

黑龙江省地方计量技术规范

 JJF（黑）XX—2024

零度恒温器校准规范

Calibration Specification

for Ice Point Thermostat

 （审定稿）

2024-XX-XX发布 2024-XX-XX实施

 黑龙江省市场监督管理局 发 布

零度恒温器校准规范 Calibration Specification

JJF（黑）××-2024—202x

for Ice Point Thermostat

归　口　单　位：黑龙江省市场监督管理局

主要起草单位：黑龙江省市场监督管理人才培养发展中心

 黑龙江省计量检定测试研究院

本规范委托黑龙江省计量检定测试研究院负责解释

本规范主要起草人：

田 钢（黑龙江省计量检定测试研究院）

刘会佳（黑龙江省市场监督管理人才培养发展中心）

刘娜娜（黑龙江省计量检定测试研究院）

宋明谦（齐齐哈尔市检验检测中心）

郭力铭（黑龙江省市场监督管理人才培养发展中心）

刘 畅（齐齐哈尔市检验检测中心）

佟孟达（黑龙江省市场监督管理人才培养发展中心）

参加起草人：

 佟梓沂（黑龙江省市场监督管理人才培养发展中心）

 王晓蕾（黑龙江省市场监督管理人才培养发展中心）

 史松洋（黑龙江省市场监督管理人才培养发展中心）

目 录

|  |  |
| --- | --- |
| 引言………………………………………………………………………………………… | （II） |
| 1 范围……………………………………………………………………………………… | （1） |
| 2 引用文件………………………………………………………………………………… | （1） |
| 3 术语……………………………………………………………………………………… | （1） |
| 3.1 零度恒温器…………………………………………………………………………… | （1） |
| 3.2 稳定状态…………………………………………………………………………… | （1） |
| 3.3 温度波动性………………………………………………………………………… | （1） |
| 3.4 孔底温度…………………………………………………………………………… | （1） |
| 3.5 孔间温差…………………………………………………………………………… | （1） |
| 4 概述…………………………………………………………………………………… | （1） |
| 5 计量特性………………………………………………………………………………… | （2） |
| 5.1 温度波动性…………………………………………………………………………… | （2） |
| 5.2 孔底温度…………………………………………………………………………… | （2） |
| 5.3 孔间温差…………………………………………………………………………… | （2） |
| 6 校准条件………………………………………………………………………………… | （2） |
| 6.1 环境条件…………………………………………………………………………… | （2） |
| 6.2 测量标准及配套设备………………………………………………………………… | （3） |
| 7 校准项目和校准方法…………………………………………………………………… | （3） |
| 7.1 校准项目…………………………………………………………………………… | （3） |
| 7.2 校准方法…………………………………………………………………………… | （3） |
| 8 校准结果的表达………………………………………………………………………… | （5） |
| 9 复校时间间隔………………………………………………………………………… | （5） |
| 附录A 校准记录格式（推荐性）……………………………………………………… | （6） |
| 附录B 校准证书内页格式（推荐性）………………………………………………… | （7） |
| 附录C 零度恒温器孔底温度测量结果不确定度评定示例………………………… | （8） |

# 引 言

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》、JJF 1059.1—2012《测量不确定度评定与表示》共同构成支撑本规范制定工作的基础性系列规范。

本规范为首次发布。

零度恒温器校准规范

## 1 范围

本规范适用于插孔深度不小于100 mm的零度恒温器的校准。

## 2 引用文件

本规范引用了下列文件：

[JJG 75—2022 标](https://www.so.com/link?m=bt+D26eyFLrRpAu8LXFxhokV3WVPF4EAlQ3gqWo2KWbh+FqAhZ/u/PHUWLORM7Cfqnugm42T95CM3YT9IF/1aF27pG5uQC9WMUxMvXe1pTTL57bc2TeBMJ+6rnv0YUhAhvpKBbhnLp9P8fDoZ7ZDZu9jKjXC8OF3y0Ojzi0M2qjt3kOgTpo9Btg==" \t "https://www.so.com/_blank)准铂铑10-铂热电偶

[JJG 141—2013 工](https://www.so.com/link?m=bt+D26eyFLrRpAu8LXFxhokV3WVPF4EAlQ3gqWo2KWbh+FqAhZ/u/PHUWLORM7Cfqnugm42T95CM3YT9IF/1aF27pG5uQC9WMUxMvXe1pTTL57bc2TeBMJ+6rnv0YUhAhvpKBbhnLp9P8fDoZ7ZDZu9jKjXC8OF3y0Ojzi0M2qjt3kOgTpo9Btg==" \t "https://www.so.com/_blank)作用贵金属热电偶

JJF 1030—2023 温度校准用恒温槽技术性能测试规范

[JJF 1257—2010 干体式温度校准器校准方法](https://www.so.com/link?m=bt+D26eyFLrRpAu8LXFxhokV3WVPF4EAlQ3gqWo2KWbh+FqAhZ/u/PHUWLORM7Cfqnugm42T95CM3YT9IF/1aF27pG5uQC9WMUxMvXe1pTTL57bc2TeBMJ+6rnv0YUhAhvpKBbhnLp9P8fDoZ7ZDZu9jKjXC8OF3y0Ojzi0M2qjt3kOgTpo9Btg==" \t "https://www.so.com/_blank)

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

JJF1007界定的及以下术语和定义适用于本规范。

### 3.1 零度恒温器 ice point thermostat

为热电偶参考端提供0 ℃温度环境的控温恒温设备。

### 3.2 稳定状态 stable state

零度恒温器插孔底部温度变化量达到设备本身性能指标要求时的状态。

### 3.3 温度波动性 temperature volatility

稳定状态下，一定时间间隔内，零度恒温器插孔底部的温度变化量。

### 3.4 孔底温度 hole bottom temperature

稳定状态下，零度恒温器插孔底部的温度。

### 3.5 孔间温差 temperature difference between holes

稳定状态下，零度恒温器各插孔底部之间的最大温度差。

## 4 概述

零度恒温器是一种内置工作腔的制冷恒温设备，主要用于为热电偶参考端提供稳定的0 ℃恒温环境。零度恒温器通常采用半导体制冷，通过控温单元控制温度，通过内置金属材质的均温块为工作腔提供均匀温场。由制冷单元，控温单元，显示单元，工作区腔体，均温块，散热器，保温层组成。

零度恒温器的结构如图1所示。



图1 零度恒温器的结构图

1—工作区腔体；2—散热器；3—控温传感器；4—显示单元；5—控温单元；6—均温块；7—制冷单元；

## 5 计量特性

### 5.1 温度波动性

孔底温度波动性不超过0.02 ℃/30 min；

### 5.2 孔底温度

相对于冰点的最大允许误差为±0.05 ℃；

### 5.3 孔间温差

零度恒温器孔间温差不超过0.05 ℃。

注：以上指标不作为合格性判定，仅供参考。

## 6 校准条件

### 6.1 环境条件

温度：15 ℃～35 ℃；

相对湿度：≤80％；

校准过程应无影响零度恒温器正常工作的气流扰动和外部电磁场干扰；

应满足电测设备使用的环境要求。

### 6.2 测量标准及其他设备

校准所需的测量标准及其他设备可以从表1中参考选择，也可使用满足要求的其他设备。

表1 测量标准及其他设备技术要求

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 序号 | 设备名称 | 技术要求 | 备注 |
| 1 | 水三相电瓶 | 复现性不大于1.0 mK | 提供水三相点温度 |
| 2 | 铂电阻温度计 | A级，四线制 | 软线连接，防水；传感器封装尺寸：直径不大于3.5mm，长度不大于3cm；数量不少于被校准零度恒温器插孔数量 |
| 3 | 电测设备 | 0.01级，分辨力不低于0.1 mΩ | 也可选用满足准确度等级的温度显示电测设备 |
| 4 | 低电势转换开关 | 寄生电势小于0.4 μV | 若电测设备不具备换向功能，转换开关应具有换向功能 |

##

## 7 校准项目和校准方法

## 7.1 校准项目

零度恒温器的校准项目包括温度波动性、孔底温度、孔间温差。

## 7.2 校准方法

7.2.1 校准前的准备

校准前开启电测设备电源进行预热，预热时间至少30 min或满足电测设备使用说明书的相应要求。在工作腔放置与之配合的玻璃管，并在管内注入适量酒精（若工作腔内壁已做绝缘处理，也可不用玻璃管，直接注入酒精）。使零度恒温器处于稳定状态。

将铂电阻温度计插入冻制好的水三相点瓶中进行校准，根据公式（1）计算得到其0℃时的电阻值$R(0℃)$。

 $R\_{i}\left(0℃\right)=\overbar{R}\_{i}−0.01 ℃∙（d R⁄dt）\_{t=0}$ （1）

式中：

$R\_{i}\left(0℃\right)$——第*i*支铂电阻温度计在0 ℃时的电阻值，Ω；

$\overbar{R}\_{i}$——第*i*支铂电阻温度计4次读数的平均值，Ω；

$（d R⁄dt）\_{t=0}$——在0 ℃时，电阻值相对温度的变化率，Ω/℃。

注：如电测设备直接显示温度，则计算得到其0℃时温度示值$t(0 ℃)$。

将上述校准过的铂电阻温度计逐支放入插孔底部，使之尽量保持与底部贴合，插孔如图2所示（以11孔为例），并明确各插孔编号。



俯视图

图2 插孔示意图

7.2.2 温度波动性

待零度恒温器达到并保持稳定状态20 min后，记录1插孔铂电阻温度计的显示值，记录间隔1次/min，共记录31次。选其中最大值与最小值的差为该孔的温度波动性。

按公式（2）计算温度波动性：

$ t\_{v}=t\_{1max}−t\_{1min}$ （2）

式中：

$t\_{v}$——温度波动性，℃；

$t\_{1max}$——放入第1个插孔的铂电阻温度计测得的最大温度值，℃；

$t\_{1min}$——放入第1个插孔的铂电阻温度计测得的最小温度值，℃。

当电测设备显示电阻时：

$t\_{1max}=\frac{R\_{1max}−R\left(0℃\right)}{（d R⁄dt）\_{t=0℃}}$ （3）

$t\_{1min}=\frac{R\_{1min}−R\left(0℃\right)}{（d R⁄dt）\_{t=0℃}}$ （4）

式中：

$R\_{1max}$——放入第1个插孔的铂电阻温度计测得的最大电阻值，Ω；

$ R\_{1min}$——放入第1个插孔的铂电阻温度计测得的最小电阻值，Ω。

注：如电测设备直接显示温度，则计算得到其0℃时温度示值$t(0 ℃)$。

7.2.3 孔底温度

待零度恒温器达到并保持稳定状态20 min后，记录全部插孔铂电阻温度计的显示值，测量顺序如下：

1→2→3……11→11……3→2→1

共循环4次，按公式（5）计算孔底温度：

$t\_{bj}=\overbar{t\_{j}}−t\_{j}\left(0℃\right)$ （5）

式中：

$\overbar{t\_{j}}$——放入第*j*个插孔的铂电阻温度计读数平均值，℃；

$t\_{j}\left(0℃\right)$——放入第*j*个插孔的铂电阻温度计在0 ℃时的温度值，℃。

当电测设备显示电阻时，按公式（6）计算孔底温度：

$t\_{bj}=\frac{\overbar{R\_{j}}−R\_{j}(0℃)}{（d R⁄dt）\_{t=0℃}}$ （6）

式中：

$\overbar{R\_{j}}$——放入第*j*个插孔的铂电阻温度计读数平均值，Ω；

$R\_{j}(0℃)$——放入第*j*个插孔的铂电阻温度计在0 ℃时的电阻值，Ω；

$（d R⁄dt）\_{t=0}$——在0℃时，电阻值相对温度的变化率，Ω/℃。

注：电测设备不具有电流换向功能，测量时转换开关需换向。

7.2.4 孔间温差

孔间温差的校准与孔底温度的校准同时进行。

$t\_{d}=t\_{bmax}−t\_{bmin}$ （7）

式中：

$t\_{d}$——孔间温差，℃；

$t\_{bmax}$——所有孔的最大温度值，℃；

$t\_{bmin}$——所有孔的最小温度值，℃。

# 8 校准结果表达

经校准的零度恒温器出具校准证书，给出校准结果以及校准不确定度。校准记录格式见附录A（推荐性），校准证书内页格式见附录B（推荐性）。

# 9 复校时间间隔

由于复校时间间隔的长短是由零度恒温器的使用情况、使用者、仪器本身质量等诸因素所决定的，因此使用单位可根据实际使用情况自主决定复校时间，建议复校时间间隔不超过1年。

## 附录A

校准记录格式（推荐性）

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 委托单位 |  | 证书编号 |  |
| 器具名称 |  | 制 造 厂 |  |
| 型号规格 |  | 校准地点 |  |
| 出厂编号 |  | 技术依据 |  |
| 温 度 |  | 相对湿度 |  |
| 校准日期 |  | 备 注 |  |
| 校准人员 |  | 核验人员 |  |
| 校准使用的计量标准器 |
| 标准器名称 | 测量范围 | 不确定度/准确度等级/最大允许误差 | 证书编号及有效期 |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |

1. 铂电阻温度计在水三相点的校准

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 铂电阻温度计编号 | 1 | 2 | 3 | ...... | n |
| 铂电阻温度计$R(0℃）$或$t(0℃)$ | 1 |  |  |  |  |  |
| 2 |  |  |  |  |  |
| 3 |  |  |  |  |  |
| 4 |  |  |  |  |  |
| 平均值 |  |  |  |  |  |
| 铂电阻温度计$t(0℃)$/℃ |  |  |  |  |  |
| 铂电阻温度计$R(0℃)$/Ω |  |  |  |  |  |

1. 温度波动性

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
|  测量数据孔号 | 铂电阻温度计读数值 | 最大值 | 最小值 | 温度波动性/℃/30min |
| 1 | 2 | ...... | 31 |
| 1 |  |  |  |  |  |  |  |
| ...... |  |  |  |  |  |  |  |
| 11 |  |  |  |  |  |  |  |

1. 孔底温度和孔间温差

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
|  测量数据 孔号 | 铂电阻温度计读数值 | 平均值 | 孔底温度/℃ | 孔底温度的不确定度*U*（*k*=2）/℃ | 孔间温差/℃ |
| 1 | 2 | *......* | 8 |
| 1 |  |  |  |  |  |  |  |  |
| ...... |  |  |  |  |  |  |  |
| 11 |  |  |  |  |  |  |  |

1. 记录插孔示意图

##  附录B

校准证书内页格式（推荐性）

校准结果

1. 插孔示意图：

2、校准数据：

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 插孔编号 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 |
| 温度波动性/℃/30min |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| 孔底温度/℃ |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| 孔底温度的不确定度*U*（*k*=2）/℃： |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| 孔间温差/℃ |  |

## 附录C

零度恒温器孔底温度测量结果不确定度评定示例

C.1 概述

C.1.1 被校仪器：零度恒温器。

C.1.2 测量标准：水三相点瓶、A级铂电阻温度计。电测设备：电阻测量仪表，测量范围（0～100）Ω，最大允许误差：$\pm （0.0060\%∙读数+0.0002\%∙量程）$。

C.1.3 环境条件：温度22 ℃，相对湿度50％。

C.1.4 测量方法：依据本规范中的规定。

C.2 测量模型

$$t\_{bj}=\frac{\overbar{\overbar{R}\_{j}}−R\_{j}(0℃)}{（d R⁄dt）\_{t=0℃}}$$

式中：

$\overbar{R}\_{j}$——放入第*j*个插孔的铂电阻温度计读数平均值，Ω；

$R\_{j}(0℃)$——放入第*j*个插孔的铂电阻温度计在0℃时的电阻值，Ω；

$（d R⁄dt）\_{t=0}$——在0℃时，电阻值相对温度的变化率，Ω/℃。

C.3 合成标准不确定度和灵敏系数

$$u\_{c}^{2}\left(t\_{b}\right)=c\_{1}^{2}u^{2}\left(\overbar{R}\_{j}\right)+c\_{2}^{2}u^{2}\left[R(0℃)\right]$$

灵敏系数：

# $$c\_{1}=\frac{∂t\_{bj}}{∂\overbar{R}\_{j}}=1/\left（\frac{dR}{dt}\right）\_{t=0℃}，$$

# $$c\_{2}=\frac{∂t\_{bj}}{∂R\_{j}(0℃)}=−1/\left（\frac{dR}{dt}\right）\_{t=0℃}$$

C.4 标准不确定度分量的评定

测量不确定度的主要来源为：铂电阻温度计测量读数$\overbar{R\_{j}}$引入的不确定度$u(\overbar{R\_{j}})$、铂电阻温度计在0 ℃时的电阻值$R(0℃)引入$的不确定度$u\left[R(0℃)\right]$。

C.4.1 铂电阻温度计测量读数$\overbar{R\_{j}}$引入的标准不确定度$u(\overbar{R\_{j}})$

C.4.1.1 铂电阻温度计测量重复性引入的标准不确定度$u\_{1}(\overbar{R\_{j}})$

用铂电阻温度计对零度恒温器重复10次测量，测得数据为：100.0001 Ω、99.9992Ω、99.9979 Ω、99.9989 Ω、99.9978 Ω、99.9993 Ω、99.9991 Ω、99.9988 Ω、100.0002 Ω、99.9993 Ω。根据贝塞尔公式得到实验标准差：$s=0.0008 Ω$

实际测量时，测量次数为8次，取平均值为测量结果。则标准不确定度为：

$$u\_{1}(\overbar{R\_{j}})=\frac{s}{\sqrt{8}}=0.0003 Ω$$

C.4.1.2 电测设备准确性引入的标准不确定度$u\_{2}(\overbar{R\_{j}})$

电阻测量仪表，测量范围（0～100）Ω，最大允许误差：±（0.0060%读数+0.0002%量程），区间半宽为（0.0060%读数+0.0002%量程），按均匀分布处理，$k=\sqrt{3}$，则：

$$u\_{2}(\overbar{R\_{j}})=\frac{0.0062}{\sqrt{3}}=0.0036 Ω$$

C.4.1.3 低电势转换开关寄生电势引入的标准不确定度$u\_{3}(\overbar{R\_{j}})$

低电势转换开关各通道寄生电势小于0.4 μV，换算成电阻值为0.4 mΩ，按均匀分布处理，$k=\sqrt{3}$，则：

$$u\_{3}(\overbar{R\_{j}})=\frac{0.0004}{\sqrt{3}}=0.0002 Ω$$

C.4.1.4 零度恒温器的温度波动性引入的标准不确定度$u\_{4}(\overbar{R\_{j}})$

在30min内由零度恒温器温度波动性不超过0.020 ℃，取区间半宽为0.010 ℃，换算成电阻值为0.0039 Ω，按均匀分布处理，$k=\sqrt{3}$，则：

$$u\_{4}(\overbar{R\_{j}})=\frac{0.0039}{\sqrt{3}}=0.0023 Ω$$

C.4.1.5 传热引入的标准不确定度$u\_{5}(\overbar{R\_{j}})$

根据试验可知，零度恒温器内注入酒精量不同，所造成的温度测量差值不超过±0.005 ℃，取区间半宽为0.005 ℃，换算成电阻值为0.0020 Ω，按均匀分布处理，$k=\sqrt{3}$，则：

$$u\_{5}(\overbar{R\_{j}})=\frac{0.0020}{\sqrt{3}}=0.0011 Ω$$

C.4.2 铂电阻温度计在0 ℃时的电阻值$R\_{j}(0℃)引入$的标准不确定度$u\left[R(0℃)\right]$

C.4.2.1 铂电阻温度计在水三相点瓶中测量重复性引入的标准不确定度$u\_{1}\left[R(0℃)\right]$

将铂电阻温度计放入水三相点瓶中重复读数10次，测得数据为：99.9932 Ω、99.9935 Ω、99.9931 Ω、99.9938 Ω、99.9943 Ω、99.9937 Ω、99.9941 Ω、99.9934 Ω、99.9936 Ω、99.9930 Ω。根据贝塞尔公式得到实验标准差：$s=0.0004 Ω$

实际校准时，测量次数为4次，取平均值为校准结果。则标准不确定度为：

$$u\_{1}\left[R(0℃)\right]=\frac{s}{\sqrt{4}}=0.0002 Ω$$

C.4.2.2 水三相点瓶复现性引入的标准不确定度$u\_{2}\left[R(0℃)\right]$

水三相点瓶及保存装置复现性小于或等于1.0 mK，换算电阻值为0.4 mΩ，按均匀分布处理，$k=\sqrt{3}$，则：

$$u\_{2}\left[R(0℃)\right]=\frac{0.0004}{\sqrt{3}}=0.0002 Ω$$

C.4.2.3 电测设备准确性引入的标准不确定度$u\_{3}\left[R(0℃)\right]$

电阻测量仪表，测量范围（0～100）Ω，最大允许误差：（±0.0060%读数+0.0002%量程），区间半宽为（0.0060%读数+0.0002%量程），均匀分布，$k=\sqrt{3}$，则：

$$u\_{3}\left[R(0℃)\right]=\frac{0.0062}{\sqrt{3}}=0.0036 Ω$$

C.4.2.4 铂电阻温度计自热引入的标准不确定度$u\_{4}\left[R(0℃)\right]$

电测设备的测量电流为1mA，对铂电阻温度计约有2 mΩ的影响，均匀分布，$k=\sqrt{3}$，则：

$$u\_{4}\left[R(0℃)\right]=\frac{0.002}{\sqrt{3}}=0.0012 Ω$$

C.4.2.5 低电势转换开关寄生电势引入的标准不确定度$u\_{5}\left[R(0℃)\right]$

低电势转换开关各通道寄生电势小于0.4μV，换算成电阻值为0.4 mΩ，均匀分布，$k=\sqrt{3}$，则：

$$u\_{5}\left[R(0℃)\right]=\frac{0.0004}{\sqrt{3}}=0.0002 Ω$$

C.5 合成标准不确定度计算

标准不确定度分量见表C.1。

表C.1标准不确定度汇总表

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 标准不确定度 | 不确定度来源 | 标准不确定度/Ω | 灵敏系数$c\_{i}$/℃·Ω-1 |
| $$u(\overbar{R})$$ | 铂电阻温度计测量重复性 | 0.0003 |  2.55866 |
| 电测仪表准确性铂电阻温度计修正值 | 0.0036 |
| 低电势转换开关寄生电势 | 0.0002 |
| 零度恒温器的温度波动性 | 0.0023 |
| 零度恒温器玻璃管内注入酒精量 | 0.0011 |
| $$u\left[R(0℃)\right]$$ | 铂电阻温度计在水三相点瓶中测量重复性 | 0.0002 | -2.55866 |
| 水三相点瓶复现性 | 0.0002 |
| 电测仪表稳定性 | 0.0036 |
| 铂电阻温度计自热 | 0.0012 |
| 低电势转换开关寄生电势 | 0.0002 |

由于校准铂电阻温度计和使用铂电阻温度计校准零度恒温器时，使用的是同一台电测仪表，故两次测量数据具有完全正相关性，相关系数*r*为1。则合成标准不确定度按下式计算

$$u\_{c}=\sqrt{c\_{1}^{2}u^{2}(\overbar{R}\_{j})+c\_{2}^{2}u^{2}\left[R(0℃)\right]+2rc\_{1}u\_{2}\left(\overbar{R}\_{j}\right)c\_{2}u\_{3}\left[R(0℃)\right]}=0.0073 ℃$$

C.6 扩展不确定度计算

取$k=2$，扩展不确定度为：

$U=k×u\_{c}=0.015 ℃$

JJF（黑）XX-2024