腐蚀试验用高压釜校准规范

编制组

主编单位：西安汉唐分析检测有限公司

征求意见稿

 2021-06-10

 JJF（有色金属）xxxx—xxxx

腐蚀试验用高压釜校准规范

(编制说明)

1. 工作简况
	1. 立项目的

本项目所涉及的腐蚀试验用高压釜校准规范，具有高标准、基础扎实、方法过程严谨可靠等特点，有效满足核工业XX锆铪材腐蚀性能检测所用高压釜有效加热区校准的需求，是保障锆铪材腐蚀性能检测数据准确、可靠性的重要基础。

核工业XX锆铪材腐蚀性能检测时，试验温度的准确性对检测结果具有很大影响，因此高压釜有效加热区校准是腐蚀试验前重要的准备工作。

国内无腐蚀试验用高压釜有效加热区测定方法的检定规程/校准规范。目前高压釜有效加热区测定大多参照GB/T9452-2012热处理炉有效加热区测定方法。腐蚀试验用高压釜有效加热区测定时，高压釜内为高压水或高压水蒸汽，不仅要确认釜内温度是否满足腐蚀试验条件的要求，还要确认釜内压力是否满足腐蚀试验条件的要求，GB/T9452-2012热处理炉有效加热区测定方法不能完全满足检测试验用高压釜有效加热区测定的需求。

本标准制定后，能满足锆铪材腐蚀性能检测所用高压釜有效加热区校准的需求，保障核工业XX铪材腐蚀性能检测的准确性和可靠性具有重要意义。

* 1. 任务来源

为保证和提升我国高压釜腐蚀试验数据的准确性，适应我国有色金属行业的快速发展和满足国内外市场的需要，工业和信息化部以工信厅科函[2020]号文下达了《工业和信息化部办公厅关于印发2020年行业计量技术规范制修订计划的通知》，其计划项目代号为：JJFZ(有色金属)015-2020，计划完成年限为2022年。

* 1. 项目编制组单位简况
		1. 编制组成员单位

本规范的编制组单位为：西安汉唐分析检测有限公司、中国石油集团石油管工程技术研究院、新疆湘润新材料科技有限公司、宝钛集团有限公司、中航金属材料理化检测科技有限公司、青海大学。编制组成员单位均是我国有色金属行业的主要计量及科研研制单位。

* + 1. 主编单位简介
			1. 西安汉唐分析检测有限公司

西安汉唐分析检测有限公司是西北有色金属研究院(集团)控股子公司，属国有企业，主要从事有色产品的检测、可靠性评价、失效分析、质量评估、腐蚀性能及表面测试与表征、规范起草、检测方法的开发、标物的研制、设备的计量校准等。

公司于1985年被陕西省质监局授权为陕西省有色金属产品质量监督检验站。1987年被中国有色金属工业总公司授权为西北质量监督检验中心，先后被国家质检总局确定为钛及钛合金、铜及铜合金管材生产许可证检验工作实施单位；公司通过CNAS、CMA、国防DiLAC等认证认可，是陕西省有色金属材料分析检测与评价中心、陕西省稀有金属材料安全评估和失效分析中心、工业（稀有金属）产品质量和技术评价实验室、陕西省核工业用金属材料检测与评价服务平台挂靠单位。公司是国内最早从事有色金属材料及其产品分析检验检测与评价研究的专业机构之一，技术装备水平国内一流、国际先进，在我省优势产业稀有金属材料领域的检测能力和水平处于领先地位；先后承担了国家、省市多项重大课题，目前已建成国内唯一的核电堆芯材料分析检测平台、多层金属复合材料测试和评价平台、钛及钛合金专业检测平台。

近10年起草有色金属国家/行业规范共80余项、发表论文120余篇、授权专利30余项。先后荣获中国有色金属工业一等奖、二等奖20余次。

本单位积极组织编制组各次工作会议，开展相关的校准，有效组织参编单位多次对规范的各版《征求意见稿》进行认真的讨论和审议，提出大量有益的意见和建议，在编制组中发挥了牵头作用。

* + 1. 成员单位简介
			1. 中国石油集团石油管工程技术研究院

中国石油集团石油管工程技术研究院组建于1981年，坐落于陕西省西安市高新技术开发区，是[中国石油天然气集团有限公司](https://baike.so.com/doc/2131298-2254983.html)直属科研机构。

研究院主营业务涉及石油管工程的科学研究、质量监督和工程技术服务，承担着国家重点研发计划、国家科技重大专项、国家自然科学基金项目，以及中国石油集团、中国石油股份重大专项、应用基础研究和技术开发项目等重大科研任务；是中国国内石油行业在石油管工程技术领域唯一集"科学研究、质量监督、工程技术服务"为一体的综合性技术中心与核心科研机构。

中国石油集团石油管工程技术研究院在编人员中有中国工程院院士(专职)1人，国家及部省级突出贡献专家56人，教授级高工和高级工程师179人；下设10个研究部门。

* + - 1. 新疆湘润新材料科技有限公司

新疆湘润新材料科技有限公司于2016年07月08日成立，主要从事金属材料及制品的生产、销售、技术咨询、技术服务；货物与技术的进出口业务；经过多年专业水平和成熟技术积累，目前在有色金属行业具有很大影响力。

该单位积极参加编制工作，开展相关的验证试验，提供修改意见。

* + - 1. 宝钛集团有限公司

宝钛集团有限公司(简称[宝钛集团](https://baike.so.com/doc/441870-467876.html))，是宝鸡有色金属加工厂(原902厂)为建立现代企业制度、理顺国有资产管理关系而整体改制成立，由陕西有色金属控股集团有限公司控股的大型企业集团，是中国最大的以钛及钛合金为主的专业化稀有金属生产、科研基地。

历经40年的发展，宝钛集团已成为拥有宝鸡钛业股份有限公司、国核宝钛锆业股份公司、南京宝色股份公司等7个控股公司、3个参股公司、6个全资子公司及5个直接经营单位的国有集团公司，建成了拥有世界一流检测装备的大型材料检测中心。宝钛集团有限公司现有职工7500余人，其中，突出贡献专家2人，成绩优异工程师38人(18人享受政府专家津贴)，高级专业技术人员562人，工商管理、金属材料、机电工程硕士研究生100多人，省市拔尖人才6人，大专以上学历人数占职工总人数50%以上，拥有国内一流的钛及钛合金加工的专家队伍和高素质的员工队伍。产品广泛应用于航天、航空、化工、石油、化学、电力、冶金、医药以及海洋工程、地热工程、制冷工业、体育、旅游等领域，远销美国、日本、德国、法国、英国、挪威、瑞典、新加坡、意大利、印度、台湾和香港等十几个国家及地区。宝钛集团分别通过ISO9001、法国宇航公司、美国波音公司、英国罗-罗公司等国外公司质量体系、工艺技术及部分产品的认证。

宝钛集团先后为中国的材料制备和尖端科技承担了8000多项新材料的试制生产任务，取得科技成果600多项。其中，获得省部级科技成果145项，目前已获授权专利19项，包括发明13项，实用新型6项。我国第一颗氢弹的爆炸成功，第一艘核潜艇的胜利下水，第一颗软着陆卫星顺利返回地面，首次向太平洋海域成功发射运载火箭，首次成功发射神舟号宇宙飞船，都使用了宝钛集团提供的关键性稀有金属材料，为中国的国防建设和尖端科技发展做出巨大的贡献。

该单位积极参加编制工作，开展相关的验证试验，提供修改意见。

* + - 1. 中航金属材料理化检测科技有限公司

中航金属材料理化检测科技有限公司于2012年05月18日在西安市工商行政管理局经开分局注册成立，注册资本为5000 万，主要从事金属材料（含锻铸件）理化检测分析和无损检测服务；几何量测量、温度测量和工业加热炉的温场测试服务（许可项目除外）；理化检测技术转让；系统内人员培训；锻铸件加工及技术咨询；金属材料（含锻铸件）、理化检测设备的销售等。

该单位积极参加编制工作，开展相关的验证试验，提供修改意见。

* + - 1. 青海大学

青海大学现有世界一流建设学科1个、国内一流建设学科2个、省内一流建设学科1个；国家二级重点学科1个、国家重点（培育）学科1个；省级一级重点学科12个，省级二级重点学科5个；有一级学科博士学位授权点1个，二级学科博士学位授权点2个，一级学科硕士学位授权点17个，交叉学科硕士学位授权点1个，二级学科硕士学位授权点共计85个；有硕士专业学位授权类别9个，共计50个专业领域；有博士后科研流动站1个；拥有本科专业67个、国家级特色专业建设点6个、国家级教学团队4个、国家级人才培养模式创新实验区1个、国家级实验教学示范中心1个、国家级精品双语示范课程1门、国家级精品视频公开课3门、国家级一流课程7门、国家级一流专业5个、国家级卓越计划项目9项、国家级大学生校外实践教育基地1个、国家级专业综合改革项目1项；有国家重点实验室1个、国家重点实验室分室3个、国家地方联合工程实验室（研究中心）3个、教育部重点实验室3个、教育部工程研究中心2个（其中培育中心1个）、教育部野外科学观测研究站1个、农业部实验室（中心）5个、国家林业局重点实验室1个、国育华渔VR世界实验室1个。省级高校重点实验室18个、省级科技重点实验室23个（其中分室1个）；国家大学科技园1个、国家级新农村发展研究院1个。

该单位积极参加编制工作，开展相关的验证试验，提供修改意见。

* 1. 主要工作过程
		1. 任务落实会

2020年9月21-22日，有色金属行业计量技术委员会工作会在北京召开，此次会议有色金属行业10余家企事业单位17名代表参加，在会议上对《腐蚀试验用高压釜校准规范》等 5项有色金属行业计量技术规范进行了讨论，进行了本规程的任务落实，会上确定了中国石油集团石油管工程技术研究院、新疆湘润新材料科技有限公司、宝钛集团有限公司、中航金属材料理化检测科技有限公司、青海大学参与本规程的制定工作。

* + 1. 前期准备工作

2021年1月~5月，搜集高压釜相关技术资料、检测/校准方法等，研究高压釜校准方法、设计并制作高压釜校准装置，制定高压釜校准方案，并进行前期基础性实验，验证试验方法可行性，确定高压釜技术要求、校准项目、校准方法等，形成《讨论稿》。

* + 1. 征求意见稿

2021年06月01日，根据试验结果情况和讨论会上行业专家所提意见编制完成了征求意见稿，并发往5家相关单位征求意见。收到单位回函的5家，未回函0家。2021年06月~07月，邀请中国石油集团石油管工程技术研究院、新疆湘润新材料科技有限公司、宝钛集团有限公司、中航金属材料理化检测科技有限公司、青海大学等机构，依据JJF(有色金属) xxx-xxxx《腐蚀试验用高压釜校准规范》校准方法对腐蚀试验用高压釜进行校准，根据试验结果编制了论证报告。

* + 1. 编制《送审稿》

编制组根据《征求意见稿》的回函意见、工作组会议精神和本规范的试验验证情况，于2021年11月编制出本规范的《送审稿》。

* + 1. 编制《报批稿》

2021年12月8日~12月10日，在云南省昆明市召开有色金属行业计量技术委员会工作会议，会议审定了《腐蚀试验用高压釜校准规范》等5项有色金属行业计量技术规范项目，会上来自不同单位的29位技术委员会委员、专家对《腐蚀试验用高压釜校准规范》提出了16条整改建议和意见，经过整改后，29位技术委员会委员、专家全部赞成该校准规范，专家委员一致同意将其修改后作为有色金属行业计量校准规范上报。

1. 规程编制原则和确定主要内容
	1. 编制原则
2. 保证有色行业的特殊性和适用性
3. 保证计量规程的规范性
	1. 确定主要内容
	2. 范围

本规范适用于（0～1000）℃整个或部分温度范围使用的高压釜的校准。由于高压釜广泛应用于有色金属行业应用，属于行业特色设备，国内外缺少本设备的校准规程，因此本规范对高压釜的计量特性进行了校准。本校准规范规定了高压釜的计量性能要求、通用技术要求、校准条件、校准项目和校准方法、校准结果表达及复校时间间隔。

* 1. 引用文件

本规范引用了下列文件：

JJF 1184 热电偶检定炉温度场测试技术规范

GB/T 9452 热处理炉有效加热区测定方法

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。

* 1. 概述

高压釜是以电能为能源，在某一规定的时间内，电流通过加热元件产生热量，其传热方式为辐射、传导、对流等。高压釜炉体一般为井式炉，由加热元件、炉衬、炉壳等组成。高压釜与校准装置装配方式如图1所示。

1. 

图1. 高压釜与校准装置装配简图

1-高压釜本体；2-高压釜腔体；3-测温管；4-紧固夹板；

5-高压釜釜盖；6-压力表；7-防爆阀；8-放气阀；11-13测温孔；

4 计量特性

4.1温度均匀性

高压釜有效加热区温度均匀性应满足GB/T 9452中I类炉要求，即±3℃。

4.2控温仪表

高压釜控温仪表准确度级别应满足GB/T 9452中I类炉要求，即0.1级。

4.3轴向温度场

轴向温度场参考JJF 1184中廉金属偶检定炉技术要求，即有效工作区域内，相邻两横截面上同一轴线上任意两点温差绝对值不大于1℃，

4.4径向温度场

径向温度场参考JJF 1184中廉金属偶检定炉技术要求，即径向半径不小于20mm范围内，同一截面任意两点的温差绝对值不大于1℃。

4.5有效加热区

径向半径不小于20mm，轴向长度不小于50mm。

4.6压力表

高压釜压力表准确度等级应优于2.5级。

4.7压力示值误差

高压釜压力最大允许误差应满足±1.4 MPa。

注：以上指标要求不作为合格性判定依据，仅供参考。

5校准条件

5.1 环境条件

校准试验应在23℃±5℃，相对湿度≤85%的条件下进行，校准过程中无影响高压釜正常校准的外磁场、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。

如果校准用仪器设备规定了正常使用的环境温度，应符合其规定。

5.2 测量标准

测量标准器及技术指标见表1。

表1 测量标准器及技术指标

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 序号 | 测量标准器名称 | 测量范围 | 技术要求 |
| 1 | 测温仪器 | （0～1000）℃ | 不低于0.02级 |
| 2 | 热电偶 | （0～1000）℃ | 铂铑10-铂热电偶不低于I级 |
| 3 | 铂电阻 | （-198～600）℃ | 不低于C级 |
| 4 | 数字压力计 | （0～30）MPa | 不低于1.0级 |

注：也可采用满足测量不确定度要求的其它测量设备进行校准。

6校准项目和校准方法

6.1 校准项目

6.1.1 外观及通用要求

高压釜外形结构应完好，标明产品名称、规格型号、制造厂名称、出厂编号的铭牌。无明显的机械损伤，各功能开关、旋钮、按键应动作灵活可靠，不应有影响校准结果的故障，所配温控器的外形结构应完好，控温系统工作正常。

6.1.2 校准项目

校准项目见表2。

表2 校准项目表

|  |  |
| --- | --- |
| 序号 | 校准项目 |
| 1 | 外观及通用要求 |
| 2 | 温度均匀性 |
| 3 | 轴向温度场 |
| 4 | 径向温度场 |
| 5 | 有效加热区 |
| 6 | 压力示值误差 |

6.2 校准方法

6.2.1 外观及通用要求的检查

应采用目测及手动的方法进行校准，校准前，首先应检查高压釜外观，控温仪表、控温系统、加热系统等运行是否正常，在确定无影响计量特性的因素后，再进行校准。

6.2.2温度均匀性的校准

6.2.2.1 校准点选择

根据客户使用要求选择实际的常用的温度，也可以选择推荐的校准温度：335℃、360℃、400℃、500℃。

6.2.2.2校准点数量和位置

基于高压釜在不同介质、不同温度下有效加热区明显不同，采用直插法进行测温时，最小间隔L可以使用30mm，优先推荐使用50mm的间隔进行有效加热区测定，检测点数依据恒温区使用要求确定，检测位置在高压釜高度方向从测温管底部逐渐向上直至高压釜釜盖底部，在径向方向从测温管至高压釜内壁选择合适的位置进行测定，具体见表3所示。

表3 高压釜校准点数量和位置

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 炉膛直径*D* | 轴向*L**L* | 径向 | 传感器数量 |
| ＜50mm | 热电偶1 | / | ≥1支 |
| ≥50mm |  1 23 4*L* 横截面2  横截面1 |  120°等间距 | ≥4支 |

6.2.2.3 校准方法

校准通常在水蒸气和纯水介质下进行，校准温度不同选用的介质也不一样。校准前根据校准点温度选择合适的介质及装载量，加入高压釜炉膛内，然后根据炉膛内径尺寸选择热电偶支数，将校准用的釜盖安装好，将热电偶分别插入测温管底部，做好标记，保证所有热电偶均位于测温管底部，并标记热电偶位置对应序号，将热电偶参考端通过转换开关与测量仪器连接，检查连接无误后，通电升温，将高压釜的控温仪表按需要设定温度值，校准时应以常用的升温速度升温检测，不得降温检测。

通电升温后，应密切注视检测热电偶在检测仪表上的显示值，当高压釜炉温达到校准温度时，并稳定30min后，确定高压釜已经达到热稳定状态，开始进行温度参数校准。对于径向温度场，在10min内，每隔1min测量各检测点温度1次，并记录各点温度值，至少测量10次；轴向温度场测定，将所有热电偶由测温管底部沿着炉膛轴线方向向测温管口方向移动，每次移动30mm或50mm，重复测量径向温度场。

腐蚀试验用高压釜釜内各层测温点上测得的实际温度按照公式（1）计算，各测温点每次测量的实际温度按照公式（2）计算：

$t\_{Pn}=\frac{1}{m}\sum\_{i=1}^{m}t\_{ij}+t\_{xj}$ （1）

$t\_{Pm}=t\_{ij}+t\_{xj}$ （2）

式中：$t\_{Pn}$—测温仪测得各个测温点实际温度，℃；

$t\_{Pm}$—测温仪测得各个测温点第*i*次测量的实际温度，℃；

m—测量次数，次；

$t\_{ij}$—第j个测温点的瞬时温度值，℃；

$t\_{xj}$—热电偶在第j个测温点的修正值，℃；

腐蚀试验用高压釜温度均匀性按公式（3）、（4）计算：

$∆θ\_{+}=t\_{pmax}-t\_{p}$ （3）

$∆θ\_{-}=t\_{pmin}-t\_{p}$ （4）

式中：$∆θ\_{+}，∆θ\_{-}$—温度均匀性，℃；

$t\_{pmax}$—式（1）求得各层测温点实际温度的最大值，℃；

$ t\_{pmin}$—式（1）求得各层测温点实际温度的最小值，℃；

$ t\_{p}$—高压釜设定的校准温度，℃。

6.2.3轴向温度场的校准

按照6.2.2.3校准方法进行校准，按式（2）计算实际温度，求得各热电偶在不同横截面上相邻两个测温点m次测量中实际温度的最大差值，按式（5）求得轴向温度场。

$∆\_{轴向}=max⁡\{t\_{k\left（n+1\right）}-t\_{kn}\}$ （5）

式中：

$∆\_{轴向}$—热电偶*k*在横截面n和横截面n+1上m次测量的实际温度最大差值，℃；

$t\_{k\left（n+1\right）}$—热电偶*k*在横截面n+1上m次测量的最高实际温度或最低实际温度，℃；

$t\_{kn}$—热电偶*k*在横截面n上m次测量的最高实际温度或最低实际温度，℃。

*k*—热电偶编号，*k*=1，2，3，4……。

6.2.4径向温度场的校准

按照6.2.2.3校准方法进行校准，按式（2）计算实际温度，同一截面沿着半径方向上任意两个测温点m次测量中实际温度的最大差值，按式（6）求得径向温度场。

$∆\_{径向}=max⁡\{t\_{(k+1)n}-t\_{kn}\}$ （6）

式中：

$∆\_{径向}$—热电偶k和热电偶k+1在横截面n上m次测量的实际温度最大差值，℃；

$t\_{(k+1)n}$—热电偶k+1在横截面n上m次测量的最高实际温度或最低实际温度，℃；

$t\_{kn}$—热电偶k在横截面n上m次测量的最高实际温度或最低实际温度，℃。

6.2.5有效加热区

通过上述方法校准，假定有效加热区各检测点的温度均在腐蚀试验条件规定的温度均匀性范围内，即温度均匀性满足技术要求，则该空间为相对于此试验条件下的有效加热区。

6.2.6压力示值误差

温度校准前，先将数字压力计与被检高压釜上的压力表串联，保证连接处密封性，对数字压力计与压力表进行清零，开始升温，当压力稳定后开始读数，每隔2min记录一次数字压力计与压力表示值，至少采集30min，按式（7）求得压力示值误差。

$δ=\overbar{P\_{1}}-\overbar{P}$ （7）

式中：

$δ$—压力示值误差，MPa；

$\overbar{P\_{1}}$—压力表测得相应压力的算术平均值，MPa；

$\overbar{P}$—数字压力计测得相应压力的算术平均值，MPa。

7校准结果表达

校准原始记录应包含的内容见附录A。校准结果应记录在校准证书和校准报告上，有测量值的应根据客户要求给出测定不确定度和误差，其中测量不确定度的评定方法按照JJF 1059.1要求执行。

8复校时间间隔

建议高压釜复校时间间隔不超过6个月。由于复校时间间隔的长短由仪器的使用情况、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。

1. 实践检测情况

西安汉唐分析检测有限公司根据本规程对高压釜进行了全计量特性的校准，内容详见校准报告。

1. 规范水平分析

 本规范的制定填补了有色金属行业腐蚀试验用高压釜的校准空白，属于国内首创，水平达到国内领先。

1. 与现行相关法律、法规、规章及相关规范，特别是规程的协调性

本规范所引用的规程及规范均为我国现行有效的计量规程及规范，是本规范的一部分，引用这些规程及规范后，使本规范的要求与现行的相关法律、法规、规章及相关规程规范的关系不矛盾、不冲突，其相互关系非常协调。

1. 规范中涉及的专利或知识产权说明

本规范使用的测量标准“高压釜校准装置”属于主编单位自行设计产品，涉及专利和知识产权。

1. 重大分歧意见的处理经过和依据

（无）

1. 贯彻规范的要求和措施建议

本规范发布后，中国有色金属行业协会和有色金属行业计量技术委员会应加强本规范的宣传力度，促进高压釜生产厂家按照设备使用情况合理选用校准规程，以促进我国企业的技术进步和产品质量上档次，提高我国产品在国际国内市场的竞争能力。

1. 废止现行有关规程的建议

（无）。

1. 产业化情况、推广应用论证和预期达到的经济效果

腐蚀试验用高压釜校准规范的缺乏，已经无法满足日益增长的应用需求，本规范的制定，具有极大的经济效益和社会效益，市场发展和政府急需程度非常高。