否与测量时的剪切速率有关，可以将流体分为牛顿流体和非牛顿流体。随剪切速率的变化，黏度恒定不变的流体称为牛顿流体，黏度随剪切速率变化而变化的流体称为非牛顿流体。牛顿流体的黏度是用黏度计测量的，而非牛顿流体黏度一般是使用旋转流变仪进行测量。旋转流变仪是研究非牛顿流体黏度等流变性能最重要的实验仪器之一，可以测得材料加工成型过程中温度、压力、粘性、弹性、分子量及其分布和内部形态结构等影响因素的变化规律及相互关系。旋转流变仪依靠旋转运动产生简单剪切，可以快速测定材料的粘性、弹性等各方面的流变性能。

影响流变仪测量结果准确性的因素是很多的，有温度的影响、测量传感器的影响、转速的影响、转子几何尺寸的影响（该项又包括锥顶与板之间的缝隙、锥角、板直径、锥截角、倾斜和同心度）、剪切热的影响、惯量驱动的二次流的影响、边缘效应的影响、表面张力的影响等。所有这些量的影响很难一一量化。为了使不同型号的旋转流变仪得到在允许误差范围内相同的测量结果，需要对旋转流变仪进行校准，与此同时，在调研中有关使用单位就明确指出，流变仪确实需要校准，但目前校准旋转流变仪没有校准规范可以参考，也就无法对仪器进行校准，在这种情况下测量得到的数据可靠性难以保证，不同单位之间的测量数据也无法进行比较，孰优孰劣无法准确判断，因此，有必要制定相关的校准规范，以便能够开展旋转流变仪的校准工作。

制定本规范的主要目的是保证旋转流变仪测量结果的准确性和一致性，对仪器的外观、校准条件、计量特性、标准器具及设备、校准项目及方法等提出要求，制定旋转流变仪各个参数校准的技术方法与整机性能校准的技术规范。通过旋转流变仪校准规范的制定，满足旋转流变仪的校准、评价和量值统一的要求，保证非牛顿流体材料黏度测量结果的准确性。

非牛顿流体黏度标准物质已于2021年由中国计量院研制完成，量值及不确定度如表1所示。

表1 非牛顿流体黏度标准物质列表

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 锥板 | | | | | |
| 编 号 | 标 准 值 | | | | 扩展不确定度*U*（*k*=2）  Pa·s |
| 定值温度  ℃ | 剪切速率  s-1 | | 动力黏度  Pa·s |
| 1 | 25 | 1 | | 111.1 | 5.3 |
| 2 | | 109.2 | 5.4 |
| 5 | | 108.9 | 5.1 |
| 10 | | 106.4 | 4.9 |
| 20 | | 103.4 | 4.6 |
| **2** | 25 | 1 | | 341 | 17 |
| 2 | 330 | | 19 |
| 5 | 328 | | 20 |
| 10 | 305 | | 15 |
| 20 | 278 | | 16 |
| **3** | 25 | 1 | 714 | | 45 |
| 2 | 683 | | 41 |
| 5 | 650 | | 35 |
| 10 | 607 | | 32 |
| 20 | 499 | | 26 |
| **4** | 25 | 1 | 915 | | 58 |
| 2 | 890 | | 54 |
| 5 | 838 | | 51 |
| 10 | 736 | | 32 |
| 20 | 580 | | 33 |
| **5** | 25 | 1 | 1.293 | | 0.083 |
| 2 | 1.290 | | 0.058 |
| 5 | 1.225 | | 0.071 |
| 10 | 1.077 | | 0.054 |
| 20 | 0.987 | | 0.045 |
| **6** | 25 | 1 | 24.9 | | 1.7 |
| 2 | 21.2 | | 1.2 |
| 5 | 16.6 | | 1.1 |
| 10 | 13.16 | | 0.60 |
| 20 | 9.43 | | 0.43 |
| 同轴圆筒 | | | | | |
| **7** | 25 | 5 | 0.581 | | 0.023 |
| 10 | 0.472 | | 0.024 |
| 50 | 0.2305 | | 0.0055 |
| 100 | 0.1623 | | 0.0071 |
| 200 | 0.1132 | | 0.0046 |
| **8** | 25 | 5 | 0.710 | | 0.023 |
| 10 | 0.680 | | 0.025 |
| 50 | 0.342 | | 0.013 |
| 100 | 0.250 | | 0.011 |
| 200 | 0.1720 | | 0.0062 |
| **9** | 25 | 5 | 1.570 | | 0.061 |
| 10 | 1.233 | | 0.060 |
| 50 | 0.602 | | 0.022 |
| 100 | 0.421 | | 0.018 |
| 200 | 0.294 | | 0.011 |

**三、编制依据**

在本规范编制过程中，重点参照了以下国家标准及计量技术规范：

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》

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》

JJF 1071-2010 《国家计量校准规范编写规则》

**四、仪器调研**

目前旋转流变仪的生产厂家全部集中在国外，国内还没有商品化的产品出现，生产厂家主要有美国TA公司、奥地利Anton Paar公司、英国Malvern公司和四家公司和美国Thermo-Fisher公司，其中又以美国TA公司和奥地利Anton Paar公司的市场份额最大。

目前各仪器厂商的主要仪器型号有：美国TA公司DHR型和ARES-G2型，奥地利Anton Paar公司的MCR型，英国Malvern公司的Kinexus型，美国Thermo-Fisher公司的HAAKE MARS型。

**五、编制内容**

1 范围

本规范适用于应力控制型或应变控制型旋转流变仪的校准。

2 引用文件

本规范主要引用了JJF1071-2010《国家计量校准规范编写规则》、JJF1001-2011《通用计量术语及定义》、JJF1059.1-2012《测量不确定度评定与表示》等基础性规范，并参考了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》和ASTM E2509-2014《等温模型流变仪温度校准的试验方法》的部分内容。

3 术语

根据旋转流变仪的特点，确定了旋转流变仪（rotational rheometer）、非牛顿流体（non-newtonian fluid）、剪切应力（shear stress） 、剪切速率（shear rate）、剪切黏度（shear viscosity）五个术语。

4 概述

在概述部分主要对旋转流变仪的原理、用途和仪器结构进行了简单介绍。

5 计量特性

本规范主要校准了仪器的四项指标：温度设定值误差、温度波动性误差、剪切黏度示值误差和剪切黏度示值重复性。

5.1温度校准

温度是影响旋转流变仪黏度测量结果准确性的重要因素。旋转流变仪温度校准参考ASTM E2509-2014的方法，包括温度设定值误差和温度波动性误差两部分。

5.2剪切黏度示值误差

剪切黏度测量示值误差的计算采用国际通用的方法，将测量平均值与标准物质标准值进行比较计算得到测量偏差，以测量偏差与剪切黏度标准参考值计算得到相对示值误差作为黏度测量示值误差指标。

5.3剪切黏度示值重复性

剪切黏度测量重复性即多次测量结果的分散性，采用多次测量结果的相对标准偏差作为作为测量仪器的示值重复性指标。

6 校准条件

本部分规定了旋转流变仪校准时需要满足的、对校准结果有影响的环境条件、校准用标准物质以及校准过程中用到的其他设备。由于旋转流变仪属于精密测量仪器，温度、相对湿度、电压、电磁场、振动等因素会对测试结果造成影响，结合实际实验结果，编写组对其分别进行了限定。

6.1 环境条件

本规范对校准实验室环境温度和湿度作了限定，要求实验环境温度在（20~30）℃，相对湿度不大于80%。

在对旋转流变仪进行空气校正、马达调整等工作前，必须确保旋转流变仪安放在没有振动源和气体扰动的位置，因为极小的扰动扭矩值都可能被检测到，直接影响校准结果，因此规范中对校准实验室的环境做了规定。此外，还对仪器的供电电源和环境电磁场做了要求。

6.2 测量标准及其他设备

本规范要求采用标准物质对旋转流变仪进行校准，要求所用标物为国家计量行政部门正式批准颁布的非牛顿流体黏度有证标准物质。温度校准采用的校准设备是标准铂电阻温度计，参考参考ASTM E2509-2014中对铂电阻温度计的要求，技术指标要求测量精度为0.1℃，最大允许误差±0.2℃。

**六 校准项目和校准方法**

1 外观检查

此部分主要对旋转流变仪的铭牌标识和仪器状态进行检查。

2 校准前准备

“开机预热不少于60min”。预热的目的主要是稳定旋转流变仪的电子元器件，通过调研不同厂家的仪器，确定预热60分钟对不同厂家的旋转流变仪时间都是足够的。

进行校准工作以前，需要按规定的步骤对仪器进行空气校正、马达校正，夹具惯量校正等一系列调整工作，不同厂家的旋转流变仪里会有模板，按模板中的步骤完成即可。

3 温度校准

温度校准指标参考ASTM E2509-2014 中的试验方法，分为温度设定值误差和温度波动误差两个指标进行校准。

安装测试夹具，将铂电阻温度计的温度传感器安装在夹具的中央，对于同轴圆筒夹具，由于是封闭的系统环境，因此只需要将温度传感器放置在测试杯的内壁，对于开放系统环境的锥板或平行板夹具，则在进行温度校准时必须放置上部控温罩，保证温度校准的准确性。

加热（或冷却）夹具至设定温度点（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。计算所有测得温度值的平均值和最大值和最小值之差，平均值与设定值之差为温度设定值误差，读数中最大值与最小值之差的一半为温度波动误差，计算公式见式（1）、式（2）。

….………………………………… (1)

…………………………………... (2)

式中：

— 温度设定值误差，℃；

— 温度波动误差，℃；

— 设定温度，℃

— 温度测量最大值，℃；

— 温度测量最小值，℃。

温度校准试验数据见试验报告4.1，从试验报告中数据可以看出，验证数据中温度设定值误差的绝对值最大为0.35℃，均小于ASTM E2509-2014中绝对值误差不大于0.38℃的要求，综合考虑各种因素，在本规范中将温度设定值误差设定为±0.5℃。

对于温度波动性误差，通过分析表中验证数据，温度波动性误差最大为0.35℃，均小于ASTM E2509-2014中温度波动误差不大于0.5℃的要求，因此在本规范中将温度波动性误差技术指标设定为0.5℃/30min。

4剪切黏度示值误差和示值重复性

仪器调至正常工作状态后，根据仪器黏度测定的工作范围，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，以算术平均值作为测量值，以公式（3）和公式（4）计算示值误差；将仪器调至正常工作状态，选用非牛顿流体黏度标准物质，对该黏度标准物质重复测量至少6次，计算测量结果的相对标准偏差并作为测量仪器的重复性,计算公式见式（5）和式（6）。剪切黏度示值误差和示值重复性校准试验数据见试验报告4.2。

…………………………………… (6) ………………………………… (7)

……………………………………….(5)

……………………………………….(6)

式中：

— 示值误差，Pa·s；

— 相对示值误差，%；

— 3次测量平均值，Pa·s；

— 剪切黏度标准参考值，Pa·s。

— 测量结果的标准偏差，Pa·s；

— 黏度单次测量值，Pa·s；

— 黏度测量平均值，Pa·s；

— 测量次数；

— 相对标准偏差，%。

**七 校准结果表达**

本部分规定了旋转流变仪校准结果的内容、要求等进行了具体的描述和规定，完全参照JJF 1071-2010《国家计量校准规范编写规则》相关章节（5.12节）编写。

**八 复校时间间隔**

参照JJF 1071-2010规定了旋转流变仪复校时间间隔为建议不超过12个月，但由于复校时间间隔的长短是由仪器的使用情况、使用者、仪器本身质量等诸多因素所决定的，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。

**九 附录**

参照JJF 1071-2010给出了旋转流变仪校准原始记录格式和校准证书内页格式。同时依据JJF1059.1-2012《测量不确定度评定和表示》给出了旋转流变仪不确定度评定示例。