



中华人民共和国国家计量检定规程

JJG 658—2022

烘干法水分测定仪

Thermogravimetric Moisture Meters

2022-12-07 发布

2023-06-07 实施

国家市场监督管理总局 发布

烘干法水分测定仪检定规程

Verification Regulation of
Thermogravimetric Moisture Meters

JJG 658—2022
代替 JJG 658—2010

归口单位：全国质量密度计量技术委员会

主要起草单位：上海市计量测试技术研究院

中国计量科学研究院

参加起草单位：江西省计量测试研究院

浙江省质量技术监督检测研究院

河南省计量科学研究院

梅特勒-托利多仪器（上海）有限公司

规程主要起草人：

苏 伟（上海市计量测试技术研究院）

吴 岫（中国计量科学研究院）

参加起草人：

朱 俊（上海市计量测试技术研究院）

杨琪琪（江西省计量测试研究院）

葛 锐（浙江省质量技术监督检测研究院）

何开宇（河南省计量科学研究院）

季 忱 [梅特勒-托利多仪器（上海）有限公司]

目 录

引言	(II)
1 范围	(1)
2 引用文件	(1)
3 术语和计量单位	(1)
3.1 术语	(1)
3.2 计量单位	(2)
4 概述	(2)
5 计量性能要求	(2)
5.1 准确度等级	(2)
5.2 实际分度值 d	(3)
5.3 检定分度值 e	(3)
5.4 最大允许误差	(3)
5.5 称量示值误差	(4)
5.6 称量重复性	(4)
5.7 水分测定误差	(4)
5.8 模拟指示水分测定仪所配备砝码的计量性能要求	(4)
5.9 模拟指示水分测定仪所配备试样盘的计量性能要求	(4)
6 通用技术要求	(4)
6.1 外观要求	(4)
6.2 工作正常性要求	(5)
6.3 工作温度要求	(5)
6.4 功能要求	(6)
6.5 安全和可靠性	(6)
7 计量器具控制	(8)
7.1 检定条件	(8)
7.2 检定项目	(8)
7.3 检定方法	(9)
7.4 检定结果处理	(12)
7.5 检定周期	(12)
附录 A 氯化钠溶液的制备	(13)
附录 B 模拟指示水分测定仪检定记录表	(15)
附录 C 数字指示水分测定仪检定记录表	(16)
附录 D 烘干法水分测定仪检定证书内页格式	(17)
附录 E 水分测定仪检定结果通知书内页格式	(18)

引 言

本规程根据 JJF 1002—2010《国家计量检定规程编写规则》的规则制定。涉及的通用名词术语依据 JJF 1129《质量密度计量名词术语及定义》。修订内容在计量性能要求、主要技术指标等方面参考国际法制计量组织国际建议 OIML R76-1: 2006《非自动衡器 第 1 部分: 计量和技术要求 测试》, 及 OIML R76-2: 2006《非自动衡器 第 2 部分: 测试报告格式》的相关内容。本次修订主要内容如下:

- 在“引用文件”中, 删除了规程、规范的年号;
 - 将“失水速率”更改为“失水速度”, 增加术语“失水速度判定法”, 并增加 $1d/60 \leq$ 失水速度判定法;
 - 将“衡量装置”更改为“称量装置”;
 - 特种准确度等级水分测定仪的检定分度值范围修改为 $e \geq 1 \text{ mg}$;
 - 增加最小称量的要求;
 - 修改了检定分度值 e 的表述;
 - 修改了水分测定误差的定义;
 - 删除了供电电源要求、氯化钠标准物质编号;
 - 增加了氯化钠溶液标准物质, 并将原配比的氯化钠溶液质量分数与氯化钠溶液标准物质的质量分数控制要求统一为 $U = 0.03\% (k = 2)$;
 - 修改了模拟指示水分测定仪水分测定误差计算公式;
 - 修改附录 A“氯化钠溶液的制备”。
- 本规程历次版本的发布情况为:
- JJG 658—2010;
 - JJG 658—1990。

烘干法水分测定仪检定规程

1 范围

本规程适用于以检测水分含量为目的的烘干法水分测定仪的首次检定（修理后的检定视同首次检定）、后续检定和使用中检查。烘干法水分测定仪主要对物理形态和化学形态相对稳定的样品进行水分含量的测定。

2 引用文件

本规程引用了下列文件：

JJG 98 机械天平

JJG 99 砝码

JJG 1030 电子天平

GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

OIML R59: 2006 (E) 谷物和油籽水分测定仪 [OIML R59: 2006 (E) Moisture meters for cereal grain and oilseeds]

OIML R76: 2006 (E) (所有部分) 非自动衡器 [OIML R76: 2006 (E) (all parts) Non-automatic weighing instruments]

凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本规程；凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本规程。

3 术语和计量单位

3.1 术语

3.1.1 水分含量（水分和挥发成分的含量） moisture content

样品烘干前后的质量差与样品烘干前质量的比值。

注：以百分数表示。

3.1.2 水分含量可读性 readability of moisture content

可显示的水分含量变化的最小增量。

注：以百分数表示。

3.1.3 试样盘 sample plate

用于直接承载被测对象的容器。

3.1.4 烘干法 thermogravimetric moisture analysis

在指定的温度下，按设定的加热时间或失水速度，加热已知质量的被测样品，通过物理反应，使样品内的水分蒸发。通过比较加热前后被测样品的质量差，以获得被测样品的水分含量。

3.1.5 指示温度 indication temperature

烘干法水分测定仪所显示的温度。

3.1.6 升温时间 heating-up time

从打开烘干法水分测定仪加热功能开始直到达到预设温度或者达到热平衡为止的时间间隔。

3.1.7 失水速度 dehydration rate

样品失去水的速度。即烘干过程中，单位时间内样品的质量变化量。

3.1.8 失水速度判定法 determination of dehydration rate

判定样品烘干过程结束的方法。即当样品的失水速度不大于规定值时，样品的烘干过程结束。

3.2 计量单位

采用的计量单位有：克(g)、毫克(mg)、分(min)、秒(s)、摄氏度(℃)。

4 概述

烘干法水分测定仪(以下简称水分测定仪)是基于烘干原理直接对称量样品表面分离物或微量水分进行计量分析的仪器。根据计量分析对象的不同，对称量样品或固体进行计量分析的水分测定仪也称为含固量分析仪。

水分测定仪主要由烘干装置和称量装置两部分组成。

根据水分测定仪的显示方式和称量装置的不同，目前市场上的水分测定仪可分为以下两类：

模拟指示水分测定仪——以杠杆平衡原理构成，具有游分标尺的机械称量装置的水分测定仪。其加热元件通常为：隧道式烘箱、红外陶瓷加热器、石英加热器等。

数字指示水分测定仪——以数字指示的且具有电子称量装置的水分测定仪。其加热方法为：红外陶瓷加热器、石英加热器、远红外加热器、卤素灯、激光、微波等。

5 计量性能要求

5.1 准确度等级

水分测定仪按其称量装置的检定分度值 e 和检定分度数 n 划分为表1所示的两个准确度等级：

表1 水分测定仪的准确度等级

特种准确度级	Ⓘ
高准确度级	Ⓢ

注：定稿批零级符号允许使用任意横置，其由两条水平线分别与两个半圆相连接成的图形，不是圆形图形。

水分测定仪准确度等级与称量装置的检定分度值 e 、检定分度数 n 的关系参见表2。

表 2 水分测定仪的准确度等级与检定分度值 e 、检定分度数 n 的关系

水分测定仪 准确度等级	检定分度值 e	检定分度数, $n = \frac{Max}{e}$		最小称量 Min (下限)
		最小	最大	
①	$1 \text{ mg} \leq e$	5×10^4	不限制	$100e$
②	$1 \text{ mg} \leq e \leq 50 \text{ mg}$	1×10^4	1×10^3	$20e$
	$0.1 \text{ g} \leq e$	1×10^4	1×10^2	$50e$

注：在表 2 任一列中用 d 代替 e 计算最小称量。

5.2 实际分度值 d

以质量单位表示。

5.2.1 对模拟指示水分测定仪，是指两个相邻标尺标记对应质量值的差。

5.2.2 对数字指示水分测定仪，是指相邻两个示值的差。

5.3 检定分度值 e

用于划分水分测定仪准确度等级与计量检定的以质量单位表示的值，检定分度值 e 由制造商根据表 2 的要求选定。

5.3.1 检定分度值 e 服从 $d \leq e \leq 10d$ 的关系，例如：

$d =$	1 mg	2 mg	5 mg	10 mg
$e =$	10 mg	10 mg	10 mg	10 mg
$e =$	$10d$	$5d$	$2d$	d

5.3.2 当 $e = d$ ，无辅助装置时，检定分度值 e 应取下列形式：

$$1 \times 10^k \text{ 或 } 2 \times 10^k \text{ 或 } 5 \times 10^k$$

其中， k 是正整数、负整数或零。

5.3.3 当 $e \neq d$ 时，有辅助装置时，检定分度值 e 还应服从 $e = 1 \times 10^k \text{ kg}$ ，其中 k 为正整数、负整数或零。

5.4 最大允许误差

水分测定仪称量装置的称量示值误差、水分测定误差应符合表 3、表 4 的规定。

5.4.1 模拟指示水分测定仪的最大允许误差 (MPE)，见表 3。

表 3 模拟指示水分测定仪的最大允许误差

准确度等级	称量示值误差	水分测定误差
①	$\pm 1e$	$\pm 0.1E$
②	$\pm 1e$	± 0.5

5.1.2 数字指示水分测定仪的最大允许误差 (MPE)，见表 4。

表 4 数字指示水分测定仪的最大允许误差

准确度等级	载荷 m	称量示值误差	水分测定误差 %
①	$0 \leq m \leq 5 \times 10^4 e$	$\pm 0.3e$	± 0.2
	$5 \times 10^4 e < m \leq 2 \times 10^5 e$	$\pm 1.0e$	
	$2 \times 10^5 e < m$	$\pm 1.5e$	
②	$0 \leq m \leq 5 \times 10^4 e$	$\pm 0.3e$	± 0.5
	$5 \times 10^4 e < m \leq 2 \times 10^5 e$	$\pm 1.0e$	
	$2 \times 10^5 e < m \leq 1 \times 10^6 e$	$\pm 1.3e$	

5.5 称量示值误差

加载或卸载时各载荷点单次测量结果的示值误差不得超过表 3、表 4 规定的最大允许误差。

5.6 称量重复性

同一载荷多次测量结果间的差值不得超过表 3、表 4 中相应载荷称量示值最大允许误差的绝对值。

5.7 水分测定误差

质量为 5 g 的氯化钠溶液，质量分数为 5%，扩展不确定度 U 不大于 0.03% ($k=2$)，在 105℃ 下，按 1 mg/60 s 或 1d/60 s 失水速度判定法 (d 为实际分度值)，水分测定仪的显示水分值与标准水分值之间的差值不得超过表 3、表 4 中的最大允许误差。

5.8 模拟指示水分测定仪所配备砝码的计量性能要求

按砝码相应的等级进行检定，检定结果必须符合 JJG 99 的要求，其最大允许误差绝对值之和应不大于一个检定分度值 ($1e$)。

5.9 模拟指示水分测定仪所配备试样盘的计量性能要求

对于不具备去皮装置的水分测定仪，同一台水分测定仪中所有试样盘之间的质量差值应不大于一个检定分度值。试样盘必须用耐高温的金属材料制造。

6 通用技术要求

6.1 外观要求

6.1.1 标记

6.1.1.1 强制性标记

- 制造厂名称；
- 产品名称；
- 型号规格；
- 用一个椭圆和椭圆里面的罗马数字表示的准确度等级；
- 最大称量 (M_{\max})；
- 最小称量 (M_{\min})；

- e) 实际分度值 d_1 ;
- f) 标称分度值 e_1 ;
- g) 出厂编号;
- j) 型式批准标志和编号。

6.1.1.2 说明性标记

- a) 出厂日期 (或以一定形式给出);
- b) 烘干温度范围: $__\text{℃} \sim __\text{℃}$;
- c) 电源电压: $__\text{V}$;
- d) 电源频率: $__\text{Hz}$;
- e) 在满足正常工作要求时的特殊温度界限: $__\text{℃} \sim __\text{℃}$;
- f) 水分含量可读性。

6.1.1.3 对标记的要求

- a) 标记的铭牌必须牢固可靠, 不易涂擦、破坏或拆卸;
- b) 字迹清晰, 大小适中, 尺寸规范;
- c) 铭牌应安置在明显易读位置, 固定在水分测定仪机体上。

6.1.2 表面镀层或涂层要求

新生产、新进口的水分测定仪表面镀层或涂层色泽应均匀, 不得有露底、脱皮、起层、起泡、起毛、水渍 (水迹)、斑痕、毛刺、裂纹及明显的划痕和擦伤。

6.1.3 烘干装置

烘干装置箱体应平整, 不得有明显的歪斜、变形、裂缝、划伤等缺陷。箱盖的启闭, 试样盘的进出应轻便灵活。箱体应具有良好的密闭性。同时, 散热装置应有良好的散热功能。

烘干装置表面应有高温警示标志。

6.2 工作正常性要求

6.2.1 水分测定仪的控制系统能够保证正确的测量步骤, 计算过程, 数据显示、存储及传输。

6.2.2 当水分测定仪遇到干扰时, 应具有一定的抗干扰能力:

- a) 不会产生显著误差;
- b) 当显著误差不能自动予以消除时, 可以将其检测出来。

6.3 工作温度要求

6.3.1 规定温度界限

在产品的技术说明中, 若没有说明特别的工作温度, 则:

- a) 数字指示水分测定仪应在室温条件下正常工作, 其计量性能不得超过 5.3~5.7 的有关规定。
- b) 模拟指示水分测定仪, 应在室温条件下正常工作, 其计量性能不得超过 5.3~5.9 的有关规定。

6.3.2 特殊温度界限

如果在操作说明书中制定了特定的工作温度界限, 则水分测定仪在该温度界限内保

持其计量性能。

温度界限范围应满足表5的要求。

表5 温度界限

准确度等级	温度界限范围
①	$\geq 5\text{ }^{\circ}\text{C}$
②	$\geq 15\text{ }^{\circ}\text{C}$

6.4 功能要求

6.4.1 烘干装置

- a) 烘干装置内的加热元件应性能稳定、质量可靠。
- b) 烘干装置的内壁材料应具有良好的耐热和保温性能。
- c) 烘干装置应有调节烘干温度和烘干时间的装置。

6.4.2 称量装置

6.4.2.1 模拟指示称量装置

a) 标尺

水分测定仪称量装置微分标尺的刻线或象限程的刻线应清晰，不允许有影响读数显示的断线和斑点等现象，分度值必须满足5.2、5.3的要求，分度值也可以用表示水分含量的0.05%，0.1%，0.2%来划分，分度的间距不得小于1 mm，刻线宽度不得大于0.3 mm。

b) 指针

指针针尖宽度不得大于分度线的宽度，指针与标尺之间的距离不得大于8 mm，不得与标牌摩擦以影响指针的正常摆动。

c) 阻尼

指针偏离平衡位置5个分度以上时，在阻尼器的作用下，从其摆动到静止不得超过11个周期。

6.4.2.2 数字指示称量装置

a) 开启数字指示称量装置应立即执行专门的自检程序，显示出水分测定仪显示器的相关符号，并有足够长的时间表明其处于烘干状态或非烘干状态，以便操作者进行检查。

b) 数量称量装置应具有外部校准或内部校准功能、置零和去皮装置。

6.4.3 水分测定仪可备有接口以便将其与外部设备连接。当与外部设备相连时，该水分测定仪必须能正常工作，计量性能不受影响。

6.5 安全和可靠性

6.5.1 影响水分测定仪性能的关键部件应不易被操作者拆卸、调整，以防止误操作。

6.5.2 应能将盛有被测样品的试样盘方便、安全地放在称量装置上。水分测定仪加热烘干期间，试样盘在秤盘上应平稳、安全，不能出现倾覆、滑落的现象。具有悬挂秤盘的模拟指示水分测定仪，必须保证悬挂系统平稳、可靠。

6.5.3 当数字指示水分测定仪遇到干扰出现较严重故障时，其不应显示错误示值，而

是应自动检测并显示故障信息。当数字指示水分测定仪检测出并显示出故障后，应出现符号提示或声音报警，并持续到操作者采取相应措施或消除故障为止。

6.5.4 样品舱在开启状态下，加热装置应关闭。

6.5.5 水分测定仪在正常使用条件下，应具有良好的耐压和绝缘性能。

6.5.6 称量结果的指示

6.5.6.1 模拟指示水分测定仪

a) 具有微分标尺的光学称量装置。投影窗中的微分标尺的刻线应清晰，不得有可见的歪斜，读数视准线的宽度不大于投影窗中显见的微分标尺的刻线宽度，视准线应与该标尺的刻线相平行。

b) 在正常使用条件下，模拟指示水分测定仪称量装置的读数必须可靠，容易读取而且清晰，读数视差不得大于 $0.2e$ 。

6.5.6.2 数字指示水分测定仪

a) 显示屏显示的内容应清晰，字体完整无缺损，亮度适合正常工作环境的需要。

b) 超过最大称量 $M_{\max} + 9e$ 时，水分测定仪应无数字指示，或显示过载溢出符号。

c) 水分测定仪的显示器不得缺位少段。

d) 数字指示至少从最右端起显示出四位数字，小数与整数部分应用小数标记（点或逗号）分开。在显示时，小数标记左边至少应有一位数，其余位数均在右边。

e) 水分测定仪的示值和打印结果一致。打印结果必须准确、清晰、易读、不可擦写，并能保存。打印数字高度至少为 2 mm ，所打印的计量单位的名称或符号应在数据之后或数据上方。

6.5.7 水平指示装置

水分测定仪应安装水平指示装置，并将水平指示装置牢固地安装在操作者明显可见的位置。未安装水平指示装置的水分测定仪，不应有可见的倾斜。

6.5.8 去皮装置

数字指示水分测定仪可有一个或多个去皮装置。

a) 去皮装置应能保证准确置零，从而进行净重称量。

b) 去皮装置不得在零点以下或最大称量以上使用。

c) 去皮装置不得在加热烘干期间使用。

6.5.9 测温装置

测温装置一般分为玻璃温度计和感温探头两种。水分测定仪的测温装置必须保证烘干箱内测温装置所在位置的温度与显示温度一致。

6.5.10 调温装置

操作者能够在水分测定仪的有效烘干温度范围内，方便灵活地调节或设定相应的烘干温度。

6.5.11 散热装置

水分测定仪中内置的散热装置应在加热烘干期间保证水分测定仪的散热正常，不得出现停机、死机现象。

7 计量器具控制

7.1 检定条件

7.1.1 测量标准

7.1.1.1 一组满足 JJG 99 要求的标准砝码，其最大允许误差不得超过被检水分测定仪在该载荷下最大允许误差的 $1/3$ 。

7.1.1.2 氯化钠有证标准物质，含量大于等于 99.99%，扩展不确定度 U 不大于 0.01% ($k=2$)；或氯化钠溶液有证标准物质，质量分数为 5%，扩展不确定度 U 不大于 0.03% ($k=2$)。

7.1.2 配套设备

a) 5 mL 移液器（最大允许误差为 $\pm 0.6\%$ ）。

b) 玻璃纤维纸。

c) 秒表（读数能力 ≤ 0.1 s）。

d) 对于氯化钠有证标准物质，应配备附录 A 中所列的配置氯化钠溶液的仪器设备。

e) 对于不具备去皮装置的水分测定仪的检定，应配备实际分度值不大于 0.1 mg 天平。

7.1.3 环境条件

7.1.3.1 检定室的温度和湿度

检定应在稳定的环境条件下进行，除特殊的温度界限外，一般指正常室温。工作环境条件应符合表 6 的要求。

表 6 工作环境条件

准确度等级	温度波动	相对湿度
①	≤ 1 °C/h	50%—80%
②	不超过规定温度范围的 $1/5$ ，且不大于 5 °C/h	50%—85%

7.1.3.2 水分测定仪的周围不能有影响水分测定仪计量性能的振动、气流、腐蚀性气体以及强磁场。

7.1.3.3 实验室应保持清洁。水分测定仪应置于稳固平稳的工作台上使用。水分测定仪应避免阳光直接照射。

7.1.4 检定前的清洁处理

水分测定仪在正式检定前，应做好清洁工作。先将水分测定仪置于坚固的平台上调整水平，然后细心除去水分测定仪称量装置上残留的试样。

7.1.4 检定前应该对模拟水分测定仪调零，对数字指示水分测定仪应在规定预热时间后进行调校。检定过程中不进行再次调校。

7.2 检定项目

水分测定仪检定项目见表 7。

表 7 水分测定仪检定项目表

序号	检定项目	首次检定	后续检定	使用中检查	
1	试样盘	+	—	—	
2	外观检查	+	+	—	—
3	工作正常性	+	+	—	
4	安全和可靠性	+	+	—	
5	称量示值误差	+	+	+	+
6	称量重复性	+	+	+	+
7	水分测定误差	+	+	—	—

¹⁾ 仅针对设有除湿装置的水分测定仪。
²⁾ 以目力观察和有针对性的有限操作方式检查。

7.3 检定方法

7.3.1 外观、工作正常性、安全和可靠性检查

以目力观察和手动检查的方式检查水分测定仪的外观质量是否符合 6.1 的要求。模拟水分测定仪的试样盘用实际分度值不大于 0.1 mg 的天平检定。

以目力观察和有目的的有限操作方式，检查水分测定仪的工作正常性以及安全和可靠性是否符合 6.2、6.5 的相应规定。

7.3.2 称量装置的检定

7.3.2.1 模拟指示水分测定仪

a) 称量示值误差

在称盘内放最大称量的标准砝码，调整平衡，使指针与标尺上的零位分度线相重合（或微分标尺零线与基准线相重合）。

载荷点由检定人员视水分测定仪的具体情况选取，但必须包括下述载荷点：

- 标尺零位；
- 标尺最大载荷点；
- 最大称量。

b) 称量重复性

在称盘上放最大称量的标准砝码调整平衡，测定其平衡位置，记录此时水分仪的示值误差，重复上述步骤 3 次。

模拟指示水分测定仪的重复性 R_A 按公式 (11) 计算：

$$R_A = E_{\max} - E_{\min} \quad (11)$$

式中：

- R_A ——模拟水分测定仪重复性；
- E_{\max} ——模拟水分测定仪示值误差最大值；
- E_{\min} ——模拟水分测定仪示值误差最小值。

c) 所配备的砝码的误差

若模拟指示水分测定仪有配套的砝码，则该砝码依据 JJG 99 检定的要求，参照砝码的相应等级进行检定，并出具检定证书。

7.3.2.2 数字指示水分测定仪

a) 称量示值误差

取走试样盘，在承载支架中心放置砝码。各载荷点的示值误差是对零点修正后的修正误差。

当水分测定仪的实际分度值 d 大于 $0.2e$ 时，应先确定天平修约前的示值，消除任何包含在数字示值中的化整误差，方法如公式 (2) 所示：

$$P = I + \frac{1}{2}d - \Delta L \quad (2)$$

式中：

P ——修约前的示值；

I ——水分测定仪的示值；

ΔL ——附加砝码的值；

然后通过公式 (3) 计算化整前的示值误差：

$$E = P - L \quad (3)$$

式中：

E ——化整前的示值误差；

L ——载荷值。

最后通过公式 (4) 计算化整前的修正误差：

$$E_c = E - E_0 \quad (4)$$

式中：

E_c ——化整前的修正误差；

E_0 ——零点或零点附近的误差。

测试时，载荷应从零载荷开始逐渐往上加载直至加到称量装置的最大秤量，然后逐点卸载直到零载荷为止。

试验载荷的载荷点由检定人员视水分测定仪的具体情况选取，但必须包括下述载荷点：

- 零点或零点附近；
- 最小秤量；
- 最大允许误差转换点对应的载荷；
- 最大秤量。

无论加载或卸载，应保证有足够的测量点，一般不得少于 5 点。

b) 称量重复性

同一载荷多次测量结果示值误差最大值与最小值的差值，应不超过相应载荷最大允许误差的绝对值。多次称量之间的零点有偏差时，天平应重新置零。如果水分仪具有自动置零装置、零点跟踪装置，应处于工作状态，试验载荷应选择 80%~100% 最大秤量的单个砝码。测量次数不得少于 5 次。

数字指示水分测定仪的重复性按公式 (5) 计算:

$$R_{0.1} = E_{\max} - E_{\min} \quad (5)$$

式中:

$R_{0.1}$ ——数字指示水分测定仪重复性;

E_{\max} ——数字指示水分测定仪示值误差最大值;

E_{\min} ——数字指示水分测定仪示值误差最小值。

7.3.3 烘干装置的检定

7.3.3.1 模拟指示水分测定仪水分测定误差

a) 将玻璃纤维纸放在水分测定仪试样盘上, 调节称量盘上的砝码以便在投影窗口上读取平衡位置。

b) 在 105 ℃ 温度下预烘, 待玻璃纤维纸的失水速度小于 1d/60 s 时, 关闭加热开关, 保持称量装置和烘干装置的舱门关闭, 待烘干装置温度降至室温后记下此时指针的平衡位置 x_0 和称量盘上的砝码值 m_0 , 烘干后的玻璃纤维纸质量为 $(10 - m_0 - x_0)$ g。

c) 取走称量盘上 5 g 砝码, 用移液器量取 5 mL 质量分数为 5% 的氯化钠溶液, 将其均匀滴在玻璃纤维纸上。开启称量装置, 待平衡后记下此时指针的平衡位置 x_1 和称量盘上的砝码值 m_1 , 加载在玻璃纤维纸上的溶液实际质量为 $W_1 = m_1 + x_1 - m_0 - x_0$ 。

d) 关闭称量装置后打开加热开关, 升温至 105 ℃, 升温过程需平缓, 以免温度过冲造成焦灼现象。

e) 在称量盘上增加一定量的砝码后再打开称量装置, 待样品的失水速度小于 1d/60 s 时, 记下此时指针的平衡位置 x_2 和称量盘上的砝码值 m_2 , 此时玻璃纤维纸上残留固体的质量为 $W_2 = m_2 + x_2 - m_1 - x_1$ 。

按公式 (6) 计算试样的水分:

$$M_1 = \frac{W_1 - W_2}{W_1} \times 100\% = \frac{m_2 + x_2 - m_1 - x_1}{m_1 + x_1 - m_0 - x_0} \times 100\% \quad (6)$$

式中:

M_1 ——模拟指示水分测定仪的水分含量;

W_1 ——初始水分仪显示样品的质量值, g;

W_2 ——烘干后水分仪显示样品的质量值, g;

x_0 ——玻璃纤维纸预烘后, 未加氯化钠溶液前, 称量装置处于平衡位置时, 指针的平衡位置, g;

x_1 ——加 5% 的氯化钠溶液后, 称量装置处于平衡位置时, 指针的平衡位置, g;

x_2 ——烘干后, 称量装置处于平衡位置时, 指针的平衡位置, g;

m_0 ——玻璃纤维纸预烘后, 未加氯化钠溶液前, 称量装置处于平衡位置时, 称量盘上砝码的质量值, g;

m_1 ——加 5% 的氯化钠溶液后, 称量装置处于平衡位置时, 称量盘上砝码的质量值, g;

m_2 ——烘干后, 称量装置处于平衡位置时, 称量盘上砝码的质量值, g。

测量结果与标准含水量 95% 之间的误差不得大于表 4 的规定。若测量结果不符合

表4的规定,则判定该水分测定仪水分测定误差合格。

7.3.3.2 数字指示水分测定仪水分测定误差

a) 在105℃温度下,以1mg/60s或1d/60s失水速度判定法,选择标准烘干程序,以自动或手动关断模式开始测量。

b) 在试样盘上放上玻璃纤维纸,在105℃温度下,以1mg/60s或1d/60s失水速度判定法对其进行预烘。

c) 预烘完毕后,用移液器移取5ml质量分数为5%的氯化钠溶液,并将其尽可能地均匀地滴在玻璃纤维纸上,随后进行水分测定,以1mg/60s或1d/60s失水速度法判定,记下最终的水分值。升温过程需平缓,以免温度过快造成焦灼现象。

若水分测定仪测量结果以质量值显示,则按公式(7)计算试样的水分:

$$M_w = \frac{W_1 - W_2}{W_1} \times 100\% \quad (7)$$

式中:

M_w ——数字指示水分测定仪的水分含量;

W_1 ——初始水分仪显示样品的质量值, g;

W_2 ——烘干后水分仪显示样品的质量值, g。

测量结果与标准含水量95%之间的误差不得大于表4的规定。若测量结果不符合表4的规定,则判定该水分测定仪水分测定误差合格。

注:

1. 自动关断模式——对于具备失水速度判定法和程序的水分测定仪,按照选定的1mg/60s或1d/60s失水速度,完成整个烘断样品烘干过程。
2. 手动关断模式——对于不具备失水速度判定法和程序的水分测定仪,则由检定员过称量计时,在60s时称为样品的质量变化量不大于1mg或1d规定值时,手动关断烘断的烘干过程。

7.4 检定结果处理

经检定合格的水分测定仪发给检定证书(内页格式参见附录D),并给出水分测定结果的实测值。不合格的水分测定仪则发给检定结果通知书(内页格式参见附录E),并注明不合格项目。

模拟指示水分测定仪经检定,各项技术指标中任意一项若超出5.5~5.9的要求则视为不合格。

数字指示水分测定仪经检定,各项技术指标中任意一项超出5.5~5.7的要求或调校功能不正常则视为不合格。

7.5 检定周期

水分测定仪的检定周期依据具体情况确定,不得超过1年。

附录 A

氯化钠溶液的制备

A.1 标准物质选用

本规程中选用的氯化钠应为国家有证标准物质，含量大于等于 99.99%，扩展不确定度 U 不大于 0.01% ($k=2$)。标准物质配置用水应符合 GB/T 6682 中的实验室一级水要求。

A.2 仪器设备

A.2.1 电子天平：准确度等级为 E 级，分度值 $d=0.1\text{ mg}$ 。

A.2.2 烧杯：250 mL。

A.2.3 箱式电阻炉：使用温度范围内炉温均匀度 $\pm 4\text{ }^\circ\text{C}$ ，炉温稳定度 $\pm 1\text{ }^\circ\text{C}$ 。

A.3 环境条件

生产场所应固定、清洁，环境温度在 $20\text{ }^\circ\text{C}\pm 2\text{ }^\circ\text{C}$ 之间，相对湿度 $\leq 80\%$ 。

A.4 氯化钠标准溶液的配制

将氯化钠国家有证标准物质放于铂坩埚内，在箱式电阻炉 $(500\pm 10)\text{ }^\circ\text{C}$ 温度下干燥 6 h，取出放在有硅胶干燥剂的干燥器中，在干燥器内冷却至室温（或按照标准物质证书进行干燥操作）。用分度值为 0.1 mg 的电子天平称取 $5.000\text{ g}\pm 0.001\text{ g}$ 烘干后的氯化钠纯度标准物质于 250 mL 烧杯中，再向烧杯中滴加 $95.080\text{ g}\pm 0.001\text{ g}$ 蒸馏水充分溶解混匀。5% 氯化钠溶液标准物质配制记录格式参见表 A.1。

表 A.1 5%氯化钠标准溶液配制记录

标准溶液名称	5%氯化钠标准溶液		
记录编号			
标准物质及仪器设备名称	型号/浓度	编号	有效期
配制记录			
氯化钠标准溶液 质量分数		扩展不确定度: ($k=2$)	
温度	$^\circ\text{C}$	相对湿度	%
配制人员		配置日期	

A.5 包装要求

标准溶液需以聚乙烯塑料瓶加盖密封包装，并置于阴凉、干燥、避光处存储。配制

完毕后需尽快使用，不应有沾污、泄漏、水分蒸发等影响量值的情况。

A.6 扩展不确定度

按照该方法配制的 5.00% 氯化钠溶液标准物质，其扩展不确定度 U （含稳定性）为 0.03%（ $k=2$ ）。

A.7 有效期限

自行配置的标准氯化钠溶液在常温（15℃～25℃）下保存时间一般不超过两个月。当溶液出现混浊、沉淀、颜色变化等现象时，应重新制备。若采用氯化钠溶液标准物质，则在标准物质证书上的有效期内使用。

附录 B

模拟指示水分测定仪检定记录表

型号规格		准确度等级		出厂编号		
最大称量		实际分度值 d		检定分度值 e		
标准砝码准确度等级				标准砝码编号		
温 度	℃	相对湿度		%		
申报单位			制造厂名			
1. 外观、工作正常性、安全和可靠性检查：						
2. 试样盘	各盘间最大 质量差 $m_{\max} - m_{\min}$			计量性能要求	$\pm 1\%$	
3. 称量示值 误差	载荷/____	加载/____	误差/____	卸载/____	误差/____	计量性能要求 $\pm 1\%$
4. 称量重复性	1	2	3	重复性	计量性能要求	
5. 水分测定 误差	m_1	x_1	m_2	x_2	m_3	x_3
	样品水分测量结果					
	$M_f = \frac{m_2 + x_2 - m_1 - x_1}{m_1 + x_1 - m_2 - x_2} \times 100\%$					
水分测定误差					计量性能要求	
6. 结论						
证书编号						
检定员		核校员		检定日期		

附录 C

数字指示水分测定仪检定记录表

型号规格		准确度等级		出厂编号						
最大称量		实际分度值 d		检定分度值 e						
标准砣的准确度等级				标准砣码器号						
保 度	℃	相对湿度	%							
申报单位			制造商名							
1- 外观、工作正常性、安全和可靠性检查										
2- 称量示值误差	载荷/____	加载/____	误差/____	卸载/____	误差/____	计量性能要求 /____				
3- 称量重复性/____	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
	重复性								计量性能要求	
4- 水分测定误差	W_1				W_2					
	样品水分测量结果 $M_2 = \frac{W_2 - W_1}{W_1} \times 100\%$									
	水分测定误差								计量性能要求	
5- 结论										
证书编号										
检定员			核验员			检定日期				

附录 D

烘干法水分测定仪检定证书内页格式

表 D.1 模拟指示水分测定仪检定证书内页格式

$d =$ $t =$ $s, Max =$

检定项目	检定结果	计量性能要求
试样盘		
示值误差		
重复性		
水分测定误差		
检定结论：合格		

标准氯化钠溶液水分含量： %。

检定环境条件：温度 ℃；相对湿度 %。

表 D.2 数字指示水分测定仪检定证书内页格式

$d =$ $t =$ $s, Max =$

检定项目	检定结果	计量性能要求
示值误差	$< m_1 >$	
	$< m_2 >$	
	$< m_3 >$	
重复性		
水分测定误差		
检定结论：合格		

标准氯化钠溶液水分含量： %。

检定环境条件：温度 ℃；相对湿度 %。

附录 E

水分测定仪检定结果通知书内页格式

表 E.1 模拟指示水分测定仪检定结果通知书内页格式

$d =$ $i, r =$ $s, Max =$

检定项目	检定结果	计量性能要求

检定结论：不合格
不合格项目：

标准氯化钠溶液水分含量： %。

检定环境条件：温度 ℃；相对湿度 %。

表 E.2 数字指示水分测定仪检定结果通知书内页格式

$d =$ $i, r =$ $s, Max =$

检定项目	检定结果	计量性能要求

检定结论：不合格
不合格项目：

标准氯化钠溶液水分含量： %。

检定环境条件：温度 ℃；相对湿度 %。