

《(-196~0)℃开口型低温恒温器校准规范》

编 制 说 明

规程起草组

2024年1月

1 任务来源

根据国家市场监督管理总局市监计量发[2023]56号文件要求，全国温度计量技术委员会于2023年8月向中国测试技术研究院下达了《(-196~0)℃开口型低温恒温器校准规范》的制定任务，由中国测试技术研究院负责起草工作。

本规范的起草单位为：中国测试技术研究院、中国计量科学研究院、成都市计量检定测试院、辽宁省计量科学研究院、北京林电伟业电子有限公司、湖州唯立仪表科技有限公司。

2 目的和意义

(-196~0)℃低温恒温器是采用低温流体(液氮或液氦)或低温制冷机为冷源，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。低温恒温器分为开口型和密封型。开口型低温恒温器的温度计孔与外界环境相通，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。开口型低温恒温器通常由冷源如低温流体容腔或制冷机机头、均热组件、温度计孔、温度控制系统等组成。密封型低温恒温器主要用于深低温如4.2K~77K低温温度计校准，低温材料性能研究，温度稳定性和均匀性的测量对测量标准器有特殊要求，操作复杂，目前国内密封型低温恒温器的使用数量较少。

随着我国综合实力不断增强，国防、军工、生物医学技术的不断发展，(-196~0)℃低温温度计的要求也在不断提高。如在航空航天器的设计及实验研究过程的风洞实验中，需要对洞体温度进行准确测量。宇宙飞船上天前需要在模拟宇宙空间的低温环境的模拟器中进行足够的实验，为保证宇宙飞船的安全，必须对低温环境空间模拟器的温度参数进行准确测量和控制。在生物医学领域，超低温冷链温度计要求-100℃以下准确溯源，(-164~0)℃的低温保存箱对温度的控制需求和温场均匀性要求也越来越高。要保证上述领域温度参数的准确控制和测量，必须确保其控温传感器和温度计准确可靠，而这些传感器和温度计的校准和标定需要在(-196~0)℃开口型低温恒温器中进行。因此开口型低温恒温器的校准和溯源为低温传感器和温度计的使用奠定坚实的技术基础，为客户全面评定开口型低温恒温器的技术性能，提供准确可靠一致的测量结果，为温度量传体系提供技术保证至关重要。

目前开口型低温恒温器的量值溯源存在以下问题：

1. 开口型低温恒温器目前还没有针对性的国家校准规范或标准作为技术支撑，国内各计量机构温度专业对于开展开口型低温恒温器的校准方法并不统一，目前温度专业的技术人员多参照相关现行有效的国内技术规程规范 JJG 160-2007 《标准铂电阻温度计检定规程》，JJF 1257-2010 《干体式温度校准器校准方法》，JJF 1030-2023 《温度校准用恒温槽技术性能测试规范》等或自拟校准方法开展校准工作。

2. JJF 1257-2010 规范中的适用对象是 $-80^{\circ}\text{C}\sim+1300^{\circ}\text{C}$ 的干体式温度校准器的校准，测量范围无法覆盖 $(-196\sim 0)^{\circ}\text{C}$ 。而 JJF 1030-2023 适用对象是以液体为导热介质的液体恒温槽。这两个校准规范在校准方法，标准器的选用等方面都存在一定的局限性，与开口型低温恒温器的计量特性技术要求并不匹配，不能满足目前开口型低温恒温器的校准需求。

由于目前开口型低温恒温器没有现行有效的技术依据，无法保证其量值溯源的统一和准确、可靠。因此，为了规范和统一全国开口型低温恒温器的校准方法，满足计量量传的技术要求，迫切需要制定针对 $(-196\sim 0)^{\circ}\text{C}$ 开口型低温恒温器的国家校准规范。

3 编制过程与计划安排

根据任务要求，在大量调研和征求意见基础上，起草小组针对 $(-196\sim 0)^{\circ}\text{C}$ 开口型低温恒温器温度低、控温难等技术特点，参考国内外有关技术依据和标准，进行了针对性的实验工作，积累大量实验数据，在此基础上编写制定本规范，大致编写工作过程如下：

2023 年 5 月~2023 年 8 月规范起草组对目前市场上的开口型低温恒温器生产厂家，产品性能指标，用户使用等情况进行调研和分析工作，就技术指标和校准需求进行沟通和了解。

2023 年 9 月 起草小组召开校准规范起草启动会，根据任务书进行讨论，提出制定方案，并进行工作安排。

2023 年 9 月~2024 年 2 月起草小组根据规范内容制定实验技术方案，并完成几种常用型号的开口型低温恒温器孔间温差、温度波动性等多项实验内容和实验数据分析，为规范起草内容提供技术数据支撑。

2023 年 12 月完成规范初稿内容。

2024 年 1 月~2 月起草小组通过视频会议对初稿进行讨论，根据讨论意见进行修改并完善，完成征求意见稿。

2023 年 2 月~3 月，征求意见。

2023 年 4 月，根据征求意见稿进行修改，完成报审稿。

在规范制定过程中，起草小组、各起草单位、有关单位的人员进行了充分的讨论修改，形成了规范征求意见稿。

4 规范主要制定内容

本规范为首次制定，内容编制将遵循技术法规的科学性、先进性和可操作性原则。主要制定内容如下：

4.1 范围

考虑到低温恒温器的使用情况和控温原理，确定本规范适用于温度范围为(-196~0)℃的开口型低温恒温器的校准，适用范围明确。

4.2 术语与计量单位

术语参考《JJF 1007-2007 温度计量名词术语及定义》国家规范。术语包含了低温恒温器、开口型低温恒温器、孔间温差、温度波动性的定义。

规范内容中温度的计量单位使用了℃和 mK，因此在术语与计量单位中给予说明。

4.3 概述

规范描述了开口型低温恒温器的工作原理、用途、结构并给出其结构示意图。

4.4 计量特性

根据开口型低温恒温器的工作过程，实际使用情况并结合其主要技术参数，规范给出了开口型低温恒温器的技术要求，主要包括孔间温差和温度波动性。

4.5 校准条件

规范根据开口型低温恒温器的技术特点和测试要求，对环境温度、湿度条件进行了规定。

对于校准设备结合 JJF1071-2010 要求对测量标准与配套设备进行了规定。规范根据开口型低温恒温器的计量特性，以表格形式明确给出测量标准及其他设备的技术要求。

4.6 校准项目

规范根据开口型低温恒温器计量特性给出的校准项目为孔间温差和温度波动性。

4.7 校准方法

规范根据开口型低温恒温器的特点，校准前应对恒温器液面进行检查，确保液面高度满足恒温器工作要求。根据恒温器的技术特点，校准点应包括恒温器温度范围的上限、下限温度点，同时考虑到客户的校准需求，对根据客户要求选择校准点做出说明。

4.7.1 孔间温差校准

孔间温差校准是采用两支标准铂电阻温度计分别插入恒温器两个温度计孔底部，一支作为固定温度计，插入一个温度计孔，另外一支作为移动温度计，分别插入恒温器其他孔。考虑到孔间温差测量的全面性，当移动温度计测量完最后一个孔后，将其固定不动，将固定温度计移到其他孔，直到完成所有组合的测量。测量过程中同时记录两支温度计的示值，然后计算得出孔间温差。考虑到目前市场上常用的低温恒温器多位 4 个温度计孔，在孔间温差校准方法中，以 4 孔为例进行描述。

4.7.2 温度波动性校准

温度波动性校准是将一支标准铂电阻温度计插入恒温器任一温度计孔底部，稳定后，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，取其最大值和最小值之差为恒温器的温度波动性。

考虑到恒温器的技术特点，在孔间温差和温度波动性校准过程中，明确规定温度计应插入温度计孔底部。

4.8 校准结果表达

校准结果表达根据《JJF1071-2010 国家计量校准规范编写规则》要求进行描述。

4.9 复校时间间隔

开口型低温恒温器由冷源、恒温室及温度控制系统组成，随着使用时间的推移，其性能将发生一定的变化，因此应定期对其进行校准，本规范建议其复校时间间隔不超过 12 个月。

由于影响低温恒温器性能的因素很多，且不属于强制检定的计量器具，因此按照 JJF 1071-2010 规定，本规范对复校时间间隔的规定中强调了“由于复校时间间隔的长短是由温度计的使用情况、本身质量等诸因素所决定的，因此，送校单位可根据实际使用情况自主决定复校时间间隔”。

4.10 附录

附录给出了数据记录格式和证书内页参考格式，不确定度评定分别给出了开口型低温恒温器孔间温差和温度波动性不确定度评定示例，供参考使用。