

JJF (豫)

河南省地方计量技术规范

JJF (豫) XXX-2025

(1100~1500) °C高温炉校准规范

Calibration Specifications for High-Temperature

Furnaces in the Range of (1100~1500) °C

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—XX—XX 实施

河南省市场监督管理 发布

(1100~1500)°C高温炉校准
规范

JJF(豫) XXX—20X5

Calibration Specifications for
High-Temperature Furnaces in the Range of (1100~1500)°C

归口单位：河南省热学与气象计量技术委员会

主要起草单位：

参加起草单位：

本规范委托主要河南省热学与气象计量技术委员会负责解释

本规范主要起草人：

参加起草人：

目 录

引言	(II)
1 范围	(1)
2 引用文件	(1)
3 术语	(1)
4 概述	(1)
5 计量特性	(2)
6 校准条件	(2)
6.1 环境条件	(2)
6.2 负载条件	(2)
6.3 测量标准及其他设备	(2)
7 校准项目和校准方法	(3)
7.1 校准项目	(3)
7.2 校准方法	(3)
7.3 数据处理	(4)
8 校准结果表达	(5)
9 复校时间间隔	(6)
附录 A 高温炉校准记录参考格式	(7)
附录 B 高温炉校准证书内页参考格式	(8)
附录 C 高温炉校准结果不确定度示例	(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》编制。

本规范部分采纳 GB/T 9452—2023《热处理炉有效加热区测定方法》、GB/T 10066.4—2004《电热设备的试验方法第4部分：间接电阻炉》中规定的相关术语定义和技术内容。

本规范为首次发布。

(1100~1500) °C高温炉校准规范校准规范

1 范围

本规范适用于温度范围(1100~1500) °C的各类实验用和工业用高温电阻炉(以下简称高温炉)计量性能的校准。

2 引用文件

JJF 1376-2012 箱式电阻炉校准规范

GB/T 9452—2023 热处理炉有效加热区测定方法

GB/T 10066.4—2004 电热设备的试验方法第4部分：间接电阻炉

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

3.1 工艺规定温度 process temperature

根据工件热处理的目的和材料种类，由热处理工艺规定的加热温度。

3.2 有效加热区 qualified work zone

高温炉经温度检测而确定的满足热处理工艺规定温度及温度均匀性的工作空间。

3.3 温度均匀度 temperature uniformity

高温炉在校准温度下，达到热稳定状态时，有效加热区内各测试点温度相对于设定温度的最大偏差。

3.4 炉温稳定度 furnace temperature stability

高温炉在校准温度下，达到热稳定状态时，中心测温点上测得温度的最大、最小值分别与平均值之差。

4 概述

(1100~1500) °C高温炉是一种重要的工业和实验室设备，主要用于材料烧结、热处理、金属熔炼等。其结构通常包括炉体、加热系统和温控系统。炉体采用耐高温材料制成，如高温耐火砖或陶瓷纤维，具有良好的保温性能。加热系统则由电热丝、硅碳棒或硅钼棒等元件组成，能够高效地将电能转化为热能。温控系统通过PID控制器和热电偶实现精确的温度控制，确保炉内温度的稳定性和均匀性。

高温炉的分类多样，常见的有管式炉和箱式炉。其广泛应用于陶瓷、玻璃、金属加工、电子材料等领域，为材料科学和工业生产提供了重要支持。

5 计量特性

5.1 炉温均匀度

炉温均匀度应满足用户的要求。

5.2 炉温稳定度

炉温稳定度应满足用户的要求。

6 校准条件

6.1 环境条件

温度：15℃~35℃；

相对湿度：不大于85%；

无影响箱式炉正常校准的外磁场、周围无强烈振动、无强烈气流直接吹到炉体上、无高浓度粉尘及腐蚀性物质。

6.2 负载条件

校准是在空载条件下进行的。也可根据用户需要或实际情况在其他负载条件下进行，但应说明负载的情况。

6.3 测量标准及其他设备

6.3.1 测量标准

测量标准技术指标要求见表2。

表2 测量标准技术指标

序号	名称	测量范围	技术要求
1	铂铑10-铂铑热电偶	(1100~1600)℃	II级，最大允许误差： $\pm 0.25\% t$
2	铂铑30-铂铑6热电偶	(1100~1600)℃	II级，最大允许误差： $\pm 0.25\% t$
3	电测仪器	(0~100) mV	电压测量使用量程准确度等级不低于0.01级，分辨力不低于0.1 μ V
4	参考端恒温器	(0 \pm 0.05)℃	恒温器插孔深度相同且不低于150 mm，玻璃管内径约7mm
5	兆欧表	0M Ω ~100M Ω	电压500 V

6	刚玉管	/	氧化铝纯度 $\geq 99\%$
---	-----	---	-------------------

6.3.2 校准时可选用表 2 所列的测量标准,也可以选用不确定度或准确度符合要求的其他测量标准。

6.3.3 测温架

测温架用于固定测量传感器,一般采用耐热合金、不锈钢管(棒)或其他合适的材料制作。测温架材料不应应对热处理炉和测量传感器产生不良影响,在整个测量过程中不发生变形或烧塌。也可不用测温架,采用其他方式将测量传感器固定在相应位置。

测温架可采用焊接、机械连接装配等方式制作,牢固而且应具有一定强度,确保测量传感器的测量端位于规定位置,且在整个测量过程中该位置不发生变化。

测温架形状、结构和尺寸应根据热处理炉种类及检测方法确定。图 1 为典型的测温架示意图。

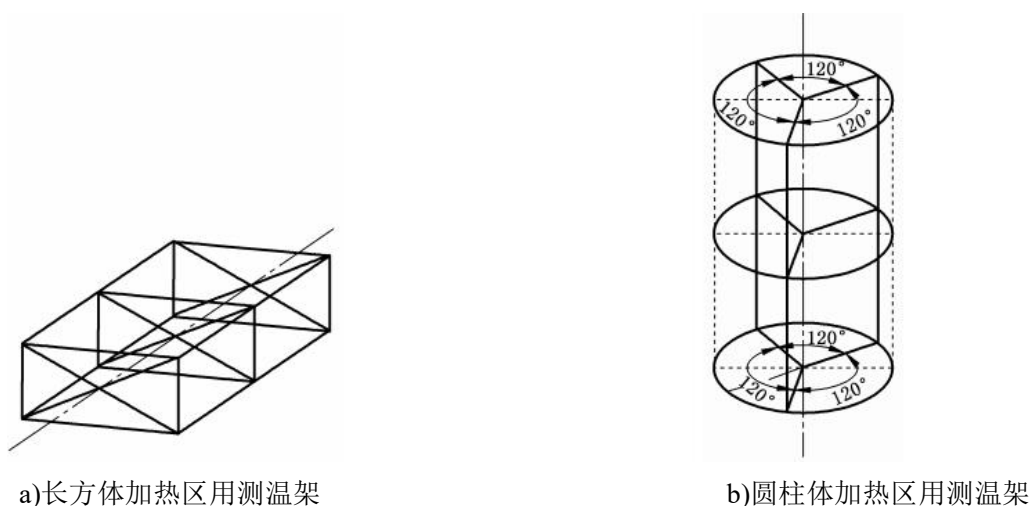


图 1 典型测温架示意图

7 校准项目和校准方法

7.1 校准项目

校准项目包括炉温均匀度和炉温稳定度。

7.2 校准方法

炉温稳定度、炉温波动度可以同时进行校准。

7.2.1 校准前准备

校准前应采用目测法,检查高温炉炉膛内壁,不应有裂缝和明显变形。

对新购置或长期放置未使用的高温炉,必要时应提前进行烘炉处理,处理程序按生产厂家使用说明书进行。

用兆欧表测量检定炉电源输入端对炉外壳的绝缘电阻,应不小于 20 M Ω 。

7.3.2 校准温度点的选择

根据客户要求选择实际的常用温度,也可选择高温炉的最低工作温度和最高工作温度。

7.2.3 测温点的布置

测温点布放位置应根据用户实际工作进行布置。

a) 当有效加热区容积不大于 0.15m^3 时, 测温点的布置 5 个测温点, 将 5 个测温点分别置于有效加热区的几何中心和两端面。

b) 当有效加热区容积大于 0.15 , 且不大于 6.4m^3 时, 测温点的布置 9 个测温点, 将 9 个测温点分别置于有效加热区的几何中心和两端面。

c) 当有效加热区容积大于 6.4m^3 时, 测温点的布置应根据实际情况适当增加。

7.2.4 校准步骤

校准通常在空载状态下进行。校准前将检测热电偶测量端固定在测温架的各个测温点位置上, 做好标记。然后, 将测温架装入炉内, 热电偶参考端引出炉外, 依标记序号分别通过转换开关与电测仪器连接。关闭炉门, 通电升温, 将高温炉的控温仪表按需要设定温度值。

当炉温达到校准温度, 并处于热稳定状态后开始读数。在 30min 内, 每隔 2min 记录各个测温点的温度 1 次, 至少测量 16 次。每一次记录各个测温点的温度应在 1min 内完成。

7.3 数据处理

7.3.1 炉温均匀度

按照 7.2.4 的操作过程, 按式(1)计算, 求得测温仪器在测温区规定的各个测温点上测得的最高、最低实际温度, 按式(2)、式(3)计算, 求得炉温均匀度。

$$t_{pn} = \frac{1}{m} \sum_{i=1}^m t_{ij} + \Delta t_{xj} \quad (1)$$

$$\Delta \theta_+ = t_{p\max} - t_s \quad (2)$$

$$\Delta \theta_- = t_{p\min} - t_s \quad (3)$$

式中:

$\Delta \theta_+$ 、 $\Delta \theta_-$ ——炉温均匀度, $^{\circ}\text{C}$;

t_{pn} ——测温仪器测得各个测温点的实际温度, $^{\circ}\text{C}$;

m ——测量次数;

t_{ij} ——第 j 个测温点的瞬时温度值, $^{\circ}\text{C}$;

Δt_{xj} ——温度校准装置第 j 个测温点的修正值, $^{\circ}\text{C}$;

$t_{p\max}$ ——式(1)求得的各测温点平均温度的最大值, $^{\circ}\text{C}$

$t_{p\min}$ ——式(1)求得的各测温点平均温度的最小值, $^{\circ}\text{C}$

t_s ——高温炉的设定温度, $^{\circ}\text{C}$ 。

7.4.2 炉温稳定度

按照 7.2.4 的操作过程, 得到中心点上温度的最大、最小值和平均值, 按式(4)、式(5)计算, 求炉温稳定度。

$$\delta_+ = t_h - t_o \quad (4)$$

$$\delta_- = t_l - t_o \quad (5)$$

式中:

δ_+ 、 δ_- ——炉温均匀度, °C;

t_h ——中心点测得的温度最大值, °C;

t_l ——中心点测得的温度最小值, °C;

t_o ——中心点温度读数的算术平均值, °C。

8 校准结果表达

经校准的冻干机出具校准证书, 校准证书至少应包括以下信息:

- a) 标题“校准证书”;
- b) 实验室名称和地址;
- c) 进行校准的地点(如果与实验室的地址不同);
- d) 证书的唯一性标识(如编号), 每页及总页数的标识;
- e) 客户的名称和地址;
- 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相关时, 应说明被校对象的接收日期;
- h) 如果与校准结果的有效性应用有关时, 应对被校样品的抽样程序进行说明;
- i) 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;
- l) 校准结果及其测量不确定度的说明;
- m) 对校准规范的偏离的说明;
- n) 校准证书或校准报告签发人的签名、职务或等效标识;
- o) 校准结果仅对被校对象有效性的声明;

p) 实验室仅对加印实验室校准专用章的完整证书负责。未经实验室书面批准，不得部分复制校准证书的声明。

9 复校时间间隔

建议复校间隔时间为一年。由于复校时间间隔的长短是由冻干机的使用情况、使用者、仪器本身质量等因素所决定，因此，用户可根据实际使用情况确定复校时间间隔。

附录 A

(1100~1500) °C 的高温炉校准记录参考格式

表 A.1 校准记录参考格式

申请者名称				申请人			
申请者地址				唯一性标识			
样品来源	<input type="checkbox"/> 送样 <input type="checkbox"/> 现场			接收日期	年 月 日		
校准日期	年 月 日			核验日期	年 月 日		
校准地点				环境温度 度 °C	相对湿度 %		
校准技术依据							
项 目	名称	型号/ 编号	准确度等 级或最大 允许误差	测量范围	证书 编号	溯源 机构	有效 期至
主标准器及配套 设备信息							
仪器设备使用前记 录	<input type="checkbox"/> 正常 <input type="checkbox"/> 异常			仪器设备使用后记录	<input type="checkbox"/> 正常 <input type="checkbox"/> 异常		
被校设备信息							
仪器名称	型号	编号	制造单位		校准前样品状态	校准后样品状态	
					<input type="checkbox"/> 正常 <input type="checkbox"/> 异常	<input type="checkbox"/> 正常 <input type="checkbox"/> 异常	

设定温度:

测量次数	校准结果								
	1#	2#	3#	4#	5#
1									
2									
...									
15									
16									
平均值									
修正值									
实际温度									
温度均匀度									
温度稳定度									

校准员: _____ 核验员: _____ 校准日期: _____

附录 B

(1100~1500) °C的高温炉校准证书内页参考格式

校 准 结 果

校准温度: °C

校准项目		校准结果/°C	校准结果不确定度 $U(k=2)$ / °C
温度均匀度			
温度稳定度			

附录 C

炉温均匀度校准结果不确定度示例

C.1 被校对象

1400℃高温炉，温度分辨力1℃。

C.2 测量标准

铂铑30-铂铑6热电偶，II级；电测设备，keithley数字万用表，0.01级。

C.3 测量方法

校准前将检测热电偶测量端固定在测温架的各个测温点位置上，做好标记。然后，将测温架装入炉内，热电偶参考端引出炉外，依标记序号分别通过转换开关与电测仪器连接。关闭炉门，通电升温，将高温炉的控温仪表按需要设定温度值。

当炉温达到校准温度，并处于热稳定状态后开始读数。在30min内，每隔2min记录各个测温点的温度1次，至少测量16次。每一次记录各个测温点的温度应在1min内完成。

C.4 测量模型

$$\Delta\theta_+ = t_{p\max} - t_s \quad (\text{C.1})$$

式中：

$t_{p\max}$ ——各测温点平均温度的最大值，℃

t_s ——高温炉的设定温度，℃。

不确定度来源：测量重复性引入的标准不确定度分量，标准器分辨力引入的标准不确定度分量，标准器修正值引入的标准不确定度分量，标准器的稳定性引入的标准不确定度分量。

由于上偏差与下偏差不确定度来源和数值相同，因此本文仅以炉温上偏差为例进行不确定度评定。

C.5 标准不确定度分量

C.5.1 测量重复性引入的标准不确定度分量

C.5.1 测量重复性引入的标准不确定度 u_1

在 1400℃校准点重复测量 10 次，得到的标准方差 $s=0.42^{\circ}\text{C}$

则 $u_1=0.42^{\circ}\text{C}$

C.5.2 标准器分辨力引入的标准不确定度分量 u_2

标准器的分辨力为 0.001mV，则分辨力引入的标准不确定度分量：

$$u_2 = \frac{0.1}{2 \times \sqrt{3}} \approx 0.03 \mu\text{V}, \quad \text{相当于 } 0.03^{\circ}\text{C}$$

测量重复性包含标准器分辨力引入的不确定度，为避免重复计算，取其中较大影响分量 u_1 ，而舍弃 u_2 不确定度分量。

C.5.3 铂铑 30-铂铑 6 热电偶溯源性引入的标准不确定度分量 u_3

标准铂铑 30-铂铑 6 热电偶校准结果不确定度为 $U=2.5^{\circ}\text{C}$ ， $k=2$ 由此引入的标准不确定度分量：

$$u_3 = 2.5/2 = 1.25^{\circ}\text{C}$$

C.5.4 铂铑 30-铂铑 6 热电偶稳定性引入的标准不确定度分量 u_4

标准铂铑 30-铂铑 6 热电偶的年稳定性为 3°C ，按均匀分布，由此引入的标准不确定度分量：

$$u_4(T_{\max}) = 3/\sqrt{3} = 1.73^{\circ}\text{C}$$

C5.5 电测仪表测量误差引入的不确定度 u_5

使用数字多用表吉时利 2700 进行测量，量程(0~100)mV，最大允许误差为 $\pm(37 \times 10^{-6} \times \text{读数} + 9 \times 10^{-6} \times \text{量程})$ ，按均分布考虑，则： $u_5=1.233 \mu\text{V}$ ，相当于 0.11°C 。

C.6 标准不确定度分量汇总表见表 C.2

表 C.2 冻干机搁板温度上偏差标准不确定度分量汇总表

标准不确定度符号	不确定度来源	标准不确定度 ($^{\circ}\text{C}$)
u_1	测量重复性	0.42

u_3	标准铂铑 30-铂铑 6 热电偶溯源性	1.25
u_4	标准铂铑 30-铂铑 6 热电偶稳定性	1.72
u_5	电测仪表测量的影响	0.11

C.7 合成标准不确定度计算

$$u_c = \sqrt{0.42^2 + 1.25^2 + 1.72^2 + 0.11^2} = 2.17 \text{ } ^\circ\text{C}$$

C.8 扩展不确定度计算

取包含因子 $k=2$ ，炉温上偏差扩展不确定度：

$$U = 2 \times 2.17 \approx 4 \text{ } ^\circ\text{C}。$$
