



福建省地方计量技术规范

JJF (闽) 1093—2018

真空干燥箱校准规范

Calibration Specification for Vacuum Ovens

2018—11—05 发布

2019—02—05 实施

福建省质量技术监督局 发布

真空干燥箱校准规范

JJF (闽) 1093— 2018

Calibration Specification for

Vacuum Ovens

归口单位：福建省质量技术监督局

主要起草单位：三明市计量所

参加起草单位：厦门计量检定测试院

莆田市计量所

南平市计量所

宁德市计量所

本规范委托起草单位负责解释

本规范主要起草人：

张永东（三明市计量所）

李九胜（三明市计量所）

王慧（三明市计量所）

参加起草人：

王在旗（厦门计量检定测试院）

杨凌文（莆田市计量所）

吴隆建（南平市计量所）

黄东兴（宁德市计量所）

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 压力偏差	(1)
3.2 真空密封性	(1)
3.3 温度偏差	(1)
3.4 温度波动度	(1)
4 概述	(1)
5 计量特性	(1)
5.1 外观	(1)
5.2 技术指标	(2)
6 校准条件	(2)
6.1 环境条件	(2)
6.2 校准用计量标准器	(2)
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	(5)
9 复校时间间隔	(5)
附录 A 真空干燥箱校准记录参考格式	(6)
附录 B 真空干燥箱校准证书内页参考格式	(8)
附录 C 真空干燥箱压力偏差测量结果的不确定度评定示例	(9)
附录 D 真空干燥箱温度偏差测量结果的不确定度评定示例	(12)

引 言

本规范按国家计量技术规范 JJF1001—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》以及 JJF1071—2010《国家计量校准规范编写规则》中规定的相关术语定义和编写规则。

本规范参照 GB/T 29251-2012《真空干燥箱》编制而成。

本规范系首次颁布。

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）温度及压力的计量性能的校准。

2 引用文件

本规范引用了下列版本的文件：

GB/T 29251-2012《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

3.1 压力偏差 pressure deviation

真空箱稳定状态下，一定时间间隔内，真空箱压力表显示值平均值和实际压力测量值平均值的差值。

3.2 真空密封性 vacuum leakproofness

真空箱在达到极限真空度下，一定时间间隔内，真空箱保持真空压力的能力。

3.3 温度偏差 temperature deviation

真空箱稳定状态下，工作空间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。温度偏差包含温度上偏差和温度下偏差。

3.4 温度波动度 temperature fluctuation

真空箱稳定状态下，在规定的时间内，工作空间任意一点温度随时间的变化量。

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，工作时可使工作室保持一定的真空度，并能够向内部充入惰性气体，特别是一些成分复杂的物品也能进行快速干燥。采用智能型数字调节仪进行设定、显示与控制。

真空箱按工作室几何形状分为方形和圆形。

真空箱广泛应用于生物化学、化工制药、医疗卫生、农业科研、环境保护等研究领域，作粉末干燥、烘培以及各类玻璃容器的消毒和灭菌用。

5 计量特性

5.1 外观

5.1.1 真空箱上应有名称、型号、制造厂、出厂编号等。

5.1.2 真空箱外观应完好，结构应完整，附件、备件应齐全，各开关、按钮、按键等功能正常，不应有影响正常使用的缺陷。

5.2 技术指标

5.2.1 压力偏差

压力偏差应不大于真空箱压力表的允许误差。

5.2.2 真空密封性

在真空箱稳定状态下 60min 内，真空度初始值与最终值之差应不大于 0.5kPa。

5.2.3 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 $\pm 3^\circ\text{C}$ 。

最高工作温度超过 200℃ 的真空箱，温度偏差应不超过其最大工作温度的 $\pm 1.5\%$ 。

5.2.4 温度波动度

真空箱温度波动度应不超过 $\pm 1^\circ\text{C}$ 。

注：(1) 对计量特性另有要求的真空箱，按有关技术文件规定的要求进行校准。

(2) 以上指标要求不用于合格性判断，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：(30~80) %RH。

6.1.3 大气压：(80~106) kPa。

6.1.4 负载条件：真空箱校准一般应在空载条件下进行，若用户需要可在负载条件下进行，但应说明负载情况。

6.2 校准用计量标准器

6.2.1 压力测量标准

压力测量标准的压力测量结果扩展不确定度 ($k=2$) 应不大于被测真空箱压力最大允许误差绝对值的 1/3。

6.2.2 温度测量标准

温度测量标准的温度测量结果扩展不确定度 ($k=2$) 应不大于被测真空箱压力最大允许误差绝对值的 1/3。

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压力偏差、真空密封性、温度偏差及温度波动度。

7.2 校准方法

7.2.1 压力偏差、真空密封性的校准

7.2.1.1 压力的校准

当采用无线压力标准器时，可以把压力标准器放置在真空箱内隔板的任意位置；当采用其他压力标准器时，可以通过压力接口与真空箱相连接，并严格保证连接处的密封性。对真空箱抽真空操作进行压力校准。

压力偏差的校准点为-0.05MPa，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，同时读取真空表压力示值和压力标准器示值，在6min内，每2min读数一遍，共读数4遍，取平均值计算压力偏差。

压力密封性的校准是在极限真空下进行。将真空箱开启直到极限真空度下，关闭真空箱进口阀、出口阀和真空泵，保持真空箱处于密封状态，在60min内，记录压力测量标准器的初始压力值和最终压力值。

7.2.1.1.1 压力偏差的计算

$$\Delta P = P_1 - P_0 \quad (1)$$

式中：

ΔP ——真空箱的压力偏差，MPa；

P_1 ——真空箱压力表的示值平均值，MPa；

P_0 ——压力测量标准器的示值平均值，MPa。

7.2.1.1.2 真空密封性的计算

在60min内测量真空密封性的变化量。

$$\Delta P' = P_F - P_S \quad (2)$$

式中：

$\Delta P'$ ——真空箱真空密封性，MPa；

P_S ——60min内真空箱压力初始值，MPa；

P_F ——60min内真空箱压力最终值，MPa。

7.2.2 温度偏差、温度波动度的校准

7.2.2.1 校准温度点的选择

校准温度点应选取真空箱使用范围的的高、中、低温度点，也可根据用户需要选择实际常用的温度点。

7.2.2.2 校准点位置的选择

温度校准点分布在设备工作室每层的隔板中心位置上。

7.2.2.3 温度的校准

在每个隔板上布放温度标准器，在常压下测量，将温度控制器设定到所要求的标称温度。在真空箱温度稳定 2h 后开始读数，每 2min 记录所有校准点的温度一次，在 30min 内记录 15 次。温度偏差和温度波动度可同时测量。

7.2.2.3.1 温度偏差的计算

计算各温度校准点 30min 内测量的最高温度与设定温度的差值，即为温度上偏差；各校准点 30min 内测量的最低温度与设定温度的差值，即为温度下偏差。

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

$$\Delta t_{\min} = t_{\min} - t_S \quad (4)$$

式中：

Δt_{\max} ——温度上偏差，℃；

Δt_{\min} ——温度下偏差，℃；

t_{\max} ——各校准点规定时间内测量的最高温度，℃；

t_{\min} ——各校准点规定时间内测量的最低温度，℃；

t_S ——设备设定温度，℃。

7.2.2.3.2 温度波动度的计算

对各个温度点，计算该点在 30min 内实测最高温度与最低温度的差值，取所有测量点最大差值的一半，冠以“±”号作为温度波动度。

$$\Delta t_f = \pm \max[(t_{j\max} - t_{j\min}) / 2] \quad (5)$$

式中：

Δt_f ——温度波动度，℃；

j ——校准位置点编号；

$t_{j\max}$ ——校准点 j 在 n 次测量中的最高温度，℃；

$t_{j\min}$ ——校准点 j 在 n 次测量中的最低温度，℃。

8 校准结果表达

校准结果应在校准证书或校准报告上反映。经校准的真空箱出具校准证书，校准证书应给出：压力偏差、真空密封性、温度偏差和温度波动度。校准结果应包含校准不确定度。

校准证书或报告应至少包括以下信息：

- a) 标题，如“校准证书”；
- b) 实验室名称和地址；
- c) 进行校准的地点（如果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相关时，应说明被校对象的接收日期；
- h) 如果与校准结果的有效性应用有关时，应对被校样品的抽样程序进行说明；
- i) 标准或依据的技术规范的标识，包括名称及代号；
- j) 被测校准所用测量标准的溯源性及有效性说明；
- k) 校准环境的描述；
- l) 校准结果及其测量不确定度的说明；
- m) 对校准规范的偏离的说明；
- n) 校准证书或校准报告签发人的签名、职务或等效的标识；
- o) 校准结果仅对校准对象有效的声明；
- p) 未经校准实验室书面批准，不得部分复制校准证书的声明。

9 复校时间间隔

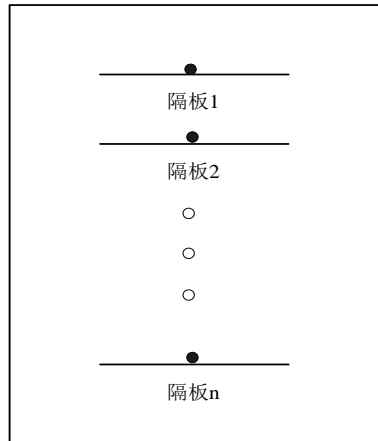
建议复校时间间隔最长不超过一年，用户可根据实际使用情况自主决定复校时间间隔。

附录 A

真空干燥箱校准记录参考格式

委托单位: _____, 型号规格: _____, 证书编号: _____
 制造厂: _____, 出厂编号: _____, 校准地点: _____
 环境温度: _____℃, 环境湿度: _____%RH, 大气压 _____kPa
 标准器名称 型号/规格 不确定度/准确度 证书编号 有效期至

A.1 测量标准布点图



A.2 校准结果的表示

A.2.1 压力参数的校准记录

A.2.1.1 压力偏差

设定压力值: MPa 温度: ℃

	读数1 (MPa)	读数2 (MPa)	读数3 (MPa)	读数4 (MPa)	平均值 (MPa)	压力偏 差(MPa)	$U(\text{MPa}),$ $k=2$
压力表显示值							
实测压力值							

A.2.1.2 真空密封性

	初始压力值 (MPa)	最终压力值 (MPa)	真空密封性 (MPa)	$U(\text{MPa}), k=2$
实测压力值				

A.2.2 温度参数的校准记录

设定温度: °C 压力值: MPa

次数	实测温度(°C)			
	隔板1	隔板2	隔板n
1				
2				
3				
4				
5				
6				
7				
8				
9				
10				
11				
12				
13				
14				
15				
最大值				
最小值				

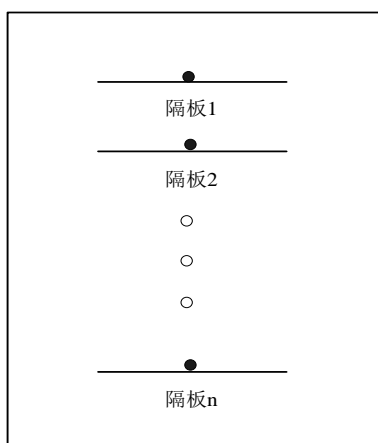
位置	隔板1	隔板2	隔板n
温度上偏差(°C)				
温度下偏差(°C)				
温度上偏差扩展不确定度 $U(^{\circ}\text{C}),k=2$				
温度下偏差扩展不确定度 $U(^{\circ}\text{C}),k=2$				
温度波动度(°C)				
温度波动度扩展不确定度 $U(^{\circ}\text{C}),k=2$				

校准: _____ 核验: _____ 校准日期: _____

附录 B

真空干燥箱校准证书内页参考格式

B.1 测量标准布点图



B.2 校准结果的表示

B.2.1 压力参数校准结果

压力偏差(MPa)	
压力偏差扩展不确定度 $U(\text{MPa}),k=2$	
真空密封性(MPa)	
真空密封性扩展不确定度 $U(\text{MPa}),k=2$	

B.2.2 温度参数校准结果

设定温度 ($^{\circ}\text{C}$)	位置	温度上偏 差 ($^{\circ}\text{C}$)	温度下偏 差 ($^{\circ}\text{C}$)	温度波动 度 ($^{\circ}\text{C}$)	温度上偏 差扩展不 确定度 $U(^{\circ}\text{C}),k=2$	温度下偏 差扩展不 确定度 $U(^{\circ}\text{C}),k=2$	温度波动 度扩展不 确定度 $U(^{\circ}\text{C}),k=2$
	隔板 1						
	隔板 2						
	...						
	隔板 n						

附录 C:

真空干燥箱压力偏差测量结果的不确定度评定示例

C.1 概述

C.1.1 环境条件: 温度 $(20 \pm 5) ^\circ\text{C}$, 相对湿度不大于 85%。

C.1.2 测量标准: 压力测量标准, 测量范围 $(-0.1 \sim 0) \text{ MPa}$, 0.4 级。

C.1.3 被测对象: 真空表, 测量范围 $(-0.1 \sim 0) \text{ MPa}$, 2.5 级。

C.1.4 测量点: -0.05 MPa 点。

C.1.5 测量方法

比较测量法。对真空箱进行抽真空操作, 选取 -0.05 MPa 点进行校准, 压力测量标准放置在隔板的任意位置, 通过抽真空, 直接比较真空表压力值与压力测量标准器压力值。

C.2 测量模型

$$\Delta P = P_1 - P_0$$

式中:

ΔP —真空表的压力偏差, MPa;

P_1 —被测真空表的压力值, MPa;

P_0 —压力测量标准的压力值, MPa。

灵敏系数:

$$c_1 = \partial \Delta / \partial P_1 = 1;$$

$$c_0 = \partial \Delta / \partial P_0 = -1。$$

C.3 标准不确定度分量评定

C.3.1 标准不确定度分量的来源

C.3.1.1 真空表的示值引入的不确定度 $u(P_1)$ 由下列分量构成:

- (1) 重复性测量引起的标准不确定度分量 $u_1(P_1)$;
- (2) 分辨力引起的不确定度分量 $u_2(P_1)$;
- (3) 温度变化引起的不确定度分量 $u_3(P_1)$;

C.3.1.2 压力标准器引入的不确定度 $u(P_0)$ 由其误差构成。

C.3.2 重复测量引起的不确定度分量 $u_1(P_1)$

对 -0.05 MPa 点重复测量 10 次, 得到 10 个数据 (MPa): -0.0504 、 -0.0508 、 -0.0508 、 -0.0504 、 -0.0512 、 -0.0508 、 -0.0504 、 -0.0512 、 -0.0508 、 -0.0504 , 其平均值:

$$\bar{P} = -0.05072 \text{ MPa}$$

实验标准差:

$$s(P_1) = \sqrt{\sum_{i=1}^{10} \frac{(P_i - \bar{P}_1)^2}{n-1}} = 0.00032 \text{ MPa}$$

实际校准取 4 次测量值的平均值, 故:

$$u_1(P_1) = s(\Delta P) / \sqrt{4} = 0.00016 \text{ MPa}$$

C. 3.3 分辨力引起的不确定度分量 $u_2(P_1)$

被测真空表分度值 0.002MPa, 按分度值的 1/5 估读, 估读误差 0.0004MPa, 按均匀分布, 半宽 $a=0.0002\text{MPa}$, 则读数分辨力所引入的不确定度分量为:

$$u_2(P_1) = \frac{a}{\sqrt{3}} = 0.00012 \text{ MPa}$$

由于重复性测量引入的不确定度远大于分辨力引起的不确定度, 因此取其中的较大者 $u_1(P_1)$, 而忽略 $u_2(P_1)$ 。

C. 3.4 温度变化引起的不确定度分量 $u_3(P_1)$

校准环境温度为 $(20 \pm 5)^\circ\text{C}$, 温度对真空表产生的附加误差为 $\beta \times \Delta t \times P$, 温度系数 $\beta=0.0004/^\circ\text{C}$, 温度变化半宽 $\Delta t=5^\circ\text{C}$, 真空表量程 $P=0.1\text{MPa}$, 按均匀分布, 包含因子 $k = \sqrt{3}$, 被测真空表由温度变化引起的不确定度分量为:

$$u_3(P_1) = \frac{\beta \times \Delta t \times P}{\sqrt{3}} = 0.00012 \text{ MPa}$$

C. 3.5 压力测量标准不确定度分量 $u(P_0)$

压力测量标准是 0.4 级, $E=0.4\% \times 0.1\text{MPa}=0.0004 \text{ MPa}$, 按均匀分布, 则压力测量标准的不确定度分量为:

$$u(P_0) = \frac{a}{\sqrt{3}} = 0.00023 \text{ MPa}$$

C. 4 合成标准不确定度的计算

C. 4.1 标准不确定度分量汇总见表。

不确定度分量	符号	概率分布	不确定度 MPa
重复测量引起的不确定度分量	$u_1(P_1)$	正态分布	0.00016
温度变化引起的不确定度分量	$u_3(P_1)$	均匀分布	0.00012

压力测量标准不确定度分量	$u(P_0)$	均匀分布	0.00023
--------------	----------	------	---------

C.4.2 合成标准不确定度

被测真空表压力值 P_1 的合成不确定度 $u(P_1)$ 为:

$$u(P_1) = \sqrt{[u_1(P_1)]^2 + [u_3(P_1)]^2} = 0.00020 \text{ MPa}$$

由于压力测量标准的标准不确定度分量 $u(P_0)$ 由上一级计量标准产生, 与被测真空表的不确定度分量 $u(P_1)$ 彼此独立, 各不相关, 灵敏系数:

$$c_1 = \partial \Delta P / \partial P_1 = 1$$

$$c_0 = \partial \Delta P / \partial P_0 = -1$$

代入上式, 得:

$$u_c(\Delta P) = \sqrt{u^2(P_1)c_1^2 + u^2(P_0)c_0^2} = 0.00031 \text{ MPa}$$

C.5 扩展不确定度的确定

取包含因子 $k=2$, 压力偏差测量结果的扩展不确定度:

$$U = k \times u_c = 0.00062 \text{ MPa} \approx 0.7 \text{ kPa} \quad (k=2)$$

C.6 结果及其不确定度报告

压力偏差测量结果的扩展不确定度:

$$U=0.7 \text{ kPa}, \quad k=2$$

附录 D:

真空干燥箱温度偏差测量结果的不确定度评定示例

D.1 概述

D.1.1 测量环境条件：温度 24℃，湿度 50%RH。

D.1.2 主要标准器：温度测量标准，测量范围为（-40~135）℃，分辨力 0.01℃，最大允许误差为±0.1℃。

D.1.3 被校对象：

真空干燥箱，仪器显示分辨力为 0.1℃。

D.1.4 校准方法：

校准前将真空箱开机，把温度控制器设定到所要求的标称温度，使设备正常工作。稳定后开始读数，每 2min 记录所有校准点的温度一次，在 30min 内共校准 15 次。

对其温度偏差进行不确定度评定。计算各温度校准点 30min 内测量的最高温度与设定温度的差值，即为温度上偏差；各校准点 30min 内测量的最低温度与设定温度的差值，即为温度下偏差。

D.2 测量模型

为评定方便，将温度偏差公式写成：

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

$$\Delta t_{\min} = t_{\min} + C - t_S \quad (\text{D.2})$$

式中：

Δt_{\max} —— 温度上偏差，℃；

Δt_{\min} —— 温度下偏差，℃；

t_{\max} —— 各测试点规定时间内测量的最高温度，℃；

t_{\min} —— 各测试点规定时间内测量的最低温度，℃；

C —— 温度标准器修正值，℃；

t_S —— 设备设定温度，℃。

本示例以温度上偏差进行评定。对公式 (D.1) 各分量求偏导，得到各分量的灵敏系数：

$$c_1 = c(t_{\max}) = \partial \Delta t_{\max} / \partial t_{\max} = 1$$

$$c_2 = c(C) = \partial \Delta t_{\max} / \partial C = 1$$

$$c_3 = c(t_s) = \partial \Delta t_{\max} / \partial t_s = -1$$

D.3 标准不确定度分量评定

不确定度来源：温度测量值 t_{\max} 的测量重复性和标准器分辨力、标准器修正值 C 的溯源不确定度和标准器稳定性、被测真空箱设定值 t_s 的分辨力。

D.3.1 温度测量重复性及标准器温度分辨力引入的标准不确定度 u_1

(a) 在 30℃ 校准点重复性条件下测量 10 次，得到 t_{\max} 数据为：30.09、30.11、30.15、30.08、30.13、30.36、30.21、30.56、30.43、30.02，平均值：

$$\bar{t}_{\max} = 30.214 \text{ } ^\circ\text{C}$$

实验标准差：

$$s(t_{\max}) = \sqrt{\sum_{i=1}^{10} \frac{(t_{\max i} - \bar{t}_{\max})^2}{n-1}} = 0.18 \text{ } ^\circ\text{C}$$

(b) 标准器温度分辨力为 0.01℃，不确定度区间半宽 0.005℃，服从均匀分， $k = \sqrt{3}$ ，则分辨力引入的标准不确定度分量： $u(b) = 0.003 \text{ } ^\circ\text{C}$ 。由于 $u(b)$ 比重复性引入的不确定度分量小，因此忽略分辨力引入的不确定度分量，故：

$$u_1 = s(t_{\max}) = 0.18 \text{ } ^\circ\text{C}$$

D.3.2 标准器修正值引入的不确定度分量 u_2

影响标准器温度修正值的不确定度因素主要有溯源不确定度和标准器的稳定性两个因素。

D.3.2.1 标准器温度溯源引入的标准不确定度分量 u_{21} 的评定

标准器溯源证书的不确定度 $U = 0.05 \text{ } ^\circ\text{C}$ ， $k = 2$ ，则标准器温度溯源引入的标准不确定度分量 u_{21} ：

$$u_{21} = 0.025 \text{ } ^\circ\text{C}$$

D.3.2.2 标准器温度稳定性引入的标准不确定度分量 u_{22} 的评定

标准器周期内的温度稳定性取经验值 0.10℃，不确定度区间半宽为 0.05℃，按均匀分

布，由此引入的标准不确定度为：

$$u_{22} = \frac{0.05}{\sqrt{3}} = 0.03 \text{ } ^\circ\text{C}$$

D.3.2.3 标准器修正值引入的标准不确定度 u_2 计算

标准器温度参数引入的标准不确定度 u_2 的计算。由于 u_{21} 、 u_{22} 互不相关，因此：

$$u_2 = \sqrt{u_{21}^2 + u_{22}^2} = 0.04 \text{ } ^\circ\text{C}$$

D.3.3 被测真空箱温度设定值分辨力引入的标准不确定度分量 u_3 的评定

被测真空箱温度设定值分辨力为 $0.1 \text{ } ^\circ\text{C}$ ，不确定度区间半宽 $0.05 \text{ } ^\circ\text{C}$ ，按均匀分布，则分辨力引入的不确定度分量：

$$u_3 = \frac{0.05}{\sqrt{3}} = 0.03 \text{ } ^\circ\text{C}$$

D.4 合成标准不确定度的计算

标准不确定度分量汇总表见表 D.1

表 D.1 温度上偏差校准标准不确定度分量汇总表

标准不确定度	不确定度来源	标准不确定度 u_i 值	灵敏系数 c_i	$ c_i u_i$
u_1	温度偏差测量重复性	$0.18 \text{ } ^\circ\text{C}$	1	$0.18 \text{ } ^\circ\text{C}$
u_2	标准器温度修正值及稳定性	$0.04 \text{ } ^\circ\text{C}$	1	$0.04 \text{ } ^\circ\text{C}$
u_3	被测真空箱温度设定值分辨力	$0.03 \text{ } ^\circ\text{C}$	-1	$0.03 \text{ } ^\circ\text{C}$

温度上偏差校准结果合成标准不确定度 u_c 计算

由于 u_1 、 u_2 、 u_3 互不相关，则合成标准不确定度 $u_c = 0.19 \text{ } ^\circ\text{C}$

D.5 扩展不确定度的确定

取包含因子 $k=2$ ，温度上偏差扩展不确定度为： $U = k \times u_c = 0.38 \text{ } ^\circ\text{C} \approx 0.4 \text{ } ^\circ\text{C}$

D.6 结果及其不确定度报告

见表 D.2。

表 D.2 真空箱温度偏差校准不确定度报告

校准温度(°C)	30
温度上偏差扩展不确定度 U (°C), ($k=2$)	0.4