

中华人民共和国工业和信息化部
石油和化工计量技术规范

JJF（石化）XXXX—XXXX

多试样橡胶脆性温度试验机校准规范

Calibration Specification of Multi-sample Rubber Low-temperature Impact Testers
(报批稿)

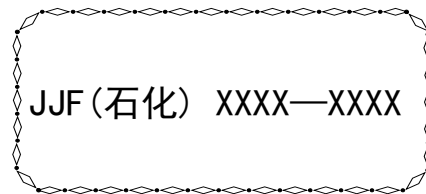
2024 - XX - XX 发布

2024 - XX - XX 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

多试样橡胶脆性温度试验机校准规范

Calibration Specification of Multi-sample
Rubber Low-temperature Impact Testers



归口单位：中国石油和化学工业联合会
主要起草单位：北京橡胶工业研究设计院有限公司
江苏新真威试验机械有限公司
参加起草单位：重庆全城油封有限公司

本规范委托全国石油和化工行业计量技术委员会负责解释

本规范主要起草人：

蒋雪梅（北京橡胶工业研究设计院有限公司）

李明华（北京橡胶工业研究设计院有限公司）

孙思源（北京橡胶工业研究设计院有限公司）

沈克会（江苏新真威试验机械有限公司）

参加起草人：

方樱霖（重庆全城油封有限公司）

鄢 锦（重庆全城油封有限公司）

目 录

引言.....	II
1 范围.....	1
2 引用文件.....	1
3 概述.....	1
4 计量特性.....	2
5 校准条件.....	2
5.1 环境条件.....	2
5.2 测量标准及其他设备.....	2
6 校准项目和校准方法.....	2
6.1 校准项目.....	2
6.2 校准方法.....	2
7 校准结果.....	4
7.1 校准记录.....	4
7.2 校准证书.....	4
7.3 不确定度.....	4
8 复校时间间隔.....	4
附录 A 多试样法橡胶低温脆性试验机校准记录格式.....	5
附录 B 多试样法橡胶低温脆性试验机校准证书的内页格式.....	6
附录 C 温度示值误差测量结果不确定度评定示例.....	7
附录 D 线速度测量结果不确定度评定示例.....	9

引 言

本规范依据 JJF 1071—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》等基础性系列规范进行编制。

本规范主要参考 GB/T 15256—2014《硫化橡胶或热塑性橡胶低温脆性的测定（多试样法）》、HG/T 2384—2011《橡胶脆性温度试验机技术条件》制定。

本规范为首次发布。

多试样橡胶脆性温度试验机校准规范

1 范围

本规范适用于温度范围为 $-120^{\circ}\text{C}\sim 0^{\circ}\text{C}$ ，同时测定多个试样的脆性温度的试验机的校准。

2 引用文件

本规范引用了下列文件：

JJF 1071—2010 国家计量校准规范编写规则

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 概述

多试样橡胶脆性温度试验机（以下简称试验机）是测定橡胶材料在规定条件下经受冲击时不出现脆性破坏的最低温度或部分试样出现脆性破坏温度的仪器。试验机的原理为：在设定温度下，使试样在传热介质中浸没一定时间，记录试验温度，浸没结束后试样受冲击头垂直冲击一次，观察试样破坏情况，判断记录温度是否为脆性温度。试验机一般由控制系统、试样夹持器、冲击头、低温箱、传热介质等组成，结构示意图见图 1。

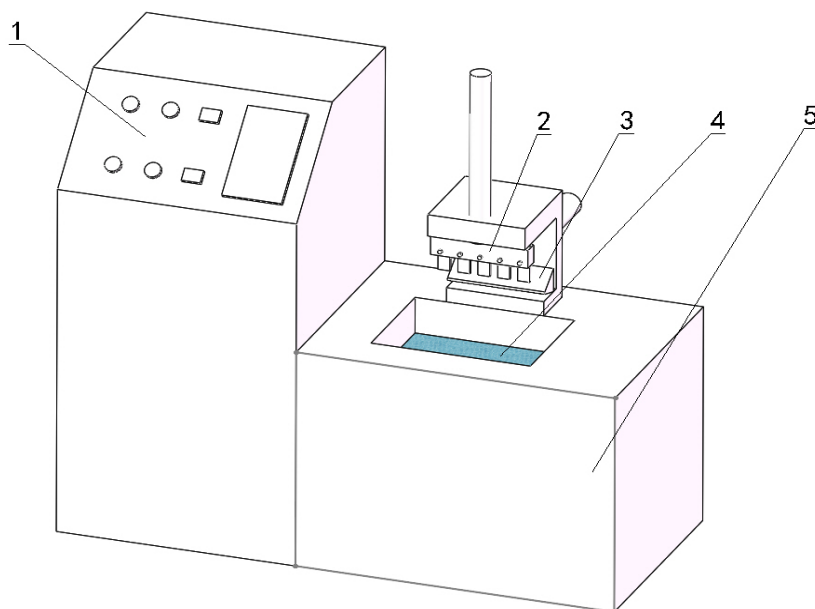


图 1 试验机结构示意图

1—控制系统；2—试样夹持器；3—冲击头；4—传热介质；5—低温箱

4 计量特性

具体计量特性见表1。

表 1 试验机计量特性一览表

序号	项目	技术要求
1	温度示值误差/ °C	MPE: ± 1.0
2	温度波动度/ °C	MPE: ± 0.50
3	线速度/ (m/s)	2.0 ± 0.2
注: 以上所有的技术参数不作为合格性判定的依据。		

5 校准条件

5.1 环境条件

5.1.1 温度条件

环境温度: $5^{\circ}\text{C} \sim 40^{\circ}\text{C}$ 。

5.1.2 湿度条件

相对湿度: $< 85\%$ 。

5.2 测量标准及其他设备

测量标准及其他设备见表 2。

表 2 校准项目和测量标准

序号	校准项目	测量标准名称及技术要求
1	温度示值误差	温度测量仪: 测量范围 $(-120 \sim 0)^{\circ}\text{C}$, 分辨力 0.01°C , $U \leq 0.3^{\circ}\text{C}$ ($k=2$)。
2	温度波动度	温度测量仪: 测量范围 $(-120 \sim 0)^{\circ}\text{C}$, 分辨力 0.01°C , $U \leq 0.3^{\circ}\text{C}$ ($k=2$)。
3	线速度	激光测速仪: 测量范围 $(0 \sim 5)\text{m/s}$, 分辨力 0.01m/s , MPE: $\pm 3.0\%$ 。

6 校准项目和校准方法

6.1 校准项目

试验机的校准项目见表2。

6.2 校准方法

6.2.1 校准前检查

6.2.1.1 外观检查

目测检查试验机外观, 应结构齐全, 维护良好, 能正常运转。

6.2.1.2 冲击头半径检查

用半径尺寸为(1~3) mm, 最大允许误差 ± 0.020 mm的凹形半径样板测量冲击头半径, 冲击头半径应该满足 $1.6 \text{ mm} \pm 0.1 \text{ mm}$ 的要求。

6.2.1.3 冲击头和试样夹持器间隙检查

使冲击头位于冲击试样的位置, 用测量范围为(0~10) mm, 分辨力0.01 mm, 最大允许误差 ± 0.03 mm的数显楔形塞尺测量冲击头和试样夹持器间隙, 间隙应该满足 $6.4 \text{ mm} \pm 0.3 \text{ mm}$ 的要求。

6.2.1.4 冲击离合装置检查

开动试验机, 进行空负荷冲击, 反复操作3~5次, 冲击器冲头应无连击现象。

6.2.2 温度示值误差

将温度传感器放置在试样试验时的位置附近, 操作时注意低温冻伤, 设定校准温度, 试验机温度达到设定温度后开始记录试验机温度示值和温度测量仪示值, 每间隔2 min再记录1次, 共3次, 按式(1)计算温度示值误差, 计算结果保留到0.1℃。

$$\Delta T = \bar{T}_0 - \bar{T} \quad (1)$$

式中:

ΔT —温度示值误差, ℃;

\bar{T}_0 —试验机温度示值3次测量算术平均值, ℃;

\bar{T} —温度测量仪示值3次测量算术平均值, ℃。

6.2.3 温度波动度

按式(2)计算温度波动度, 计算结果保留到0.01℃。

$$\Delta T_f = \pm [(T_{\max} - T_{\min}) / 2] \quad (2)$$

式中:

ΔT_f —温度波动度, ℃;

T_{\max} —温度测量仪3次测量的最大值, ℃;

T_{\min} —温度测量仪3次测量的最小值, ℃。

6.2.4 线速度

按照试验要求在试样架上装配试样, 找到冲击头与试样上表面垂直冲击点, 安装激光测速仪使激光测速点打在最外侧冲击点上, 移除试样架, 让冲击头以规定值2 m/s的速度冲击, 读取激光测速仪示值, 重复测量3次, 取其算术平均值作为线速度测量结果, 按式(3)计算, 计算结果保留到0.01 m/s。

$$V = \overline{V}_i \quad (3)$$

式中:

V —线速度测量结果, m/s;

\overline{V}_i —激光测速仪3次测量的算术平均值, m/s。

7 校准结果

7.1 校准记录

校准记录应详尽记录测量数据和计算结果。推荐的校准记录格式见附录 A。

7.2 校准证书

经校准的试验机应出具校准证书, 校准结果应在校准证书上反映。校准证书包括的信息应符合 JJF 1071—2010 中 5.12 的要求, 推荐的校准证书的内页格式见附录 B。

7.3 不确定度

校准证书应给出各校准项目的扩展不确定度, 评定示例见附录 C、附录 D。

8 复校时间间隔

由于复校时间间隔的长短是由试验机的使用情况、使用者、试验机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的时间间隔, 建议一般不超过 12 个月。

附录 A

多试样橡胶脆性温度试验机校准记录格式

共 页第 页

记录编号			证书编号						
委托单位									
单位地址									
生产厂商			器具编号						
型号/规格			校准日期						
环境条件	环境温度: ℃ 相对湿度: %								
校准地点									
本次校准的依据: JJF(石化) xxxx-xxxx 多试样橡胶脆性温度试验机校准规范									
本次校准所使用的主要计量标准器:									
名称	测量范围		溯源信息	最大允许误差/准确度等级/不确定度	有效期至				
外观检查		<input type="checkbox"/> 结构齐全, 维护良好, 能正常运转。							
冲击离合装置检查		是否有连击现象		<input type="checkbox"/> 是 <input type="checkbox"/> 否					
冲击头半径检查		1.6mm±0.1mm							
冲击头和试样夹持器间隙检查		6.4mm±0.3mm							
温度 设定值 /℃	测量结果								
	试验机温度示值			温度测量仪示值			示值 误差	温度 波动度	测量结果的扩展不确定度 ($k=2$)
	1	2	3	1	2	3			
线速度/ (m/s)	规定值	测量结果						测量结果的扩展不确定度 ($k=2$)	
		1	2	3	算术平均值				
	2.0±0.2								

校准员:

核验员:

附录 B

多试样橡胶脆性温度试验机校准证书的内页格式

证书编号					
校准机构说明					
校准依据	JJF(石化) ××××—×××× 多试样橡胶脆性温度试验机校准规范				
校准地点					
环境条件	环境温度/℃		相对湿度/%		
本次校准所使用的主要计量标准器:					
名称	测量范围	溯源信息	最大允许误差/准确度等级/不确定度	有效期至	
校准结果:					
温度设定值/℃	试验机温度示值	温度测量仪示值	示值误差	温度波动度	测量结果的扩展不确定度 ($k=2$)
线速度/(m/s)	规定值		校准值		测量结果的扩展不确定度 ($k=2$)
	(2.0±0.2)				
备注:					

附录 C

温度示值误差测量结果不确定度评定示例

C.1 校准方法

校准方法如本规范 6.2.2。

C.2 测量模型

温度示值误差测量模型见式 (C.1)：

$$\Delta T = \bar{T}_0 - \bar{T} \quad (\text{C.1})$$

式中：

ΔT —温度示值误差，℃；

\bar{T}_0 —试验机温度示值 3 次测量算术平均值，℃；

\bar{T} —温度测量仪示值 3 次测量算术平均值，℃。

由式 (C.1) 得方差传播式：

$$u_c^2(\Delta T) = c_1^2 u^2(\bar{T}_0) + c_2^2 u^2(\bar{T}) \quad (\text{C.2})$$

式中：

$u_c(\Delta T)$ —温度示值误差测量结果的不确定度，℃；

$u(\bar{T}_0)$ —试验机温度引入的不确定度分量，℃；

$u(\bar{T})$ —温度测量仪最大允许误差引入的不确定度分量，℃。

由灵敏系数计算公式： $c_1 = \frac{\partial \Delta T}{\partial \bar{T}_0}$ ， $c_2 = \frac{\partial \Delta T}{\partial \bar{T}}$ ，可得 $c_1 = 1$ ， $c_2 = -1$ 。

故：

$$u_c^2(\Delta T) = u^2(\bar{T}_0) + u^2(\bar{T}) \quad (\text{C.3})$$

C.3 温度示值误差测量结果不确定度的评定

C.3.1 不确定度来源

不确定度来源主要有试验机温度引入的不确定度分量 $u(\bar{T}_0)$ 和温度测量仪最大允许误差引入的标准不确定度分量 $u(\bar{T})$ 。以试验机设定温度 -50.0°C 为例。

C.3.2 试验机温度引入的不确定度分量 $u(\bar{T}_0)$ C.3.2.1 测量重复性引入的标准不确定度分量 u_1

按照本规范 6.2.2 的步骤进行操作，重复测量 10 次，测量数据见表 C.1。

表 C.1 重复 10 次测量结果

第 i 次测量	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
温度示值测量结果/℃	-50.0	-50.0	-50.1	-50.0	-50.0	-50.0	-50.0	-49.9	-50.0	-50.0
温度测量仪示值测量结果/℃	49.87	49.91	49.76	49.82	49.79	49.90	49.93	49.81	49.77	49.96
示值误差 /℃	-0.1	-0.1	-0.3	-0.2	-0.2	-0.1	-0.1	-0.1	-0.2	0.0

示值误差的算术平均值：

$$\bar{\Delta T} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \Delta T_i = -0.1^\circ\text{C} \quad (\text{C.4})$$

用贝塞尔公式计算单次测量的实验标准偏差：

$$s(\Delta T_i) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (\Delta T_i - \overline{\Delta T})^2}{n-1}} = 0.08^\circ\text{C} \quad (\text{C.5})$$

式中：

ΔT_i —第 i 次测量结果， $^\circ\text{C}$ ；

$\overline{\Delta T}$ —10 次测量结果的算术平均值， $^\circ\text{C}$ ；

n —测量次数；

故：

$$u_1 = s(\Delta T_i) = 0.08^\circ\text{C} \quad (\text{C.6})$$

C.3.2.2 试验机温度示值分辨力引入的标准不确定度分量 u_2

试验机温度示值分辨力为 0.1°C ，可能值区间的半宽度 a 为 0.05°C ，认为其服从均匀分布，取包含因子 k 为 $\sqrt{3}$ ，故：

$$u_2 = \frac{a}{k} = \frac{0.05}{\sqrt{3}} = 0.03^\circ\text{C} \quad (\text{C.7})$$

因 u_1 大于，试验机温度引入的不确定度分量为：

$$u(\overline{T}_0) = u_1 = 0.08^\circ\text{C} \quad (\text{C.8})$$

C.3.3 温度测量仪扩展不确定度引入的标准不确定度分量 $u(\overline{T})$

温度测量仪 $U=0.3^\circ\text{C}$ ($k=2$)，故：

$$u(\overline{T}) = \frac{U}{k} = 0.15^\circ\text{C} \quad (\text{C.9})$$

C.3.4 不确定度分量汇总

不确定度分量汇总见表 C.2：

表 C.2 不确定度分量一览表

不确定度分量	不确定度来源	不确定度分量的值/ $^\circ\text{C}$
$u(\overline{T}_0)$	试验机温度引入的不确定度	0.08
$u(\overline{T})$	温度测量仪最大允许误差引入的标准不确定度	0.15

C.3.5 合成不确定度

认为各输入量间不相关，则合成不确定度为：

$$u_c(\Delta T) = \sqrt{u^2(\overline{T}_0) + u^2(\overline{T})} = 0.17^\circ\text{C} \quad (\text{C.10})$$

C.3.6 扩展不确定度 U

取包含因子 $k=2$ ，温度示值误差测量结果的扩展不确定度为：

$$U = u_c(\Delta T) \times k = 0.3^\circ\text{C} \quad (\text{C.11})$$

附录 D

线速度测量结果不确定度评定示例

D.1 校准方法

校准方法如本规范 6.2.4。

D.2 测量模型

线速度测量模型见式 (D.1)：

$$V = \bar{V}_i \quad (\text{D.1})$$

式中：

V —线速度测量结果，m/s；

\bar{V}_i —激光测速仪 3 次测量的算术平均值，m/s。

由式 (D.1) 得方差传播式：

$$u_c^2(V) = c_1^2 u^2(\bar{V}_i) \quad (\text{D.2})$$

式中：

$u_c(V)$ —线速度测量结果的不确定度，m/s；

$u(\bar{V}_i)$ —激光测速仪测量引入的不确定度分量，m/s。

由灵敏系数计算公式： $c_1 = \frac{\partial V}{\partial \bar{V}_i}$ ，可得 $c_1 = 1$ 。

故：

$$u_c^2(V) = u^2(\bar{V}_i) \quad (\text{D.3})$$

D.3 线速度测量结果不确定度的评定

D.3.1 不确定度来源

线速度测量结果的不确定度主要来源于激光测速仪测量引入的不确定度分量 $u(\bar{V}_i)$ 。

D.3.2 激光测速仪测量引入的不确定度分量 $u(\bar{V}_i)$ D.3.2.1 重复性引入的标准不确定度分量 u_1

按照本规范 6.2.3 的步骤进行操作，用激光测速仪重复测量 10 次，测量数据见表 D.1。

表 D.1 重复 10 次测量结果

第 i 次测量	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
激光测速仪示值/ (m/s)	2.05	2.09	2.05	2.06	2.04	2.01	1.98	1.97	2.03	2.07

激光测速仪示值的算术平均值：

$$\bar{V}_i = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n V_i = 2.04 \text{m/s} \quad (\text{D.4})$$

用贝塞尔公式计算单次测得值的实验标准偏差：

$$s(V_i) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (V_i - \bar{V}_i)^2}{n-1}} = 0.04 \text{m/s} \quad (\text{D.5})$$

式中：

V_i —第 i 次测量结果，m/s；

\bar{V}_i —10 次测量结果的算术平均值, m/s;

n—测量次数;

实际测量以 3 次测量的算术平均值作为测量结果, 故:

$$u_1 = \frac{s(V_i)}{\sqrt{3}} = 0.02\text{m/s} \quad (\text{D. 6})$$

D. 3. 2. 2 激光测速仪最大允许误差引入的标准不确定度分量 u_2

激光测速仪在 2m/s 处的最大允许误差为 $\pm 0.06\text{m/s}$, 则可能值区间的半宽度 a 为 0.06m/s, 认为其均匀分布, 包含因子 k 为 $\sqrt{3}$, 故:

$$u_2 = \frac{a}{k} = 0.03\text{m/s} \quad (\text{D. 7})$$

因此, 激光测速仪测量引入的不确定度分量为:

$$u(\bar{V}_i) = \sqrt{u_1^2 + u_2^2} = 0.04\text{m/s} \quad (\text{D. 8})$$

D. 3. 3 不确定度分量汇总

不确定度分量汇总见表 D. 2:

表 D. 2 不确定度分量一览表

不确定度分量	不确定度来源	不确定度分量的值
$u(\bar{V}_i)$	激光测速仪测量引入的不确定度	0.04m/s

D. 3. 4 合成不确定度

合成的不确定度为:

$$u_c(V) = \sqrt{u^2(\bar{V}_i)} = 0.04\text{m/s} \quad (\text{D. 9})$$

D. 3. 5 扩展不确定度 U

取包含因子 $k=2$, 线速度测量结果的扩展不确定度为:

$$U = u_c(V) \times k = 0.08\text{m/s} \quad (\text{D. 10})$$

