



中华人民共和国国家计量技术规范

JJF XXXX—20XX

(-196~0) °C 开口型低温恒温器校准规范

Calibration Specification of (-196~0) °C Open-type Cryostats

(征求意见稿)

20XX—XX—XX 发布

20XX—XX—XX 实施

国家市场监督管理总局 发布

(-196~0)°C开口型低温恒温器校准规范

Calibration Specification of (-196~0)°C Open-type Cryostats

归口单位：全国温度计量技术委员会

主要起草单位：

本规范委托全国温度计量技术委员会负责解释

本规范主要起草人：

目 录

引言.....	(II)
1 范围.....	(1)
2 引用文件.....	(1)
3 术语与计量单位.....	(1)
3.1 术语.....	(1)
3.2 计量单位.....	(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 测量标准及其他设备.....	(3)
7 校准项目与校准方法.....	(3)
7.1 校准项目.....	(3)
7.2 校准前准备.....	(3)
7.3 校准方法.....	(3)
8 校准结果表达.....	(5)
9 复校时间间隔.....	(6)
附录 A 开口型低温恒温器校准记录参考格式.....	(7)
附录 B 开口型低温恒温器校准证书内页参考格式.....	(9)
附录 C 开口型低温恒温器孔间温差校准结果不确定度评定示例.....	(10)
附录 D 开口型低温恒温器温度波动性校准结果不确定度评定示例.....	(14)

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。

本规范为首次发布。

(-196~0) °C开口型低温恒温器校准规范

1 范围

本规范适用于温度范围(-196~0) °C的开口型低温恒温器的校准，其他类似设备也可参照本规范进行校准。

2 引用文件

JJG 160—2007 标准铂电阻温度计

JJF 1007—2007 温度计量名词术语及定义

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 术语与计量单位

3.1 术语

3.1.1 低温恒温器 Cryostat

具有均匀稳定温度场，用于低温温度计比对、校准的实验装置。常以液氮和液氦作为冷源，多用于-70 °C以下温区。常见的有低温比较槽、氮点比较槽等。

[JJF 1007—2007，接触测温 4.75]

3.1.2 开口型低温恒温器 open-type Cryostat

温度计孔与外界环境相通的低温恒温器。

3.1.3 孔间温差 temperature uniformity of the wells

开口型低温恒温器达到规定稳定时间后，不同温度计孔之间的最大温度差值。

3.1.4 温度波动性 temperature volatility

开口型低温恒温器达到规定稳定时间后，其温度计孔在一定时间间隔内，温度变化的最大幅度。

3.2 计量单位

温度计量单位为 °C，mK。

4 概述

开口型低温恒温器（以下简称恒温器）广泛应用于生物实验、医药、科学研究领域，是低温材料物性测试、低温医疗研究、低温传感器校准标定等过程中的重要设备。恒温器是采用液氮或低温制冷机为冷源，温度计孔与外界环境相通，构建准确、稳定的低温环境，

使样品或被校物品处在恒定的或可按需求变化的低温场，并对其进行物理量测量的装置。通常由冷源（液氮杜瓦）、恒温室、温度计孔、温度控制系统等组成，典型结构示意图如图 1 所示。

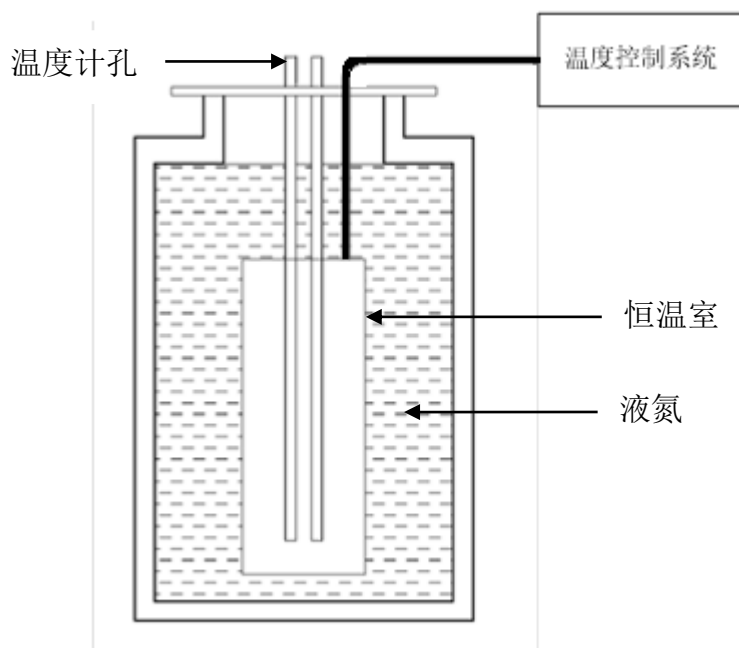


图 1 恒温器典型结构示意图

5 计量特性

(-196~0)℃恒温器的计量特性见表 1。

表 1 恒温器技术指标

计量特性	技术指标
孔间温差	(1~20)mK
温度波动性	(2.5~20)mK/10min
注：以上所有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

温度：15℃~30℃；

相对湿度：不大于 85%；

校准时，恒温器周围应避免其它冷、热源影响，保持测量环境通风换气，避免液氮蒸发造成惰性气体聚集。环境条件还应满足电测设备的正常工作要求。

6.2 测量标准及其他设备

测量标准及其他设备技术指标要求见表 2。

表 2 测量标准及其他设备技术指标

序号	名称	技术要求	用途	备注
1	标准铂电阻温度计	测量范围： (-196~0.01) °C 准确度等级：一等标准	标准器	应不少于两支
2	测温电桥	测量范围：(0.1~100) Ω 相对误差不大于 2×10^{-6} 分辨力：0.00001 Ω 或 0.0001 °C 具有电流保持、自动采集和存储功能，采集速率不大于 10s	电测设备	如需测量更高精度，可外接标准电阻

校准时可选用表 2 所列的测量标准，也可以选用符合要求的其他测量标准。

7 校准项目和校准方法

7.1 校准项目

孔间温差、温度波动性。

7.2 校准前准备

7.2.1 校准前应对恒温器液面进行检查，液面高度应满足恒温器使用说明书要求。

7.2.2 校准前应对电测设备进行预热，预热时间不少于 30min 或满足电测设备使用说明书要求。

7.3 校准方法

7.3.1 校准点

校准点应包括恒温器温度范围上限、下限温度点，也可根据用户要求选择校准的温度点。

7.3.2 孔间温差校准

7.3.2.1 校准过程

a) 将两支标准铂电阻温度计分别插入恒温器两个测量孔底部，温度计 A 作为固定温度计，固定在孔 1，温度计 B 作为移动温度计，插入孔 2，常见的四孔恒温器示意图如图 2。待恒温器达到设定温度后至少稳定 30min 或恒温器使用说明书要求的时间，才可以读数。开始读数时，恒温器实际温度（以固定温度计为准）与测试点温度偏离应不超过 $\pm 1^\circ\text{C}$ 。按照固定温度计→移动温度计→移动温度计→固定温度计顺序，用测温电桥测量两支温度

计的值，测量两个循环，记录四次数据，分别记录为 t_{11} 、 t_{21} 、 t_{22} 、 t_{12} 、 t_{13} 、 t_{23} 、 t_{24} 、 t_{14} 。

固定温度计测量平均值： $\overline{t_{1A-2}} = (t_{11} + t_{12} + t_{13} + t_{14})/4$ 。

移动温度计测量平均值： $\overline{t_{2B}} = (t_{21} + t_{22} + t_{23} + t_{24})/4$ 。

则孔 1 与孔 2 的测量差值为： $\Delta t_{1A-2B} = (\overline{t_{1A-2}} - \overline{t_{2B}})$ 。

注：1. t_{11} 、 t_{21} 、……、 t_{14} 可取电桥测量平均值。

b) 保持温度计 A 固定在孔 1，将温度计 B 依次插入孔 3、孔 4，按照上述方法分别得到孔 1 与孔 3、孔 4 的测量差值 $\Delta t_{1A-3B} = (\overline{t_{1A-3}} - \overline{t_{3B}})$ 、 $\Delta t_{1A-4B} = (\overline{t_{1A-4}} - \overline{t_{4B}})$ 。

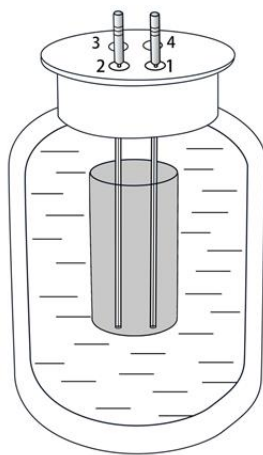


图 2 四孔恒温器示意图

c) 上述测量完成后，将温度计 B 固定在孔 4，移动温度计 A，将其分别插入孔 2、孔 3 中，稳定后，按照 a) 的测量方法，得到孔 4 与孔 2、孔 4 与孔 3 的测量差值 $\Delta t_{4B-2A} = (\overline{t_{4B-2}} - \overline{t_{2A}})$ 、 $\Delta t_{4B-3A} = (\overline{t_{4B-3}} - \overline{t_{3A}})$ 。

d) 上述测量完成后，将温度计 A 固定在 3 孔，温度计 B 插入孔 1 中，稳定后，按照 a) 的测量方法，得到孔 3 与孔 1 的测量差值 $\Delta t_{3A-1B} = (\overline{t_{3A-1}} - \overline{t_{1B}})$ 。

注：具有其他数量温度计孔的恒温器需参照上述方法进行孔间温差校准。

7.3.2.2 数据处理

根据 7.3.2.1 测量结果计算各孔之间的温度差值。

孔 2 与孔 3 的温度差值：

$$\Delta t_{2-3} = (\Delta t_{1A-3B} - \Delta t_{1A-2B}) \quad (1)$$

式中：

Δt_{2-3} ——孔 2 与孔 3 之间的温差，mK；

Δt_{1A-3B} ——温度计 A 固定在 1 孔测量得到的孔 1 与孔 3 的温度差值，mK；

Δt_{1A-2B} ——温度计 A 固定在 1 孔测量得到的孔 1 与孔 2 的温度差值，mK。

以此类推，得到孔 2 与孔 4、孔 3 与孔 4、孔 1 与孔 2、孔 1 与孔 3、孔 4 与孔 1 的温度差值：

$$\Delta t_{2-4} = (\Delta t_{1A-4B} - \Delta t_{1A-2B})、\Delta t_{3-4} = (\Delta t_{1A-4B} - \Delta t_{1A-3B})、\Delta t_{1-2} = (\Delta t_{1A-4B} + \Delta t_{4B-2A})、$$

$$\Delta t_{1-3} = (\Delta t_{1A-4B} + \Delta t_{4B-3A})、\Delta t_{4-1} = (\Delta t_{4B-3A} + \Delta t_{3A-1B})。$$

孔间温差：

$$\Delta t_u = \max(|\Delta t_{1-2}|, |\Delta t_{1-3}|, |\Delta t_{2-3}|, |\Delta t_{2-4}|, |\Delta t_{3-4}|, |\Delta t_{4-1}|) \quad (2)$$

式中：

Δt_u ——恒温器孔间温差，mK；

Δt_{1-2} 、 Δt_{1-3} 、 Δt_{2-3} 、 Δt_{2-4} 、 Δt_{3-4} 、 Δt_{4-1} ——分别为孔 1 与孔 2、孔 1 与孔 3、孔 2 与孔 3、孔 2 与孔 4、孔 3 与孔 4、孔 4 与孔 1 的温度差值，mK。

7.3.3 温度波动性校准

7.3.3.1 校准过程

将一支标准铂电阻温度计插入恒温器任一温度计孔底部，待恒温器达到设定温度后至少稳定 30min 或恒温器使用说明书要求的时间，才可以读数。开始读数时，恒温器实际温度（以标准铂电阻温度计为准）与测试点温度偏离应不超过 $\pm 1^\circ\text{C}$ 。用测温电桥测量该标准铂电阻计 10min 内（采样频率不大于 10s）的温度值，至少记录 61 个数据，取其最大值和最小值之差为恒温器的温度波动性。

7.3.3.2 数据处理

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

式中：

Δt_f ——温度波动性，mK；

t_{\max} ——10min 内标准铂电阻温度计读数的最大温度值， $^\circ\text{C}$ ；

t_{\min} ——10min 内标准铂电阻温度计读数的最小温度值， $^\circ\text{C}$ 。

8 校准结果表达

经校准的恒温器出具校准证书，校准证书至少应包括以下信息：

- 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；
- 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) 对校准规范的偏离的说明；
- m) 校准证书或校准报告签发人的签名、职务或等效标识；
- n) 校准人和核验人签名；
- o) 校准结果仅对被校对象有效性的声明；
- p) 未经实验室书面批准，不得部分复制校准证书的声明。

9 复校时间间隔

由于复校间隔时间的长短是恒温器的使用情况、使用者、仪器本身质量等因素所决定，因此，用户可根据实际使用情况确定复校时间间隔。建议复校时间间隔最长不超过一年。

附录 A

开口型低温恒温器原始记录参考格式

委托单位				客户联络信息			
仪器名称				制造厂			
型号				出厂编号			
标准铂电阻温度计		型号		出厂编号		测量范围	
		准确度等级 /最大允许误差 /不确定度		证书编号		有效期至	
		型号		出厂编号		测量范围	
		准确度等级 /最大允许误差 /不确定度		证书编号		有效期至	
测温电桥		型号		出厂编号		测量范围	
		准确度等级 /最大允许误差 /不确定度		证书编号		有效期至	
校准依据							
校准日期		年	月	日	温度	湿度	
校准点/°C							
温度计孔		1	2	1	3		
读数/°C	1						
	2						
	3						
	4						
平均值/°C							
固定温度计与移动 温度计测量差值		$t_{1A-2B} =$			$t_{1A-3B} =$		
温度计孔		1	4	4	2		
读数/°C	1						
	2						
	3						
	4						
平均值/°C							
固定温度计与移动 温度计测量差值		$t_{1A-4B} =$			$t_{4B-2A} =$		
温度计孔		4	3	3	1		
读数/°C	1						
	2						
	3						
	4						
平均值/°C							
固定温度计与移动 温度计测量差值		$t_{4B-3A} =$			$t_{3A-1B} =$		
两孔间温度差值/mK		Δt_{2-3}	Δt_{2-4}	Δt_{3-4}	Δt_{1-2}	Δt_{1-3}	Δt_{4-1}
孔间温差/mK							
不确定度 $U (k=2)$ mK							

开口型低温恒温器原始记录参考格式（续）

温度计孔	次数	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12			
	读数/°C															
	次数	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24			
	读数/°C															
	次数	25	26	27	28	29	30	31	32	33	34	35	36			
	读数/°C															
	次数	37	38	39	40	41	42	43	44	45	46	47	48			
	读数/°C															
	次数	49	50	51	52	53	54	55	56	57	58	59	60			
	读数/°C															
	次数	61														
	读数/°C															
温度波动性/mK																
不确定度 $U(k=2)$ mK																
校准员							核验员						校准日期			

以上内容仅为本文档的试下载部分，为可阅读页数的一半内容。如要下载或阅读全文，请访问：<https://d.book118.com/687000004021006140>