管式电阻炉校准规范

编制组

主编单位：西安汉唐分析检测有限公司

报批稿

 2021-XX-XX

 JJF（有色金属）xxxx—xxxx

管式电阻炉校准规范

(编制说明)

1. 工作简况
	1. 立项目的

管式电阻炉具有升温快、炉温均匀、保温效果好、控温准确、操作简单、超温保护等功能，近年来广泛应用于化学分析、物理测定及热电偶检定等领域。基于其应用的广泛性，也对其计量提出了更高的要求。目前现有的规程/规范对管式电阻炉的计量没有作出明确规定，只能参照相关的技术标准/规范，导致计量结果差异化、技术参数计量不全面、计量的均温区和实际使用的不一致、量值溯源无法保证等问题，严重影响实验结果和产品质量。所提出的管式电阻炉校准规范旨在规范校准方法、明确校准技术参数、保证量值溯源。目前，各省市计量技术研究院对管式电阻炉的校准工作未开展，或存在不合理不统一的操作。所提出的校准规范望能开展对管式电阻炉的校准及分级系统的校准等工作，促进管式电阻炉在科研院所及工业产品中更合理更准确的应用。

* 1. 任务来源

为保证和提升我国管式电阻炉数据的准确性，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[2019]142号文下达了《工业和信息化部办公厅关于印发2019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)004-2019，计划完成年限为2021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、陕西斯瑞新材料股份有限公司、中国石油集团石油管工程技术研究院、中铁十七局集团第二工程有限公司、南京宝色股份公司、西部钛业有限责任公司、陕西三队地矿实验测试有限公司。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. 陕西斯瑞新材料股份有限公司

陕西斯瑞新材料股份有限公司专注于中高压电接触材料（铜铬电真空触头材料-获得国家工信部公布的单项冠军产品，铜钨系列触头材料及复合触头材料）、高性能金属铬粉、医疗影像零组件、高强高导铜合金等高性能铜合金材料及制品及其它特殊铜合金材料的研发和制造。

* + - 1. 中国石油集团石油管工程技术研究院

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。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。

* + - 1. 中铁十七局集团第二工程有限公司

中铁十七局集团第二工程有限公司是中国铁建股份有限公司的大型建筑施工企业，前身为铁道兵第七师三十二团，组建于1952年，公司经过多次改制现已发展成为施工范围涉及铁路、公路、矿山、水利、房建、地铁、市政等多领域。

* + - 1. 南京宝色股份公司

南京宝色股份公司是专业从事有色金属及其复合材料设备设计，制造和安装的省级高新技术企业。主控股公司——宝钛集团。宝钛集团位于陕西宝鸡市，主营有色金属加工，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。

* + - 1. 西部钛业有限责任公司

西部钛业有限责任公司是从事钛及钛合金加工材生产的大型高新技术企业，一般经营项目：钛及钛合金材料、不锈钢、有色金属及其合金材料的生产、加工和销售以及技术服务等。

3.3.6 陕西三队地矿实验测试有限公司

陕西三队地矿实验测试有限公司成立于2018-09-27，目前公司的主要经营项目：地质样品检测；矿产品检测；土壤样品检测；土工试验；岩矿鉴定；选矿工艺试验。

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. 前期准备工作

2021年1月~5月，搜集管式电阻炉相关技术资料、检测/校准方法等，研究管式电阻炉校准方法，制定管式电阻炉校准方案，并进行前期基础性实验，验证试验方法可行性，确定管式电阻炉校准规范技术要求、校准项目、校准方法等，形成《讨论稿》。

* + 1. 任务落实会

2021年5月17-18日，有色金属行业计量技术委员会工作会在西安召开，此次会议有色金属行业20余家企事业单位30名代表参加，在会议上对《管式电阻炉校准规范》等5项有色金属行业计量技术规范进行了讨论，进行了本规范的任务落实，会上确定了西安汉唐分析检测有限公司、陕西斯瑞新材料股份有限公司、中国石油集团石油管工程技术研究院、中铁十七局集团第二工程有限公司、南京宝色股份公司、西部钛业有限责任公司、陕西三队地矿实验测试有限公司参与本规范的制定工作。

* + 1. 征求意见稿

2021年6月5日，根据试验结果情况编制完成了征求意见稿，并发往6家相关单位征求意见。收到单位回函的6家。2021年5月~6月，邀请陕西斯瑞新材料股份有限公司、中国石油集团石油管工程技术研究院、中铁十七局集团第二工程有限公司、南京宝色股份公司、西部钛业有限责任公司、陕西三队地矿实验测试有限公司，依据JJF(有色金属)004-xxx《管式电阻炉校准规范》校准方法对管式电阻炉进行校准，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7月20日编制出本规范的《送审稿》。

* + 1. 编制《报批稿》

2021年8月11日～8月12日，在陕西省西安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《管式电阻炉校准规范》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30位技术委员会委员、专家对《管式电阻炉校准规范》提出了6条整改建议和意见，经过整改后，30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. 保证计量规范的规范性
	1. 确定主要内容
	2. 范围
4. 本规范适用于(0～1700)℃的管式电阻炉温度场的校准，对于立式电阻炉可参照本规范执行。本校准规范规定了管式电阻炉的计量性能要求、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。
5. 引用文件

本规范引用了下列文件：

JJF 1376-2012箱式电阻炉校准规范

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 概述

1. 管式电阻炉主要由炉膛、加热元件保温层、外壳等部分组成。原理是热电偶将炉温转变成电压信号后，加在微电脑温度控制调节仪上。调节仪将此信号与程控设定相比较，输出一个可调信号。再用可调信号控制触发器，再有触发器触发调压器，达到调节电炉电压和电炉温度的目的。它是一种为样品提供热源的电加热设备，

4 计量特性

 炉温均匀性和稳定度计量特性符合表1的规定。

 表1 炉温均匀性和炉温稳定度计量特性 单位：℃

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 工作温度 | A级 | B级 | C级 |
| 炉温均匀性 | 炉温稳定度 | 炉温均匀性 | 炉温稳定度 | 炉温均匀性 | 炉温稳定度 |
| 100$\~$300 | $\pm $8 | $\pm $10 | $\pm $4 | $\pm $4 | $\pm $2 | $\pm $1 |
| 300$\~$750 | $\pm $10 | $\pm $7 | $\pm $3 |
| 750$\~$1200 | $\pm $15 | $\pm $10 | $\pm $5 |
| 1200$\~$1700 | $\pm $18 | $\pm $13 | $\pm $8 |
| 注：1.炉温偏差应满足用户的要求； 2. 规定温度小于于100℃时，温度允许偏差和温度梯度应由双方协商确定；3.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≤80%的条件下进行，其他条件应满足所用仪器设备的各项要求。

5.2 测量标准

5.2.1 管式电阻炉的校准，主要通过传感器和测温仪器进行校准，测量不确定度不应大于管式电阻炉最大允许误差的1/3。温度校准装置的计量特性可参考表2。

表2 温度校准装置

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 序号 | 名称 | 测量范围 | 技术要求 |
| 1 | 测温仪器 | （0$\~$1700）℃ | 不低于0.02级 |
| 2 | 传感器 | （0$\~$300）℃ | 热电阻 | C级及以上 |
| 廉金属热电偶 | 不低于1级 |
| （300$\~$1200）℃ | 廉金属热电偶 | 不低于1级 |
| S型工作用贵金属热电偶 | Ⅰ级 |
| 1200℃ 以上 | S型工作用贵金属热电偶 | Ⅰ级 |
| B型工作用贵金属热电偶 | Ⅱ级 |
| 3 | 转换开关 | $$-$$ | 寄生电势不大于1$μV$ |

5.3 定位装置

管式炉的测试定位装置由测试定位管、定位块组成。测试定位管用刚玉管或石英管。定位块由耐火材料压制成型，定位块上的测试孔径应不小于测试定位管的直径。

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

管式电阻炉应标明产品名称、规格型号、制造厂名称、出厂编号的铭牌。管式炉的外形结构应完好，所配温控器的外形结构应完好，说明功能的文字符号、数字和物理量代号等应符合相应的标准，控温系统应工作正常。

6.1.2 校准项目

校准项目见表3。

表3 校准项目表

|  |  |
| --- | --- |
| 序号 | 校准项目 |
| 1 | 外观及通用要求 |
| 2 | 炉温均匀性 |
| 3 | 炉温稳定度 |
| 4 | 炉温偏差 |

6.2 校准方法

6.2.1外观及通用要求的检查

测试前应釆用目测法检查管式炉炉膛内管，不应有裂缝和明显变形。检查管式炉外观，温控仪表、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温度场测试

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。

6.2.2.2 校准方法

用直尺或卷尺测管式炉两端口距离，计算管式炉中心点，在热电偶从工作端起测量出中心点，并用陶瓷铅笔标记“0”点，从此点分别向工作端和参考端每隔L/2 *i* (L是有效加热区轴向长度，*i*为任意整数)做一个标记，标出要求距离。

将定位块装入管式炉内，使其紧贴炉端面，穿好测试定位管，如图1（a）所示。其中一支定位管放至炉膛轴向中心处（称中心测试定位管），如图1（b）中0位置，另外四支测试定位管贴炉壁以90°等间距放置，如图1（b）中1，2，3，4位置（称径向测试定位管）。将四支热电偶分别插入径向测试定位管，将另一支热电偶插入中心测试定位管中，使各测量端均处于- *i*所在横截面，测试定位管进行封堵。

定位块

炉体

测试定位管

1

4

3

2

（a）

（b）

图1 管式炉（卧式）定位装置安装示意图

校准通常在空载状态下进行。将五支热电偶同时在-i~+ i各点移动，当炉温设定在测试温度点，待炉温波动性不超过1℃/min后，处于热稳定状态后开始读数。不小于15s记录温度1次，每个温度点位置至少连续测量10次。测量顺序为- i，…… ， -3，-2，-1，0，1，2，3，……，i。每次记录各个温度点的温度应在1min内完成，将热电偶从一位置移动到另一位置后恒温时间应不小于2min。温度场测试位置示意图如图2所示。

*-i*….. -3 - 2 -1 0 1 2 3 ….. *i*

热电偶

*L*/2 *i*

图2 温度场测试位置示意图

6.3 数据处理

按照6.2.1和6.2.2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、最低实际温度和中心点实际温度，按式（2）、式（3）计算，求得温度均匀性。

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

$ △θ\_{+}$=$t\_{pmax}$-$t\_{p}$ （2）

$ △θ\_{-}$=$t\_{pmin}$-$t\_{p}$ （3）

式中：$△θ\_{+},△θ\_{-}$—炉温均匀性，℃；

$t\_{pm}$—测温仪器测得各个测温点的实际温度（实际温度=测温仪器读书平均值+修正值），℃；

m—测量次数；

$t\_{ij}$—第j个测温点的瞬时温度值，℃；

$t\_{xj}$—温度校准装置第j个测温点的修正值，℃；

$t\_{pmax}$—式（1）求得的各个测温点实际温度的最大值，℃；

$t\_{pmin}$—式（1）求得的各个测温点实际温度的最小值，℃；

$t\_{p}$—式（1）求得的中心（监控）点的实际温度，℃；

经校准取得测温仪器在中心(监控)点上测得温度的最大、最小值和平均值，按式（4）、式（5）计算，求炉温稳定度。

 $δ\_{+}$=$t\_{h}$—$t\_{p}^{'}$ （4）

 $δ\_{-}$=$t\_{i}$—$t\_{p}^{'}$ （5）

式中：$δ\_{+}$、$δ—$炉温稳定度，℃；

$t\_{p}^{'}$—中心(监控)点温度读数的算术平均值，℃；

$t\_{h}$—中心(监控)点测得的大于$t\_{p}^{'}$的最大值，℃；

$t\_{i}$—中心(监控)点测得的大于$t\_{p}^{'}$的最小值，℃；

经校准取得测温仪器在测温区规定的各个测温点上，测得的最高、最低实际温度和标称温度，按式（6）、式（7）计算，求炉温偏差。

 $△t\_{+}$=$t\_{pmax}$—$t\_{b}$ （6）

 $△t\_{-+}$=$t\_{pmin}$—$t\_{b}$ （7）

式中：$△t\_{+}$、$△t\_{-+}$—炉温上、下偏差，℃；

 $t\_{b}$—标称温度，℃。

1. 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

建议复校时间间隔为1年。管式电阻炉使用频繁时应适当缩短周期，在使用过程中管式电阻炉经过修理、更换重要部件的应重新校准。

1. 实践检测情况

西安汉唐分析检测有限公司根据本规范对管式电阻炉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

 本规程的制定填补了有色金属行业用管式电阻炉校准的空白，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“管式电阻炉”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，促进管式电阻炉生产厂家按照设备使用情况合理选用校准规范，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

管式电阻炉校准规范的缺乏，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。