JJF

中华人民共和国国家计量技术规范

**JJF xxxx**—**xxxx**

材料光谱半球发射率测量仪校准规范

Calibration Specification of Material Spectrum Hemispherical Emissometers

（征求意见稿）

××××－××－××发布 ××××—××－××实施

国 家 市 场 监 督 管 理 总 局 发 布

材料光谱半球发射率测量仪校准规范

**JJF xxxx**—**xxxx**

Calibration Specification of Material

Spectrum Hemispherical Emissometers

归 口 单 位：全国光学计量技术委员会

主要起草单位：中国计量科学研究院

山东省计量科学研究院

陕西省计量科学研究院

参加起草单位：上海市计量测试技术研究院

本规范委托全国光学计量技术委员会负责解释。

**本规范主要起草人：**

冯国进 （中国计量科学研究院）

贺书芳 （中国计量科学研究院）

孔 纬 （山东省计量科学研究院）

李 奕 （陕西省计量科学研究院）

参加起草人：

夏 铭 （上海市计量测试技术研究院）

目录

引 言 1

1 范围 2

2 引用文件 2

3 概述 2

4 计量特性 2

5 校准条件 3

5.1环境条件 3

5.2 测量标准及其它设备 3

6 校准项目和校准方法 3

6.1 校准项目 3

6.1.1 基线（100%点）漂移 3

6.1.2 波数示值误差 3

6.1.3 发射率重复性 3

6.1.4 发射率示值误差 3

6.2校准方法 3

6.2.1校准前的检查 3

6.2.2 基线漂移 4

6.2.3 波数示值误差 4

6.2.4 发射率测量重复性和示值误差 4

7 校准结果表达 5

8 复校时间间隔 6

附录A 7

附录B 9

附录C 10

引 言

本规范依据JJF 1071－2010 《国家计量校准规范编写规则》、JJF 1001《通用计量术语及定义》、JJF 1032－2005 《光学辐射计量名词术语及定义》、JJF 1059.1－2012 《测量不确定度评定与表示》共同构成支撑本规范制定工作的基础性系列规范。

本规范为首次发布。

材料光谱半球发射率测量仪校准规范

1 范围

本规范适用于在室温条件下基于基尔霍夫热辐射定律的采用反射法的材料光谱半球发射率测量仪的校准。半球反射比测量仪的校准可参照本规范执行。

2 引用文件

JJF1319 傅立叶变换红外光谱仪校准规范

JJF1750 红外标准滤光器校准规范

JJG 681 色散型红外分光光度计检定规程

凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本规则；凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本规则。

3 概述

材料光谱半球发射率测量仪是测量材料光谱半球发射率的仪器。材料光谱半球发射率测量仪主要用于评估材料吸收，辐射特性。

通常基于基尔霍夫热辐射定律，采用反射法测量材料在室温条件下的半球发射率。材料光谱光谱半球发射率测量仪主要由光源、分光系统、积分球样品室和探测系统四大部分构成。光源发出的光辐射经过分光系统在样品室入射到被测样品表面，探测系统收集来自样品有效信号，经数据处理得到材料的发射率。

常用的材料光谱半球发射率测量仪从实现方法分为傅立叶变换型和光栅分光型两种。

4 计量特性

4.1 基线（100%点）漂移：不超过0.02；

4.2 波数示值误差：针对傅立叶变换型设备，参照JJF1319中5的规定，在大于2000cm-1处不超过5cm-1，在小于2000cm-1处不超过1cm-1。针对光栅分光型设备，参照JJG 681中2.5的规定，波数示值误差在大于2000cm-1处，不超过8cm-1，在小于2000cm-1，不超过4cm-1；

4.3 发射率测量重复性：不超过0.02；

4.4 发射率示值误差：不超过0.04；

注：以上指标不是用于合格性判别，仅供参考。

5 校准条件

5.1环境条件

5.1.1 环境温度：（23±5）℃。

5.1.2 湿度：≤85％RH。

5.1.3 材料光谱半球发射率测量仪应放在平稳的工作台上，电源接地良好。

5.1.4 材料光谱半球发射率测量仪所处环境不得有可能会影响测量结果的机械振动，电磁干扰，高温热源或强光直射。

5.2 测量标准及其它设备

5.2.1聚苯乙烯红外波长标准物质一套，技术指标符合JJF1750中5.1的规定。

5.2.2半球发射率测量标准器一套，包括不同量值的发射率标准器5个，标称值分别为0.1，0.3，0.5，0.7，0.9。在2m ~ 16m（或5000cm-1~600cm-1）范围内任意波长点，标称值为0.1的发射率标准器发射率应均低于0.1，标称值0.30的发射率标准器的发射率量值应均位于0.2~ 0.4之间；标称值0.5的发射率标准器的发射率量值应均位于0.4~ 0.6之间，标称值0.7的发射率标准器的发射率量值应均位于0.6~ 0.8之间；标称值0.9的发射率标准器发射率要求均大于0.9。发射率的不确定度水平最大不得超过3.5%。上述标准器的有效口径均不低于直径50mm，且在2m ~ 16m（或5000cm-1~600cm-1）范围内任意波长点的红外透射比不得超过0.001。

6 校准项目和校准方法

6.1 校准项目

6.1.1 基线（100%点）漂移

6.1.2 波数示值误差

6.1.3 发射率重复性

6.1.4 发射率示值误差

6.2校准方法

6.2.1校准前的检查

校准前，应检查材料光谱半球发射率测量仪的外观，不应有影响仪器校准操作的缺陷。材料光谱半球发射率测量仪外观检查正常后，按照仪器操作使用说明书规定预热。确认材料光谱半球发射率测量仪可正常工作后，方可进行校准。

6.2.2 基线漂移

材料光谱半球发射率测量仪预热稳定后，按照仪器的正常操作步骤，测量标称值为0.9的发射率标准片的发射率，连续测量10分钟，测量10个数据点。依据公式（1）计算相对漂移量。

= ×100% (1)

式中： *ε*max——为10分钟内发射率的最大值；

*ε*min——为10分钟内发射率的最小值。

计算时建议选用所测波段范围的中心波长位置对应的发射率作为计算依据。

6.2.3 波数示值误差

设定仪器光谱分辨率为4.0cm-1，扫描次数为16，在样品位置放入低发射率标准片。采集此时的信号作为本底背景光谱。然后在低发射率标准片前放置聚苯乙烯红外波长标准物质，扫描其光谱。将该光谱与本底背景光谱对应波数点相除，得到聚苯乙烯红外波长标准物质的吸收谱。参照JJF1319-2011中7.1的要求，测量3027cm-1, 2851cm-1, 1601cm-1, 1028cm-1, 907cm-15个主要吸收峰。重复测量3次，然后取平均值，作为波数校准示值。按公式（2）计算波数示值误差。

 (1)

式中：——为吸收峰3 次测量的平均值，cm-1；

——为各吸收峰的波数标准值，cm-1。

6.2.4 发射率测量重复性和示值误差

设定仪器光谱分辨率为4.0cm-1，扫描次数为15，在样品位置放入依次低、中、高发射率标准片。扫描发射率随光谱的变化曲线。重复测量3次。测量重复性建议随波数值等间隔选取5个点，利用公式（2）计算：

 (2)

式中： ——为第*i* 次相位延迟测量值；

** ——对应发射率标准片3次测量结果的平均值；

示值误差，建议随波数值等间隔选取5个点，按公式（3）计算：

 (3)

式中：——为发射率3 次测量结果的平均值；

** ——为发射率标准值。

7 校准结果表达

校准结果应在校准证书上反映。校准证书应至少包含以下信息：

a) 标题，如“校准证书”或“校准报告”；

b) 实验室名称和地址；

c) 进行校准的地点；

d) 证书或报告的唯一性标识(如编号)，每页及总页数的标识；

e) 送校单位的名称和地址；

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和应用有关时，应对抽样程序进行说明；

i) 对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；

1) 校准结果及其测量不确定度的说明；

m) 校准证书或校准报告签发人的签名、职务或等效标识，以及签发日期；

n) 校准结果仅对被校对象有效的声明；

o) 未经实验室书面批准，不得部分复制证书或报告的声明。

8 复校时间间隔

建议材料光谱半球发射率测量仪的校准周期为一年。

由于复校时间间隔的长短是由仪器的使用情况、使用者、仪器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。

附录A

材料光谱半球发射率测量仪校准原始记录推荐格式

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 原始记录编号 |  | 证书编号 |  |
| 仪器名称 |  | 型号/规格 |  |
| 制造厂 |  | 出厂编号 |  |
| 送校单位 |  | 电话 |  |
| 地址 |  | 联系人 |  |
| 校准依据 |  | 受样日期 | 年 月 日 |
| 校准地点 |  | 校准日期 | 年 月 日 |
| 校准使用的器具 |  | 编号 |  |
| 标准器具证书号 |  | 标准器具有效期至 | 年 月 日 |
| 实验室环境条件 | 温度： ℃ 湿度： %RH | | |
| 1. 基线漂移   |  |  |  |  |  |  | | --- | --- | --- | --- | --- | --- | | 时间 | 发射率 | 时间 | 发射率 | 时间 | 发射率 | | 1分钟 |  | 5分钟 |  | 9分钟 |  | | 2分钟 |  | 6分钟 |  | 10分钟 |  | | 3分钟 |  | 7分钟 |  | 最大值 |  | | 4分钟 |  | 8分钟 |  | 最小值 |  |   = 100%=  2.波数示值误差（单位：cm-1）   |  |  |  |  |  |  | | --- | --- | --- | --- | --- | --- | | 标准值 | 测量值(cm-1) | | | 平均值 | 示值误差 | | 第一次 | 第二次 | 第三次 | |  |  |  |  |  |  | |  |  |  |  |  |  | |  |  |  |  |  |  |   3.发射率测量重复性和示值误差   |  |  |  |  |  |  |  |  | | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | | 波数(cm-1) | 标准值 | 测量值 | | | 平均值 | 重复性 | 示值误差  Δ*ε* | | 第一次 | 第二次 | 第三次 | |  |  |  |  |  |  |  |  | |  |  |  |  |  |  |  |  | |  |  |  |  |  |  |  |  | |  |  |  |  |  |  |  |  | |  |  |  |  |  |  |  |  |   发射率校准不确定度：*U*= (*k*=2) | | | |

备注：

校准员： 核验员：

附录B

校准证书内页推荐格式

校 准 结 果

1. 基线漂移（10分钟）：

2.波数示值误差(单位：cm-1)

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 标准值 | 测量值 | 示值误差 |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |

3.发射率测量重复性及示值误差：

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 波数值  (cm-1) | 标准值 | 测量值 | 重复性 | 示值误差  Δ*ε* |
|  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |

发射率校准结果不确定度的描述：*U*() = （*k*=2）

附录C

材料光谱半球发射率测量结果的不确定度评定

本附录对采用光谱半球发射率测量标准器校准材料半球发射率测量仪的测量结果不确定度评定进行实例分析。

C.1 测量方法

按照本校准规范的要求和步骤，用半球发射率测量标准器对材料半球发射率测量仪进行校准，取3次测量结果的平均值作为测量结果。

C.2 数学模型

建立数学模型

 C.1

式中： ——特定波数或波长下的校准值；

——特定波数或波长下测量装置示值；

——特定波数或波长下测量装置示值的修正值。

由于*Δε*一般为常数，即，故测量结果不确定度的来源主要是测量仪器的示值的不确定度。除此之外，还应该考虑波数准确度、测量重复性等要素对测量结果的影响。

C.3 输入量的标准不确定度评定

C.3.1 材料半球发射率测量仪测量重复性引入的标准不确定度评定

测量重复性可以通过连续测量得到的数据，采用A 类方法进行评定。

重复测量发射率值在0.5左右的1 片发射率标准片3次，发射率测量结果分别为0.511，0.524，0.514，极差值为0.013。测量数据经处理得单次测量实验标准差 ：





C.3.2 波数示值误差引入的标准不确定度评定

波数示值误差为1.3cm-1，假设其为均匀分布，且发射率的波数变化率为0.005/cm-1,其引入的标准不确定度为：



C.3.3 发射率标准片的标准不确定度评定

发射率标准片送上级计量部门校准，其标准发射率的合成标准不确定度为0.030( *k*=2),则标准不确定度为：



C.4 合成标准不确定度的评定

由于各标准不确定度分量不相关，故合成标准不确定度为：



C.5 扩展不确定度的评定

取*k*=2。故扩展不确定度为：



C.6 测量不确定度的报告

校准半球发射率测量仪示值误差测量结果的扩展不确定度为：

*U* =0.032（*k* =2）