



中华人民共和国工业和信息化部
机械计量技术规范

JJFZ（机械）XXXX-XXXX

超硬磨料热冲击韧性测量用管式加热炉
校准规范

Calibration Specification for Tube Heating Furnaces Used in the
Measurement of Thermal Impact Toughness of Superabrasives
(报批稿)

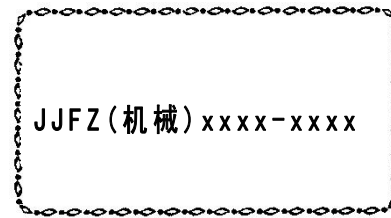
20**—**—**发布

20**—**—**实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

超硬磨料热冲击韧性测量用 管式加热炉校准规范

Calibration Specification for Tube Heating
Furnaces Used in the Measurement of Thermal
Impact Toughness of Superabrasives



归口单位：中国机械工业联合会

主要起草单位：精工博研测试技术（河南）有限公司

郑州磨料磨具磨削研究所有限公司

参加起草单位：国家市场监督管理总局技术创新中心（超硬材料及制
品）

国家磨料磨具产业计量测试中心

国家磨料磨具质量检验检测中心

本规范委托全国机械汽车专业计量技术委员会负责解释

本规范主要起草人：

肖 腾（精工博研测试技术（河南）有限公司）

雷朝锋（精工博研测试技术（河南）有限公司）

邢 波（郑州磨料磨具磨削研究所有限公司）

郭雪菲（精工博研测试技术（河南）有限公司）

参加起草人：

李 歌（河南省计量测试科学研究院）

任冠青（国家市场监督管理总局技术创新中心（超硬材料及制品））

吕功业（国家磨料磨具产业计量测试中心）

史纪民（国家磨料磨具质量检验检测中心）

目 录

引 言.....	II
1 范围.....	1
2 引用文件.....	1
3 术语.....	1
3.1 平均升（降）温速率.....	1
3.2 温度偏差.....	1
3.3 温度设定偏差.....	1
4 概述.....	1
5 计量特性.....	2
6 校准条件.....	2
6.1 环境条件.....	2
6.2 测量标准及其它设备.....	2
7 校准项目和校准方法.....	2
8 校准结果表达.....	4
9 复校时间间隔.....	5
附录 A 校准记录.....	6
附录 B 校准证书.....	8
附录 C 不确定度的评定示例.....	1

引 言

本规范依据 JJF 1071《国家计量校准规范编写规则》编写，JJF 1001《通用计量术语及定义》、JJF 1059.1《测量不确定度评定与表示》构成了支撑本规范编写工作的系列基础性规范。

本规范参考了 GB/T 33144《超硬磨料 冲击韧性测定方法》。

本规范为首次发布。

超硬磨料热冲击韧性测量用管式加热炉校准规范

1 范围

本规范适用于新制造的和使用中的超硬磨料热冲击韧性测量用管式加热炉的校准，其他类型管式炉可参照本规范校准。

2 引用文件

本规范引用下列文件：

GB/T 33144 超硬磨料 冲击韧性测定方法

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 术语

3.1 平均升（降）温速率 average heating (cooling) rate

温度参考点实际变化温度（从温度范围的 10%到 90%）与所用时间的比值。

3.2 温度偏差 temperature deviation

到达设定温度后，各测量点在规定时间内，测得的最高、最低实际温度与设定温度的上、下偏差。

3.3 温度设定偏差 temperature setting deviation

到达设定温度后，参考点在规定时间内，测得的实际温度平均值与设定值的偏差。

4 概述

超硬磨料热冲击韧性测量用管式加热炉（以下简称管式炉）是用于超硬磨料热冲击韧性测定用的专用炉。一般由试样管、加热控制系统、保护气体控制系统组成。工作时将一定量的超硬磨料样品放在瓷舟里，用推杆将瓷舟推到试样管中指定位置，通入保护气体，通过加热控制系统按照加热曲线对超硬磨料样品进行加热，结构示意图如图 1 所示。

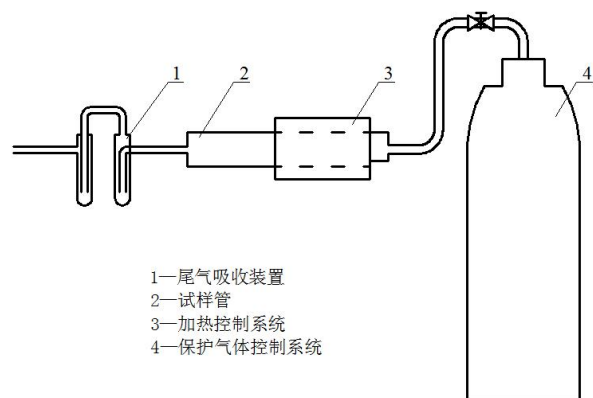


图 1 结构示意图

5 计量特性

5.1 平均升（降）温速率。

5.2 温度上、下偏差。

5.3 温度设定偏差。

6 校准条件

6.1 环境条件

环境温度: $(25 \pm 10) ^\circ\text{C}$; 环境湿度: $\leq 80\% \text{RH}$ 。

校准环境应无影响校准活动的噪音、振动等干扰源。

6.2 测量标准及其它设备

测量标准及其它设备见表1。

表 1 测量标准及其它设备

序号	名称	测量范围	技术要求	备注
1	温度巡检仪	$(0 \sim 1600) ^\circ\text{C}$	不低于 0.02 级	也可使用准确度或扩展不确定度不大于技术要求的其他测量设备
2	贵金属热电偶	$(0 \sim 1600) ^\circ\text{C}$	I 级	
3	秒表	测量上限不小于 30min,	分度值 0.01s	
4	气体流量计	$(0.1 \sim 30) \text{ L/min}$	不低于 1.5 级	

7 校准项目和校准方法

7.1 将热电偶测温点按图 2 所示置于瓷舟内，参考点 O 点置于瓷舟中心点，其余 A、B 两点与参考点 O 处于同一水平面上，接近瓷舟对角线位置上。将瓷舟推入管式炉试样管正常工作位置。

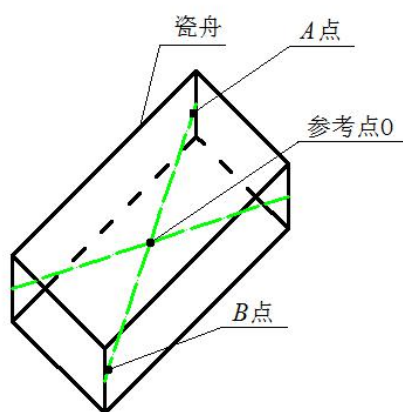


图 2 热电偶在瓷舟内位置

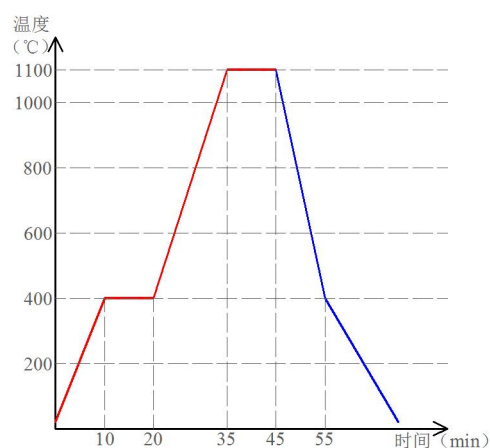


图 3 加热曲线

7.2 按照被校管式炉说明书参照表 2 设定温度控制程序，加热曲线如图 3 所示；使用者有特殊要求的可根据使用者要求设置温度控制程序。

表 2 管式炉温度控制程序

程序段	温度起始点	温度目标点	步骤时间 t
1	室温	400℃	10min
2	400℃	400℃	10min
3	400℃	1100℃	15min
4	1100℃	1100℃	10min
5	1100℃	400℃	10min
6	400℃	室温	不做要求

7.3 将热电偶与温度巡检仪连接好，调节保护气体流量与使用者实际工作时气体流量一致，用流量计测量此时流量值，取 3 次测量平均值作为保护气体流量值，记入原始记录。注意：使用者实际工作时使用有毒有害气体的，应用惰性气体替代。

7.4 保持 7.2.3 中气体流量大小不变，运行温度控制程序，在温度控制程序第 3 段、5 段测量过程中，当参考点 O 点实测温度接近升温（降温）量程的 10%时，用秒表开始计时，并记录 O 点实际温度 T_1 ；当实际温度接近升温（降温）量程的 90%时，停止秒表计时 t ，并记录 O 点实际温度 T_2 。按公式（1）计算平均升降温速率。

$$V_T = \frac{|T_2 - T_1|}{t} \quad (1)$$

式中：

V_T —平均升温（降温）速率，℃/min；

T_1 —升温（降温）量程 10%时，参考点 O 点的实测温度，℃；

T_2 —升温（降温）量程 90%时，参考点 O 点的实测温度，℃。

t —在第 3 段、5 段测量过程中，从升温（降温）量程 10%到 90%的时间，min。

7.5 在温度控制程序进入第 4 段时，开始记录各测量点温度，记录时间间隔为 10s，10min 内共记录 61 组数据，或根据使用者需求确定时间间隔和数据记录次数，并在原始记录和校准证书中进行说明。按照公式（2）、公式（3）计算温度偏差，公式（4）计算温度设定偏差。

$$\Delta T_{\max} = T_{\max} - T_S \quad (2)$$

$$\Delta T_{\min} = T_{\min} - T_S \quad (3)$$

式中:

$\Delta T_{\max}$ — 温度上偏差, °C;

$\Delta T_{\min}$ — 温度下偏差, °C;

$T_{\max}$ — 各测量点在 61 次测量中实测温度最大值, °C

$T_{\min}$ — 各测量点在 61 次测量中实测温度最小值, °C

T_S — 设定温度值, °C

$$\Delta T_S = \overline{T_O} - T_S \quad (4)$$

式中:

ΔT_S — 温度设定偏差, °C;

$\overline{T_O}$ — 参考点 O 在 61 次测量中实测温度平均值, °C;

T_S — 设定温度值, °C

8 校准结果表达

经校准的管式炉发给校准证书, 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;
- 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;
- 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) 校准结果及其测量不确定度的说明；
- l) 校准证书签发人的签名、职务或等效标识；
- m) 校准结果仅对被校对象有效的声明；
- n) 未经实验室书面批准，不得部分复制证书的声明。

9 复校时间间隔

建议复校时间间隔为 1 年。送校单位可根据实际使用情况自主决定。

附录 A

超硬磨料热冲击韧性测量用管式炉校准记录

证书编号				委托单位		
单位地址				名 称		
制造单位				型号/规格		
出厂编号				管理编号		
环境条件	温度		相对湿度		校准地点	
测量标准	名称	编号	测量范围/型号规格	不确定度/准确度等级/最大允许误差	溯源单位/证书编号	有效期至
校准依据的技术文件				测量标准使用状态	☐ 正常 ☐ 异常见备注	
				现场校准条件确认	☐ 符合 ☐ 不符合见备注	

校准项目及校准数据

- 1、流量设定值：_____；流量测量值：_____、_____、_____；实测流量平均值：_____。
- 2、平均升降温速率：
 量程 10%附近温度值 T_1 ：_____℃，量程 90%附近温度值 T_2 ：_____℃，升温时间 t ：_____min。
 量程 10%附近温度值 T_1 ：_____℃，量程 90%附近温度值 T_2 ：_____℃，降温时间 t ：_____min。
 平均升温速率：_____℃/min；平均降温速率：_____℃/min。

3、温度数据

测量次数	实测温度 (°C)			测量次数	实测温度 (°C)			测量次数	实测温度 (°C)		
	A 点	O 点	B 点		A 点	O 点	B 点		A 点	O 点	B 点
1				22				43			
2				23				44			
3				24				45			
4				25				46			
5				26				47			
6				27				48			
7				28				49			
8				29				50			
9				30				51			
10				31				52			
11				32				53			
12				33				54			
13				34				55			
14				35				56			
15				36				57			
16				37				58			
17				38				59			
18				39				60			
19				40				61			
20				41							
21				42							

注：温度设定值：_____℃；采集时间间隔 _____s，采集时长 _____min。

4、温度上偏差：_____℃；温度下偏差：_____℃。

5、温度设定偏差：_____℃。

温度设定偏差扩展不确定度 $U=$ _____℃， $k=2$ 。

备注		复校时间间隔建议:	年
接收日期	年 月 日	校准日期	年 月 日
校准员		核验员	

附录 B

校准证书

校准证书内页

校准结果

项目	测量结果	
1、平均升温速率		
2、平均降温速率		
3、温度上偏差		注：温度设定值：_____℃； 采集时间间隔____s， 采集时长____min。
4、温度下偏差		
5、温度设定偏差		
温度设定偏差扩展不确定度： $U=$ _____℃， $k=2$		

附录 C 管式炉温度设定偏差不确定度的评定示例

C1 测量方法

依据本规范的校准方法。

C2 测量环境条件

环境温度: (25±10) °C;

环境湿度: ≤80%RH;

校准环境应无影响校准活动的噪音、振动等干扰源。

C3 数学模型

$$\Delta T_s = \overline{T_O} - T_s$$

式中:

ΔT_s —温度设定偏差, °C;

$\overline{T_O}$ —参考点 O 在 61 次测量中实测温度平均值, °C;

T_s —温控器设定温度值, °C

C4 标准不确定度的评定

C4.1 参考点测量重复性引入的标准不确定度 u_{11}

在控温程序第 4 步, 温度巡检仪在参考点 O 读取温度值, 共计 61 次, 测量数据见表 C.1。

表 C.1 参考点 O 读取温度值

单位: °C

1104.54	1104.88	1103.78	1102.66	1101.69	1099.86	1098.80	1097.76	1096.24	1095.74
1097.85	1099.35	1100.07	1101.21	1102.08	1103.45	1104.12	1104.53	1104.75	1103.84
1103.15	1102.87	1100.10	1099.49	1099.14	1098.28	1099.73	1100.56	1100.97	1101.60
1102.10	1103.59	1103.04	1102.80	1102.84	1102.55	1102.48	1102.36	1101.17	1101.56
1101.51	1101.45	1101.44	1101.45	1100.88	1102.54	1101.92	1102.02	1102.12	1102.19
1102.61	1102.18	1102.17	1102.09	1102.02	1102.24	1103.12	1102.17	1102.47	1102.14
1102.09									

计算得: $\overline{T_O} = \frac{\sum_{i=1}^n (T_{O1} + T_{O2} + \dots + T_{Oi})}{n} = 1101.6^\circ\text{C}$

$s(T_O) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (T_{Oi} - \overline{T_O})^2}{n-1}} = 1.925^\circ\text{C}$

温度设定偏差取参考点 O 的平均值, 故

$$u_{11} = s(\overline{T_O}) = \frac{s(T_O)}{\sqrt{n}} = 0.246^{\circ}\text{C}$$

C4.2 标准器引入的标准不确定度 u_{12}

根据测量标准技术要求温度巡检仪为 0.02 级, S 偶为 I 级可知, 标准器在 1100℃ 时最大允许误差为 $\pm 1.22^{\circ}\text{C}$; 符合均匀分布, 则标准器引入的不确定度为

$$u_{12} = \frac{1.22}{\sqrt{3}} = 0.704^{\circ}\text{C}$$

C4.3 管式炉温控器引入的标准不确定度 u_{21}

管式炉温控器分辨力为 1°C , 则温控器设定值引入的不确定度为

$$u_{21} = \frac{1}{2 \times \sqrt{3}} = 0.289^{\circ}\text{C}$$

C5 扩展不确定度

C5.1 各不确定度分量汇总

各不确定度分量汇总见表 C.2。

表 C.2 各不确定度分量汇总表

序号	不确定度来源		类别	标准不确定度/ $^{\circ}\text{C}$
1	u_1	输入量 T_O 平均值引入的不确定度分量 u_1		0.746
1.1	u_{11}	输入量 T_O 重复性引入的不确定度分量 u_{11}	A	0.246
1.2	u_{12}	标准器最大允许误差引入的不确定度分量 u_{12}	B	0.704
2	u_2	温控制器设定值引入的不确定度分量 u_2		0.289
2.1	u_{21}	温控器分辨力引入的不确定度分量 u_{21}	B	0.289

C5.2 合成标准不确定度 u_c

$$u_c = \sqrt{u_1^2 + u_2^2} = 0.80^{\circ}\text{C}$$

C5.3 合成扩展不确定度 U

取 $k=2$, 则

$$U = k \times u_c = 1.6^{\circ}\text{C}$$