

DOI: 10.13228/j.boyuan.issn1002-1183.2024.0045

真空干燥箱测量方法探讨与试验

陈素

(河北省计量监督检测研究院, 河北 石家庄 050051)

摘要: 真空干燥箱在使用时参照环境试验设备类产品温度参数校准方法测量腔体内温度, 由于传热方式发生变化, 按照传统测量方法会产生较大偏差, 测温准确性难以保障。文章根据真空干燥箱产品结构特点及测温原理, 结合实际使用经验, 探索研究真空干燥箱温度参数更为科学合理的校准方法, 通过试验结果的分析比较, 对温度偏差测量结果进行不确定评定, 可提高该类产品的测温准确性, 能够为生产企业改进产品和检测校准机构更加准确测温提供参考。

关键词: 真空干燥箱; 传热方式; 温度偏差; 校准方法; 不确定度

文献标志码: A **文章编号:** 1002-1183(2025)01-0009-04

Exploration and testing of vacuum oven measurement methods

CHEN Su

(Institute of Metrology of Hebei Province, Hebei 050051, China)

Abstract: Vacuum ovens are usually calibrated with reference to the calibration methods of environmental equipment products, and due to the change of heat transfer mode, large deviation will be generated, and it is difficult to guarantee the accuracy of temperature measurement. In this paper, according to the structural characteristics of vacuum ovens and the principle of temperature measurement, combined with the actual use of experience, to explore and study the vacuum ovens temperature parameters of a more scientific and reasonable calibration method, through the analysis and comparison of the experimental results of the temperature deviation measurement results of the uncertainty assessment, which can improve the accuracy of temperature measurement of this type of products, can be used for the improvement of the products of the production enterprises and the detection of the calibration institutions to provide a reference for a more accurate measurement of the temperature.

Keywords: vacuum ovens; heat conduction; temperature deviation; calibration methods; uncertainty

真空干燥箱是利用真空干燥技术, 通过将干燥物品放置于真空环境中, 从而降低水的沸点, 被干燥物品内部的水分通过压力差扩散到表面, 在较低温度下实现物品干燥。对于不易干燥的颗粒状物品, 可有效缩短干燥时间, 干燥效果更好, 同时消除了氧化物遇热爆炸的可能, 与依靠热空气循环的普通干燥相比, 粉末状物品不会被流动空气吹动或移动, 有效保证实验结果的准确可靠性。因此真空干燥箱被广泛应用于化工制药、医

疗卫生、生物化学、农业科研、环境保护等研究领域, 作为粉末干燥、烘培以及各类玻璃容器的消毒和灭菌使用^[1-2]。

真空干燥箱加热方式主要分为隔板加热和侧壁加热, 对干燥热敏性、易分解、易氧化物质和复杂成分物品来说, 对温度的要求是较为严格的。温度的准确与否, 直接关系到样品干燥的质量。因此, 其计量性能的好坏直接关系到样品的干燥和产品质量, 需要定期进行校准。由于真空干燥

箱接近绝对真空时,对流传热严重削弱,传热主要靠热传导及盘管和箱壁对物料的热辐射,无空气介质,热传导方式发生改变^[3-5],此时箱内温度分布不均匀,温度波动较大,稳定时间长,会产生较大测量误差,而且重复性差,易出现多次校准结果不一致情况,测温准确性一直困扰着现场的温度校准人员^[6-8]。本文选用稳定的真空干燥箱,按照 JJF 1101—2019《环境试验设备温度、湿度参数校准规范》中温度参数校准方法^[9],进行实验研究,同时针对真空干燥箱的加热原理和特性,探索研究新的温度测量方法,对实验结果进行了比较分析,找到了真空干燥箱温度参数更为科学合理的校准方法,并对该方法温度偏差测量结果进行了不确定度评定。同时,对该项研究的实际应用进行了分析。

1 真空干燥箱测量中存在的问题

真空干燥箱是真空干燥技术中用到的关键设备,在使用时,工作室抽真空负压状态,内部放有不锈钢隔板,用来放置试验样品,工作室外壁的四周围有云母加热器,或在不锈钢隔板下放置加热器加热,有的在外壁夹层通过热水、蒸汽或导热油等进行加热。

目前,我国还未制定真空干燥箱统一的检定、校准方法,参照 JJF 1101—2019《环境试验设备温度、湿度参数校准规范》技术规范进行温度参数的校准,在测量过程中会受到多种因素的影响,根据实际操作情况来看,真空干燥箱测量中存在的主要问题有以下几个方面:

(1) 真空状态下传热效率低,稳定时间长。常规的环境试验箱是在常压下工作,一般都配有风路循环出风、回风设计装置,工作条件下,箱内温度偏差、温度波动度、温度均匀度能够满足 JJF 1101—2019 的要求。真空干燥箱在使用时需要抽取真空环境,在真空状态下传热会受到影响,传热温度较低,同时由于加热管与金属隔板接触面积小,传热效果差,稳定时间长。

(2) 传热不均匀。真空干燥箱仅依靠加热管对物料隔板的热传导和对物品的热辐射进行传热,几乎没有热对流,因此导致箱体内传热不均匀。

(3) 测量结果偏差较大。按 JJF 1101—2019 测量方法进行校准,放置的测量标准无法与加热

管盘进行热传导,仅有热辐射一种热传递方式,导致测量结果偏差较大,温度偏差高达 10℃ 以上。

2 真空干燥箱测量方法探讨

2.1 测量标准装置的选择

测量标准装置选用无线温度传感器及其测量装置,考虑到有线的温度传感器在放入真空干燥箱时会留有缝隙,并且在温度传感器放入之后不能够进行抽真空操作,因此测量标准选择无线温度传感器,能够在真空环境下自动记录并存储测量数据,不影响真空干燥箱的正常使用,并可测量真空干燥箱物料板层表面温度。测温范围为 0 ~ 200 ℃,分辨力:0.01 ℃,最大允许误差:±0.2 ℃。

在常压下测量时,参照 JJF 1101—2019 要求,传感器测量点布置在设备工作空间的上、中、下三个不同层面上,布点位置应包括中层的几何中心点处,其他布点位置与设备内壁的距离为各边长的 1/10。了解到真空干燥箱实际使用时,一般不作为环境试验设备使用,通常是抽取真空操作,按照医药化工实验室要求对一些热敏性、易分解、易氧化物质做干燥失重测定或剩余水分测定,因此应根据真空干燥箱实际使用特点和试验样品的放置方法来确定无线温度传感器的放置位置和数量,数量应能够覆盖样品放置区域,并将传感器感温部分贴紧试样放置区底部。常见的真空干燥箱容积较小,多为 30 L 以下,在中心放置有 1 个金属隔板,使用时将试验样品直接放在金属隔板上,本文根据真空干燥箱实际使用特点,选择测量标准放置在中心隔板上进行试验,放置位置包括中心点和隔板的四个端角处,测量金属隔板表面温度,测量标准放置位置如图 1 所示。

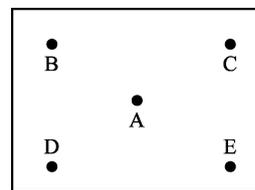


图 1 测量标准放置位置示意图

Fig. 1 Schematic diagram of Measurement standard placement

2.2 温度点的选择

常压条件下测量时,温度校准点一般根据用

户需要选择常用的温度点进行,或选择设备使用范围的下限、上限和中间点。真空条件下测量时,考虑到真空干燥箱控温范围一般为室温至 200 ℃,实际使用时一般不会超过 100 ℃,多为某一固定点,如 60 ℃,且真空下,箱体稳定时间较长,因此在对真空干燥箱进行校准时建议选择常用温度点作为温度校准点。

2.3 稳定时间研究

为更好的研究真空干燥箱在抽取真空条件下箱体温场变化情况,我们选取一台性能稳定的真空干燥箱作为被测对象,选择无线温度传感器作为测量标准,对真空干燥箱在常压条件下和真空条件下的温度参数进行对比测量试验,验证箱体稳定时间对真空干燥箱温度参数测量的影响。

2.3.1 试验设计

被测真空干燥箱容积为 30 升,工作室尺寸:(320 × 320 × 300) mm,控温范围:(室温 ~ 200) ℃,加热方式为隔板下方加热管加热。测量标准放置位置如图 1 所示。设置试验温度点为常用温度 60 ℃。

待真空干燥箱达到稳定状态后,开始记录各测量点温度,两组测量标准的记录时间间隔均为 2 min,30 min 内分别记录 16 组数据,并计算温度偏差、温度波动度、温度均匀度。其中,温度偏差包含温度上偏差和温度下偏差,是指在真空干燥箱稳定状态下,测量点在规定时间内实测最高温度和最低温度与设定温度的上、下偏差。温度波动度指在规定的时间内,各测量点实测最高温度与最低温度差值的一半,冠以“±”号表示,取全部测量点中变化量最大值表示温度波动度。温度均匀度是指真空干燥箱稳定状态下,计算各测量点在 30 min 中内每次测量的实测最高温度值与最低温度值的差值,取差值的算术平均值作为真空干燥箱的温度均匀度。

2.3.2 试验数据及结果分析

按照试验设计,在真空干燥箱到达设定温度并稳定 0.5 h 后,分别读取常压下、真空下两组测量标准的 16 组数据,为了消除真空干燥箱在真空状态下稳定时间长,温度恒定缓慢的影响,我们增大了测量时间,持续测量 2 h,在稳定 30 min、1 h 和 2 h 后分别读取两组测量标准的温度数据并计算温度偏差、温度波动度、温度均匀度。计算

结果如表 1 所示。

表 1 测量结果

Table 1 Measurement results		℃	
试验项目	常压下	真空下	
稳定 30 min	上偏差	1.70	2.85
	下偏差	1.03	1.10
	波动度	±0.30	±0.12
	均匀度	0.32	1.22
稳定 1 h	上偏差	1.58	1.99
	下偏差	1.01	1.26
	波动度	±0.29	±0.37
	均匀度	0.28	0.67
稳定 2 h	上偏差	1.75	1.98
	下偏差	1.12	1.52
	波动度	±0.31	±0.23
	均匀度	0.30	0.41

从测量数据中可看出,真空干燥箱在常压状态下达到设定点温度并稳定 0.5 h 后,测量值趋于稳定,按照 JJF 1101—2019 中对温度偏差的技术要求为不大于 ±2.0 ℃,对温度波动度要求为不大于 ±0.5 ℃,温度均匀度满足 2.0 ℃ 的要求,对照试验结果,其温度偏差、波动度、均匀度能够满足要求^[10]。

真空干燥箱在真空状态下箱体内气压较低,仅依靠加热管盘的热辐射或热传导传热,且隔板与加热管接触面积受限,使传热的效果受到影响,存在整体传热慢、效率低的情况。稳定时间短时测量结果偏差相对会较大,温度均匀度高于 1 ℃,随着恒温时间延长,温度测量值会逐渐趋于设定点温度值,恒温 2 h 后展开温度参数的校准,均匀度测量值会更加准确,但由于实际校准条件限制,不能一直延长校准时间,因此对真空干燥箱校准时不建议设置均匀度指标。

3 测量结果不确定度分析

根据测量值计算温度偏差,分析测量结果的不确定度,由于上偏差和下偏差不确定度来源和数据一致,因此本文以温度上偏差为例进行不确定度分析。

3.1 数学模型

温度上偏差:

$$\Delta T_{\max} = T_{\max} - T_s$$

式中: ΔT_{\max} 为温度上偏差,℃; T_{\max} 为各测量点规

定时间内测量的最高温度,℃; T_s 为真空干燥箱设定温度,℃。

3.2 标准不确定度分量的计算

分析测量结果的不确定度来源主要包括以下几个方面:被校对象的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;标准器的稳定性引入的标准不确定度分量。

3.2.1 测量重复性引入的标准不确定度分量 u_1

真空干燥箱达到设定温度并稳定后,对真空干燥箱进行 10 次独立重复测量,由贝塞尔公式计算标准偏差 $s = 0.081$ ℃,则由重复性测量引入的标准不确定度为:

$$u_1 = s = 0.081 \text{ }^\circ\text{C}$$

3.2.2 标准器分辨力引入的标准不确定度分量 u_2

标准器分辨力引入的标准不确定度采用 B 类评定,标准器为无线温度传感器,其分辨力为 0.01 ℃,则由分辨力引入的标准不确定度为:

$$u_2 = \frac{0.01 \text{ }^\circ\text{C}}{2\sqrt{3}} = 0.003 \text{ }^\circ\text{C}$$

3.2.3 标准器修正值引入的标准不确定度分量 u_3

查看标准器的校准证书扩展不确定度 $U = 0.07$ ℃,由标准器修正值引入的标准不确定度为:

$$u_3 = \frac{U}{k} = \frac{0.07 \text{ }^\circ\text{C}}{2} = 0.035 \text{ }^\circ\text{C}$$

3.2.4 标准器的稳定性引入的标准不确定度分量 u_4

本标准器相邻两次校准温度的修正值最大变化为 0.10 ℃,按均匀分布,由此引入的标准不确定度分量:

$$u_4 = \frac{0.10 \text{ }^\circ\text{C}}{\sqrt{3}} = 0.06 \text{ }^\circ\text{C}$$

3.3 合成标准不确定度 u_c

$$u_c = \sqrt{0.081^2 + 0.003^2 + 0.035^2 + 0.06^2} = 0.11 \text{ }^\circ\text{C}$$

3.4 扩展不确定度

取包含因子 $k = 2$,则: $U = ku_c = 2 \times 0.11 = 0.22$ (℃)

通过对温度偏差的测量结果进行不确定度评定发现,影响测量结果不确定度的分量主要是测量重复性引入的不确定度,因此在校准过程中,

应减少由于测量方法不准确,被测对象不稳定导致的测量结果不确定度增大。

4 结论

基于真空干燥箱产品结构特点及测温原理,本文研究了真空干燥箱工作方式和测量方法,分析了传统校准方法中存在测量不准确的问题,即在接近真空状态时箱体内传热方式发生改变,导致箱体内空间温场不均匀,温度相对于加热板层来说通常较低,差值甚至能达到 10℃,直接测量箱体空间温度,会引入较大测量误差。因此,在对测量标准装置、温度点选择、测量时间进行深入研究的基础上,提出了真空干燥箱温度参数更为科学合理的校准装置和测量方法,并在常压和真空下进行校准对比试验,计算了测量结果的不确定度,试验结果表明本文测量方法能够满足真空干燥箱实际使用要求,大大提高温度测量准确性。根据以上结论,建议在对真空干燥箱温场进行校准时,测量真空干燥箱的温度偏差、波动度,温度均匀性指标不再做硬性要求,同时需要考虑箱体传热方式发生变化,合理确定测量方式,减小测量结果不确定度。

参考文献:

- [1] 刘鑫. 真空干燥箱的校准方法分析及常见问题解析 [J]. 中国计量, 2019 (2): 126.
- [2] 赵广滨, 吴相诚. 真空干燥箱应用中存在的问题及解决方法 [J]. 煤炭与化工, 2021 (1): 125.
- [3] 赵文韬, 承磊, 沈惠峰, 等. 基于传热学的低气压/真空综合环境试验设备校准技术研究 [J]. 计量学报, 2019 (4): 676.
- [4] 刘颖, 张雯, 刘义平. 真空干燥箱内传热过程数值模拟研究 [J]. 真空科学与技术学报, 2020 (4): 297.
- [5] 李应东, 毛菊林, 朱秋楠. 真空干燥箱校准方法的研究 [J]. 计量与测试技术, 2023 (9): 46.
- [6] 江铭. 真空干燥箱温场校准及调整方法探讨 [J]. 中国计量, 2022 (2): 118.
- [7] 刘银锋. 真空干燥箱的温场研究 [J]. 仪器仪表标准化与计量, 2019 (4): 34.
- [8] 梁燕, 王伟, 欧阳格. 真空干燥箱的计量问题研究 [J]. 工程技术研究, 2017 (1): 7.
- [9] JJF 1101—2019 环境试验设备温度、湿度参数校准规范 [S].
- [10] GB/T 29251—2012 真空干燥箱 [S].