

附件 3:

石油和化工行业计量技术规范项目建议书

建议项目名称	液氮比较器校准规范		
制定或修订	<input checked="" type="checkbox"/> 制定 <input type="checkbox"/> 修订	被修订计量技术规范号	/
计量技术规范性质	<input type="checkbox"/> 检定规程 <input checked="" type="checkbox"/> 校准规范	计量技术规范类别	<input type="checkbox"/> 重点 <input checked="" type="checkbox"/> 基础
主要起草单位	南京市计量监督检测院		
联系人	冯鑫	联系电话	18912998596
任务年限	2026 年	申请经费	2 万
参加单位	南京工业大学、南京普达德计量仪器有限公司		
目的、意义和必要性	<p>1. 指出该计量技术规范项目编制的目的、意义，解决产业的问题和编制必要性、迫切性；</p> <p>在石化行业，液氮常被用作制备气体，液氮驱油，冻结冷却，低温保存等重要场合。其温度准确测量与否，会直接影响到化工企业的安全生产及化工产品的质量。通常情况下，使用液氮的温度为-196℃左右，目前，国际温标（IST-90）可溯源的最低定义固定点为氦三相点（-189.3442℃），而低于该温度的液氮温度，目前尚处于无法溯源状态。</p> <p>液氮比较器以液氮作为超低温设备，内部主要有均温块，隔热材料和杜瓦瓶等组成，会形成一个稳定的超低温场，温度可达-196℃。同恒温槽的控温原理相似，由于常规设备在超低温领域无法实现精准的控温，因此，需要利用固定物质来实现。液氮比较器作为低温铂电阻温度计溯源标准装置，用溯源后的温度计进行超低温度的测量，可有效保证温度实验测量准确性，从而保证化学产品的质量。液氮比较器作为一种标准装置，需要检测其内部实际温度值、温度的均匀性、波动性来判断该装置是否建立了一个稳定超低温场，是否满足量值传递的要求。</p> <p>目前，国内外均有液氮比较器及其相关产品，例如：FLUKE 公司 7196</p>		

型、中国计量科学研究院 LNY577 型、山东优特莱 YT1280 等，这些设备在很多检测机构、石化企业的实验室得到应用，但国家对其计量特性的要求尚无明确规定。因此，制定液氮比较器校准规范，明确其计量性能的要求和测量方法，规范液氮比较器的使用，防止超低温安全事故的发生，以及发挥计量在质量和安全中的保证作用，解决该装置在化工行业的溯源问题，有着重要的现实意义。

2. 先进性和亮点、社会效益和推广应用前景：

（1）关键技术攻关，填补了国内技术的空白。目前，针对液氮比较器校准规范还没有，在实际检测过程中主要参考 JJF1101-2019 《环境试验设备温度、湿度校准规范》和 JJF1030-2023 《温度校准用恒温槽技术性能测试规范》等技术文件进行的，上述规范的测试范围和测量对象均不适用于液氮比较器的温度性能校准。

（2）落实国务院《计量发展规划（2021—2035 年）》的要求。在计量发展规划中明确提出针对极端环境，开展计量溯源方法的研究，液氮比较器温度设定温度为-196℃，属于极端的超低温环境，《液氮比较器校准规范》的制定解决了超低温的溯源难题。

（3）建立适用于液氮比较器校准的方法。制定该技术规范，提高相关超低温实验测量的精确性，可促进超低温产业的发展和化工产品的质量的提高，因此，具有较好的应用前景。

3. 查新结果（国家、本行业或其他行业是否有相关技术规范）：

通过查询“国家计量技术规范全文公开系统”、“中国知网”等相关网页，没有发现相同或者相关的技术规范，如下图 1 所示：



图 1 国家计量技术规范查询系统

<div>产业链应用</div>	<div><div><div><div><div>1. <u>重点产业链方向：</u></div><div>仪器仪表</div></div><div><div>2. <u>对本行业重点产业链的支撑作用。</u></div><div><p>目前，超低温（低于-196℃）的温度计或者温度传感器是无法溯源的，这就导致低温保存等相关实验的可靠性以及产品的质量得不到保证。液氮比较器作为一种标准装置，可以用来溯源超低温温度计和超低温传感器，其温度性能的准确与否影响着被溯源的超低温温度计和传感器的准确性，从而影响最终的产品质量。其拓宽了仪器仪表产业在超低温领域的应用范围，具体产业链支撑作用如下图 2 所示：</p><div><div><div><div>液氮比较器</div><div>基础</div><div>超低温温度计/传感器</div><div>影响</div><div>相关实验</div><div>行业</div><div><div>实际应用</div><div>产品质量</div></div></div></div></div><div><div>图 2 支撑逻辑</div><div><p>液氮比较器是产品质量的基础，用来判断被检的超低温传感器或者温度计的准确与否，从而影响相关实验的可靠性，最终反应到本行业的产品质量上。</p><p>同时，本规程的制定为液氮的安全使用提供强有力的保障，确保了计量机构能够准确有效的对液氮比较器进行计量校准，从而满足下一级温度标准的量值传递要求。</p></div></div></div></div></div></div></div>									
<div>范围和主要 计量特性</div>	<div><div><div><div><div>1. <u>计量技术规范的适用范围：</u></div><div><p>本规程主要针对液氮比较器在标称温度在-196℃的情况下，测量液氮比较器内部温度的波动度和均匀性。</p></div></div><div><div>2. <u>以典型仪器或试验设备等（注明仪器型号）为依据，提出计量特性的技术指标，包括其名称、测量范围和最大允许误差：</u></div><div><p>以中国计量科学研究院研制的 LNYS77 型液氮比较器为例，拟确定的主要计量特性技术指标如下表 1 所示：</p><div><div><div>表 1 主要计量特性</div><table><tr><th>序号</th><th>项目</th><th>技□要求</th></tr><tr><td>1</td><td>温度波动度</td><td>≤0.003℃/15min</td></tr><tr><td>2</td><td>温度均匀性</td><td>≤0.002℃</td></tr></table></div></div></div></div></div></div></div>	序号	项目	技□要求	1	温度波动度	≤0.003℃/15min	2	温度均匀性	≤0.002℃
序号	项目	技□要求								
1	温度波动度	≤0.003℃/15min								
2	温度均匀性	≤0.002℃								

3. 主要测量标准的技术指标：

所采用的主要测量标准的技术指标如下表 2 所示：

表 2 主要测量标准

序号	校准项目	设备名称及计量器具
1	温度波动度	标准铂电阻温度计，测量范围： (-196~660.323)℃
2	水平温差	标准铂电阻温度计，测量范围： (-196~660.323)℃
3	最大温差	标准铂电阻温度计，测量范围： (-196~660.323)℃

4. 简要描述主要计量项目的技术原理。

一套完整的液氮比较器装置主要有：液氮罐（辅助设备）、抽氮机（辅助设备）和液氮比较器（主要标准设备）组成。使用时通过抽氮机将液氮罐中的液氮注入到液氮比较器内，稳定 24 小时后测量液氮比较器内部温度的相关技术性能。

液氮比较器的内部主要结构如下图 3 所示：

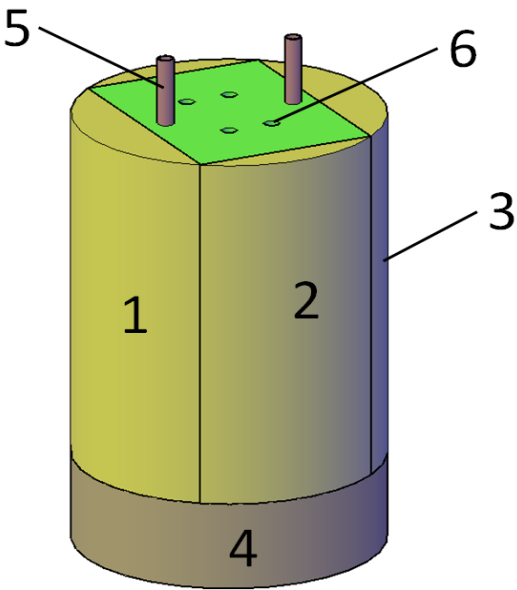


图 3 液氮比较器主要结构

图 3 为液氮比较器的内部结构，图中绿色为超级隔热的杜瓦瓶用于储存液氮，上部有精确的隔热盖，图中 1、2、3 为隔热材料、4 为隔热底座部分，5 为液氮比较器的液氮注入孔，6 为液氮比较器测试孔。

（1）温度波动性测试原理如下：将标准温度计从任一个测试孔插入到液

氮比较器内部约 1/2 位置处，稳定 10min 后开始读数，例如，每分钟读取 6 次，持续 15 分钟，记录得到一组数据，如此共计记录四组，取最大值与最小值的差值，作为波动性，用公式可以表示为：

$$x = \frac{1}{2} \max(x_1, x_2, \dots, x_n) - \min(x_1, x_2, \dots, x_n)$$

式中， x 为温度波动度； $\max(x_1, x_2, \dots, x_n)$ 为数据序列中最大值； $\min(x_1, x_2, \dots, x_n)$ 为数据序列最小值。

(2) 均匀性测试相对复杂，分为两个部分：水平温差测试和最大温差测试，其测试方法如下：

均匀性测试位置一般选择工作区域的上、下水平面位置上，其工作区域如下图 4 所示：

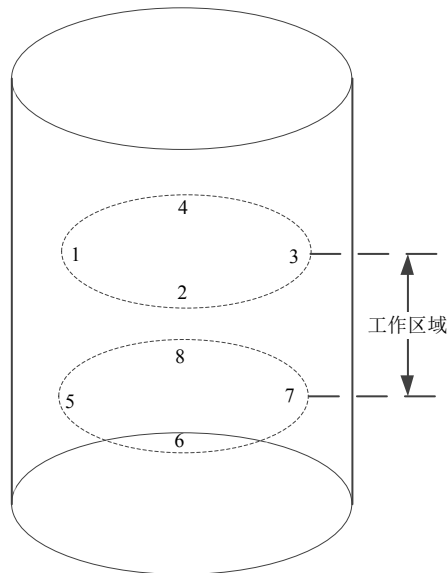


图 4 均匀性测试工作示意图

(a) 工作区域的上水平面测试：选取位置 1 作为参考点（也可以选择其它位置点），将标准温度计插入到位置 1 处往下工作区域的约 1/2 处，并且在测试孔处将其固定。取另外一只标准的温度计从液氮比较器的其它测试孔插入到位置 2 处，稳定 10min 钟后开始读数，按照固定温度计 → 移动温度计 → 移动温度计 → 固定温度计 → 固定温度计 → 移动温度计 → 移动温度计 → 固定温度计的顺序来读数，依次可以得到读数为： t_{11} 、 t_{21} 、 t_{22} 、 t_{12} 、 t_{13} 、 t_{23} 、 t_{24} 、 t_{14} 。

	<p>位置 1 处的温度示值平均值：$\bar{t}_1 = (t_{11} + t_{12} + t_{13} + t_{14})$</p> <p>位置 2 处的温度示值平均值：$\bar{t}_2 = (t_{21} + t_{22} + t_{23} + t_{24})$</p> <p>2 点相对 1 点温差为：$\Delta t_{2-1} = \bar{t}_2 - \bar{t}_1$</p> <p>同理可以测试得到 3、4 位置点相对于 1 点的温差；</p> <p>上水平面的温差为：</p> $\Delta t_{shang} = \max(\Delta t_{2-1}, \Delta t_{3-1}, \Delta t_{4-1}) - \min(\Delta t_{2-1}, \Delta t_{3-1}, \Delta t_{4-1})$ <p>按照同样的方法可以测试得到下水平面 5、6、7、8 点相对于位置 1 的温差，其下水平面的温差用公式表示为：</p> $\Delta t_{xia} = \max(\Delta t_{1-5}, \Delta t_{1-6}, \Delta t_{1-7}, \Delta t_{1-8}) - \min(\Delta t_{1-5}, \Delta t_{1-6}, \Delta t_{1-7}, \Delta t_{1-8})$ <p>最后计算水平温差为：</p> $\Delta t = \max(\Delta t_{shang}, \Delta t_{xia})$ <p>（b）最大温差：最大温差为上下水平面的最大温差值减去最小温差值，用公式表示为：</p> $\delta_t = \max(\Delta t_{2-1}, \Delta t_{3-1}, \Delta t_{4-1}, \Delta t_{1-5}, \Delta t_{1-6}, \Delta t_{1-7}, \Delta t_{1-8}) - \min(\Delta t_{2-1}, \Delta t_{3-1}, \Delta t_{4-1}, \Delta t_{1-5}, \Delta t_{1-6}, \Delta t_{1-7}, \Delta t_{1-8})$
水平	<div> <input type="checkbox"/> 国际先进 <input checked="" type="checkbox"/> 国内先进 </div>
国内外情况 简要说明	<p>1. <u>与国内相关技术规范之间的关系：</u></p> <p>《液氮比较器校准规范》将主要依据 JJF1101-2019 《环境试验设备温度、湿度校准规范》、JJF1030-2023 《温度校准用恒温槽技术性能测试规范》等规范的相关技术内容，对液氮比较器温度波动度和均匀性（水平温差、最大温差）进行测量。</p> <p>针对液氮比较器拟建立一套完整的校准方法，并按照《JJF 1059-2012 测量不确定度评定与表示》给出参考不确定度评定方法。</p> <p>2. <u>指出是否发现有知识产权的问题，或涉及专利的情况：</u></p> <p>本次申报的计量技术规范均不涉及国内外专利与知识产权问题。</p>

推荐意见		液氮比较器作为一种超低温标准装置，主要用来溯源超低温温度计和传感器，其准确与否直接影响超低温实验的可靠性和产品质量。制定液氮比较器校准规范对于拓宽仪器仪表产业应用范围以及提高产品质量具有重要的意义，同意推荐。			
主要 起草 单位	(签字、盖公章) 月 日	技术 委员 会	(盖公章) 月 日	部委托 支撑 单位	(盖公章) 月 日

填写说明：1.表中第 2，3，11 行，请在选定的内容上填写 “■” 的符号。
2.填写制定或修订项目中，若选择修订则必须填写被修订计量技术规范号。