材料高温力学性能检测用筒式炉校准规范

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

材料高温力学性能检测用筒式炉校准规范

 (编制说明)

1. 工作简况
	1. 立项目的

材料的高温性能是现代材料发展指标控制的主要组成部分，在我国现阶段工业的薄弱环节，如航空航天、能源和核电等多个工业领域内，都需要材料具备良好的高温性能。

高温力学性能检测用筒式炉是国内外检测材料高温性能通用的加热可控温装置，是获取材料高温下例如高温力学、高温持久、高温蠕变等多种关键数据不可获缺的装置。此类加热炉的性能稳定和可靠性直接影响材料高温测试的准确性，是现代材料工业发展过程中的关键环节。

目前国内高温力学性能试验加热装置普遍采用筒式炉，分为对开式和直通式，评价高温炉质量的两个重要指标是炉温均匀性以及均温带长度。但是尚未颁布此类加热炉相关的校准规范，只能参照其它加热炉来进行，不符合实际情况，在一定程度上影响材料在高温领域内的发展。

通过此规范的制定，将有效规范此类加热炉的校准内容，统一国内校准标准，使得在全国此领域内数据一致，互相可比对，为我国材料在高温领域内发展提供准确、标准的辅助功效。

* 1. 任务来源

为保证和提升我国高温力学性能检测用筒式炉数据的准确性，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、中国有色金属工业西北质量监督检验中心、新疆湘润新材料科技有限公司、陕西地矿第二工程勘察院检验检测公司、陕汽集团商用车有限公司、

西北工业大学、西安凯立新材料股份有限公司、天津航天瑞莱科技有限公司。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. 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是（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；通过互联网销售厨卫设备及用品。）等产品与及服务的提供商，拥有完整、科学的管理与服务体系及的生产设备，服务及产品质量有保障。

* + - 1. 陕西地矿第二工程勘察院检验检测公司

陕西地矿第二工程勘察院检验检测有限公司主要经营水质检验、水质检测、水质监测、土工试验、岩石物理力学性质试验、地质样品检测、矿产品检测、岩矿鉴定、土壤检测、环境空气检测、室内空气检测、噪声检测、建筑材料检测、涉水产品检测、农产品检测、卫生监测、食品与食品安全检测、工作场所职业病危害因素检测、职业卫生检测、公共场所集中空调通风系统卫生检测、抽样。

* + - 1. 陕汽集团商用车有限公司

陕汽集团商用车有限公司（以下简称“陕汽商用车”）是陕西汽车控股集团有限公司核心整车子公司，始建于1958年，总部位于陕西省宝鸡市蔡家坡经济技术开发区，企业的发展承载着党和国家加快建设汽车强国的殷切期盼，得到了党和国家的亲切关怀和大力支持。2020年4月22日，习近平总书记视察陕汽，作出了发展“新模式、新业态、新技术、新产品”的重要指示，开启了企业高质量发展的新篇章。

* + - 1. 西北工业大学

西北工业大学是一所以发展航空、航天、航海（三航）等领域人才培养和科学研究为特色的多科性、研究型、开放式大学，是国家“一流大学”建设高校（A类），隶属于工业和信息化部。学校1960年被国务院确定为全国重点大学，“七五”“八五”均被国务院列为重点建设的全国15所大学之一，1995年首批进入“211工程”，2001年进入“985工程”，是“卓越大学联盟”成员高校，先后获得“全国文明单位”“全国文明校园”“全国毕业生就业典型经验高校”“全国民族团结进步创建活动示范学校”“全国创先争优先进基层党组织”等荣誉称号和表彰奖励。学校在历史上书写了新中国多个“第一”，今天在创建一流大学和一流学科上续写新的辉煌。

* + - 1. 西安凯立新材料股份有限公司

西安凯立新材料股份有限公司是西北有色金属研究院控股的高新技术企业，。于2015年12月15日在全国中小企业股份转让系统挂牌。公司主要从事贵金属催化剂、贵金属化合物、贵金属回收再加工的研究开发、生产和销售，并提供新型环保催化剂、催化材料和催化技术的研发和服务。公司拥有新型贵金属催化剂研发技术国家地方联合工程中心、陕西省贵金属催化剂工程研究中心等多个研发平台。

* + - 1. 天津航天瑞莱科技有限公司

天津航天瑞莱科技有限公司（以下简称“航天瑞莱”）成立于2009年07月，是由中国运载火箭技术研究院及北京强度环境研究所共同出资成立的专业第三方检测机构。遵循市场化、产业化、国际化总体战略思路，航天瑞莱成功将助力航天飞行器研制成功的试验检测技术推向市场，形成了以试验检测服务和装备制造为基础的“服务+产品”的主营业务模式。

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，搜集高温力学性能检测用筒式炉相关技术资料、检测/校准方法等，研究高温力学性能检测用筒式炉校准方法，制定高温力学性能检测用筒式炉校准方案，并进行前期基础性实验，验证试验方法可行性，确定高温力学性能检测用筒式炉技术要求、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《材料高温力学性能检测用筒式炉校准规范》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、

新疆湘润新材料科技有限公司、陕西地矿第二工程勘察院检验检测公司、陕汽集团商用车有限公司、西北工业大学、西安凯立新材料股份有限公司、天津航天瑞莱科技有限公司参与本规范的制定工作。

* + 1. 征求意见稿

2021年6月10日，根据试验结果情况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。2021年5月~6月，邀请新疆湘润新材料科技有限公司、陕西地矿第二工程勘察院检验检测公司、陕汽集团商用车有限公司、西北工业大学、西安凯立新材料股份有限公司等单位，依据JJF(有色金属)004-xxx《材料高温力学性能检测用筒式炉校准规范》校准方法对材料高温力学性能检测用筒式炉进行校准，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《材料高温力学性能检测用筒式炉校准规范》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《材料高温力学性能检测用筒式炉校准规范》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)℃以下金属材料高温力学性能试验用筒式炉的校准。本校准规范规定了非接触式视频引伸计的计量性能要求、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：

GB/T 2039-2009金属材料 单轴拉伸蠕变试验方法

GB/T 228.2-2015金属材料 拉伸试验 第2部分高温拉伸试验

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

高温力学性能试验加热装置普遍采用筒式炉，分为对开式和直通式，主要由炉膛、加热元件保温层、外壳等部分组成。原理是电热丝加热，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。

1. 计量特性

均热带温度偏差及温度梯度计量性能要求如表1。

表1 温度场计量性能要求

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 试验温度T/℃ | 温度偏差/℃ | 温度梯度/℃ |
| T≤600 | 3 | 3 |
| 600＜T≤800 | 4 | 4 |
| 800＜T≤1000 | 5 | 5 |
| 1000＜T≤1100 | 6 | 6 |

1. 注：1：规定温度大于1100℃时，温度允许偏差和温度梯度应由双方协商确定；
2. 2：以上指标要求不作为合格性判定依据，仅供参考。
3. 校准条件

5.1 环境条件

校准试验应在（10～35）℃，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。

* 1. 测量标准

筒式炉是通过传感器和测温仪表进行校准，测量不确定度不应大于筒式炉最大允许误差的1/3。测量标准及其他设备可参考表2。

表2 测量标准及其他设备

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 名称 | 分辨力 | 测量范围 | 标准器 | 技术要求 |
| 传感器 | - | （0$\~$300）℃ | 热电阻 | C级及以上 |
| 廉金属热电偶 | 1级 |
| （300$\~$1200）℃ | 廉金属热电偶 | 1级 |
| S型工作用贵金属热电偶 | Ⅰ级 |
| 1200℃以上 | S型工作用贵金属热电偶 | Ⅰ级 |
| B型工作用贵金属热电偶 | Ⅱ级 |
| 测温仪表 | 至少应为0.5℃ | （0$\~$1700）℃ | - | 等于或优于1℃ |

1. 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

筒式炉的外形结构应完好，标牌内容（名称、规格型号、使用温度范围、制造厂及出厂编号）应齐全，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 | 温度偏差 |
| 3 | 温度梯度 |

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，校准前应检查筒式炉外观，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温度偏差与温度梯度的校准

6.2.2.1 标称温度点的选择

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

6.2.2.2 均温带长度的选择

一般选择1.5倍高温试样长度，也可根据客户要求选择实际使用的均温带长度。

6.2.2.3 校准方法

校准通常在空载状态下进行。当试样标距小于50mm时，应在试样平行长度的两端分别固定一支热电偶；当标距（平行长度）大于或等于50mm时，应至少在试样平行长度的两端及中心位置各固定一支热电偶，分别做好标记，如图1所示。要注意热电偶的测量端与试样表面应保持良好的热接触，并应该屏蔽以避免热源的直接辐射。

上中下

*l*

*l/2*

*d*

图1 热电偶位置图

将测温架装入炉内，热电偶参考端引出炉外，依据标记序号分别通过转换开关和测量仪器连接。关闭炉门，通电升温，将筒式炉的温控表按需要设定温度值。

当炉温设定在测试温度点，待炉温稳定性不超过1℃/min后，处于热稳定状态后开始读数。每2min至少记录一次，每个有效工作区至少记录10组数据。每次记录各个温度点的温度应在1min内完成。

在均热带范围内，热电偶测得的温度梯度ΔT按式（1）计算：

 ΔT=$ T\_{max}$ -$ T\_{min}$ （1）

式中： $ T\_{max}$，$ T\_{min}$—热电偶测得的相应温度的最大值与最小值。

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（2）、（3）和式（4）计算，求炉温偏差。

$ t\_{pm}$=$\frac{1}{m}\sum\_{i=1}^{m}t\_{ij}$+$t\_{xj}$ （2）

$ △t\_{+}$=$t\_{pmax}$—$t\_{b}$ （3）

$ △t\_{-+}$=$t\_{pmin}$—$t\_{b}$ （4）

式中：$△t\_{+}$、$△t\_{-+}$—炉温上、下偏差，℃；

$ 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；

 $t\_{pmax}$-测得值的最大值，℃；

$ t\_{pmin}$—测得值的最小值，℃；

 $t\_{b}$—标称温度，℃。

温度测控系统的温度偏差和温度梯度应符合表1的技术要求。

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) 试验室名称和地址；

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) 未经试验室书面批准，不得部分复制证书的声明。

8 复校时间间隔

建议复校时间间隔为1年。筒式炉使用频繁时应适当缩短周期，在使用过程中筒式炉经过修理、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高温力学性能检测用筒式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高温力学性能检测用筒式炉校准的空白，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“高温力学性能检测用筒式炉”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，促进高温力学性能检测用筒式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

高温力学性能检测用筒式炉校准规范的缺乏，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。