

流出杯式黏度计示值误差的测量不确定度评定

贺紫菲 卢梅 张峻燊

云南省计量测试技术研究院 云南 昆明 650000

摘要: 本文经过严密的分析与评估,深度剖析了在流出杯式黏度计测量过程中所涉及的标准黏度液标准值的不定性,标准黏度液稳定性的不确定性,温度效应导致的不确定性,测量重复性的不确定性,计时器误差引发的不确定性,黏度计安装倾斜带来的不定性,装液不精准产生的不确定性及黏度液残留引发的不确定性。最后,本文对流出杯式黏度计示值误差的测量不确定度进行了精确的阐述。

关键词: 流出杯式黏度计; 示值误差; 测量不确定度; 评定

引言: 黏度杯结构简易,操作方式简便,主要应用于油漆、涂料、胶黏剂等领域。黏度杯主要由一个量杯作为主体,其底部中央设计了一个小型圆形孔洞或者一小段短管。实验过程中,需要将试液灌入杯中至相应的高度或者直至填充至满载。随后,通过观测杯中试液流完或流出一定体积所需的时间来评估黏度。测量过程中,环境条件的波动以及操作者的影响等因素可能会对测量结果产生影响。因此,对流出杯式黏度计的测量不确定度进行评估是十分必要的,这将为使用者提供关于测量结果可靠性的量化信息。

1 检测方法

利用已校准之黏度计直接测定一定容量的标准黏度溶液在重力影响下流过所需的时间,从而计算出该黏度计的常数^[1]。

1.1 适用范围:

本方法适用于涂-1、涂-4、便携式涂-4、ISO系列和福特(Ford)系列的流出杯式黏度计的测量

1.2 流出时间测量:

在执行流出杯式黏度计精确校准的关键步骤中,首要的任务便是甄选满足特定要求的标准黏度液。选择标准黏度液应基于该液体在预期温度区间内的稳定性特征及已知的黏度参数。通常情况下,会利用两种或以上不同黏度等级规格的标准液进行校准,以覆盖预期测量范围内的黏度值。在标准黏度液投入使用之前,必须先将其置于恒温槽中进行预热,使其达到预定的温度,从而保证其黏度数值保持稳定。根据JJF1059规定,选择两种国家二级以上有证标准液,分别选用两种标准液按以下方法测量流出时间:

1.2.1 指压式黏度计(如涂-4、ISO系列、福特系列)

将黏度计置于专属支架之上,细致调整水平螺丝,确保黏度计上通缘处于水平状态(需要借助水平仪进行检验),并将接收杯置于流出管下方。

使用测温仪测量一种已恒温的黏度标准液温度,当其达到检定要求温度 $\pm 0.1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 之际,将测温仪移入接收烧杯之中,用手指封堵流出管或关闭流出,将标准液沿流出杯内壁倾倒至液体溢出,静置等待气泡逸出后用直边刮板平刮,使液面与流出杯上边缘齐平^[2]。

手指移开流出管,同时启动秒表计时。液体从流出管流出应呈现直线状,在出现第一次断流时停止计时,记录下流出时间。

重新恒温标准液,依照上述方法再次测量一次,记录下流出时间,并计算两次流出时间的平均值。

选择另一种黏度标准液按照上述步骤操作测量流出时间。

1.2.2 量杯式黏度计(如涂-1)

将黏度计放入水浴套内,插入塞棒;向黏度计内倒入已恒温的标准溶液,旋转水平螺钉使液面恰好与刻线相切,紧闭容器盖并插入温度计,静待片刻使标准溶液中的气泡消失。在黏度计漏嘴下方放置一个50mL量杯,确保从黏度计流出的标准溶液紧贴量杯内壁,避免气泡产生。

当标准溶液温度达到检定温度 $\pm 0.1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时,迅速拔出塞棒,同时启动秒表,当量杯内液体达到50mL刻度线时计时终止,记录下流出时间。

重新恒温标准溶液,更换洁净干燥的量杯,依照上述方法再次测量,记录下流出时间,并计算两次流出时间的平均值^[3]。

选择另一种黏度标准液按照上述步骤操作测量流出时间。

1.2.3 黏度计常数的计算:

流出杯式黏度计是测量一定体积的液体在重力作用下从杯中流出所需的时间,这一时间与液体的黏度之间存在着确定的关系,利用有证标准溶液已知黏度值换算成标准溶液理论流出时间,黏度常数为理论流出时间与

测量流出时间之比。

2 数学模型

$$t_{ni} = \frac{v + \sqrt{v^2 + 4ac}}{2a}$$

式中： t_{ni} ——标准液的流出时间计算值，s；
 v ——标准黏度液在检定温度下的运动粘度值 mm^2/s ；
 a, c ——换算系数

$$K_i = \frac{t_{ni}}{t_i}$$

式中： K_i ——用第*i*种黏度液测量的修正系数；
 t_{ni} ——第*i*种黏度液计算的标准流出时间，s；
 t_i ——用第*i*种黏度液测量的平均流出时间，s。

3 输入量的标准不确定度

在流出杯黏度计检定/校准中，测量不确定度的来源有：

3.1 测量方法的不确定度；

3.2 计量标准器(标准黏度液)的不确定度分量

包括：①标准黏度液标准值的不确定度；②标准黏度液不稳定性引入的不确定度；③温度效应引发的不确定度（如恒温水浴槽温度波动所带来的标准液数值的微小变动所引发的不确定度，测温仪器测量误差所诱发的标准液数值的微小变动所引发的不确定度，以及标准黏度液随温度变化所导致的标准黏度液数值的微小变动所引发的不确定度）。

3.3 流出时间的不确定度分量

包括：①测量重复性引入的不确定度；②计时器误差引入的不确定度；③黏度计安装倾斜引入的不确定度；④装液不准引入的不确定度；⑤黏度液残留引入的不确定度。由于使用标准黏度液直接检定的方法开展校准工作，可以省去对测量方法不确定度的考量。由此可见，检定/校准结果的不确定度主要来源于标准黏度液黏度以及流出时间的不确定性^[4]。

4 标准不确定度分量（以流出管内径为 6mm 的粘度杯为例）

4.1 计量标准器(标准黏度液)引入的不确定度分量 $u_t(v)$

4.1.1 标准黏度液引入的不确定度 $u_{1\text{rel}}$

(1) 标准黏度液1引入的不确定度分量 $u_{(v1)\text{rel}}$

标准黏度液的不确定度由标准黏度液证书上给出，属于B类评定，置信因子 $k=2$ ，因此：

$$u_{(v1)\text{rel}} = 0.27\%/2 = 0.135\%$$

(2) 标准黏度液2引入的不确定度分量 $u_{(v2)\text{rel}}$

标准黏度液的不确定度由标准黏度液证书上给出，属于B类评定，置信因子 $k=2$ ，因此：

$$u_{(v2)\text{rel}} = 0.33\%/2 = 0.165\%$$

两次测量结果平均值的不确定度分量取两种标准黏度液标准不确定度的方差根

$$u_{1\text{rel}} = \frac{\sqrt{(0.135\%)^2 + (0.165\%)^2}}{2} = 0.151\%$$

4.1.2 标准黏度液不稳定引起的不确定度分量 $U_{2\text{rel}}$

标准黏度液有效期内，粘度变化率0.2%/24个月，按均匀分布考虑，取 $k=\sqrt{3}$ 粘度变化引入的不确定度分量为

$$U_{2\text{rel}} = 0.2\%/\sqrt{3} = 0.116\%$$

4.1.3 温度效应所产生的不确定度分量 $u_{3\text{rel}}$ ：

(1) 恒温槽温度波动导致测温仪读数时间差所引入的不确定度 $u_{31}(v)$

根据中国计量科学研究所提供的资料显示，恒温水槽的温度波动幅度最高为 $\pm 0.01^\circ\text{C}$ 。此外，标准黏度液的黏温变换率约为0.03%-0.04%（温度波动在 $\pm 0.01^\circ\text{C}$ 之间）。因此，我们取其较高值0.04%（温度波动 $\pm 0.01^\circ\text{C}$ ），并按照均匀分布的原则进行计算^[5]。

则： $u(v_1) = 0.04\%/\sqrt{3} = 0.023\%$ $u(v_2) = 0.04\%/\sqrt{3} = 0.023\%$

$$u_{31} = \sqrt{\frac{0.023\%^2 + 0.023\%^2}{2}} = 0.023\%$$

(2) 数字温度计20℃时测量结果的扩展不确定度 $U = 0.005^\circ\text{C}$ ($k=2$)，数字温度计引入的不确定度分量为

$$u(v_1) = 0.005 \times 0.04\%/0.02 = 0.01\%$$

$$u(v_2) = 0.005 \times 0.04\%/0.02 = 0.01\%$$

$$u_{32} = \sqrt{\frac{0.01\%^2 + 0.01\%^2}{2}} = 0.01\%$$

(3) 标准黏度液随温度变化引入的不确定度

标准黏度液主要材质为甲基硅油，经过试验验证在温度波动范围在 $\pm 1^\circ\text{C}$ 时，标准液的运动黏度变化幅度达到 $\pm 3\%$ ，大约呈线性变化趋势；而当温度波动范围在 $\pm 0.1^\circ\text{C}$ 时，标准液的运动黏度变动为 $\pm 0.3\%$ 。

$$U_{(v1)\text{rel}} = U_{(v2)\text{rel}} = 0.3\%/\sqrt{3} = 0.173\%$$

$$U_{33} = \sqrt{\frac{0.173\%^2 + 0.173\%^2}{2}} = 0.173\%$$

上述不确定度分量互不相关，则因温度效应所引入的不确定度分量 $u_{3\text{rel}}$

$$u_{3\text{rel}} = \sqrt{U_{31}^2 + U_{32}^2 + U_{33}^2} = \sqrt{0.023\%^2 + 0.01\%^2 + 0.173\%^2} = 0.175\%$$

以上各分量彼此独立不相关，因此计量标准器(标准黏度液)引入的不确定度分量 $u_t(v)$ 为：

$$u_t(v) = \sqrt{u_{1\text{rel}}^2 + u_{2\text{rel}}^2 + u_{3\text{rel}}^2} = \sqrt{0.151^2 + 0.116^2 + 0.175^2} = 0.259\%$$

4.2 流出时间引入的不确定度分量 $u_t(t)$

4.2.1 重复性测量引入的标准不确定度分量 u_{1rel}

两种标准黏度液用于校正该黏度计的常数值。每种黏度液皆在同等条件下进行重复测量两次。测量结果详见表格如下：

第一次测量： $v_1 = 208.07 \text{ mm}^2/\text{s}$

表1 第一次测量结果

测量次数	1	2	平均值s	极差s	重复性%	常数K mm^2/s^2
测量值 (s)	30.59	30.13	30.36	0.46	1.52	1.038

根据JJF1059规定, 测量次数较少时用极差法, 查表得 $C = 1.13 (n = 2)$, 得标准不确定度:

$$u_1(t) = s(\bar{t}) = \frac{R/\bar{t}}{C\sqrt{n}} = \frac{(30.59 - 30.13)/30.36}{1.13 \times \sqrt{2}} \times 100\% = 0.948\%$$

第二次测量： $v = 548.94 \text{ mm}^2/\text{s}$

表2 第二次测量结果

测量次数	1	2	平均值s	极差s	重复性%	常数K mm^2/s^2
测量值 (s)	78.46	78.83	78.64	0.37	0.47	1.034

同样示出： $u_2(t) = 0.294\%$

$$\text{则 } u_{1rel} = \sqrt{\frac{u_1^2(t) + u_2^2(t)}{2}} = \sqrt{\frac{0.948\%^2 + 0.294\%^2}{2}} = 0.702\%$$

4.2.2 计时器误差引入的不确定度 u_{2rel}

秒表的分辨率为 0.01 s , 1小时内最大允许误差为 $\pm 0.10 \text{ s}$, 按均匀分布求得其标准不确定度为： $0.10/\sqrt{3} = 0.058 \text{ s}$, 按照原始记录的数据计算两种标准黏度液的流出时间的标准不确定度分量为:

$$u_1(t) = 0.058/30.36 = 0.191\%, \quad u_2(t) = 0.058/78.64 = 0.074\%$$

$$\text{则 } u_{2rel} = \frac{u_1^2(t) + u_2^2(t)}{2} = \sqrt{\frac{0.191\%^2 + 0.074\%^2}{2}} = 0.145\%$$

4.2.3 黏度计安装倾斜引入的不确定度 u_{3rel}

流出式黏度杯的倾斜, 以及孔径之调整均会引起有效高度的波动, $\Delta\theta$ 为倾斜角度。根据《粘度测量》一文中的解释, 流出式黏度计控制 $\Delta\theta$ 应该在30分钟内维持稳定, 此时的误差将限制在 0.3% 。而这30分钟足以让人肉眼察觉到变化, 因此我们可以按照均匀分布来进行计算:

$$u_{3rel} = u(\theta) = 0.3\%/\sqrt{3} = 0.174\%$$

4.2.4 黏度计孔径改变引入的不确定度 u_{4rel}

在清洁黏度杯时, 可能会有布料及标准黏度液残留在内, 从而改变了黏度杯的孔径。对于流出式黏度杯, 孔径的改变将导致流出口径的变化, 其影响可达 1% , 按照均匀分布进行计算^[6]。

$$u_{4rel} = 1\%/\sqrt{3} = 0.577\%$$

4.2.5 装液不准引入的不确定度

造成装液偏差的原因主要分两大方面, 其一为人员操

作, 由于操作技术的不完善导致所添加的液体有效体积无法精确计量; 其二在于在装液过程中, 若粘度液温度与试验温度存在差异, 那么在试验温度下液体体积会产生相应变化, 进而导致有效液柱高度发生改变。装液偏差将对测量时间带来一定程度的不确定性。在实际的校准工作中, 我们首先将标准粘度液在接近 20°C 的恒温环境下进行预热处理, 确保操作技术的熟练掌握, 装液过程的高效快捷, 由此产生的装液偏差所引入的不确定度可被忽略不计^[7]。

4.2.6 粘度液残留引入的不确定度 u_{5rel}

在进行粘度记校准时, 在流动时间 t 范围内, 粘度杯中的粘着力液体无法实现完全的流出, 由此产生的影响约为 0.2% , 按均匀分布理论计算:

$$U_{5rel} = 0.2\%/\sqrt{3} = 0.115\%$$

以上元素相互独立且无关, 因此由流出时间所引发的不确定度分量 $u_i(t)$ 可表示为:

$$u_i(t) = \sqrt{u_{1rel}^2 + u_{2rel}^2 + u_{3rel}^2 + u_{4rel}^2 + u_{5rel}^2} = \sqrt{0.702^2 + 0.145^2 + 0.174^2 + 0.577^2 + 0.115^2} = 0.944\%$$

5 合成标准不确定度的评定

$$u_c(C) = \sqrt{u_r^2(v) + u_r^2(t)} = \sqrt{0.259\%^2 + 0.944\%^2} = 0.979\%$$

6 扩展不确定度 U_{rel} 的评定

包含因子取 $k = 2$, 则流出杯式粘度计测量结果的扩展不确定度为

$$U_{rel} = k \times u_c(c) = 2.0\%$$

结束语: 针对流出杯式黏度计在测试过程中可能涉及的诸多因素, 通过严谨细致的分析, 我们成功地对流出杯式黏度计的测量不确定度进行了精准的表述, 为相测量提供了更为精确的不确定度参考依据。

参考文献

- [1]JJG1059.1-2012, 测量不确定度评定与表示[S].北京: 中国计量出版社, 2012;
- [2]郭树强.流出杯式粘度计校正系数的测量不确定度评定[J].计量与测试技术, 2013;
- [3]朱佳奇.流出杯式粘度计校正系数不确定度评定分析[J].计量与测试技术, 2015;
- [4]王亚磊, 甘小华.流出杯式黏度计测量值的不确定度评定方法研究[J].计量与测试技术, 2016;
- [5]JJG743-2018, 流出杯式黏度计检定规程[S].北京: 中国计量出版社, 2018;
- [6]张坤, 韩吉庆, 林帅, 李朝阳, 王鹏.流出杯式黏度计不确定度评定及校准能力验证[J].中国计量, 2019;
- [7]JJF1033-2023, 计量标准考核规范[S].北京: 中国质检出版社, 2023;