

 **JJF**(有色金属) XXXX─XXXX

××××-××-××发布 ××××-××-××实施

发 布

中华人民共和国工业和信息化部

腐蚀试验用高压釜校准规范

Calibration Specification of Autoclaves for Corrosion Testing

（送审稿）



腐蚀试验用高压釜校准规范

Calibration Specification of Autoclaves for Corrosion Testing

**JJF（有色金属）XXXX—XXXX**

归 口 单 位：中国有色金属工业协会

主要起草单位：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

本规范委托有色金属行业计量技术委员会进行解释

**本规范主要起草人：**

1. 房永强（西安汉唐分析检测有限公司）
2. 余泽利（西安汉唐分析检测有限公司）
3. 白新房（西安汉唐分析检测有限公司）

仝 珂（中国石油集团石油管工程技术研究院）

张亚峰（新疆湘润新材料科技有限公司）

罗 策（宝钛集团有限公司）

张 方（中航金属材料理化检测科技有限公司）

何生成（青海大学）

**目 录**

[引 言 (](#_Toc9228_WPSOffice_Level1)Ⅱ)

[1 范围 (1](#_Toc23837_WPSOffice_Level1))

[2 引用文件 (1](#_Toc7848_WPSOffice_Level1))

[3 概述 (1](#_Toc13054_WPSOffice_Level1))

[4 计量特性 (1](#_Toc19851_WPSOffice_Level1))

[4.1 温度均匀性 (1](#_Toc4073_WPSOffice_Level2))

[4.2 控温仪表 (1](#_Toc2224_WPSOffice_Level2))

[4.3 轴向温度场 (1](#_Toc15588_WPSOffice_Level2))

[4.4 径向温度场 (1](#_Toc27161_WPSOffice_Level2))

[5 校准条件 (2](#_Toc25829_WPSOffice_Level1))

[5.1 环境条件 (2](#_Toc5126_WPSOffice_Level2))

[5.2 测量标准 (2](#_Toc9866_WPSOffice_Level2))

[6 校准项目和校准方法 (3](#_Toc2741_WPSOffice_Level1))

[6.1 校准项目 (3](#_Toc22718_WPSOffice_Level2))

[6.2 校准方法 (3](#_Toc22008_WPSOffice_Level2))

[7 校准结果表达 (5](#_Toc25466_WPSOffice_Level1))

[8 复校时间间隔](#_Toc14803_WPSOffice_Level1) (5)

[附录A 校准原始记录参考格式](#_Toc20191_WPSOffice_Level1) (7)

[附录B 校准证书内页参考格式](#_Toc29371_WPSOffice_Level1) (8)

[附录C 腐蚀试验用高压釜温度均匀性测量结果不确定度评定示例](#_Toc5266_WPSOffice_Level1) (9)

引 言

本规范是以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》和JJF 1059.1-2012《测量不确定度评定与表示》为基础性系列规范进行编写。

本规范主要参考标准是JJF1376-2012 《箱式电阻炉校准规范》、JB/T 6821-1993《实验室高压釜 术语》、GB/T 33690《煤炭液化反应性的高压釜试验方法》、ASTM G2/G2M 《锆,铪及其合金产品在680℉(360℃)的水中或750℉(400℃)的水蒸气中进行腐蚀性测试的标准试验方法》。

 本规范为首次发布。

**腐蚀试验用高压釜校准规范**

1 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。

2 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。

3 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。



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。

1. 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 | 铂铑10-铂热电偶 | （0～1000）℃ | 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 |

1. 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 | 径向 | 传感器数量 |
| ＜50mm | 热电偶1*L**L* | / | ≥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

校准结果应在校准证书上反映。校准证书应至少包括以下信息：

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有关时，应说明被校对象的接收日期；

h) 校准所依据的技术规范的标识，包括名称及代号；

i) 本次校准所用测量标准的溯源性及有效性说明；

j) 校准环境的描述；

k) 校准结果及测量不确定度的说明；

l) 对校准规范的偏离的说明；

m) 校准证书签发人的签名、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，不得部分复制证书的声明。

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。附录A

校准原始记录参考格式

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 原始记录编号 |  | 证书编号 |  |
| 送校单位 |  | 校准依据 |  |
| 被校设备信息 |
| 器具名称 |  | 出厂编号 |  |
| 型号/规格 |  | 设备编号 |  |
| 外观及通用要求检查 |  | 制造厂 |  |
| 控温仪表准确度等级 |  |
| 校准地点 |  | 环境条件 |  ℃ %RH |
| 测量标准信息 |
| 标准器名称 | 标准器型号 | 编号 | 不确定度/ 准确度等级/最大允许误差 | 证书编号 | 有效期至 |
|  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 测量次数 | 横截面1 | 横截面2 | 横截面3 |
| 传感器1 | 传感器2 | 传感器3 | 传感器4 | 传感器1 | 传感器2 | 传感器3 | 传感器4 | 传感器1 | 传感器2 | 传感器3 | 传感器4 |
| 1 |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| 2 |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| ┇ |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| 10 |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| 修正值 |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| 温度均匀性 | $$∆θ\_{+}$$ |  | $$∆θ\_{-}$$ |  |
| 径向温度场 | $$∆\_{径向}$$ |  |
| 轴向温度场 | $$∆\_{轴向}$$ |  |
| 炉膛尺寸 | *Φ*/mm |  | *H*/mm |  |
| 有效加热区尺寸 | *Φ*/mm |  | *H*/mm |  |
| 不确定度*U* | $$∆θ\_{+}$$ |  | $$∆θ\_{-}$$ |  |
| 压力示值误差 |  |  |  |  |
| 压力表示值 |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| 数字压力计示值 |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| 压力表示值平均值 |  | 数字压力计示值平均值 |  |
| 压力示值误差 |  | 不确定度*U*，*k*=2 |  |

校准员： 核验员： 校准日期： 年 月 日

附录B

校准证书内页参考格式

校准证书编号：××××

|  |
| --- |
| **校准数据/结果** |
| 外观检查 |  |
| 序号 | 校准项目 | 校准结果 |
| 1 | 温度均匀性 | $$∆θ\_{+}$$ | ℃ |
| $$∆θ\_{-}$$ | ℃ |
| 2 | 径向温度场 | $$∆\_{径向}$$ | ℃ |
| 3 | 轴向温度场 | $$∆\_{轴向}$$ | ℃ |
| 4 | 有效加热区 | *Φ* mm ×*H* mm |
| 5 | 温度均匀性测量结果扩展不确定度 | $$∆θ\_{+}$$ | *U*= ℃；*k*=2 |
| $$∆θ\_{-}$$ | *U*= ℃；*k*=2 |
| 6 | 压力示值误差 | $$δ$$ |  |
| 7 | 测量结果扩展不确定度 | *U*= MPa；*k*=2 |

……以下空白……

附录C

腐蚀试验用高压釜温度均匀性测量结果不确定度评定示例

C.1 概述

腐蚀试验用高压釜温度均匀性为直接测量，用相应测量器具直接测量，通过公式计算得到测量结果。本附录以腐蚀试验用高压釜温度均匀性为示例，对其进行测量不确定度评定。其他校准项目可参照本附录作类似评定。

C.1.1 测量依据

依据本规范6.2.2。

C.1.2 被测对象

选用腐蚀试验用高压釜为被测对象，校准温度选择400℃。

C.1.3 测量方法及主要设备

按照本校准规范进行校准，测量装置由多通道数据采集器和Pt100铂电阻两部分组成,根据校准温度点选择合适的介质，向高压釜体内加入介质（纯水），然后将校准用的高压釜釜盖安装到高压釜体上，再将Pt100铂电阻插入高压釜测温管内，设定温度，开始升温测量。炉温均匀性是在各层测温点上测得的最高、最低实际温度分别与设定温度之差。

C.2 测量模型及不确定度来源分析

C.2.1 测量模型

被校腐蚀试验用高压釜的测量模型为：

$∆θ\_{+}=t\_{pmax}-t\_{p}$ （C.1）

$∆θ\_{-}=t\_{pmin}-t\_{p}$ （C.2）

式中: $ ∆θ\_{+}$、$∆θ\_{-}$—炉温均匀性，℃；

$t\_{pmax}$—各测量点实际温度的最大值，℃；

$t\_{pmin}$—各测量点实际温度的最小值，℃；

$t\_{p}$—热处理炉设定的温度，℃。

由于输入量各分量彼此之间相互独立不相关，则被校高压釜示值误差的合成标准不确定度为：

*u*c2($∆θ\_{+}$) =$c\_{1}$2*u*2(*tpmax*)＋$c\_{2}$2*u*2(*tp*)

*u*c2($∆θ\_{-}$) =$c\_{3}$2*u*2(*tpmin*)＋$c\_{4}$2*u*2(*tp*)

灵敏度系数:$c\_{1}=\frac{∆θ\_{+}}{∂\_{tpmax}}=$1*，*$c\_{2}=\frac{∆θ\_{+}}{∂\_{tp}}=$*-*1，$c\_{3}=\frac{∆θ\_{-}}{∂\_{tpmin}}=$1*，*$c\_{2}=\frac{∆θ\_{-}}{∂\_{tp}}=$*-*1

C.2.2 测量结果不确定度的主要来源分析

高压釜炉温均匀性测量结果不确定度的主要来源：

（1）被校高压釜的示值测量重复性引入的标准不确定度；

（2）Pt100铂电阻校准结果引入的标准不确定度；

（3）多通道数据采集器引入的标准不确定定分量。

C.3腐蚀试验用高压釜温度均匀性测量结果不确定度的评定

C.3.1测量重复性引入的标准不确定度分量

C.3.1.1温度最高测试点重复测量引入的不确定度$u\_{1}$

在高压釜校准温度为 400℃时，多通道数据采集器在得到最高实际温度测试点记录温度值，共计 10 次， 标准偏差*s*用下式计算。



由于测量结果取10次读数平均值作为测量结果，因此：

$$u\_{1}=\frac{s}{\sqrt{10}}=\frac{0.5}{\sqrt{10}}=0.16℃$$

C.3.1.2温度最低测试点重复测量引入的不确定度$u\_{1}^{'}$

在高压釜校准温度为 400℃时，多通道数据采集器在得到最低实际温度测试点记录温度值，共计 10 次，属A类不确定度分量。



由于测量结果取10次读数平均值作为测量结果，因此：

$$u\_{1}^{'}=\frac{s}{\sqrt{10}}=\frac{0.4}{\sqrt{10}}=0.13℃$$

C.3.2 Pt100铂电阻示值误差引入的不确定度$u\_{2}$

校准证书中可知Pt100铂电阻修正值的扩展不确定度0.06℃(*k*=2)，标准不确定度为：

$$u\_{2}=0.03℃$$

C.3.3多通道数据采集器示值误差引入的不确定度$u\_{3}$

校准证书中可知多通道数据采集器修正值扩展不确定度0.03℃(*k*=2)，标准不确定度为：

$$u\_{3}=0.015℃$$

C.3.4各输入量标准不确定度汇总一览表

表4 各输入量标准不确定度汇总一览表

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 标准不确定度符号 | 不确定度来源 | 标准不确定度 |  |
| $$u\_{1}$$ | 最高实际温度测试点测量重复性 | 0.16℃ | 1 |
| $$u\_{1}^{'}$$ | 最低实际温度测试点测量重复性 | 0.13℃ |
| $$u\_{2}$$ | 铠装热电偶温度修正值 | 0.03℃ | -1 |
| $$u\_{3}$$ | 多通道数据采集器修正值 | 0.015℃ |

C.3.4合成标准不确定度

计被校腐蚀试验用高压釜炉温均匀度(Δθ+)的合成标准不确定度根据以下计算：

$$u\_{c}=\sqrt{u\_{1}^{2}+u\_{2}^{2}+u\_{3}^{2}}=0.163℃$$

被校腐蚀试验用高压釜炉温均匀度(Δθ-)的合成标准不确定度根据以下算：

$$u\_{c}=\sqrt{u^{‘}\_{1}^{2}+u\_{2}^{2}+u\_{3}^{2}}=0.134℃$$

C.3.5扩展不确定度

取包含因子*k*=2，则被校腐蚀试验用高压釜炉温度均匀性的扩展不确定度根据以下计算：

$$U=k×u\_{c}\left(∆\right)$$

400℃校准点炉温均匀度(Δθ+)的扩展不确定度*U*=0.33℃，*k*=2；

400℃校准点炉温均匀度(Δθ-)的扩展不确定度*U*=0.27℃，*k*=2；