****

**中华人民共和国国家计量技术规范**

JJF XXXX—20XX

|  |
| --- |
| **加速绝热量热仪校准规范** |
| Calibration Specification for Accelerating Rate Calorimeters |

（征求意见稿）

2020—ΧΧ—ΧΧ发布 2020—××—××实施

**国家市场监督管理总局** 发布

加速绝热量热仪校准规范

JJF XXX—20XX

Calibration Specification for

Accelerating Rate Calorimeters

归口单位：全国新材料与纳米计量技术委员会

主要起草单位：南京市计量监督检测院

参加起草单位：

本规范委托全国新材料与纳米计量技术委员会负责解释

本规范主要起草人：

**参加起草人**：

目 录

[引 言 II](#_Toc12991)

[1 范围 1](#_Toc12281)

[2 引用文件 1](#_Toc19644)

[3 概述 1](#_Toc19020)

[4 计量特性 2](#_Toc25220)

[5 校准条件 5](#_Toc469)

[5.1 环境条件 5](#_Toc23522)

[5.2 测量标准及其他设备 5](#_Toc5616)

[6 校准项目和校准方法 5](#_Toc32406)

[6.1 校准前检查 5](#_Toc29154)

[6.2 绝热温度示值误差 5](#_Toc31539)

[6.3 绝热温度一致性 6](#_Toc13518)

[6.4 温升速率误差 7](#_Toc13518)

[6.5 压力示值误差 7](#_Toc13518)

[7 校准结果表达 8](#_Toc15936)

[8 复校时间间隔 8](#_Toc7332)

[附录A 校准证书内容 9](#_Toc3100)

[附录B 校准结果的不确定度评定示例 11](#_Toc26249)

# 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》、JJF 1071-2010《国家计量校准规范编写规则》编制。

本规范根据《ASTM E1981-98 (Reapproved 2020)（Standard Guide for Assessing Thermal Stability of Materials by Methods of Accelerating Rate Calorimeters）》和JJF1101-2019《环境试验设备温度、湿度参数校准规范》编制而成，适用于加速绝热量热仪的校准。

本规范为首次发布。

加速绝热量热仪校准规范

# 1 范围

本规范适用于测量范围为：温度（0～500）℃，压力（0～20）MPa的绝热法加速度量热仪的校准。

# 2 引用文件

本规范引用下列文件：

ASTM E1981-98 (Reapproved 2020) （Standard Guide for Assessing Thermal Stability of Materials by Methods of Accelerating Rate Calorimeters）

JJF1101-2019 环境试验设备温度、湿度参数校准规范

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（也包括所有的修改单）适用于本规范。

# 3 概述

加速绝热量热仪（Accelerating Rate Calorimeters ,以下简称ARC）是一种通过维持样品和环境之间温度相等以保持样品最小热散失，并在此状态下进行热量测量的仪器，也称为绝热量热仪，绝热加速量热仪，加速度量热仪，绝热反应量热仪等。其是在安全受控的实验环境下提供绝热量热数据的仪器，能够通过绝热加热跟踪并记录热失控发生的过程和温度变化，获得热失控条件下的动力学参数，被广泛应用于高分子、有机材料中间体等新材料的化学反应安全等级评估和锂离子电池安全性能测试，属于新材料行业新兴的绝热法热力学参数分析的重要计量器具。

ARC主要组成部分包括绝热腔体，样品球，上下部加热区，辐射加热区，顶部、侧壁和内部热电偶、压力传感器、和显示器等组成，如图1所示。



图1 ARC示意图

# 4 计量特性

4.1 绝热温度示值误差

 样品球的温度示值与实际值之差，一般不大于2℃。

4.2 绝热温度一致性

 样品球的温度与绝热腔体温度之差，一般不大于3℃。

4.3 温升速率示值误差

 绝热程序升温速率与设定值之差，一般不大于±4%。

4.4 压力示值误差

 密封管路压力示值与实际值之差，一般不大于±10%。

# 5 校准条件

5.1 环境条件

5.1.1 环境温度：（15~35）℃

5.1.2 相对湿度：不大于85%。

5.1.3 仪器周围应无强烈振动及腐蚀性气体存在，应避免其他冷、热源影响。实际工作中，环境条件还应满足标准器正常使用的要求。

5.2 测量标准及其他设备

5.2.1 温度测量标准

温度测量标准一般应选用多通道温度显示仪表或多路温度测量装置，传感器宜选用四线制铂电阻温度计，通道传感器数量不少于3个，并能满足工作需要。测量范围：（0～500）℃，分辨力不低于0.01℃，最大允许误差：±（0.15℃+0.002t）。

5.2.2 其他设备

电子秒表：测量范围：（0～3600）s，最大允许误差:MPE:±0.10s/h。

现场压力校验仪，测量范围：（0～20MPa），准确度等级：0.05级。

# 6 校准项目和校准方法

6.1 校准前检查

仪器应具有名称、型号、制造厂、出厂编号等标识。

仪器各部件齐全且连接良好，软件控制能正常工作，无影响使用性能的缺陷。

6.2 绝热温度示值误差

6.2.1 校准步骤

绝热温度点校准点一般根据用于需要选择常用温度点进行，用户没有具体给出的建议选择（0～150）℃和（150～350）℃范围内各一个校准点。使用多通道温度测量装置，标准温度传感器布放位置应紧贴绝热腔内样品球旁的被校准温度传感器。将设备设定到校准温度点，开启运行。样品球温度达到稳定状态后开始记录测量点温度，记录时间间隔为2min，10min内共记录5组数据，或根据量热仪运行情况和用户需求确定间隔和记录次数。温度稳定时间以仪器说明书为准，说明书没有给出的，一般按以下原则执行：温度达到设定值±1℃区间，连续2min显示温度波动不超过1.5℃。

6.2.2 计算公式

绝热温度示值误差按照公式（1）计算：

 （1）

式中：

——绝热温度示值误差，℃；

——温度校准点设定值，℃；

——标准器采集的5组温度平均值，℃。

6.3 绝热温度一致性

6.3.1 校准步骤

绝热温度点校准点一般根据用于需要选择常用温度点进行，建议选择一个校准点。使用多通道温度测量装置，温度传感器布放位置分别为绝热腔体顶部、底部和左右两侧,测量四个点的温度值，取算术平均值作为绝热环境温度。将设备设定到校准温度点开启运行。样品球温度达到稳定状态后开始记录测量点温度，或根据量热仪运行情况和用户需求确定间隔和记录次数。温度稳定时间以仪器说明书为准，说明书没有给出的，一般按一下原则执行：温度达到设定值±1℃区间，连续2min显示温度波动不超过1.5℃。

6.3.2 计算公式

绝热温度一致性按照公式（2）计算：

 （2）

 （3）

式中：

——绝热温度一致性，℃；

——温度校准点设定值，℃；

——绝热腔体温度的算术平均值，℃；

分别为绝热腔体顶部、底部、左部和右部采集的4组温度平均值，℃。

6.4 温升速率示值误差

开启量热仪，设置绝热温升程序，以2℃/min的速率，从室温升至350℃。以样品球温度100℃的时刻为计时起点，记录20min后样品球温度示值。按照公式（4）计算温升速率示值误差。

 （4）

式中：

——温升速率示值误差，%

——20min后样品球显示温度示值，℃；

——开始计时时样品球显示温度示值，℃；

——计时时间间隔，s；

——设定温升速率，2℃/min。

6.5 压力示值误差

将现场压力校验仪与密封管路连接，分别施加5MPa、10MPa和15MPa的压力，读取量热仪压力显示值。按照公式（5）计算压力示值相对误差。

*δ*=  （5）

式中：

δ——压力示值相对误差，%；

*F*——压力显示值，MPa；

*Fs*——标准器压力施加值，MPa。

# 7 校准结果表达

7.1 校准数据处理

所有数据应先计算后修约，出具的校准数据均保留至小数点后一位。

7.2 校准证书

经校准的加速绝热量热仪出具校准证书。校准证书应包括的信息及推荐的校准证书内页格式见附录A。

7.3 校准结果的不确定度表达

校准结果的不确定度按照JJF1059进行评定，不确定度评定实例见附录B。

# 8 复校时间间隔

建议复校时间间隔不超过12个月。

由于复校时间间隔的长短是由仪器的环境条件、使用情况、测量对象、仪器本身质量等诸多因素所决定的，因此送校单位根据实际使用情况自主决定复校时间间隔。

# 附录A

校准证书内容

A.1 校准证书至少应包括以下信息：

1. 标题：“校准证书”；
2. 实验室名称和地址；
3. 进行校准的地点；
4. 证书或报告的唯一性标识（或编号），每页及总页数的标识；
5. 客户的名称和地址；
6. 被校对象的描述和明确标识；
7. 进行校准日期，如果与校准结果的有效性应用有关时，应说明被校对象的接收日期；
8. 如果与校准结果的有效性和应用有关时，应对抽样程序进行说明；
9. 对校准所依据的技术规范的标识，包括名称及代号；
10. 本次校准所用计量标准的溯源性及有效性说明；
11. 校准环境的描述；
12. 校准结果及测量不确定度的说明；
13. 对校准规范的偏离的说明；
14. 校准证书或校准报告签发人的签名、职务或等效标识；
15. 校准结果仅对被校对象有效的声明；
16. 未经校准实验室书面批准，不得部分复制校准证书的声明。

A.2 推荐的加速绝热量热仪校准证书的内页格式如下：

证书内页参考格式

校准证书编号：

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 校准地点 |  | 环境温度/℃ |  |
| 相对湿度/% |  | 依据技术文件 |  |
| 计量标准器 |  |

校准结果

一、绝热温度示值误差：

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 温度设定值（℃） | 温度实测值（℃） | 绝热温度示值误差（℃） | 示值误差不确定度（℃） |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |

二、绝热温度一致性：

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 温度设定值（℃） | 绝热腔体温度平均值（℃） | 绝热温度一致性（℃） | 一致性不确定度（℃） |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |

三、温升速率示值误差：

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 开始计时样品温度（℃） | 20min后样品温度（℃） | 温升速率设定值（℃/min） | 温升速率误差（%） |
|  |  |  |  |

四、压力示值相对误差：

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 压力设定值（MPa） | 压力显示值（MPa） | 压力示值相对误差（%） |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |

以下空白

# 附录B

绝热温度示值误差不确定度评定示例

B.1 被测对象

加速绝热量热仪（TAC-500A），绝热温升范围（室温～500℃），校准绝热温度点252.1℃。

B.2 测量标准

多通道温度测量系统，温度指示分辨力：0.001℃，测量范围：（-10～500）℃，测量时带修正值使用，温度不确定度：*U*=0.04℃（*k*=2）

F.1 测量方法

使用多通道温度测量装置，温度传感器布放位置应紧贴绝热腔内样品球旁的温度传感器。将设备设定到校准温度点，开启运行。样品球温度达到稳定状态后开始记录测量点温度，记录时间间隔为2min，10min内共记录5组数据，取其算术平均值与绝热温度设置值进行比较，以两者之差作为绝热温度示值误差。

F.2 测量模型

绝热温度示值误差按照公式（1）计算：

 （1）

式中：

——绝热温度示值误差，℃；

——温度校准点设定值，℃；

——标准器采集的5组温度平均值，℃。

F.3 方差和灵敏系数

根据： 

由式（1）得：

  （2）

式中：

、分别为Ts和的不确定度，c1=1，c2=-1。

F.4 不确定度来源分析

被测对象测量重复性引入的标准不确定度分量，标准器分辨力引入的标准不确定度分量，标准器修正值引入的标准不确定度分量，标准器稳定性引入的标准不确定度分量。

F.5 标准不确定度评定

F.5.1 测量重复性引入的不确定度分量

使用多通道温度测量装置测得样品球温度示值，得到如下测量列（℃）：

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 252.2 | 252.8 | 252.6 | 252.4 | 252.6 |
| 252.3 | 252.1 | 252.7 | 252.5 | 252.6 |

其算术平均值℃

单次实验标准差为：

=0.23℃

取单次测量的实验标准差作为测量结果，因此

0.23℃

F.5.2 标准器分辨力引入的不确定度分量

标准器温度分辨力为0.001℃，不确定度区间半宽0.0005℃，服从均匀分布，取*k*=，则分辨力引入的标准不确定度分量：

可忽略不计

F.5.3 标准器修正值引入的不确定度分量

标准器温度修正值的不确定度*U=*0.04℃，服从正态分布，取*k*=2，则引入的不确定度分量：



F.5.4 标准器稳定性引入的不确定度分量

标准器相邻两次校准温度修正值最大变化0.10℃，按均匀分布，取*k*=，由此引入的不确定度分量：



F.6 标准不确定度分量汇总表

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 标准不确定度符号 | 不确定度来源 | 标准不确定度 |
|  | 温度测量重复性 | 0.23℃ |
|  | 标准器温度分辨力 | 0.0003（可忽略不计） |
|  | 标准器温度修正值 | 0.02℃ |
|  | 标准器温度稳定性 | 0.06℃ |

F.7合成标准不确定度



F.8 扩展不确定度

取*k*=2，则 