《加速绝热量热仪校准规范》编制说明

一、任务来源

根据全国新材料与纳米计量专业委员会下达的《2021年国家计量技术规范制定、修订及宣贯计划的通知》，由南京市计量监督检测院负责制定《加速绝热量热仪校准规范》。

二、编写目的和意义

新材料研发领域许多的典型化学反应通常都是放热的，由此产生的能力释放需要得到有效控制和评估，因此在化学反应的危险等级评价中，加速绝热量热仪的应用不断增多。加速绝热量热仪（Adiabatic Rate Calorimeter,以下简称ARC）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能够模拟潜在失控化学反应和量化某些化学品和混合物的热—压危险性，其绝热法基本原理为采用热电偶直接接触法对样品进行加热，整个测试过程是通过在线绝热补偿进行即实际温度=样品温度+对流损失+传导损失。当样品达到触发放热反应温度后，样品放热升温，当其升温速率超过检测限时，样品加热丝停止加热，腔体内加热器持续加热仍确保腔体内环境温度与样品温度一直。最终通过热电偶加热的情况可计算出样品反应放热的情况，包括反应活化能、反应级数、频率因子、绝热温升、反应热等。

为了保证ARC在材料热力学分析中的量值准确和化学反应的危险性受控，需要对其的主要参数（时间—温度—压力）等进行有效计量以保证其溯源链完整，因此对ARC校准规范的制定十分必要。

三、编写依据

目前国际标准组织（ISO）、美国材料测试学会（ASTM）和中国标准化组织（GB）等发布的都是有关示差式、耗氧式和锥形量热法的实验方法和仪器规范，由于其加速绝热法的特殊原理，使得示差扫描热量计检定规程、锥形量热仪、氧弹热量计的技术规范对此都不适用。可为校准规范提供参考的是ASTM E1981-98 (Reapproved 2020) （Standard Guide for Assessing Thermal Stability of Materials by Methods of Accelerating Rate Calorimeters）中利用ARC方法评估物料热稳定性标准指南中对于ARC的部分仪器特性和操作规范。

本校准规范以ASTM E1981-98 (Reapproved 2020)、JJF1101-2019《环境试验设备温度、湿度参数校准规范》和JJF1059.1-2012《测量不确定度评定与表示》为编写依据，按照JJF1071-2010《国家计量校准规范编写规则》规定的结构、各部分内容、层次划分、编辑细则以及附录的要求和格式进行编写。

四、起草过程

接受校准规范制定订任务后，起草人员认真学习了ASTM E1981-98 (Reapproved 2020)、JJF1101-2019《环境试验设备温度、湿度参数校准规范》等规范标准，深入理解标准中的术语及定义，了解试验原理和试验参数，熟悉了加速绝热量热仪的结构组成、主要部件要求和技术指标，制定了校准规范的编写方案，在完成初步实验后，依据JJF1071-2010《国家计量校准规范编写规则》开始了校准规范的编写工作。整个起草过程经历了酝酿、实验、编写、修改等阶段，起草人员多次对规范进行了修改和实验，完成了征求意见稿和实验验证工作。我院起草人员还深入杭州仰仪、中国计量大学、南京师范大学分析测试中心等重点生产、使用企业，与一线操作人员共同进行了讨论，并听取了有关设计、产品检验人员的意见和建议，经过充分沟通，达成了共识，使得最终完成的征求意见稿易于理解、便于掌握。

1. 有关说明

1.关于规范的英文名称

“加速绝热量热仪校准规范”没有专门的英文命名，后参考ASTM E1981-98 (Reapproved 2020) （Standard Guide for Assessing Thermal Stability of Materials by Methods of Accelerating Rate Calorimeters），认为将“加速绝热量热仪准规范”的英文名称定为“Calibration Specification for Accelerating Rate Calorimeters”较为确切。

2.关于范围

起草组针对国内外主要生产厂商开展了加速绝热量热仪的实验，其主要计量特性为：温度，测量范围覆盖（室温～450）℃；压力，测量范围覆盖（0～20）MPa，因此确定了规范适用范围为温度（0～500）℃，压力（0～20）MPa的绝热法加速度量热仪的校准。

3.关于计量特性

在计量特性方面，主要针对ARC的绝热量热原理，结合ARC的测量不确定度及具体应用的要求。对影响测量结果较大的绝热温度示值误差、绝热温度一致性、温升速率示值误差、压力误差四计量参数进行校准。通过大量实验，确定了标准器选用和校准方法，使得整个校准规程科学、严谨，能够更全面的反映加速绝热量热仪的实际状况。

4.关于校准条件

校准条件包含校准用标准器、配套设备和校准环境条件。为了使测量结果具有尽可能小的不确定度，需要建立一种优越的环境条件，降低环境因素对标准器带来的附加误差，需要具备一定准确度要求的标准器及配套设备。本规范是按照上述条件确定校准条件的。

5.关于校准项目和校准方法

绝热温度示值误差是为了验证仪器样品球温度控制准确程度，绝热温度一致性是为了验证仪器绝热腔体内温度环境的一致程度，温升速率误差是为了验证仪器温度变化量的准确程度，压力示值误差是为了验证仪器密封管道内压力量值的准确程度。校准方法经过反复试验验证，方法可行。

6.关于校准结果表达和复校时间间隔

根据JJF1071-2010编写规则的规定，在校准结果中提出了校准证书应至少包括的信息的要求，并在附录中给出校准证书内页格式。复校时间间隔引用了JJF1071-2010编写规则规定的应注明的内容。