

## 涂料黏度(涂-4)测量结果的不确定度评定

付平,刘艳琳

(中国兵器工业第59研究所,重庆400039)

**[摘要]** 为了评定涂-4黏度测定结果的分散性,根据JJF 1059-1999《测量不确定度评定与表示》的规定和检测工作经验,通过对检测过程的分析,提出了用涂-4黏度计法进行涂料黏度测量时影响测量结果不确定度的主要因素有:反复测量随机因素产生的不确定度;温度计的示值误差产生的不确定度;秒表的示值误差产生的不确定度;黏度计尺寸偏差产生的不确定度。使用不确定度的A类评定方法和B类评定方法,得出涂-4黏度测量结果的合成、扩展不确定度。

**[关键词]** 涂料;黏度;测量结果;不确定度

**[中图分类号]** TQ630.1

**[文献标识码]** B

**[文章编号]** 1001-3660(2007)04-0089-02

## Uncertainty Evaluation of Measurement Results of Coating Viscosity

FU Ping, LIU Yan-lin

(No. 59 Institute of China Ordnance Industry, Chongqing 400039, China)

**[Abstract]** The decentralization of the measurement results of coating viscosity was evaluated. According to the provision in JJF1059-1999 evaluation and expression of uncertainty and experience, through analysis of measurement process, it was put forward that the main factors influencing the uncertainty of measurement results were temperature display error, time display error, dimension error of viscosity, and error caused by random factors. The synthetic and expanding uncertainty of viscosity measurement results were evaluated by class A and class B methods.

**[Key words]** Coating; Viscosity; Measurement results; Uncertainty

### 1 测量方法

#### 1.1 测量和评定依据

GB1723-1979《涂料粘度测定法》、JJF1059-1999《测量不确定度评定与表示》。

#### 1.2 测量条件

测量时涂料温度为 $(25 \pm 1)^\circ\text{C}$ 。

#### 1.3 测量所用的材料和仪器设备

- 1) 涂-4黏度计,最大允许相对误差0.05。
- 2) 水银温度计,测量范围为 $(0 \sim 50)^\circ\text{C}$ ,分度为 $0.1^\circ\text{C}$ 。
- 3) 秒表,测量范围为 $(0 \sim 900)\text{s}$ ,分度为 $0.1\text{s}$ 。

#### 1.4 被测对象

本方法适用于黏度在150s以下的涂料产品,本次试验以氨基树脂(582-2)为例进行分析。

#### 1.5 测量过程

##### 1.5.1 黏度计的清洁

每次测定之前须用纱布蘸溶剂将黏度计内部擦拭干净,在空气中干燥或用冷风吹干,对光观察黏度计漏嘴应清洁。

##### 1.5.2 试样的准备

将试样搅拌均匀,有结皮和颗粒时,用不少于567孔/ $\text{cm}^2$

的金属筛过滤。本次试验中试样为均质黏液,未过滤。调控试样温度至 $(25 \pm 1)^\circ\text{C}$ 。

##### 1.5.3 黏度的测量<sup>[1]</sup>

将黏度计放在水平台上,调整水平螺丝钉,使黏度计处于水平位置,在黏度计漏嘴下面放置150mL的搪瓷杯,用手堵住漏嘴孔,将调整好温度的试样倒入黏度计至满,用玻璃棒将气泡和多余的试样刮入凹槽,然后松开手指,使试样流出,同时立即启动秒表,当试样流丝中断时停止秒表,试样从黏度计流出的全部时间(s)为试样的条件黏度。

##### 1.5.4 测量结果

测量结果用2次测量值的平均值表示,试验标准要求单次测量值与平均值的误差不得超过3%。

### 2 数学模型<sup>[1]</sup>

所测试样的条件黏度是以试样从黏度计中流出的全部时间来表示的,所以数学模型为:

$$\eta = t$$

上式中: $\eta$ 为条件黏度,s; $t$ 为试样从黏度计流出的全部时间,s。

### 3 不确定度来源

从以上的测量过程、所用仪器设备及数学模型可以看出,影响测量结果的主要因素有:1)反复测量随机因素产生的不确定

**[收稿日期]** 2007-04-16

**[作者简介]** 付平(1964-),女,重庆人,工程师,中专,主要从事有机分析的检测工作。

度;2)温度计的示值误差产生的不确定度;3)秒表的示值误差产生的不确定度;4)黏度计尺寸偏差产生的不确定度。

### 3.1 测量重复性引起的不确定度 $u_1$

以氨基树脂(582-2)为例进行重复测量 10 次,其测量结果见表 1。

表 1 氨基树脂的黏度测量结果  
Table 1 Viscosity measurement results of amidoresin

测量次数	1	2	3	4	5
测量结果/s	118.5	119.0	118.0	117.5	118.0
测量次数	6	7	8	9	10
测量结果/s	118.5	117.0	118.0	118.5	118.0

其平均值为 118.1s, 单次测量残差分别为: +0.4s、+0.9s、-0.1s、-0.6s、-0.1s、+0.4s、-1.1s、-0.1s、-0.4s、-0.1s。

根据贝塞尔公式:

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}}$$

计算出试验偏差  $S = 0.57s$ 。

重复测量的不确定度  $u_1 = \frac{0.57s}{\sqrt{2}} = 0.40s$ , 自由度  $\nu = 1$ 。

测量重复性引起的不确定度也可以根据检测标准规定的单次测量值误差要求用 B 类方法评定。检测标准规定: 单次测量值与平均值的误差不得超过 3%, 即测量的重复性限  $R$  为 3%, 则:

$$r = R \times \bar{\eta} = 3\% \times 118.1s = 3.54s$$

$$S_r = r/2.83 = 1.25s$$

$$u_r = S_r/\sqrt{3} = 0.72s$$

$u_r$  是方法标准规定的由于随机因素产生的不确定度。本中心检测中随机因素产生的单次测量的不确定度为 0.57s, 小于  $u_r$ , 说明中心在涂料黏度测定中能很好地控制随机因素变化。在体现中心检测能力时, 测量重复性引起的不确定度采用中心的实测数据。

### 3.2 水银温度计带入的误差引起的不确定度 $u_2$

根据标准要求, 所选用的温度计为 0~50℃、分度 0.1℃ 的精密温度计。根据规定, 允许极限误差为最小分度的 3 倍, 即 0.3℃, 温度变化 1℃ 引起的黏度变化为 2 次测定平均值的 3%, 按平行测定结果的平均值 118.1s 计算,  $118.1s \times 3\% = 3.54s$ , 0.3℃ 所引起的黏度变化为  $3.54s \times 0.3 = 1.06s$ 。假设其为均匀分布, 取包含因子  $k = \sqrt{3}$ , 其不确定度为:

$$u_2 = \frac{1.06s}{\sqrt{3}} = 0.61s$$

估算其相对不确定度为 10%, 自由度  $\nu = \frac{1}{2} (10\%)^{-2} = 50$ 。

### 3.3 秒表带入的误差引起的不确定度 $u_3$

根据标准要求, 所选用的秒表为 0~900s、分度 0.1s 的 1 级秒表, 根据规定, 允许极限误差为最小分度的 3 倍, 即 0.3s。假设其为均匀分布, 取包含因子  $k = \sqrt{3}$ , 其不确定度为:

$$u_3 = \frac{0.3s}{\sqrt{3}} = 0.17s$$

估算其相对不确定度为 10%, 自由度  $\nu = \frac{1}{2} (10\%)^{-2} = 50$ 。

### 3.4 黏度计引起的不确定度 $u_4$

根据 GB1723-1979《涂料粘度测定法》规定, 涂-4 黏度计漏嘴的孔内径和孔高、黏度计锥体内部的角度和总高度以及黏度计圆锥体内径的误差都会给黏度计容量带来误差, 测量用的黏度计使用前需进行校准, 其方法是利用 5 种以上不同黏度的航空标准油, 在  $(25 \pm 0.2)^\circ\text{C}$  下分别测其在标准黏度计及被校黏度计中流出的时间, 求出两黏度计所得一系列的时间比值  $K_1$ 、 $K_2$ 、 $K_3$ ……, 其算术平均值即为修正系数  $K$ 。K 的合格范围为  $1 \pm 0.05$ , 我们实际选用的黏度计误差为 0.04, 测量结果的误差为:  $118.1s \times 0.04 = 4.72s$ 。

假设其为正态分布, 取包含因子  $k = \sqrt{3}$ , 其不确定度为:

$$u_4 = \frac{4.72s}{\sqrt{3}} = 2.73s$$

估算其相对不确定度为 25%, 自由度  $\nu = \frac{1}{2} (25\%)^{-2} = 8$ 。

在体现检测能力时, 黏度计引起的不确定度采用实际数据。

## 4 合成不确定度<sup>[2]</sup>

影响各不确定度分量的因素互不相关, 则测量结果的合成不确定度为:

$$u_c = \sqrt{0.40^2 + 0.61^2 + 0.17^2 + 2.73^2} = 2.83s$$

合成不确定度的有效自由度为:

$$\nu_{\text{eff}} = \frac{2.83^4}{\frac{0.40^4}{1} + \frac{0.61^4}{50} + \frac{0.17^4}{50} + \frac{2.73^4}{50}} = 55$$

## 5 扩展不确定度<sup>[2]</sup>

根据置信概率  $P = 95\%$ 、有效自由度 55 查  $t$  分布表得  $k_p = t_{95}(55) = 2.01$ ,  $U_{95} = 2.83 \times 2.01 = 5.7s$ 。

## 6 结 语

通过对涂料涂-4 黏度测量不确定度分析, 我们可以看出影响涂料黏度的因素来自 4 方面, 其中对不确定度贡献最大的是测量黏度计本身。所以, 在检测时一定要使用经计量校准合格的黏度计为准确的测量结果提供保障。

[参 考 文 献]

- [1] 任友直, 张秀梅, 张雅娟, 等. 涂料工业用原材料技术标准手册 [M]. 北京: 化学工业出版社, 1992. 244-246
- [2] JJF1059-1999, 测量不确定度评定与表示 [S].