

# 贵州省地方计量技术规范

JJF (黔) XXXX-2024

---

## 真空干燥箱校准规范

Calibration Specification for Vacuum Ovens

(征求意见稿)

XXXX-XX-XX 发布

XXXX-XX-XX 实施

---

贵州省市场监督管理局

发布







# 真空干燥箱校准规范

Calibration Specification for Vacuum

Ovens

JJF (黔) XXXX—2024

归口单位：贵州省市场监督管理局

主要起草单位：六盘水市检验检测中心

参加起草单位：XXXXXX

本规范委托六盘水市检验检测中心负责解释



本规范主要起草人：

XXX (XXXXXX)

XXX (XXXXXX)

XXX (XXXXXX)

参加起草人：

XXX (XXXXXX)

XXX (XXXXXX)

XXX (XXXXXX)

XXX (XXXXXX)



# 目录

引言 .....	II
1 范围 .....	1
2 引用文件 .....	1
3 术语和计量单位 .....	1
3.1 术语 .....	1
3.2 计量单位 .....	2
4 概述 .....	2
5 计量特性 .....	2
5.1 真空密封性 .....	2
5.2 压力示值误差 .....	2
5.3 温度偏差 .....	2
5.4 绝缘电阻 .....	2
6 校准条件 .....	2
6.1 环境条件 .....	3
6.2 负载条件 .....	3
6.3 测量标准及其他设备 .....	3
7 校准项目和校准方法 .....	3
7.1 校准项目 .....	3
7.2 校准方法 .....	3
8 校准结果表达 .....	6
8.1 校准记录 .....	6
8.2 校准结果的处理 .....	6
9 复校时间间隔 .....	7
附录 A 原始记录格式 (示例) .....	8
附录 B 校准证书 (内页) 格式 .....	10
附录 C 真空干燥箱压力示值误差测量不确定度评定示例 .....	11
附录 D 真空干燥箱温度示值误差测量不确定度评定示例 .....	14

# 引 言

本规范依据 JJF 1001-2011《通用计量术语及定义》、JJF 1059.1-2012《测量不确定度评定与表示》和 JJF 1071-2010《国家计量校准规范编写规则》进行编制。

# 真空干燥箱校准规范

## 1 范围

本规范适用于真空干燥箱（以下简称真空箱）温度参数及压力参数的计量性能的校准。

## 2 引用文件

本规范引用了下列文件：

JJF 1071 国家计量校准规范编写规则

JJF 1101 环境试验设备温度、湿度参数校准规范

JJG 52 弹性元件式一般压力表、压力真空表和真空表

GB/T 29251 真空干燥箱

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 术语和计量单位

下列术语定义适用于本规范。

### 3.1 术语

#### 3.1.1 真空密封性 vacuum leakproofness

真空箱在达到极限真空状态下，在规定时间内，真空箱内部压力的最终值与初始值之差的绝对值。

#### 3.1.2 压力示值误差 pressure indication

真空箱稳定状态下，在规定的时间内，真空箱压力仪表示值平均值与实测压力值平均值的差值。

#### 3.1.3 温度偏差 temperature deviation

真空箱在温度保持稳定工作状态下，各测量点在规定时间内实测最高温度和最低温度与设定温度的上下偏差。温度偏差包括温度上偏差和温度下偏差。

### 3.2 计量单位

真空箱压力的法定计量单位为 Pa，或是它的倍数单位：kPa、MPa；温度的法定计量单位为℃。

## 4 概述

真空箱是专为干燥热敏性、易分解和易氧化物质而设计的一种干燥设备。真空箱按工作室几何形状分为方形和圆形。箱内工作室被金属隔板分成若干层，金属隔板一般具有热传导或加热功能。真空箱广泛应用于生物化学、化工制药、医疗卫生、农业科研、环境保护等研究应用领域，作粉末干燥、烘焙以及各类玻璃容器的消毒和灭菌用。

## 5 计量特性

### 5.1 真空密封性

在 60min 内，真空箱的真空密封性应不超过 0.5kPa。

### 5.2 压力示值误差

压力示值误差应符合表 1 的规定。

表 1 压力示值最大允许误差

压力仪表准确度等级	1.0	1.6	2.5
最大允许误差/%FS	±1.0	±1.6	±2.5

### 5.3 温度偏差

最高工作温度不超过 200℃的真空箱，温度偏差应不超过±3℃；

最高工作温度超过 200℃的真空箱，温度偏差应不超过最大工作温度的±1.5%。

### 5.4 电器安全性能

#### 5.4.1 绝缘电阻

真空干燥箱电源端对机壳的绝缘电阻不应小于 1MΩ。

注：以上技术指标不用于合格性判定，仅供参考。

## 6 校准条件

## 6.1 环境条件

6.1.1 环境温度：(5~35) °C。

6.1.2 环境湿度：不大于 80%RH。

6.1.3 大气压力：(75~106) kPa。

6.1.4 真空箱周围应无强烈振动等机械性或电磁干扰，无气流、爆炸性气体、高浓度粉尘或腐蚀性物质存在。应避免阳光直射或其他冷、热源影响。实际校准过程中，环境条件还应满足测量标准器正常使用的要求。

## 6.2 负载条件

一般在空载下校准，根据客户需要也可以在负载下进行，但应说明负载的情况。

## 6.3 测量标准及其他设备

校准用仪器设备如表 2 所示。

表 2 校准用仪器设备

序号	名称	主要技术指标	用途
1	压力测量标准	准确度等级不低于 0.2 级，分辨力不小于 0.1kPa； 测量范围为 (0~100) kPa (绝压) 或 (-0.1~0) kPa (表压)；	校准真空密封性
2	温度测量标准	分辨力不低于 0.1°C； 最大允许误差为 ±0.5°C	校准温度
3	时间标准器	测量范围：(0~9600) s； 分辨力不低于 0.1s	计时使用
4	绝缘电阻表	额定电压 500V； 准确度等级不低于 10 级。	绝缘电阻测量用

## 7 校准项目和校准方法

### 7.1 校准项目

真空箱校准项目包括真空密封性、压力示值误差、温度偏差、绝缘电阻测试。

### 7.2 校准方法

#### 7.2.1 外观及性能的检查

真空箱上应有名称、型号、制造厂名称、出厂编号和电源电压等信息。

真空箱外观应完好，结构和附件应完整，开关、旋钮和按键等应灵活可靠，不应有影响使用的明显缺陷。

### 7.2.2 压力校准点的选择

压力校准点选取真空箱极限真空度附近处，极限真空度按当地大气压 90%以上选取，也可以根据用户实际需要选择校准点。

### 7.2.3 温度校准点的选择

温度校准点一般根据用户需要选择常用的温度点进行，或选择设备使用范围的下限、上限、和中间点。

### 7.2.4 测量点位置

当压力测量标准采用无线压力数据采集仪时，可以放置在真空箱内隔板的任意位置；当采用其他压力测量标准时，可以如图 1 所示使用三通装置将压力测量标准连接在真空泵和真空箱之间，并保证连接处的密封性。

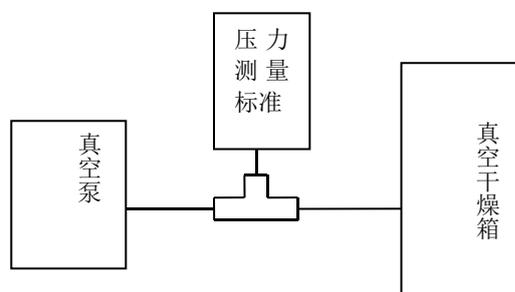


图 1 其他压力标准校准示意图

真空箱温度校准时的测量点位置，应布置在真空箱工作室每层隔板的中心位置。

### 7.2.5 校准过程

#### 7.2.5.1 绝缘电阻

采用工作电压为 500V 的绝缘电阻表，测量真空箱电源端与机壳之间的绝缘电阻，其值应不小于 1 M $\Omega$ 。

#### 7.2.5.2 真空密封性、压力示值误差的校准

真空密封性校准应在环境温度下进行，按照 7.2.4 规定布放压力测量标准，关闭

箱门，保证密封。开启真空泵，抽真空至真空箱极限真空处，待压力稳定后读取压力测量标准示值  $P_s$ ，先关闭真空阀，再关闭真空泵。待 60min 后再次读取压力测量标准示值  $P_f$ ；若采用的是图 1 所示的其他压力标准校准，则应将真空泵吸气口与真空箱出气口连接胶管处于断路状态，同时关闭真空泵和真空阀，待 60min 后打开真空阀，再次读取压力测量标准示值  $P_f$ 。

压力示值误差的校准点为 -72kPa，或根据当地大气压 90% 以上选取极限真空处为校准点，也可以根据用户实际需要选取校准点。将压力设定或控制在选择的压力点上，当压力稳定时，同时读取真空压力表压力示值和压力测量标准示值，重复 3 次，共读数 3 遍，取平均值计算压力偏差。

### 7.2.5.3 温度偏差的校准

真空箱校准温度点可选择实际常用的温度点，或选择真空箱使用温度范围的下限、上限和中间点中的一个作为校准温度点。在真空箱每层隔板的中心位置布置温度传感器测量温度，将真空箱温度控制器设定到所选温度点进行升温加热，待真空箱温度达到稳定后，开始记录采集的各测量点温度数据，每 2min 记录真空箱温度显示值及所有温度测量点的数据一次，在 30min 内共测试 16 次。

### 7.2.6 真空密封性、压力示值误差、温度示值误差数据处理

#### 7.2.6.1 真空密封性

在 60min 内测量真空密封性的变化量。

$$\Delta P' = P_f - P_s \quad (1)$$

式中：

$\Delta P'$  —— 真空箱真空密封性，kPa；

$P_f$  —— 60min 内真空密封箱压力最终值，kPa；

$P_s$  —— 60min 内真空密封箱压力初始值，kPa。

#### 7.2.6.2 压力示值误差的计算

$$\Delta P = P_1 - P_0 \quad (2)$$

式中：

$\Delta P$  —— 真空箱的压力示值误差，kPa；

$P_1$  —— 真空箱压力表的示值平均值, kPa;

$P_0$  —— 压力测量标准器的示值平均值, kPa。

### 7.2.6.3 温度偏差的计算

$$\Delta t_{\max} = t_{\max} - t_s \quad (3)$$

$$\Delta t_{\min} = t_{\min} - t_s \quad (3)$$

式中:

$\Delta t_{\max}$  —— 温度上偏差, °C;

$\Delta t_{\min}$  —— 温度下偏差, °C;

$t_{\max}$  —— 各测量点规定时间内测量的最高温度, °C;

$t_{\min}$  —— 各测量点规定时间内测量的最低温度, °C;

$t_s$  —— 真空箱的设定温度, °C。

## 8 校准结果表达

### 8.1 校准记录

校准记录格式参见附录 A。

### 8.2 校准结果的处理

校准证书内页格式参见附录 B。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:

标题, 如“校准证书”;

实验室名称和地址;

进行校准的地点(如果与实验室的地址不同);

证书的唯一性标识(如编号), 每页及总页数的标识;

客户的名称和地址;

被校对象的描述和明确标识(如型号、产品编号等);

进行校准的日期或校准证书的生效日期;

校准所依据的技术规范的标识，包括名称和代号；

本次校准所用测量标准的溯源性及有效性说明；

校准环境的描述；

校准结果及其测量不确定度的说明；

对校准规范的偏离和说明；

校准证书或校准报告签发人的签名、职务或等效标识；

校准人和核验人的签名；

校准结果仅对被校对象有效性的声明；

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

由于复校时间间隔的长短是由仪器的使用情况、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。建议复校时间间隔不超过 12 个月。

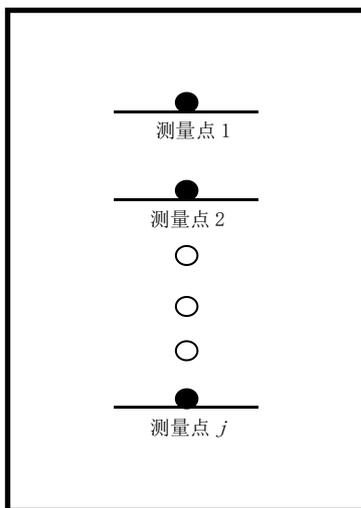
## 附录 A 原始记录格式 (示例)

委托单位							
样品名称			制造单位				
出厂编号		型号/规格		技术依据			
标准器 信息	名称	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		
温度	℃	相对湿度	%RH	校准地点			
校准员		核验员		校准日期			
外观检查				绝缘电阻			
真空密封性的校准:							
初始压力值 PS/kPa		最终压力值 PF/kPa		真空密封性 $\Delta P'$ /kPa			
压力示值误差的校准:			(压力校准点: )				
	读数 1 (kPa)	读数 2 (kPa)	读数 3 (kPa)	读数 4 (kPa)	平均值 (kPa)	压力示值 误差 (kPa)	$U$ (kPa) $k=2$
压力表显示值							
实测值							
温度参数的校准:			(温度校准点: )				
次数	温度实测值 (℃)						
	测量点 1	测量点 2	...	测量点 j			
1							
2							
3							
4							
5							
6							
7							

8				
9				
10				
11				
12				
13				
14				
15				
16				
温度上偏差 (°C)				
温度下偏差 (°C)				
温度偏差的测量不确定度: $U=$ °C ( $k=2$ )				

## 附录 B 校准证书 (内页) 格式

## 1. 温度校准点布点图



## 2. 校准结果

设定温度(°C)	位置	温度上偏差(°C)	温度下偏差(°C)	温度偏差的扩展不确定度 $U$ (°C), $k=2$
	测量点 1			
	测量点 2			
	...			
	测量点 j			
真空密封性 (kPa/30min)			真空密封性扩展不确定度 $U$ (kPa), $k=2$	
压力校准点 (kPa)		压力示值误差 (kPa)		压力示值误差扩展不确定度 $U$ (kPa), $k=2$

## 附录 C 真空干燥箱压力示值误差测量不确定度评定示例

### C.1 概述

#### C.1.1 环境条件:

温度: (5~35) °C; 相对湿度: 不大于 80%RH。大气压力: (75~106) kPa。

#### C.1.2 测量标准:

压力测量标准: 测量范围 (-100~0) kPa, 分辨力 0.01kPa, 0.05 级

#### C.1.3 被测对象

真空箱压力仪表, 测量范围 (-100~0) kPa, 分辨力: 2kPa, 2.5 级

#### C.1.3 校准方法

采取直接比较法校准。对真空箱进行抽真空操作, 选取-72kPa 进行校准, 使用三通装置将压力测量标准连接在真空泵和真空箱之间, 并保证连接处的密封性, 待真空箱达到预设稳定工作状态后, 对真空度进行 10 次独立重复测量得到测量结果。

### C.2 测量模型

$$\Delta P = P_1 - P_0 \quad (\text{C.1})$$

式中:

$\Delta P$  —— 真空箱的压力示值误差, kPa;

$P_1$  —— 真空箱压力表的示值平均值, kPa;

$P_0$  —— 压力测量标准器的示值平均值, kPa。

### C.3 不确定的来源

C.3.1 由压力测量标准测量重复性引入的标准不确定度分量  $u(s_1)$

C.3.2 由压力测量标准显示分辨力引入的不确定分量  $u(s_2)$

C.3.3 由压力测量标准最大允许误差引入的不确定分量  $u(s_3)$

### C.4 标准不确定度分量

C.4.1 压力测量标准测量重复性引入的标准不确定度分量  $u(s_1)$ 

压力测量标准测量重复性引入的不确定分量  $u(s_1)$ ，可以采用 A 类方法评定，通过连续 10 次测量的方法进行。

以压力校准点-72kPa 为例，得到 10 个数据

测量次数	压力标准示值/kPa
1	-70.94
2	-71.21
3	-71.34
4	-71.50
5	-71.37
6	-71.54
7	-71.28
8	-71.42
9	-71.11
10	-70.96

计算得试验标准差为：

$$s = 0.21\text{kPa}$$

实际测量结果取 10 次测量值的平均值，即：

$$u(s_1) = \frac{s}{\sqrt{10}} = 0.66\text{kPa}$$

C.4.2 压力测量标准显示分辨力引入的标准不确定度  $u(s_2)$ 

压力测量标准显示分辨力为 0.01kPa，其误差以矩形分布落在半宽度为 0.01kPa/2=0.005kPa 的区间内，其引入的标准不确定度为：

$$u(s_2) = \frac{0.01}{2\sqrt{3}} = 0.0029\text{kPa}$$

压力测量标准测量重复性引入的标准不确定度大于压力测量标准分辨力引入的标准不确定度，因此，压力测量标准分辨力引入的标准不确定度可忽略。

C.4.2 压力测量标准最大允许误差引入的不确定分量  $u(s_3)$

压力测量标准最大允许误差为±0.05kPa，按照均匀分布，则其引入的标准不确定度为：

$$u(s_3) = \frac{0.05\text{kPa}}{\sqrt{3}} = 0.029\text{kPa}$$

### C.5 标准不确定度分量一览表

各标准不确定度分量见表 C.2。

表 C.2 标准不确定度分量一览表

输入量的标准不确定度分量		输入量的标准不确定度分量	备注
来源	符号		
压力测量标准测量重复性引入	$u(s_1)$	0.066kPa	$u(s_1)$ 和 $u(s_2)$ 两者取大者
压力测量标准显示分辨力引入	$u(s_2)$	0.0029kPa	
压力测量标准最大允许误差引入	$u(s_3)$	0.029kPa	

### C.6 合成标准不确定度

由于各标准不确定度分量不相关，所以：

$$u_c = \sqrt{u^2(s_1) + u^2(s_3)} = 0.07\text{kPa}$$

### C.7 扩展不确定度评定

取包含因子  $k=2$ ，则  $U = u_c \times k = 0.14\text{kPa}$

### C.8 测量不确定度报告

压力示值误差的扩展不确定度为：

$$U=0.14\text{kPa}, k=2$$

## 附录 D 真空干燥箱温度示值误差测量不确定度评定示例

### D.1 概述

#### D.1.1 环境条件:

温度: (5~35) °C; 相对湿度: 不大于 80%RH。大气压力: (75~106) kPa。

#### D.1.2 测量标准:

温度测量标准: 测量范围 (-30~300) °C, 分辨力 0.01°C,  $U=0.08^\circ\text{C}$ ,  $k=2$ 。

#### D.1.3 被测对象

真空干燥箱, 温度示值分辨力为 0.1°C。

#### D.1.3 校准方法

采取直接比较法校准。将温度测量标准放置在真空箱常用点, 将真空箱温度控制器设置到对应校准温度点, 在真空箱温度达到设定温度后, 稳定 60min, 记录时间间隔为 2min, 30min 内共记录 16 组数据。真空箱温度偏差分为上偏差和下偏差, 将以上偏差校准结果不确定举例。

### D.2 测量模型

$$\Delta t_{\max} = t_{\max} - t_s \quad (\text{D.1})$$

式中:

$\Delta t_{\max}$  —— 温度上偏差, °C;

$t_{\max}$  —— 各温度测量点 30min 内的最高温度, °C;

$t_s$  —— 设定的温度值, °C。

### D.3 不确定的来源

D.3.1 温度测量重复性引入的标准不确定度分量  $u(t_1)$

D.3.2 温度测量标准分辨力引入的不确定度分量  $u(t_2)$

D. 3.3 温度测量标准修正值引入的不确定度分量 $u(t_3)$

#### D. 4 标准不确定度分量

D. 4.1 真空干燥箱温度测量重复性引入的不确定分量 $u(t_1)$

真空箱温度测量重复性引入的不确定分量 $u(t_1)$ ，可以采用 A 类方法评定，通过连续 10 次测量的方法进行。

以温度校准点 105℃为例，得到 10 个数据

测量次数	温度标准示值/℃
1	107.56
2	107.43
3	107.71
4	107.64
5	107.59
6	107.44
7	107.54
8	107.63
9	107.86
10	107.62

计算得试验标准差为：

$$s = 0.13^{\circ}\text{C}$$

实际测量结果取 16 次测量值的平均值，即：

$$u(t_1) = \frac{s}{\sqrt{10}} = 0.04^{\circ}\text{C}$$

D. 4.2 温度测量标准分辨力引入的不确定度分量 $u(t_2)$

温度测量标准显示分辨力为 0.1℃，其误差以矩形分布落在半宽度为 0.1℃/2=0.05℃的区间内，其引入的标准不确定度为：

$$u(t_2) = \frac{0.1}{2\sqrt{3}} = 0.029^{\circ}\text{C}$$

温度测量标准测量重复性引入的标准不确定度大于温度测量标准分辨力引入的标准不确定度，因此，温度测量标准分辨力引入的标准不确定度可忽略。

#### D. 4. 3 温度测量标准修正值引入的不确定分量 $u(t_3)$

温度测量标准修正值的不确定度为 $U = 0.08^\circ\text{C}$ ,  $k = 2$ ，则其引入的标准不确定度为：

$$u(t_3) = \frac{0.08}{2} = 0.04^\circ\text{C}$$

#### D. 5 标准不确定度分量一览表

各标准不确定度分量见表 D. 2。

表 D. 2 标准不确定度分量一览表

输入量的标准不确定度分量		输入量的标准不确定度分量	备注
来源	符号		
真空箱温度测量重复性引入	$u(t_1)$	0.04 $^\circ\text{C}$	$u(t_1)$ 和 $u(t_2)$ 两者取大者
温度测量标准分辨力引入	$u(t_2)$	0.029 $^\circ\text{C}$	
温度测量标准修正值引入	$u(t_3)$	0.04 $^\circ\text{C}$	

#### D. 6 合成标准不确定度

由于各标准不确定度分量不相关，所以：

$$u_c = \sqrt{u^2(t_1) + u^2(t_3)} = 0.06^\circ\text{C}$$

#### D. 7 扩展不确定度评定

取包含因子  $k=2$ ，则  $U = u_c \times k = 0.12^\circ\text{C}$

#### D. 8 测量不确定度报告

温度示值误差的扩展不确定度为：

$$U = 0.12^\circ\text{C}, k = 2$$

