

# JJF (皖)

## 安徽省地方计量校准规范

JJF (皖) 119-2022

---

### 真空干燥箱校准规范

Calibration Specification of Vacuum Ovens

2022-01-04 发布

2022-02-15 实施

---

安徽省市场监督管理局 发布

# 真空干燥箱校准规范

Calibration Specification of  
Vacuum Ovens

JJF (皖) 119—2022

归口单位：安徽省市场监督管理局  
主要起草单位：安徽省计量科学研究院  
合肥市计量测试研究院

本规范委托安徽省计量科学研究院负责解释

**本规范主要起草人：**

沈燕春（安徽省计量科学研究院）

刘媛媛（合肥市计量测试研究院）

徐亚迪（合肥市计量测试研究院）

苏建红（安徽省计量科学研究院）

赵 坤（安徽省计量科学研究院）

**参加起草人：**

甘昌业（合肥市计量测试研究院）

蒋 菲（合肥市食品药品检验中心）

王业为（同路生物制药有限公司）

# 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 温度波动度.....	3
6 校准条件.....	3
6.1 环境条件.....	3
6.2 负载条件.....	3
6.3 测量标准.....	3
7 校准项目和校准方法.....	4
7.1 校准前检查.....	4
7.2 校准项目.....	4
7.3 校准方法.....	4
7.4 数据处理.....	5
8 校准结果的表达.....	6
9 复校时间间隔.....	7
附录 A 真空干燥箱校准记录参考格式.....	8
附录 B 真空干燥箱校准证书内页参考格式.....	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 真空干燥箱温度偏差测量不确定度评定示例.....	14

# 引 言

本规范按照 JJF 1071-2010《国家计量校准规范编写规则》的要求进行编写。

本规范为首次发布。

# 真空干燥箱校准规范

## 1 范围

本规范适用于真空压力范围(-0.1~0)MPa 或(0~101)kPa abs、温度范围(40~150)℃的真空干燥箱(以下简称真空箱)的压力参数和温度参数的校准。

## 2 引用文件

本规范引用了下列文件:

JJF 1101 环境试验设备温度、湿度参数校准规范

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

### 3.1 术语

JJF 1101、GB/T 29251 界定的及以下术语和定义适用于本规范。

#### 3.1.1 工作空间 working space

真空箱中能将规定的压力、温度性能保持在规定偏差范围内的那部分空间。

#### 3.1.2 真空密封性 vacuum leakproofness

真空箱在达到极限真空状态下,一定时间间隔内,其保持真空压力的能力。

#### 3.1.3 压力示值误差 pressure indication error

真空箱稳定状态下,一定时间间隔内,真空箱压力仪表示值平均值与实测压力值平均值的差值。

#### 3.1.4 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。温度偏差包括温度上偏差和温度下偏差。

#### 3.1.5 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。

### 3.2 计量单位

真空箱压力使用的计量单位为帕【斯卡】(Pa),或是它的十进倍数单位:kPa、MPa

等；温度使用的计量单位为摄氏度（℃）。

#### 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，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。

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，具体结构见图 1。

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、烘培以及各类玻璃容器的消毒和灭菌用。

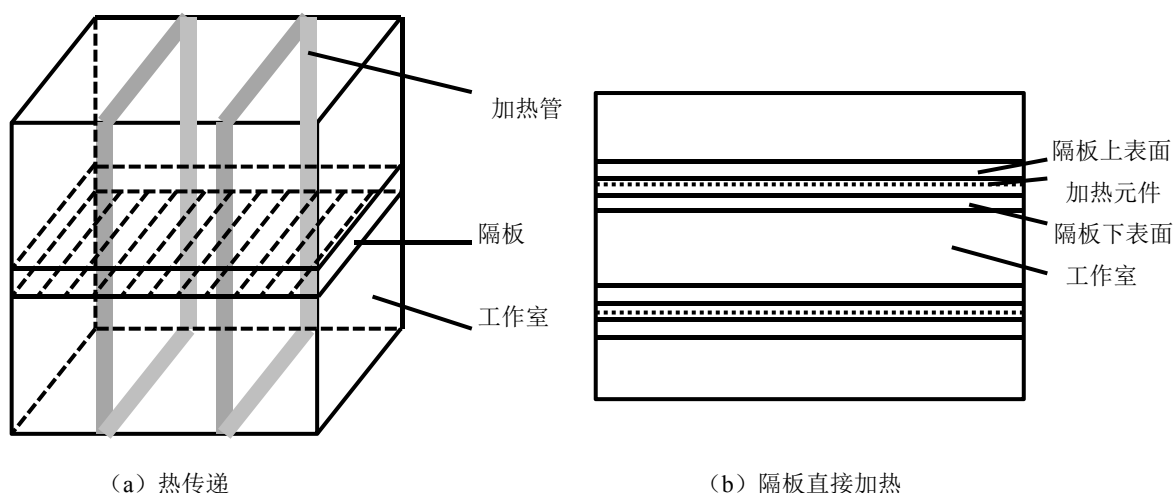


图 1 真空箱隔板结构图

#### 5 计量特性

##### 5.1 真空密封性

真空箱在稳定的工作状态下，60 min 内真空密封性应不超过 0.5 kPa。

##### 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/kPa	±1.0	±1.6	±2.5

##### 5.3 温度偏差

真空箱温度偏差应不超过±3.0 ℃。

## 5.4 温度波动度

真空箱温度波动度应不超过 $\pm 1.0$  °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定，仅供参考。

## 6 校准条件

### 6.1 环境条件

环境温度：（5~35）°C；

相对湿度：不大于 80%；

大气压力：（86~106）kPa；

供电电源应满足以下要求：

电压：三相交流电（380 $\pm$ 38）V；单相交流电（220 $\pm$ 22）V；

频率：（50 $\pm$ 1）Hz。

真空箱周围应无强烈振动等机械性或电磁干扰以及腐蚀性气体存在，应避免其他冷、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

#### 6.3.1 压力测量标准

压力测量标准应与真空箱压力仪表测量类型（表压力或绝对压力）相同，且测量范围应能涵盖真空箱极限真空度处和选定的压力示值校准点。压力测量标准的最大允许误差绝对值或修正值引入的扩展不确定度（ $k=2$ ）应不超过真空箱压力仪表最大允许误差绝对值的 1/4，示值分辨力不低于 0.1 kPa。当选用无线压力数据采集仪作为压力测量标准时，采样频率应不小于 1 个读数/30 s。

#### 6.3.2 温度测量标准

温度测量标准应选用无线温度数据采集仪，数量应能满足校准布点的要求；温度测量标准最大允许误差为 $\pm 0.2$  °C，分辨力不低于 0.01 °C，采样频率应不小于 1 个读数/30 s。

#### 6.3.3 电子秒表

最大允许误差为不超过 $\pm 0.5$  s/d。



## 7 校准项目和校准方法

### 7.1 校准前检查

7.1.1 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。

7.1.2 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 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、温度波动度。

### 7.3 校准方法

#### 7.3.1 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，也可以根据用户实际需要选择校准点。

#### 7.3.2 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。

#### 7.3.3 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，可以通过压力接口与真空箱相连接，但应严格保证连接处的密封性。

温度测量点分布在真空干燥箱工作室每层隔板中心位置上，每层隔板放置一个无线温度数据采集仪，并用 1、2、3……数字表示，如图 2 所示。

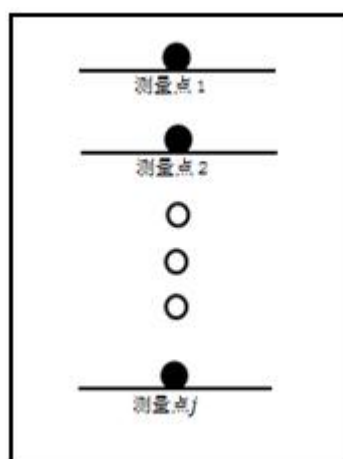


图 2 温度测量点布置示意图

### 7.3.4 校准过程

#### 7.3.4.1 真空密封性的校准

真空密封性校准应在环境温度下进行，按照 7.3.3 规定摆放测量标准，关闭箱门，保证密封。开启真空泵，抽真空至真空箱极限真空度处，待压力稳定后，先关闭真空阀，再关闭真空泵。读取压力测量标准示值  $p_0$ ，60min 后再次读取压力测量标准示值  $p_1$ 。

#### 7.3.4.2 压力示值误差、温度偏差、温度波动度的校准

将真空箱进行抽真空操作至极限真空或选定校准点附近处，待箱内真空状态稳定后，先关闭箱体与真空泵的连接阀门，再关闭真空泵，将真空箱温度控制器设定到所选温度校准点进行升温加热。当真空箱达到设定温度后如果箱内真空度有所下降，可适当进行一次补抽真空操作。待真空箱到达稳定工作状态后，开始记录采集的压力数据和各测量点温度数据，记录时间间隔为 2min，30min 内共记录 16 组数据。

稳定时间以说明书为依据，说明书中没有给出的，一般按以下原则执行：温度达到设定值，60min 后可以开始记录数据，如箱内温度仍未稳定，可按实际情况至多延长 30min，温度达到设定值至开始记录数据所等待的时间不超过 90min。

### 7.4 数据处理

#### 7.4.1 真空密封性

$$\Delta p' = p_1 - p_0 \quad (1)$$

式中：

$\Delta p'$ ——真空密封性，kPa或MPa；

$p_1$ ——60min内压力最终值，kPa或MPa；

$p_0$ ——60min内压力初始值，kPa或MPa。

#### 7.4.2 压力示值误差

$$\Delta p = p_d - p_s \quad (2)$$

式中：

$\Delta p$ ——压力示值误差，kPa或MPa；

$p_d$ ——真空箱压力示值的平均值，kPa或MPa；

$p_s$ ——压力测量标准示值的平均值，kPa或MPa。

#### 7.4.3 温度偏差

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

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

式中:

$\Delta t_{\max}$  ——温度上偏差, °C;

$\Delta t_{\min}$  ——温度下偏差, °C;

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

$t_{\min}$  ——各温度测量点在 30min 内测量的最低温度, °C;

$t_d$  ——真空箱设定温度值, °C。

#### 7.4.4 温度波动度

分别计算各温度测量点 30 min 内实测温度最大值与最小值差值, 取差值的一半, 冠以“±”号, 作为真空箱该测量点的温度波动度, 取全部测量点中变化量最大的作为温度波动度的校准结果。

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

式中:

$\Delta t_f$  ——温度波动度, °C;

$t_{j\max}$  ——温度测量点  $j$  在 30min 内测量的最高温度, °C;

$t_{j\min}$  ——温度测量点  $j$  在 30min 内测量的最低温度, °C。

## 8 校准结果的表达

经校准的真空干燥箱出具校准证书, 校准结果应在校准证书上反映。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, 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) 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) 校准所依据的技术规范的标识，包括名称及代号；
- j) 本次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、职务或等效标识；
- o) 校准结果仅对被校对象有效的声明；
- p) 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

建议复校间隔时间一般不超过一年。送校单位也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: \_\_\_\_\_ 委托单位地址: \_\_\_\_\_ 记录编号: \_\_\_\_\_

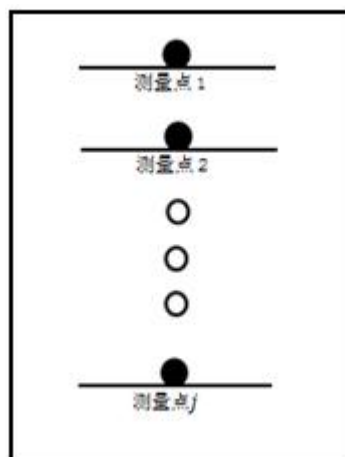
型号规格: \_\_\_\_\_ 制造厂: \_\_\_\_\_ 出厂编号: \_\_\_\_\_ 校准地点: \_\_\_\_\_

环境温度: \_\_\_\_\_ °C 环境湿度: \_\_\_\_\_ %RH 大气压力: \_\_\_\_\_ kPa

## 1. 校准记录

压力标准器	名称: _____ 型号/规格: _____ 不确定度/准确度等级/最大允许误差: _____					
	证书编号: _____ 有效期至: _____					
温度标准器	名称: _____ 型号/规格: _____ 不确定度/准确度等级/最大允许误差: _____					
	证书编号: _____ 有效期至: _____					
真空密封性的校准:						
初始压力值 $p_0$ /kPa	最终压力值 $p_1$ /kPa					
	真空密封性 $\Delta p'$ /kPa					
压力示值误差、温度参数的校准: _____ (压力校准点: _____ ; 温度校准点: _____ )						
次数 $n$	压力示值/kPa	压力实测值/kPa	温度实测值/°C			
			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						
平均值			/			
数据处理:						
$t_{jmax} - t_{jmin}$ : /°C:						
温度上偏差 $\Delta t_{max}$ /°C:			温度下偏差 $\Delta t_{min}$ /°C:			
温度波动度 $\Delta t_f$ /°C:			压力示值误差 $\Delta p$ /kPa:			
压力示值误差的测量不确定度: $U=$ _____ kPa ( $k=2$ )						
温度偏差的测量不确定度: $U=$ _____ °C ( $k=2$ )						

2. 温度测量点布置示意图



校准员：

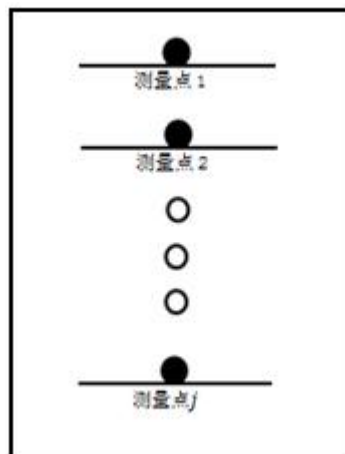
核验员：

年 月 日

## 附录 B

## 真空干燥箱校准证书内页参考格式

## 1. 温度测量点布置示意图



## 2. 校准结果

校准项目		扩展不确定度 ( $k=2$ )	
真空密封性		kPa	/
校准点 压力 kPa 温度 °C	压力示值误差	kPa	$U=$ kPa
	温度偏差	上偏差 °C	$U=$ °C
		下偏差 °C	
	温度波动度	°C	/

## 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

环境温度：(5~35)℃；相对湿度：不超过 80%；大气压力：(86~106)kPa。

## C.1.2 测量标准

无线压力数据采集仪，测量范围(0~400)kPa abs，分辨力 0.01 kPa，扩展不确定度  $U=0.05$  kPa， $k=2$ 。

## C.1.3 被测对象

真空箱压力仪表，测量范围(0~110)kPa abs，显示分辨力 1 kPa。

## C.1.4 校准方法

采取直接比较法校准。对真空箱进行抽真空操作，选取极限真空处进行校准，压力测量标准放置在隔板的任意位置，通过抽真空操作，待真空箱达到预设稳定工作状态后，开始记录测量点压力数据，记录时间间隔为 2min，30min 内共记录 16 组数据。

30min 内真空压力仪表示值的平均值与压力测量标准示值的平均值之间的差值，即为压力示值误差。

## C.2 测量模型

$$\Delta p = p_d - p_s \quad (1)$$

式中：

$\Delta p$ ——压力示值误差，kPa或MPa；

$p_d$ ——真空箱压力仪表示值的平均值，kPa或MPa；

$p_s$ ——压力测量标准示值的平均值，kPa或MPa。

## C.3 标准不确定度评定

标准不确定度来源：被校真空箱压力仪表压力值引入的标准不确定度  $u(p_d)$ 、压力测量标准压力值引入的标准不确定度  $u(p_s)$ 。



C.3.1 被校真空箱压力仪表压力值引入的标准不确定度  $u(p_d)$ C.3.1.1 被校真空箱压力仪表测量重复性引入的标准不确定度  $u_1(p_d)$ 

对压力校准点重复测量 10 次，得到 10 个数据（见表 1）。

表 1 真空压力仪表重复性测量数据

测量次数	真空示值/kPa
1	16
2	16
3	16
4	16
5	16
6	16
7	16
8	16
9	17
10	17
实验标准差 $s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (p_{d,i} - \bar{p}_d)^2}{n-1}}$	0.42

实际校准结果取 16 次测量值的平均值，故：

$$u_1(p_d) = s / \sqrt{16} = 0.11 \text{ kPa}$$

C.3.1.2 真空箱压力仪表显示分辨力引入的标准不确定度  $u_2(p_d)$ 

被校真空箱压力仪表显示分辨力为 1 kPa，取其半宽按均匀分布估计，则显示分辨力引入的标准不确定度为：

$$u_2(p_d) = \frac{1}{2\sqrt{3}} = 0.29 \text{ kPa}$$

由于测量重复性引入的标准不确定度包括了分辨力的影响，因此被校真空箱压力仪表压力值引入的标准不确定度  $u(p_d)$  取两者中的较大者。由于  $u_1(p_d) < u_2(p_d)$ ，因此  $u(p_d)$  取较大者  $u_2(p_d)$  的结果。

C.3.2 压力测量标准压力修正值引入的标准不确定度  $u(p_s)$ 

压力标准器示值修正值扩展不确定度为  $U=0.05$  kPa,  $k=2$ , 引入的标准不确定度为:

$$u(p_s) = \frac{0.05}{2} = 0.025 \text{ kPa}$$

## C.4 标准不确定度汇总表

见表 2。

表 2 压力示值误差标准不确定度汇总表

不确定度符号		不确定度来源	不确定度值 $u_i$ /kPa
$u(p_d)$	$u_1(p_d)$	真空箱压力仪表测量重复性引入	0.11
	$u_2(p_d)$	真空箱压力仪表显示分辨力引入	0.29
$u(p_s)$		压力测量标准压力修正值引入	0.025

## C.5 合成不确定度的计算

由于  $u(p_d)$ 、 $u(p_s)$  之间互不相关, 则合成不确定度为:

$$u_c(\Delta p) = \sqrt{u^2(p_d) + u^2(p_s)} = 0.3 \text{ kPa}$$

## C.6 扩展不确定度

取包含因子  $k=2$ , 则压力示值误差的扩展不确定度为:

$$U = k \times u_c(\Delta p) = 0.6 \text{ kPa}$$

## 附录 D

## 真空干燥箱温度偏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)℃；湿度：不超过 80% RH；大气压力：(86~106) kPa。

## D.1.2 测量标准：

无线温度数据记录仪，分辨力 0.01℃，扩展不确定度  $U=0.07$ ℃， $k=2$ 。

## D.1.3 被测对象：

真空干燥箱，温度设定值分辨力为 0.1℃。

## D.1.4 校准方法

按照校准规范的要求，将温度测量标准按图 1 要求布置在真空箱内，进行抽真空操作后，将真空箱温度控制器设定到所选择的校准温度点，在真空箱温度达到设定温度并稳定 60 min 后开始读数，每 2 min 记录真空箱温度示值及温度测量点的测量结果一次，在 30 min 内记录 16 次。

30 min 内各测量点测量的最高温度与设定温度值的差值，即为温度上偏差；各测量点测量温度的最低温度与设定温度值的差值，即为温度下偏差。

由于上偏差和下偏差不确定度来源和数值相同，因此本规范仅以温度上偏差为例进行不确定度评定。

## D.2 测量模型

$$\Delta t_{\max} = t_{\max} - t_d \quad (1)$$

式中：

$\Delta t_{\max}$  ——温度上偏差，℃；

$t_{\max}$  ——各温度测量点在 30 min 内测量的最高温度，℃；

$t_d$  ——真空箱设定温度值，℃。

## D.3 标准不确定度评定

标准不确定度来源：真空箱温度测量重复性引入的标准不确定度  $u_1$ 、测温标准器分辨力引入的标准不确定度  $u_2$ 、测温标准器修正值引入的标准不确定度  $u_3$ 、测温标准器稳定性

引入的标准不确定度  $u_4$ 。

### D.3.1 真空箱温度测量重复性引入的标准不确定度 $u_1$

真空箱选定校准点  $60.0\text{ }^\circ\text{C}$  在重复性条件下测量 10 次，得到 10 个数据（见表 1）。

表 1 真空箱温度重复性测量数据

测量次数	测量结果/ $^\circ\text{C}$
1	57.21
2	57.26
3	57.23
4	57.16
5	57.09
6	56.94
7	56.80
8	57.16
9	57.47
10	57.72
实验标准差 $s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (t_{d,i} - \bar{t}_d)^2}{n-1}}$	0.256

温度上偏差实际校准结果取单次测量值，故：

$$u_1 = s / 1 = 0.256\text{ }^\circ\text{C}$$

### D.3.2 测温标准器分辨力引入的标准不确定度 $u_2$

标准器温度分辨力为  $0.01\text{ }^\circ\text{C}$ ，区间半宽为  $0.005\text{ }^\circ\text{C}$ ，服从均匀分布，则分辨力引入的标准不确定度为：

$$u_2 = \frac{0.005}{\sqrt{3}} = 0.003\text{ }^\circ\text{C}$$

### D.3.3 测温标准器修正值引入的标准不确定度 $u_3$

标准器温度修正值的不确定度  $U = 0.07\text{ }^\circ\text{C}$ ， $k = 2$ ，则测温标准器修正值引入的标准不确定度：

$$u_3 = \frac{0.07}{2} = 0.035 \text{ } ^\circ\text{C}$$

#### D.3.4 测温标准器稳定性引入的标准不确定度 $u_4$

温度标准器相邻两次校准温度修正值最大变化为  $0.10 \text{ } ^\circ\text{C}$ ，按均匀分布估计，由此引入的标准不确定度：

$$u_4 = \frac{0.10}{\sqrt{3}} = 0.058 \text{ } ^\circ\text{C}$$

#### D.4 标准不确定度汇总表

见表 2。

表 2 温度偏差校准标准不确定度汇总表

不确定度符号	不确定度来源	标准不确定度值 $u_i / ^\circ\text{C}$
$u_1$	真空箱温度测量重复性引入	0.256
$u_2$	测温标准器分辨力引入	0.003
$u_3$	测温标准器修正值引入	0.035
$u_4$	测温标准器稳定性引入	0.058

#### D.5 合成不确定度的计算

由于  $u_1$ 、 $u_2$ 、 $u_3$ 、 $u_4$  互不相关，则合成不确定度：

$$u_c = \sqrt{u_1^2 + u_2^2 + u_3^2 + u_4^2} = 0.27 \text{ } ^\circ\text{C}$$

#### D.6 扩展不确定度

取包含因子  $k = 2$ ，则温度上偏差的扩展不确定度为：

$$U = k \times u_c = 0.54 \text{ } ^\circ\text{C}$$

