



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) XXX-XXXX

# 水泥水化热（溶解热）测定仪校准规范

Calibration Specification for Testers of Hydration Heat  
(Dissolution Heat) of Cement

（报批稿）

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

# 水泥水化热（溶解热）测定仪 校准规范

Calibration Specification for Testers of  
Hydration Heat (Dissolution Heat) of Cement

JJF (建材) XXXX—

202X

本规范经中华人民共和国工业和信息化部××××年××月××日批准，并自××××年××月××日起实施。

归口单位：中国建筑材料联合会

主要起草单位：中国国检测试控股集团股份有限公司

参与起草单位：瓦房店建科实验仪器制造有限公司

北京国建联信认证中心有限公司

本规范委托全国建材工业计量技术委员会负责解释

本规范主要起草人：郭 旭（中国国检测试控股集团股份有限公司）

杨君健（中国国检测试控股集团股份有限公司）

熊米佳（中国国检测试控股集团股份有限公司）

参加起草人：姜政尉（瓦房店建科实验仪器制造有限公司）

郝进秀（北京国建联信认证中心有限公司）

魏 霞（北京国建联信认证中心有限公司）

姜昊臻（瓦房店建科实验仪器制造有限公司）

# 目 录

引言.....	( I )
1 范围.....	(1)
2 引用文件.....	(1)
3 概述.....	(1)
3.1 原理.....	(1)
3.2 结构.....	(2)
4 计量特性.....	(3)
5 校准条件.....	(3)
5.1 环境要求.....	(3)
5.2 校准用标准器.....	(4)
6 校准项目和校准方法.....	(4)
6.1 校准项目.....	(4)
6.2 校准前准备.....	(4)
6.3 校准方法.....	(4)
7 校准结果表达.....	(6)
8 复校时间间隔.....	(7)
附录 A 校准证书内页格式.....	(8)
附录 B 校准记录参考格式.....	(9)
附录 C 水槽温度上偏差校准不确定度评定示例.....	(12)
附录 D 3d 水化热偏差校准不确定度评定示例.....	(15)

# 引言

本规范依据 JJF 1001-2011《通用计量术语及定义》、JJF 1071-2010《国家计量校准规范编写规则》编制。

本规范参考了 GB/T 12959《水泥水化热测定方法》中水泥水化热（溶解热）测定技术要求编写。

本规范为首次制定。

# 水泥水化热（溶解热）测定仪校准规范

## 1 范围

本规范适用于水泥水化热（溶解热）测定仪的校准。

## 2 引用文件

本规范引用了下列文件：

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 12959 水泥水化热测定方法

凡是注日期的引用文件，仅所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 概述

### 3.1 原理

水泥水化热（溶解热）测定仪是用于溶解热法测定水泥在一定龄期内水化所放出的热量的装置，按照 GB/T12959 的规定，通过测量一定龄期的水泥水化产物在酸性标准溶液中溶解放出的热量和未水化水泥放出的热量，经计算获得该水泥水化热。

未水化水泥的溶解热按式（1）计算：

$$q_1 = \frac{R_1 C}{G_1} - 0.8(T' - t'_a) \quad (1)$$

式中：

$q_1$ ——未水化水泥试样的溶解热，J/g；

$C$ ——对应测读时间的热量计热容量，J/℃；

$G_1$ ——未水化水泥试样灼烧后的质量，g；

$T$ ——未水化水泥试样溶解期第一次测读数加贝氏温度计 0℃时相应的温度，℃；

$R_1$ ——经校正的温度上升值，℃；

0.8——未水化水泥试样的比热容，J/（g·℃）。

经水化某一龄期后的水泥溶解热按式（2）计算

$$q_2 = \frac{R_2 \cdot C}{G_2} - 1.7 (T'' - t_a'') + 1.3(t_a'' - t_a') \quad (2)$$

式中：

$q_2$ ——经水化某一龄期后水化水泥试样的溶解热，J/g；

$C$ ——对应测读时间的热量计热容量，J/°C；

$G_2$ ——某一龄期水化水泥试样灼烧后的质量，g；

$T''$ ——未水化水泥装入热量计的室温，°C；

$t_a''$ ——水化水泥试样溶解期第一次测读数加贝氏温度计 0°C 时相应的温度，°C；

$t_a'$ ——未水化水泥试样溶解期第一次测读数加贝氏温度计 0°C 时相应的温度，°C；

$R_2$ ——经校正的温度上升值，°C；

1.7——水化水泥试样的比热容，J/(g·°C)；

1.3——温度校正比热容，J/(g·°C)。

水泥在某一水化龄期前放出的水化热按式（3）计算

$$q = q_1 - q_2 + 0.4(20 - t_a) \quad (3)$$

式中：

$q$ ——水泥试样在某一水化龄期放出的水化热，J/g；

$q_1$ ——未水化水泥试样的溶解热，J/g；

$q_2$ ——水化水泥试样在某一水化龄期的溶解热，J/g；

$t_a$ ——未水化水泥试样溶解期第一次测读数加贝氏温度计 0°C 时相应的温度，°C；

0.4——溶解热的负温比热容，J/(g·°C)。

### 3.2 结构

测定仪主要由恒温水槽、试验内筒、广口保温瓶、精密温度计、搅拌装置、温度控制仪表等主要部件组成。见图 1

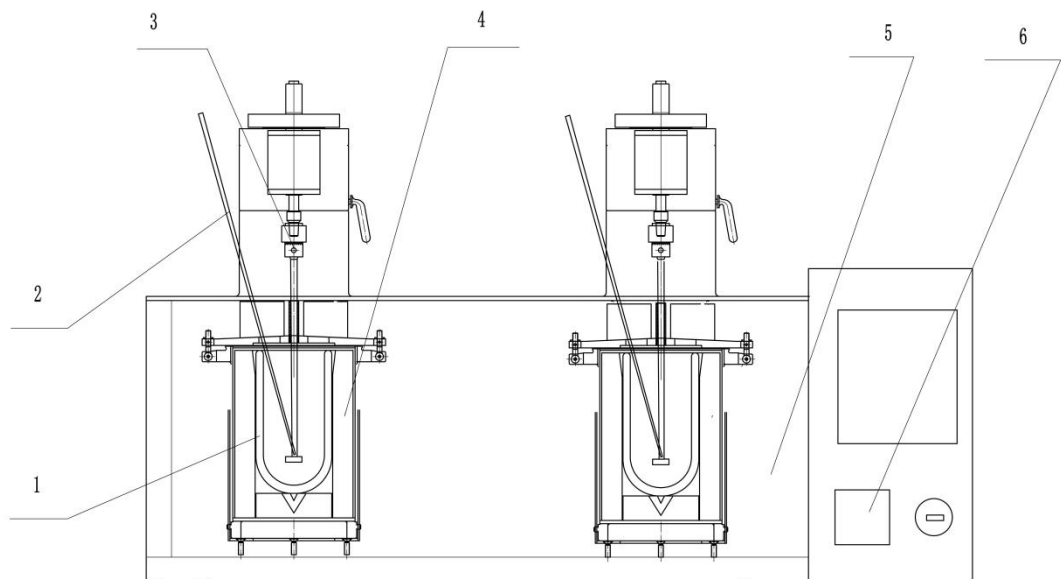


图 1 水泥水化热（溶解热）测定仪结构示意图

- 1——广口保温瓶
- 3——搅拌装置
- 5——恒温水槽
- 2——精密温度计
- 4——试验内筒
- 6——温度控制仪表

4 计量特性

水泥水化热（溶解热）测定仪计量特性见表 1。

表 1 水泥水化热（溶解热）测定仪计量特性

序号	计量特性		技术要求
1	水槽温度	温度偏差	±0.1℃
		温度均匀度	0.2℃
		温度波动度（32min）	0.2℃
2	水化热	3d 水化热偏差	不大于标准样品证书 不确定度
		7d 水化热偏差	

注：以上指标不用于合格性判定，仅供参考。

5 校准条件

5.1 环境要求

5.1.1 环境温度保持 $(20 \pm 1)^\circ\text{C}$ ，相对湿度 $(50 \pm 15)\%$ 。

5.1.2 仪器置于水平且无振动地面或台面上。

5.1.3 实验室具有上水、下水及通风装置。

5.1.4 室内采光良好，照明正常。

## 5.2 校准用标准器

### 5.2.1 多通道温度巡检仪

量程覆盖 $(19\sim 21)^\circ\text{C}$ ，分辨力不低于 $0.01^\circ\text{C}$ ，通道数不低于5，最大允许误差 $\pm 0.05^\circ\text{C}$ 。

### 5.2.2 标准样品

水泥水化热校准应采用国家有证标准样品，推荐使用 GSB 08-3560。

## 6 校准项目和校准方法

### 6.1 校准项目

校准项目包括水槽温度偏差、均匀度、波动度、3d 水化热结果偏差、7d 水化热结果偏差。

### 6.2 校准前准备

测试前应对以下内容进行检查：

- a) 目测仪器应带有铭牌（铭牌标志上应有仪器名称、型号、出厂编号、出厂日期、制造厂名等）、合格证和说明书。
- b) 目测外观不应带有影响正常工作的机械损伤。
- c) 手动运行测定仪各种开关、按钮应操作灵活可靠，搅拌器转动正常。
- d) 目测各部分的连接应牢固、可靠、无松动，无泄漏。
- e) 目测功能指示灯正常工作，仪表显示清晰完整。
- f) 广口保温瓶冷却速率不大于 $0.001^\circ\text{C}/\text{min}$ ，按照 GB/T 12959 进行确认。

### 6.3 校准方法

#### 6.3.1 水槽温度

校准前将温度巡检仪的五根探头分别插入水槽液面深度约为 $1/2$ 处的4个角点及中心点，各角点距槽内壁不小于100mm。

打开循环水泵，将设备控制温度设定为 $20.0^\circ\text{C}$ ，并开启运行设备，待其达到设定温度10min后开始

记录各测量点温度，每 2min 测量一次，共测量 16 次，

温度上偏差和温度下偏差按公式（4）和公式（5）计算，结果计算至 0.1℃。

$$\Delta t_{\max} = t_{\max} - t_s \quad (4)$$

$$\Delta t_{\min} = t_{\min} - t_s \quad (5)$$

式中：

$\Delta t_{\max}$ ——水槽的温度上偏差，℃；

$\Delta t_{\min}$ ——水槽的温度下偏差，℃；

$t_{\max}$ ——修正后各测量点在规定时间内测得的最高温度，℃；

$t_{\min}$ ——修正后各测量点在规定时间内测得的最低温度，℃；

$t_s$ ——水槽的设定温度，℃。

温度均匀度按公式（6）计算，结果计算至 0.1℃

$$\Delta t_u = \sum_{i=1}^{16} (t_{i\max} - t_{i\min}) / 16 \quad (6)$$

式中：

$\Delta t_u$ ——水槽的温度均匀度，单位为摄氏度（℃）；

$t_{i\max}$ ——修正后各测量点在第 i 次测量时测得的最高温度，单位为摄氏度（℃）；

$t_{i\min}$ ——修正后各测量点在第 i 次测量时测得的最低温度，单位为摄氏度（℃）；

16——测量次数。

温度波动度按公式（7）计算，结果计算至 0.1℃

$$\Delta t_f = \max(t_{j\max} - t_{j\min}) \quad (7)$$

式中：

$\Delta t_f$ ——水槽的温度波动度，℃；

$t_{j\max}$ ——修正后测量点 j 在 16 次测量时测得的最高温度，℃；

$t_{j\min}$ ——修正后各测量点 j 在 16 次测量时测得的最低温度，℃；

j——测量点序号。

### 6.3.2 3d 水化热偏差

使用水泥水化热标准样品（溶解热法）按照标准样品证书中的使用方法测定未水化水泥溶解热、制备

部分水化水泥试样并养护至 3d，试验搅拌用水符合 GB/T 6682 规定的三级水的要求。测定 3d 水化热值。取两个筒位 3d 水化热结果平均值作为 3d 水化热最终结果。

计算 3d 水化热值与标准样品标准值  $q_0$  的偏差  $\Delta_{3d}$ ，见公式（8）

$$\Delta_{3d} = \frac{q_{a3d} + q_{b3d}}{2} - q_{03d} \quad (8)$$

式中：

$\Delta_{3d}$ ——3d 水化热偏差，J/g；

$q_{a3d}$ ——一号筒位 3d 水化热，J/g；

$q_{b3d}$ ——二号筒位 3d 水化热，J/g；

$q_{03d}$ ——标准样品 3d 水化热，J/g。

### 6.3.3 7d 水化热偏差

使用水泥水化热标准样品（溶解热法）按照标准样品证书中的使用方法测定未水化水泥溶解热、制备部分水化水泥试样并养护至 7d，试验搅拌用水符合 GB/T 6682 规定的三级水的要求。测定 7d 水化热值。取两个筒位 7d 水化热结果平均值作为 7d 水化热最终结果。

计算 7d 水化热值与标准样品标准值  $q_0$  的偏差  $\Delta_{7d}$ ，见公式（9）

$$\Delta_{7d} = \frac{q_{a7d} + q_{b7d}}{2} - q_{07d} \quad (9)$$

式中：

$\Delta_{7d}$ ——7d 水化热偏差，J/g；

$q_{a7d}$ ——一号筒位 7d 水化热，J/g；

$q_{b7d}$ ——二号筒位 7d 水化热，J/g；

$q_{07d}$ ——标准样品 7d 水化热，J/g。

## 7. 校准结果表达

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：

- a) 标题：“校准证书”；
- b) 实验室名称和地址；
- c) 进行校准的地点(如果与实验室的地址不同)；

- d) 证书的唯一性标识(如编号)，每页及总页数的标识；
- 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；
- h) 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；
- i) 校准所依据的技术规范的标识，包括名称及代号；
- j) 本次校准所用测量标准的溯源性及有效性说明；
- k) 校准环境的描述；
- l) 校准结果及其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；

校准记录格式可参考附录 A

校准证书内页格式可参考附录 B。

## 8. 复校时间间隔

一般建议复校时间间隔为一年。由于复校时间间隔的长短是由水泥水化热（溶解热法）测定仪的使用情况、使用者、仪器本身质量等诸因素所决定的，因此，可根据仪器使用情况自行确定复校时间间隔。

## 附录 A

## 校准证书内页格式

设备名称		设备编号			
使用地点		校准日期			
校准依据	水泥水化热（溶解热）测定仪校准规范				
环境条件	温度/℃：	湿度/%RH：			
校准地点					
校准所用计量器具					
名称	规格型号/ 测量范围	最大允许误差/不确定度 /准确度等级	器具编号	证书编号	有效期
项目	实测值		测量不确定度		
温度上偏差/℃			U= , k=2		
温度下偏差/℃			U= , k=2		
均匀度/℃			U= , k=2		
波动度/℃			U= , k=2		
3d 水化热偏差/J/g			U= , k=2		
7d 水化热偏差/J/g			U= , k=2		

## 附录 B

## 校准记录参考格式

表 B.1 仪器外观及环境条件记录

编号：

委托单位				
仪器名称			规格型号	
制造厂商			出厂编号	
检测依据				
校准用测量设备及标准物质、样品				
名称	规格型号	证书编号	技术特征	备注
环境条件及设施				
序号	项目	要求	记录数据	
1	环境温度	(20±1)℃		
2	相对湿度	(50%±15)%		
3	仪器外观	开关、按钮应操作灵活可靠, 搅拌器转动正常, 各部分连接牢固, 仪表显示清晰完整。		
4	广口保温瓶冷却速率	不大于 0.001℃/min		

表 B.2 水泥水化热（溶解热法）测定仪水槽校准记录

编号：

校准用测量设备及标准物质、样品						
名称		规格型号	证书编号	技术特征		备注
设定温度/℃						
测量点		1	2	3	4	5
校准数据 /℃	1					
	2					
	3					
	4					
	5					
	6					
	7					
	8					
	9					
	10					
	11					
	12					
	13					
	14					
	15					
	16					
项目		技术要求		校准数据		
上偏差/℃		±0.1				
下偏差/℃		±0.1				
均匀度/℃		0.2				
波动度/℃		0.2				

表 B.3 水化热校准记录

编号：

校准用测量设备及标准物质、样品					
名称	规格型号	证书编号		技术特征	备注
项目	测试数据		平均值	标准值/不 确定度	偏差
	1	2			
3d 水化热 偏差/J/g					
7d 水化热 偏差/J/g					

## 附录 C

## 温度上偏差校准不确定度评定示例

## C.1 概述

C.1.1 校准方法：按照 6.3.1 水槽温度偏差校准方法。

C.1.2 环境条件：温度 20.1℃，相对湿度 52%。

C.1.3 被校准设备：水泥水化热（溶解热）测定仪

C.1.4 温度标准器：多通道温度巡检仪，量程覆盖（19~21）℃，分辨力 0.01℃。

C.1.5 校准点：20.0℃水槽温度上偏差。

## C.2 数学模型

如公式（C.1）所示：

$$\Delta t = t - t_s \quad (\text{C.1})$$

式中：

$\Delta t$  — 温度示值误差，℃

$t$  — 修正后各测量点在规定时间内测得最高温度，℃

$t_s$  — 水槽设定温度，℃

灵敏系数： $c_1 = \frac{\partial \Delta t}{\partial t} = 1, c_2 = \frac{\partial \Delta t}{\partial t_s} = -1$

## C.3 不确定度来源分析

不确定度来源主要包括修正后各测量点在规定时间内测得最高温度的测量重复性引入的标准不确定度分量，为 A 类评定；由标准温度器分辨力引入的标准不确定度分量，为 B 类评定。其他影响因素可忽略不计。

## C.4 校准不确定度评定

对校准结果有影响的因素包括：测量重复性 $u_{rel}(f)$ 引入的不确定度分量和各分量误差引入的不确定度分量 $u_{rel}(c)$ 。

各分量不确定度来源彼此独立不相关，所以温度校准过程合成标准不确定度为：

$$u_c = \sqrt{[u_{rel}(f)]^2 + [u_{rel}(c)]^2}$$

C.4.1 由测量重复性引入的不确定度分量 $u(f)$ 

将温度巡检仪的五根探头按照 6.3.1 位置插入测定仪水槽内 设置水泥水化热测定仪的温度为 20.0℃，

稳定后，记录温度标准器测量值，2min 记录一次，连续记录 15 次。取各个测量点其中最大值作为测量值，重复测量 10 次。水槽温度上偏差测定结果见表 C. 1

表 C. 1 温度标准器测量值及上偏差测定结果

	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
最高 温度 /°C	20.02	20.04	20.04	20.03	20.05	20.06	20.04	20.05	20.03	20.07
上偏差 /°C	0.02	0.04	0.04	0.03	0.05	0.06	0.04	0.05	0.03	0.07

通过贝塞尔公式计算标准偏差： $s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}} = 0.015 \text{ } ^\circ\text{C}$

#### C. 4. 2 标准器的分辨力引入的不确定度 $u_1$

温度标准器的分辨力为  $0.01^\circ\text{C}$ ，服从均匀分布，由此引入的不确定分量：

$$u_1 = \frac{0.01}{2\sqrt{3}} = 0.0029^\circ\text{C}$$

#### C. 4. 3 标准器溯源校准修正值引入的不确定度 $u_2$

根据标准器的溯源证书，证书给出的不确定度为  $l=0.10^\circ\text{C}$ ， $k=2$  按正态分布，则：

$$u_2 = \frac{0.10}{2} = 0.05^\circ\text{C}$$

#### C. 4. 4 标准不确定度汇总

标准不确定度汇总见表 C. 2

表 C. 2 温度上偏差标准不确定度汇总表

标准不确定度分量来源	标准不确定度分量值
测量重复性引入的不确定度 $u_f$	$0.015^\circ\text{C}$
标准器分辨力引入的不确定度 $u_1$	$0.0029^\circ\text{C}$
标准器溯源校准修正值引入的不确定度 $u_2$	$0.05^\circ\text{C}$

#### C. 5 合成标准不确定度

由于各标准不确定度分量相互独立，则温度偏差的合成标准不确定度的计算如下：

$$u(t_s) = \sqrt{u_f^2 + u_1^2 + u_2^2} = 0.052^\circ\text{C}$$

### C.6 扩展不确定度

取包含因子  $k=2$ ，温度偏差的扩展不确定度

$$U = 0.052 \times 2 = 0.10^\circ\text{C}$$

、

## 附录 D

## 3d 水化热校准不确定度评定示例

## D.1 概述

D.1.1 校准方法：按照 6.3.2 3d 水化热偏差校准方法。

D.1.2 环境条件：温度 20.1℃，相对湿度 52%。

D.1.3 校准标准器：GSB 08-3560 水泥水化热标准样品，3d 水化热（225±5）J/g。

D.1.5 校准点：3d 水化热

## D.2 数学模型

如公式 (D.1) 所示：

$$\Delta h = h - h_i \quad (D.1)$$

式中：

$\Delta h$ —3d 水化热偏差，J/g

$h$ —标准样品的标准值，J/g

$h_i$ —第  $i$  筒位的测定值，J/g

灵敏系数： $c_1 = \frac{\partial \Delta h}{\partial h} = 1, c_2 = \frac{\partial \Delta h}{\partial h_i} = -1$

## D.3 不确定度来源分析

由数学模型及分析，影响测量的不确定度主要有以下几点：

a) 测量重复性引入的不确定度  $u_1$

b) 由标准样品引入的不确定度  $u_2$

## D.4 各分量的标准不确定度评定

D.4.1 测量重复性引入的不确定度  $u_1$ 

测定仪误差的不确定度主要来源于标准样品测量结果的重复性，此项为 A 类不确定度分量，在重复性条件下，选择已知 3d 水化热数据的标准样品，用被校水泥水化热（溶解热）测定仪测量 3d 水化热，测量值为：226J/g、228J/g、226J/g，用极差法( $C=1.69, n=3$ )计算标准偏差为： $s=R/C=\frac{228-226}{1.69}=1.2J/g$

实际以单次测量为准，计算得：

$$u_1=s=1.2J/g$$

D.4.2 由标准样品引入的不确定度  $u_2$

选用的标准样品为国家标准样品，证书给出的初凝时间的不确定度为  $U=5\text{J/g}(k=2)$ ，为正态分布，取包含因子  $k=\sqrt{3}$ ，则：

$$u_2 = \frac{U}{2} = 2.5\text{J/g}$$

#### D.5 标准不确定度汇总

3d 水化热偏差标准不确定度汇总见表 D.1

表 D.1 3d 水化热偏差标准不确定度汇总表

标准不确定度分量来源	标准不确定度分量值
测量重复性引入的不确定度 $u_1$	1.2J/g
由标准样品引入的不确定度 $u_2$	2.5J/g

#### D.6 合成不确定度

由于各标准不确定度分量相互独立，则 3d 水化热偏差的合成标准不确定度的计算如下：

$$u(\Delta h) = \sqrt{u_1^2 + u_2^2} = 2.8\text{J/g}$$

#### D.7 扩展不确定度

取包含因子  $k=2$ ，3d 水化热的扩展不确定度

$$U = 2.8 \times 2 = 5.6\text{J/g}$$