

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) ××××-202×

润滑油高温高剪切黏度测定仪
(多重毛细管法) 校准规范

Calibration Specification for
High-temperature and High-shear Rate Viscometers for
Lubricating Oil (Multicell Capillary Method)
(报批稿)

202×-××-××发布

202×-××-××实施

中华人民共和国工业和信息化部发布

润滑油高温高剪切黏度
测定仪 (多重毛细管法)
校准规范

JJF (石化) × × × ×-202 ×

Calibration Specification for High-temperature
and High-shear Rate Viscometers for Lubricating
Oil (Multicell Capillary Method)

归口单位：中国石油和化学工业联合会

主要起草单位：山东省计量科学研究院

中国计量科学研究院

山东非金属材料研究所

参加起草单位：浙江省计量科学研究院

宁波海关技术中心

山东纳瑞仪器有限公司

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：

隋 峰（山东省计量科学研究院）

张正东（中国计量科学研究院）

黄清波（山东省计量科学研究院）

张 坤（山东非金属材料研究所）

参加起草人：

沙跃兵（浙江省计量科学研究院）

王群威（宁波海关技术中心）

张 森（山东省计量科学研究院）

曹维信（山东纳瑞仪器有限公司）

目 录

引言.....	(II)
1 范围.....	(1)
2 引用文件.....	(1)
3 术语和计量单位.....	(1)
4 概述.....	(1)
5 计量特性.....	(1)
6 校准条件.....	(2)
6.1 环境条件.....	(2)
6.2 测量标准及其他设备.....	(2)
7 校准项目和校准方法.....	(2)
7.1 校准项目.....	(2)
7.2 校准方法.....	(3)
8 校准结果.....	(5)
8.1 校准记录.....	(5)
8.2 校准证书.....	(5)
8.3 不确定度.....	(5)
9 复校时间间隔.....	(5)
附录 A 校准规范校准记录格式.....	(6)
附录 B 校准规范校准证书内页格式.....	(7)
附录 C 修正系数测量结果不确定度评定示例.....	(8)
附录 D 温度示值误差测量结果不确定度评定示例.....	(11)

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》和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JJG 155—2016《工作毛细管黏度计检定规程》、NB/SH/T 0703—2020《润滑油在高温高剪切速率条件下表观黏度的测定 多重毛细管黏度计法》制定。

本规范为首次发布。

润滑油高温高剪切黏度测定仪（多重毛细管法）校准规范

1 范围

本规范适用于多重毛细管法的润滑油高温高剪切黏度测定仪的校准。

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

NB/SH/T 0703—2020 润滑油在高温高剪切速率条件下表观黏度的测定 多重毛细管黏度计法

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 术语和计量单位

3.1 表观黏度 apparent viscosity

在一定的剪切速率和剪切力下测得的非牛顿型流体的黏度，以 $\text{mPa}\cdot\text{s}$ 表示。

[来源：NB/SH/T 0703—2020，3.1]

4 概述

润滑油高温高剪切黏度测定仪（多重毛细管法）（以下简称测定仪）适用于发动机油等润滑油表观黏度的测量，其原理是在 150°C 试验条件下，在氮气（或二氧化碳）的压力作用下，使试样从毛细管黏度计中流出，测定其在毛细管黏度计管壁表观剪切速率达到 $1.4\times 10^6\text{ s}^{-1}$ 时的压力，-由黏度计池校正曲线可得到与所测压力相对应的试样黏度。测定仪由进样系统、温控系统、压力控制系统、黏度计池、数据处理系统等组成。测定仪结构示意图见图 1。

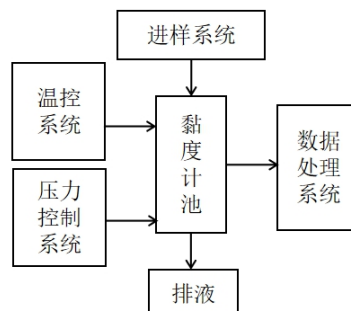


图 1 测定仪结构示意图

5 计量特性

计量特性见表 1。

表 1 测定仪计量特性一览表

序号	项目	技术要求
1	修正系数重复性	$\leq 1.5\%$
2	修正系数复现性	$\leq 3.0\%$
3	温度示值误差	$\pm 0.10^{\circ}\text{C}$
注：以上指标不是用于合格性判别，仅供参考。		

6 校准条件

6.1 环境条件

6.1.1 温度条件

环境温度：（15~35）℃。

6.1.2 湿度条件

相对湿度：不大于 85%。

6.1.3 其他条件

供电电压（220±22）V，频率（50±1）Hz；周围无强烈震动，无强电、磁场干扰。

6.2 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	修正系数重复性	高温高剪切黏度有证标准物质， $U_t \leq 1.0\%$ ， $k=2$ 。
2	修正系数复现性	
3	温度示值误差	数字温度计，分辨力 0.01℃， $U \leq 0.05^{\circ}\text{C}$ ， $k=2$ 。

7 校准项目和校准方法

7.1 校准项目

校准项目见表 2。

7.2 校准方法

7.2.1 校准前准备

外观检查：不应有影响校准结果的缺陷，测定仪各调节部件应能正常工作。

恒温：按照说明书要求对测定仪开机预热 30 min。

淋洗：打开顶端旋塞阀，通过加压使 5 mL 左右标准物质进入测定仪中，关闭顶端旋塞阀。打开压力阀，直到标准物质通过毛细管完全流出后，关闭压力阀。

7.2.2 修正系数的测定

a) 打开顶端旋塞阀，注入 10 mL 标准物质，关闭顶端旋塞阀。

b) 使标准物质在 150℃ 保持 15 min。

c) 当温度恒定后，确定每个黏度计池的顶端旋塞阀处于关闭状态。按仪器说明书要求开启测定，测定流出时间和压力用于计算黏度并显示测量结果。

d) 同一种标准物质需重复 a) ~ c) 步骤测量三次。

e) 在淋洗后，重复 a) ~ d) 步骤，对第二种标准物质进行测试。

f) 在测试完成后，按说明书要求对黏度计池进行清洗。

按照公式（1）计算修正系数。结果保留至 0.001。

$$f_i = \frac{\eta_{is}}{\eta_i} \quad (1)$$

式中：

f_i ——第 i 种标准物质测量得到的修正系数；

η_{is} ——第 i 种标准物质的黏度标准值，mPa·s；

η_i ——第 i 种标准物质测量得到的黏度值，mPa·s。

7.2.3 修正系数重复性

每一种标准物质重复测量三次得到的数据，按照公式（2）计算修正系数重复性。结果保留至 0.1%。

$$r_i = \frac{f_{i,\max} - f_{i,\min}}{f_i} \times 100\% \quad (2)$$

式中：

r_i ——第 i 种标准物质修正系数重复性，%；

$f_{i,\max}$ ——第 i 种标准物质修正系数最大值；

$f_{i,\min}$ ——第 i 种标准物质修正系数最小值；

$\bar{f}_i$ ——第 i 种标准物质测得的修正系数算术平均值。

测量完成后，在修正系数重复性满足表 1 的情况下，取 $\bar{f}_i$ 作为第 i 种标准物质测得的修正系数。

7.2.4 修正系数复现性

取两种标准物质测得的修正系数，按照公式（3）计算测定仪修正系数复现性。结果保留至 0.1%。

$$\delta_f = \frac{|\bar{f}_1 - \bar{f}_2|}{\bar{f}} \times 100\% \quad (3)$$

式中：

δ_f ——测定仪修正系数复现性，%；

$\bar{f}_1$ ——第一种标准物质测得的修正系数；

$\bar{f}_2$ ——第二种标准物质测得的修正系数；

$\bar{f}$ ——两种标准物质测得的修正系数算术平均值。

7.2.5 温度示值误差

在测定仪温度稳定后，将数字温度计的传感器插入测定仪铝块导热体的温度计插孔中，每隔 1 min 测量 1 次。重复测量 3 次，按公式（4）计算温度示值误差。结果保留至 0.01℃。

$$\Delta T = T_0 - \bar{T} \quad (4)$$

式中：

ΔT ——温度示值误差，℃；

T_0 ——测定仪温度示值，℃；

$\bar{T}$ ——3 次测量结果的算术平均值，℃。

8 校准结果

8.1 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。

8.2 校准证书

经校准的测定仪应出具校准证书，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，推荐的校准证书内页格式见附录 B。

8.3 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 和附录 D。

9 复校时间间隔

由于复校时间间隔的长短是由测定仪的使用情况、使用者、测定仪本身质量等诸因素所决定的，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，建议一般不超过 12 个月。

附录 A

校准记录格式 (推荐)

基 本 信 息										
委托单位						地址				
仪器名称						证书编号				
制造厂		型号			出厂编号					
校 准 结 果										
A.1 修正系数重复性和复现性										
黏度 标准值 mPa·s	仪器测量值 mPa·s			测量平 均值 mPa·s	修正系 数最大 值	修正系 数最小 值	修正系 数平均 值	扩展不 确定度 ($k=2$)	修正系 数重复 性	修正系 数复现 性
	1	2	3							
A.2 温度误差										
设定温度 °C	测量值 °C				测量平均 值	温度误差 °C	扩展不确 定度			
标 准 器										
名称	编号	测量范围	溯源单位	证书号	有效期	不确定度或准确度 等级或最大允许误 差				
技术依据										
校准地点:					校准日期:					
备注										

校准员:

核验员:

附录 B

校准证书内页格式

证书编号 XXXXXXX—XXXX					
校准机构授权说明					
校准的技术依据 JJF（石化）xxxx—202x 润滑油高温高剪切黏度测定仪（多重毛细管法）校准规范					
校准环境条件及地点					
地点					
环境温度	℃	相对湿度	%	其他	
校准使用的计量（基）标准装置					
名称	测量范围	不确定度/准确度等级/最大允许误差	标准器溯源单位及证书号	有效期至	
校 准 结 果					
B.1 修正系数重复性和复现性					
黏度标准值 mPa·s	测量平均值 mPa·s	修正系数 平均值	扩展不确定度 ($k=2$)	修正系数 重复性	修正系数 复现性
B.2 温度误差					
设定温度 ℃	测量平均值 ℃	温度误差 ℃	扩展不确定度 ($k=2$)		
备注					

附录 C

修正系数测量结果不确定度评定示例

以 3 mPa·s 左右的标准物质校准测定仪修正系数测量结果不确定度评定为例。

C.1 校准方法

校准方法如本规范 7.2.2。

C.2 测量模型

C.2.1 修正系数的测量模型见式（C.1）：

$$f_i = \frac{\eta_{is}}{\eta_i} \quad (\text{C.1})$$

式中：

f_i ——第 i 种标准物质测量得到的修正系数；

η_{is} ——第 i 种标准物质的黏度标准值，mPa·s；

η_i ——第 i 种标准物质测量得到的黏度值，mPa·s。

C.2.2 不确定度传播率

测量量 $\bar{\eta}$ 与 η_{is} 彼此不相关，有：

$$[u_c(f)]^2 = c_1^2 [u(\eta_s)]^2 + c_2^2 [u(\bar{\eta})]^2 \quad (\text{C.2})$$

C.2.3 测量模型 C.1 的灵敏系数：

$$c_1 = \frac{1}{\bar{\eta}}; \quad c_2 = -\frac{\eta_s}{\bar{\eta}^2} \quad (\text{C.3})$$

C.3 修正系数测量结果的不确定度评定

C.3.1 不确定度来源分析

修正系数的不确定度来源主要有以下几个：测量结果平均值引入的标准不确定度 $u(\bar{\eta})$ ，包括测量结果重复性引入的标准不确定度 $u_1(\bar{\eta})$ 、读数分辨力引入的标准不确定度 $u_2(\bar{\eta})$ 和温度波动影响引入的标准不确定度 $u_3(\bar{\eta})$ ；标准物质标准值引入的标准不确定度 $u(\eta_s)$ 。

C.3.2 测量结果平均值引入的标准不确定度

C.3.2.1 测量结果重复性引入的标准不确定度

测量结果重复性引入的标准不确定度采用 A 类方法进行评定。测量时采用重复 3 次测量的算数平均值,测量结果分别为:3.580 mPa·s、3.568 mPa·s、3.549 mPa·s,算术平均值为 3.566 mPa·s,由测量重复性引起的标准不确定度为:

$$u_1(\bar{\eta}) = \frac{3.580 - 3.549}{1.69 \times \sqrt{3}} = 0.0106 \text{ mPa} \cdot \text{s} \quad (\text{C.4})$$

C.3.2.2 读数分辨力引入的标准不确定度

由于仪器读数分辨力引入的不确定度远小于仪器测量重复性引入的不确定度,因此仪器读数分辨力引入的不确定度分量 $u_2(\bar{\eta})$ 可忽略。

C.3.2.3 温度波动影响引入的标准不确定度

在测试时温度要求为 $\pm 0.1^\circ\text{C}$,根据该标准物质证书所给出的数据,其在操作温度范围内的黏温系数约为 $4\%/^\circ\text{C}$ 。则在该温度范围内波动对黏度的影响约为 0.4%,按均匀分布,取 $k=\sqrt{3}$,则:

$$u_3(\bar{\eta}) = \frac{0.4\% \times 3.574}{\sqrt{3}} = 0.0083 \text{ mPa} \cdot \text{s} \quad (\text{C.5})$$

则测量结果平均值引入的不确定度 $u(\bar{\eta}) = \sqrt{u_1^2(\bar{\eta}) + u_3^2(\bar{\eta})} = 0.0135 \text{ mPa} \cdot \text{s}$ 。

C.3.3 标准物质标准值引入的标准不确定度

查标准物质证书,得高温高剪切黏度标准物质的扩展不确定度为 $U_r=0.21\%$ ($k=2$),则:

$$u(\eta_s) = \frac{0.21\%}{2} \times 3.574 = 0.0038 \text{ mPa} \cdot \text{s} \quad (\text{C.6})$$

C.4 不确定度分量汇总

测量模型 C.1 标准不确定度分量汇总表见表 C.2:

表 C.2 不确定度分量表

不确定度分量(η_i)	不确定度来源	$u(\eta_i)$ 的值	灵敏系数 c_i	$ c_i u(\eta_i)$
$u(\bar{\eta})$	测量结果平均值引入的标准不确定度	0.0135 mPa·s	-0.2811 (mPa·s) ⁻¹	0.38%
$u(\eta_s)$	标准物质标准值引入的标准不确定度	0.0038 mPa·s	0.2804 (mPa·s) ⁻¹	0.11%

则合成的标准不确定度为:

$$u_c(f) = \sqrt{c_1^2 [u(\eta_s)]^2 + c_2^2 [u(\bar{\eta})]^2} = 0.40\% \quad (\text{C.7})$$

C.5 扩展不确定度

取包含因子 $k=2$ ，在黏度为 $3 \text{ mPa}\cdot\text{s}$ 左右的标准物质校准测定仪修正系数测量结果的扩展不确定度为：

$$U = k \cdot u_c(f) = 0.8\% \quad (\text{C.8})$$

附录 D

温度示值误差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

温度示值误差的测量模型见式（D.1）：

$$\Delta T = T_0 - \bar{T} \quad (\text{D.1})$$

式中：

ΔT ——测定仪温度示值误差，℃；

T_0 ——测定仪温度示值，℃

$\bar{T}$ ——测定仪恒温浴所有测量点温度测量平均值，℃。

上式中各项互为独立，因此灵敏系数 $c_1 = \frac{\partial \Delta T}{\partial T_0} = 1$ ， $c_2 = \frac{\partial \Delta T}{\partial \bar{T}} = -1$ ；故：

$$u_c(\Delta T) = \sqrt{[u(T_0)]^2 + [u(\bar{T})]^2} \quad (\text{D.2})$$

D.3 温度示值误差测量结果不确定度的评定

D.3.1 标准不确定度来源

温度示值误差测量结果不确定度来源主要有测量结果 $\bar{T}$ 项引入的标准不确定度 $u(\bar{T})$ 和测定仪温度示值 T_0 项引入的标准不确定度分量 $u(T_0)$ 。

D.3.2 $\bar{T}$ 项引入的标准不确定度

$u(\bar{T})$ 主要由测量重复性引入的标准不确定度 $u_1(\bar{T})$ 、数字温度计分辨率 $u_2(\bar{T})$ 、数字温度计测量不确定度引入的标准不确定度 $u_3(\bar{T})$ 组成。

D.3.2.1 测量重复性引入的标准不确定度

测量重复性引入的不确定度分量采用 A 类方法进行评定。测量时采用重复 3 次测量的算数平均值，测量结果分别为：149.92℃、149.91℃、149.94℃，算术平均值为 149.92℃，由测量重复性引起的标准不确定度为：

$$u_1(\bar{T}) = \frac{149.94 - 149.91}{1.69 \times \sqrt{3}} = 0.010^\circ\text{C} \quad (\text{D.3})$$

D.3.2.2 数字温度计分辨力引入的标准不确定度

数字温度计分辨力为 $0.01\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，读数区间的半宽度为分辨力的一半，即 $a=0.005\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，按照均匀分布，则数字温度计分辨力引入的标准不确定度按下式计算：

$$u_2(\bar{T}) = \frac{0.005}{\sqrt{3}} = 0.003\text{ }^{\circ}\text{C} \quad (\text{D.4})$$

D.3.2.3 数字温度计测量不确定度引入的标准不确定度

通过数字温度计校准证书查得在 $150\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时，扩展不确定度为 $U=0.03\text{ }^{\circ}\text{C}$ ($k=2$)，则数字温度计测量不确定度引入的标准不确定度为：

$$u_3(\bar{T}) = \frac{0.03}{2} = 0.015\text{ }^{\circ}\text{C} \quad (\text{D.5})$$

D.3.3 T_0 项引入的标准不确定度

$u(T_0)$ 由测定仪显示仪表的分辨力引入，其分辨力为 $0.1\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，读数区间的半宽度为分辨力的一半，即 $a=0.05\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，按照均匀分布，则 T_0 项引入的标准不确定度按下式计算：

$$u(T_0) = \frac{0.05}{\sqrt{3}} = 0.029\text{ }^{\circ}\text{C} \quad (\text{D.6})$$

D.4 不确定度分量汇总

标准不确定度分量汇总表见表 D.1：

表 D.1 不确定度分量表

不确定度分量(x_i)	不确定度来源	$u(x_i)$ 的值	灵敏系数 c_i	$ c_i u(x_i)$
$u(\bar{T})$	测量重复性引入的标准不确定度	$0.010\text{ }^{\circ}\text{C}$	-1	$0.019\text{ }^{\circ}\text{C}$
	数字温度计分辨力引入的标准不确定度	$0.003\text{ }^{\circ}\text{C}$		
	数字温度计测量不确定度引入的标准不确定度	$0.015\text{ }^{\circ}\text{C}$		
$u(T_0)$	测定仪分辨力引入的标准不确定度	$0.029\text{ }^{\circ}\text{C}$	1	$0.029\text{ }^{\circ}\text{C}$

合成的标准不确定度为：

$$u_c(\Delta T) = \sqrt{c_1^2 [u(T_0)]^2 + c_2^2 [u(\bar{T})]^2} = 0.035\text{ }^{\circ}\text{C} \quad (\text{D.7})$$

D.5 扩展不确定度

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：

$$U = k \cdot u_c(\Delta T) = 2 \times 0.035 = 0.07^\circ\text{C} \quad (\text{D.8})$$
