

JJF(有色金属) XXXX─2022

2022-××-××发布 2022-××-××实施

发 布

中华人民共和国工业和信息化部

真空退火炉校准规范

Calibration Specification of Vacuum Annealing Furnace

（报批稿）



真空退火炉校准规范

Calibration Specification of Vacuum Annealing Furnace

JJF（有色金属）XXXX—2022

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

陕西天成航空材料有限公司

陕西有色榆林新材料集团有限责任公司

陕西亿创钛锆检测有限公司

青海大学

国标（北京）检验认证有限公司

西安交通大学

广东省科学院工业分析检测中心

本规范委托有色金属行业计量技术委员会负责解释

本规范主要起草人：

1. 余泽利（西安汉唐分析检测有限公司）
2. 房永强（西安汉唐分析检测有限公司）
3. 王 柯（西安汉唐分析检测有限公司）
4. 杨军红（西安汉唐分析检测有限公司）
5. 孙宝洋（陕西天成航空材料有限公司）

席 洋（陕西有色榆林新材料集团有限责任公司）

严 谨（陕西亿创钛锆检测有限公司）

李 戬（青海大学）

樊志罡（国标（北京）检验认证有限公司）

郭朝维（西安交通大学）

伍超群（广东省科学院工业分析检测中心）

目录

[引 言 （II](#_Toc23721)）

[1 范围 （1](#_Toc30492)）

[2 引用文件 （1](#_Toc17820)）

[3 概述 （1](#_Toc24067)）

[4 计量特性 （2](#_Toc12490)）

[5 校准条件 （2](#_Toc11629)）

[5.1 环境条件 （2](#_Toc15822)）

[5.2 测量标准 （2](#_Toc2624)）

[5.3 辅助设备 （3](#_Toc15070)）

[6 校准项目和校准方法 （3](#_Toc31511)）

[6.1 校准项目 （3](#_Toc18529)）

[6.2 校准方法 （4](#_Toc27153)）

[6.3 数据处理 （6](#_Toc13750)）

[7 校准结果表达 （8](#_Toc13863)）

[8 复校时间间隔 （8](#_Toc17097)）

[附录A](#_Toc27889) [校准原始记录参考格式 （9](#_Toc20605)）

[附录B](#_Toc22647) [校准证书内页参考格式 （10](#_Toc21312)）

[附录C](#_Toc18669) [真空退火炉温度均匀性测量结果不确定度评定示例 （11](#_Toc19179)）

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。

本规范主要参考了JB/T 8195.3《间接电阻炉 ZR系列真空热处理和钎焊炉》、JB/T 8195.4《间接电阻炉 ZC系列真空淬火炉》、GB/T 10066.1《电热和电磁处理装置的试验方法 第1部分：通用部分》、GB/T 10066.4《电热设备的试验方法 第4部分：间接电阻炉》、GB/T 10067.45《电热装置基本技术条件 第45部分：真空淬火炉》、GB/T 10067.47《电热装置基本技术条件 第47部分：真空热处理和钎焊炉》。

本规范为首次发布。

真空退火炉校准规范

1 范围

本规范适用于温度不超过1200℃真空退火炉的校准。

2 引用文件

本规范引用了下列文件：

JJF 1376 箱式电阻炉校准规范

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

真空退火炉是在保护气氛控制下对材料进行连续光亮退火、固溶、退磁及不锈钢淬火处理等，处理后产品表面光洁、不氧化、不脱碳，广泛应用于高温合金钢、磁性材料、有色金属和钛合金等材料的退火。

真空退火炉主要由炉体、保温加热系统、真空系统、工艺气路系统、水冷系统和电气控制系统等组成。热处理常用的真空退火炉结构一般分为卧式炉和立式炉。卧式真空退火炉结构示意图见图1，立式真空退火炉结构示意图见图2。

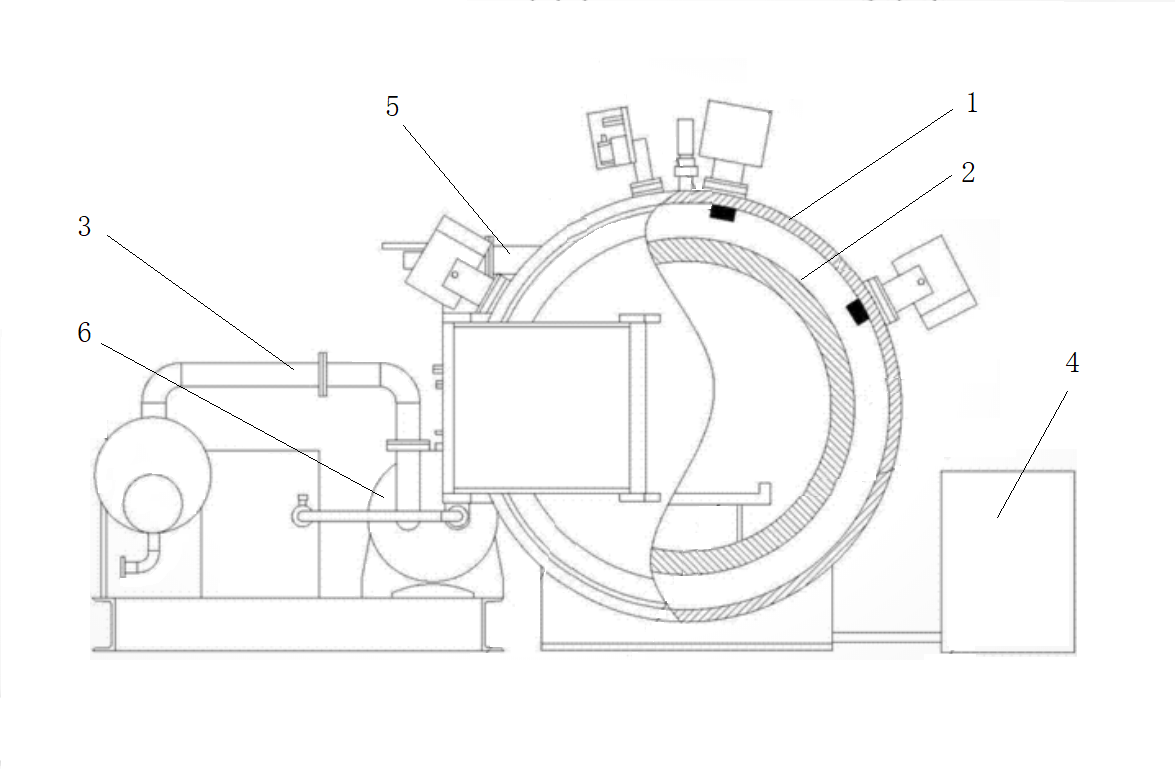


图1 卧式真空退火炉结构示意图

1—炉体主体；2—保温加热系统；3—工艺气路系统；

4—电气控制系统；5—水冷系统；6—真空系统。

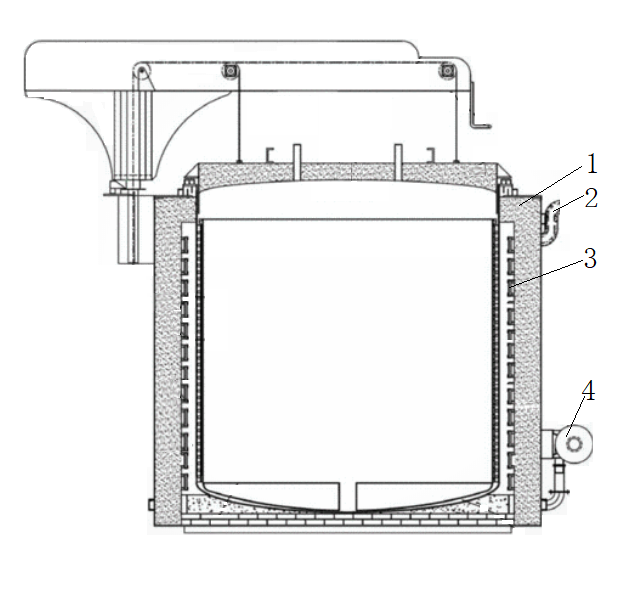


图2 立式真空退火炉结构示意图

1—炉体主体；2—工艺气路系统；3—保温加热系统；4—真空系统。

4 计量特性

真空退火炉的计量特性包括温度均匀性、温度稳定度和温度偏差。其中温度均匀性和温度稳定度计量特性应满足JJF 1376 的规定，具体见表1。温度偏差应与客户协商确定。

表1 真空退火炉温度均匀性和温度稳定度 ℃

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 工作温度*t* | A级 | | B级 | | C级 | |
| 温度均匀性 | 温度稳定度 | 温度均匀性 | 温度稳定度 | 温度均匀性 | 温度稳定度 |
| 300≤*t*≤750 | ±10 | ±10 | ±7 | ±4 | ±4 | ±1 |
| 750＜*t*≤1200 | ±15 | ±10 | ±6 |

1. 注：
2. 1.温度均匀性和温度稳定度也可与客户协商，选择符合要求的参数。
3. 2.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（15～35）℃，相对湿度≤85%的条件下进行。

5.2 测量标准

测量标准见表2。

1. 表2 测量标准

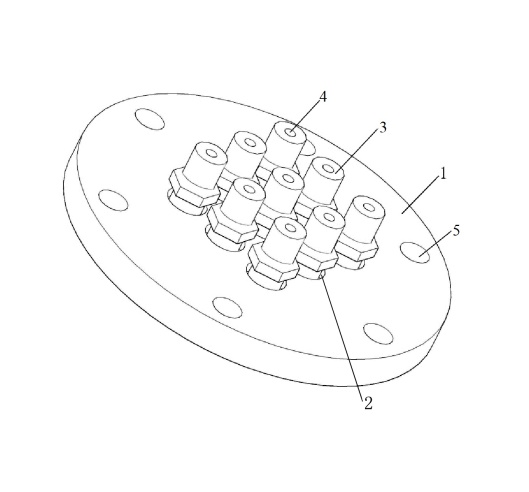
|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 序号 | 名称 | 测量范围 | 技术要求 |
| 1 | 工作用贵金属热电偶 | （0～1200）℃ | 分度号S或R，I级 |
| 2 | 铠装热电偶 | （0～1200）℃ | 分度号K或N，1级 |
| 3 | 多通道数据采集器或多通道温度巡检仪 | （0～1200）℃ | 不低于0.02级，具备修正功能，可修正热电偶示值误差。 |

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。

5.3 辅助设备

5.3.1 测温法兰

测温法兰主要是连接热电偶与真空退火炉的辅助工装（如图3所示），测温法兰上预留了热电偶安装孔，保证测温热电偶顺利穿入真空退火炉内，且能保证真空退火炉的密封性。



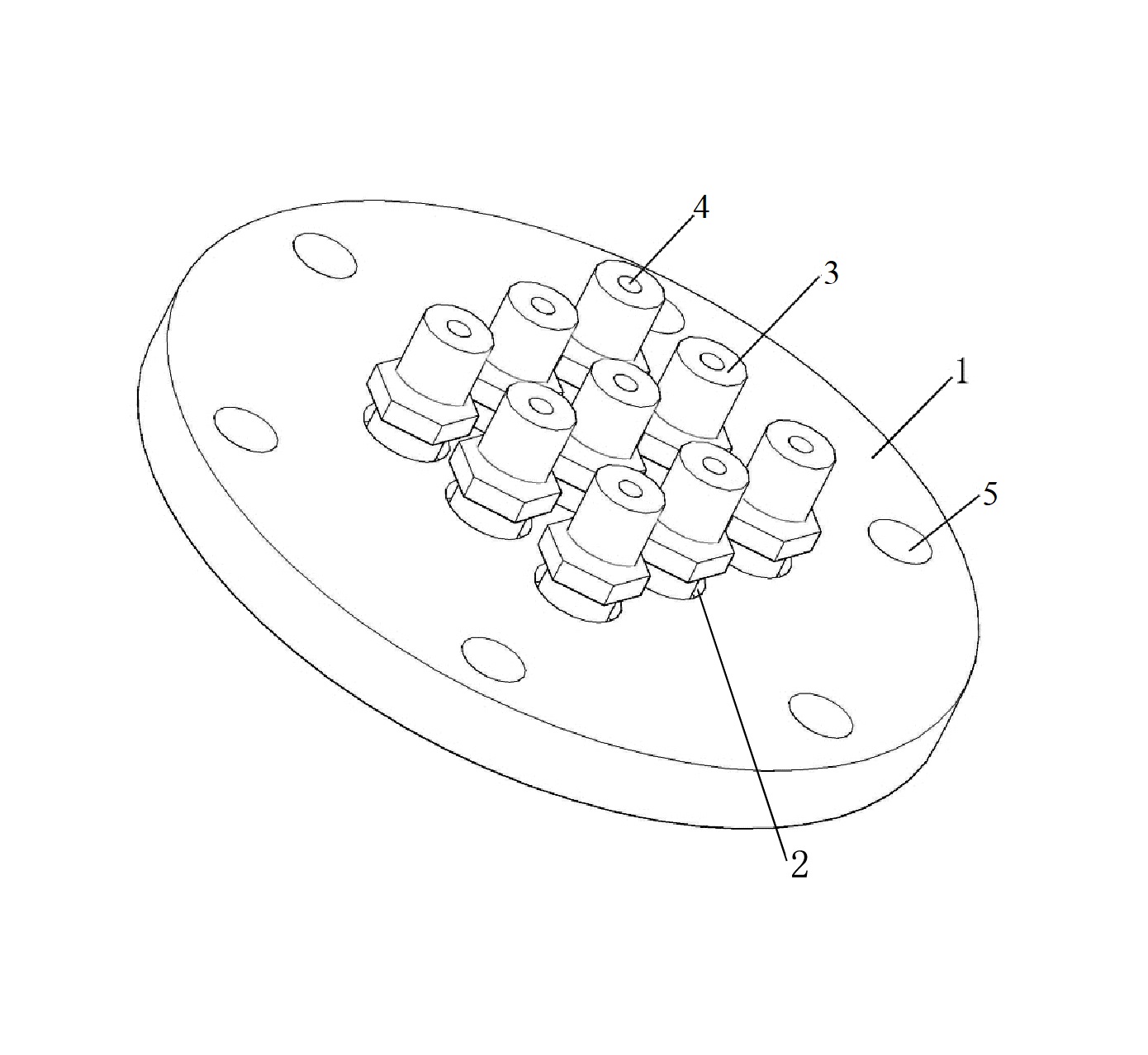


图3 测温法兰结构示意图

1—真空退火炉连接台；2—安装通道；3—热电偶紧固螺母；

4—热电偶安装孔；5—连接台安装孔。

5.3.2 测温架

采用高温合金、不锈钢或低碳钢管（棒）焊接而成，用于固定测温铠装热电偶，其形状和大小随真空退火炉有效加热区及测试方法而定。一般用长方体和圆柱体结构作为测温架。

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

真空退火炉的铭牌应标明产品名称、规格型号、制造厂名称、出厂编号。各功能正常，不应有影响校准结果的故障。

6.1.2 校准项目

真空退火炉的校准项目包括温度均匀性、温度稳定度和温度偏差。

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，首先应检查真空退火炉的外观，加热系统，温控系统等是否运行正常。

6.2.2 校准温度点的选择

一般将客户的常用温度作为校准温度点。当客户满量程范围使用时，至少应在真空退火炉标称温度范围内选择低、中、高三个点作为校准温度点。

6.2.3 测温区的选择

将客户实际使用的工件放置区域作为测试区。

6.2.4 测试点的数量和热电偶位置分布

6.2.4.1 卧式真空退火炉

卧式真空退火炉的均温区是一个长方体区域，测温位置和分布见表3。

1. 表3 卧式真空退火炉热电偶数量和位置分布 m

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 宽*b* | 长度（深度）*l* | 高*h* | |
| <0.5 | ≥0.5 |
| ≤1.5 | <2 |  |  |
| 2≤1.5*l*<3.5 |  |  |
| 3.5≤*l*≤5 |  |  |
| 注：当真空退火炉均温区尺寸超出此表规定的尺寸范围，热电偶的布置参考GB/T 9452-2012表7中大尺寸周期式热处理炉检测点数量布置热电偶。 | | | |

6.2.4.2 立式真空退火炉

立式真空退火炉测试点数量和分布位置见表4。

1. 表4 立式真空退火炉热电偶数量和位置分布 m

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 高*h* | 直径*d* | |
| <0.5 | 0.5～2 |
| <1 |  |  |
| 1～2 |  |  |
| ＞2 |  |  |

6.2.5 校准步骤

6.2.5.1 将安装好铠装热电偶的测温法兰装配在真空退火炉上。

6.2.5.2 将铠装热电偶测量端固定在测温架各个测试点上（推荐使用廉金属热偶丝），测量端偏离测温位置应不大于1cm，做好位置标记。

6.2.5.3 将安装好热电偶的测温架放置在工作测温区域，并将热电偶捋顺。

6.2.5.4 关闭真空退火炉炉门，将炉内真空度抽至工作真空度(≤200Pa)，开始加热。

6.2.5.5 将热电偶连接至测温标准器，并将热电偶的修正值通过测温标准器进行修正。

6.2.5.6 待温度升至设定温度点后，保温30min，先进行3组预测量。观察数据的规律，如果各测试点温度无法对称分布在设置温度左右，应通过控温仪表进行修正，直至各测试点的温度能够基本对称的分布在设置温度左右，调节完毕后，当炉温稳定达30min后开始测量，每隔2min记录各测试点温度1次，至少测量30次。每次记录各个测试点的温度应在1min内完成。

6.2.5.7 第一个温度点测量完毕后，进行下一个温度点的测试，温度升至设定温度保温30min后开始直接测量，以此类推，直至测量结束。

6.3 数据处理

6.3.1温度均匀性

按照6.2.5的校准步骤，按照式（1）计算，求得测温仪器在测温区规定的各个测试点上测得的最高、最低实际温度和中心（监控）点实际温度，按式（2）、式（3）计算，求得温度均匀性。

（1）

（2）

（3）

式中：

—温度均匀性，℃；

—测温仪器测得各个测试点实际温度，℃；

*m*—测量次数；

—第j个测试点的瞬时温度值，℃；

—温度传感器在第j个测试点温度修正值，℃；

—式（1）求得的各测试点实际温度最大值，℃；

—式（1）求得的各测试点实际温度最小值，℃；

—式（1）求得的中心（监控）点的实际温度，℃。

6.3.2 温度稳定度

按照6.2.5的校准步骤，经校准取测温仪器在测温区中心（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，求得温度稳定度。

（4）

（5）

式中：

—温度稳定度，℃；

—中心（监控）点*m*次温度读数的算术平均值，℃；

—中心（监控）点*m*次温度读数的最大值，℃；

—中心（监控）点*m*次温度读数的最小值，℃。

6.3.3 温度偏差

按照6.2.5的校准步骤，经校准取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，求得温度偏差。

（6）

（7）

式中：

—炉温上、下偏差，℃；

—标称温度，℃。

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

建议复校时间间隔不超过12个月。真空退火炉使用频繁时应适当缩短复校时间间隔，在使用过程中真空退火炉经过修理、更换重要部件时应重新校准。

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 | | | | | |  | | | | |
| 外观检查 |  | | | | | | | | 制造厂家 | | | | | |  | | | | |
| 校准地点 |  | | | | | | | | 环境条件 | | | | | | ℃ %RH | | | | |
| 测量标准信息 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 测量标准名称 | | 测量标准型号 | | | | 设备编号 | | | 不确定度/ 准确度等级/  最大允许误差 | | | 证书编号 | | | | | | 有效期至 | |
|  | |  | | | |  | | |  | | |  | | | | | |  | |
|  | |  | | | |  | | |  | | |  | | | | | |  | |
| 标称温度/℃ | | |  | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 测试点  次数 | | | 校准结果/℃ | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 1 | 2 | 3 | | 4 | 5 | | 6 | 7 | | 8 | | | 9 | 10 | | …… | |
| 1 | | |  |  |  | |  |  | |  |  | |  | | |  |  | |  | |
| 2 | | |  |  |  | |  |  | |  |  | |  | | |  |  | |  | |
| ┇ | | |  |  |  | |  |  | |  |  | |  | | |  |  | |  | |
| 29 | | |  |  |  | |  |  | |  |  | |  | | |  |  | |  | |
| 30 | | |  |  |  | |  |  | |  |  | |  | | |  |  | |  | |
| 平均值/℃ | | |  |  |  | |  |  | |  |  | |  | | |  |  | |  | |
| 修正值/℃ | | |  |  |  | |  |  | |  |  | |  | | |  |  | |  | |
| 实际温度/℃ | | |  |  |  | |  |  | |  |  | |  | | |  |  | |  | |
| 温度均匀性/℃ | | |  | |  | | | | |  | | |  | | | | | | | |
| 温度稳定度/℃ | | |  | |  | | | | |  | | |  | | | | | | | |
| 温度偏差/℃ | | |  | |  | | | | |  | | |  | | | | | | | |
| 温度均匀性扩展不确定度*U*(℃)*，k*=2 | | |  | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 测温架空间位置以及热电偶分布图 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
|  | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |

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 | |  | |
| 校准点温度/℃ | |  | |
| 序号 | 校准项目 | 校准结果 | |
| 1 | 温度均匀性 |  | ℃ |
|  | ℃ |
| 2 | 温度稳定度 |  | ℃ |
|  | ℃ |
| 3 | 温度偏差 |  | ℃ |
|  | ℃ |
| 7 | 温度均匀性测量结果  扩展不确定度 |  | *U*= ℃，*k*=2 |
|  | *U*= ℃，*k*=2 |
| 8 | 测温架空间位置以及热电偶分布图 | | |
|  | | | |

附录C

真空退火炉温度均匀性测量结果不确定度评定示例

C.1 概述

本附录以真空板材退火炉温度均匀性为示例，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6.2.5。

C.1.2 被测对象

选用真空板材退火炉为被测对象，校准温度选择850℃。

C.1.3 测量方法及主要设备

（1）测量方法：将铠装热电偶和测温法兰安装在真空板材退火炉上，按照表3的要求布置热电偶，将真空退火炉抽至工作真空度，设定校准点温度，开始加热升温，当炉温稳定30min后开始测量，每隔2min记录各测试点温度1次，至少测量30次。每一次记录各个测试点的温度应在1min内完成。按照式（C.1）和式（C.2）计算温度均匀性。

（2）主要设备：N型铠装热电偶，测量时带修正值使用，不确定度*U*=1.2℃，*k*=2；多通道数据采集器，测量时带修正值使用，不确定度*U*=0.06℃，*k*=2。

C.2 测量模型及不确定度来源分析

C.2.1 测量模型

被校真空退火炉温度均匀性的测量模型为：

（C.1）

（C.2）

式中：

—温度均匀性，℃；

—式（1）求得的各测试点实际温度最大值，℃；

—式（1）求得的各测试点实际温度最小值，℃；

—式（1）求得的中心（监控）点的实际温度，℃。

由于输入量各分量彼此之间相互独立不相关，根据不确定度传播规律，则被校真空退火炉温度均匀性的合成标准不确定度为：

其中，灵敏度系数为:1，*-*1，1，*-*1。

C.2.2 测量结果不确定度来源分析

真空退火炉温度均匀性测量结果不确定度的主要来源：

（1）输入量重复测量引入的标准不确定度；

（2）输入量重复测量引入的标准不确定度；

（3）铠装热电偶修正值引入的标准不确定度；

（4）多通道数据采集器校准结果引入的标准不确定度。

C.3 真空退火炉温度均匀性（）测量结果不确定度的评定

C.3.1 输入量引入的标准不确定度

C.3.1.1 输入量重复测量引入的标准不确定度分量

在真空退火炉校准温度为 850℃时，多通道数据采集器在测温区各测温点上测得最高实际温度点处记录温度值，共计20次，由贝塞尔式计算试验标准偏差*s*，测量值及计算结果见表C.1，属A类不确定度分量。

表C.1 测量值及计算结果 ℃

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 组数 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 |
| 测量值 | 854.1 | 852.8 | 854.9 | 852.7 | 853.9 | 852.1 | 854.9 | 852.7 | 852.5 | 852.9 |
| 组数 | 11 | 12 | 13 | 14 | 15 | 16 | 17 | 18 | 19 | 20 |
| 测量值 | 852.5 | 852.3 | 851.7 | 851.9 | 852.1 | 853.1 | 852.6 | 852.3 | 852.4 | 853.8 |
| 平均值 | 852.9 | | | | | | | | | |
| 标准偏差*s* | 0.93 | | | | | | | | | |

在实际测量过程中，取单次读数作为测量结果，则输入量重复测量引入的标准不确定度分量为：

= =0.21℃

C.3.1.2 铠装热电偶修正值引入的标准不确定度分量

由校准证书中可知铠装热电偶修正值的扩展不确定度1.0℃(*k*=2)，标准不确定度为：

=0.5℃

C.3.1.3 多通道数据采集器校准结果引入的标准不确定度分量

查阅校准证书中可知多通道数据采集器修正值扩展不确定度0.06℃(*k*=2)，标准不确定度为：

=0.03℃

输入量的合成不确定度为：

=0.54℃

C.3.2 输入量引入的标准不确定度

C.3.2.1 输入量重复测量引入的标准不确定度分量

在真空退火炉校准温度为 850℃时，多通道数据采集器在炉膛中心点记录温度值，共计20次，由贝塞尔式计算试验标准偏差*s*，测量值及计算结果见表C.2，属A类不确定度。

表C.2 测量值及计算结果 ℃

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 组数 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 |
| 测量值 | 852.1 | 852.8 | 851.9 | 852.1 | 850.9 | 852.1 | 851.9 | 851.7 | 852.5 | 852.2 |
| 组数 | 11 | 12 | 13 | 14 | 15 | 16 | 17 | 18 | 19 | 20 |
| 测量值 | 852.5 | 851.3 | 851.7 | 851.9 | 852.1 | 851.1 | 852.6 | 852.3 | 852.4 | 851.8 |
| 平均值 | 852.0 | | | | | | | | | |
| 标准偏差*s* | 0.49 | | | | | | | | | |

在实际测量过程中，取单次读数作为测量结果，则输入量重复测量引入的标准不确定度分量为：

= =0.11℃

C.3.2.2 铠装热电偶修正值引入的标准不确定度分量

由校准证书中可知铠装热电偶修正值的扩展不确定度1.0℃(*k*=2)，标准不确定度为：

=0.5℃

C.3.2.3 多通道数据采集器校准结果引入的标准不确定度分量

校准证书中可知多通道数据采集器修正值扩展不确定度0.06℃(*k*=2)，标准不确定度为：

=0.03℃

输入量的合成不确定度为：

= =0.51℃

C.3.3 合成标准不确定度

0.74℃

C.3.4 温度均匀性（）测量结果的扩展不确定度

取*k*=2，则

1.5℃

C.4 真空退火炉温度均匀性（）测量结果不确定度的评定

C.4.1 输入量引入的标准不确定度

C.4.1.1 输入量重复测量引入的标准不确定度分量

在真空退火炉校准温度为 850℃时，多通道数据采集器在测温区各测温点上测得最低实际温度点处记录温度值，共计20次，由贝塞尔式计算试验标准偏差*s*，测量值及计算结果见表C.3，属A类不确定度。

表C.3 测量值及计算结果 ℃

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 组数 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 |
| 测量值 | 849.5 | 847.9 | 850.3 | 849.1 | 848.7 | 847.5 | 850.9 | 847.2 | 848.5 | 850.6 |
| 组数 | 11 | 12 | 13 | 14 | 15 | 16 | 17 | 18 | 19 | 20 |
| 测量值 | 847.9 | 850.3 | 849.7 | 848.1 | 847.6 | 850.0 | 849.5 | 848.3 | 847.7 | 850.3 |
| 平均值 | 849.0 | | | | | | | | | |
| 标准偏差*s* | 1.18 | | | | | | | | | |

在实际测量过程中，取单次读数作为测量结果，则输入量重复测量引入的标准不确定度分量为：

= =0.26℃

C.4.1.2 铠装热电偶修正值引入的标准不确定度分量

由校准证书中可知铠装热电偶修正值的扩展不确定度1.0℃(*k*=2)，标准不确定度为：

=0.5℃

C.4.1.3 多通道数据采集器校准结果引入的标准不确定度分量

校准证书中可知多通道数据采集器修正值扩展不确定度0.06℃(*k*=2)，标准不确定度为：

=0.03℃

输入量的合成不确定度为：

=0.56℃

C.4.2输入量引入的不确定度

输入量引入的不确定度与C.3.2的相同，为：

0.51℃

C.4.3 合成标准不确定度

0.76℃

C.4.4 温度均匀性（）测量结果的扩展不确定度

取*k*=2，则：

1.5℃