

中华人民共和国国家计量检定规程

JJG 658—2010

烘干法水分测定仪

Thermogravimetric Moisture Meters

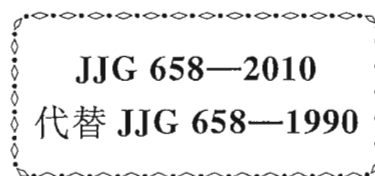
2010—11—05 发布

2011—05—05 实施



国家质量监督检验检疫总局 发布

烘干法水分测定仪检定规程
Verification Regulation of Thermogravimetric
Moisture Meters



本规程经国家质量监督检验检疫总局于 2010 年 11 月 5 日批准，并自 2011 年 5 月 5 日起施行。

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

梅特勒—托利多仪器（上海）有限公司

赛多利斯科学仪器（北京）有限公司

上海精科天美科学仪器有限公司

本规程委托全国质量、密度计量技术委员会负责解释

本规程主要起草人：

苏 祎（上海市计量测试技术研究院）

丁京安（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）

董文忠（梅特勒—托利多仪器（上海）有限公司）

王 江（赛多利斯科学仪器（北京）有限公司）

董 莉（上海精科天美科学仪器有限公司）

目 录

引言	(1)
1 范围	(1)
2 引用文献	(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 示值误差	(3)
5.5 重复性	(3)
5.6 水分测定误差	(3)
5.7 配套砝码的误差	(4)
5.8 试样盘的误差	(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	(7)
7.1 检定条件	(7)
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 模拟水分测定仪检定记录表	(15)
附录 C 数显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 烘干法水分测定仪检定结果通知书内页格式	(18)

烘干法水分测定仪检定规程

引言

本规程参照 OIML R76—国际建议《非自动衡器》和 OIML R59—国际建议《谷物或菜籽水分测定仪》的相关内容，替代 JJG 658—1990《烘干法谷物水分仪》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（以下简称水分测定仪）的首次检定（修理后的检定视同首次检定，下同）、后续检定和使用中检验。该类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 引用文献

本规程引用下列文献：

JJG 98—2006 机械天平检定规程

JJG 99—2006 砝码检定规程

JJG 1036—2008 电子天平检定规程

JJF 1229—2009 质量密度计量名词术语及定义

OIML R59—国际建议《谷物或菜籽水分测定仪》

OIML R76—国际建议《非自动衡器》

GB/T 601—2002 化学试剂标准滴定溶液的制备

使用本规程时，应注意使用上述引用文献的现行有效版本。

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） moisture content

本规程中所讨论的水分含量（水分和挥发成分）是指样品烘干前后的质量与样品初始质量的比值，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，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率，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。

3.1.5 指示温度 temperature

水分测定仪所显示的温度。

3.1.6 升温时间 heating-up time

从打开水分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，单位：分（min）。

3.1.7 失水速率 weight loss per time unit

水分蒸发的速率，即烘干过程中，单位时间内样品的质量变化量，单位：毫克每秒（mg/s）。

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

水分测定仪是基于烘干原理直接对衡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，对衡量样品残留固体进行计量分析的水分测定仪也可称为含固量分析仪。

水分测定仪主要由烘干装置和衡量装置两部分组成。

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

模拟显示水分测定仪——以杠杆平衡原理构成，具有微分标尺的机械衡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。

数字显示水分测定仪——以数字显示的且具有电子衡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、激光技术、微波等。

5 计量性能要求

5.1 准确度等级

水分测定仪按其衡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	Ⅰ
高准确度级	Ⅱ

水分测定仪准确度等级与衡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 e 、 n 的关系

准确度等级	检定分度值 e	检定分度数 $n = \frac{\text{Max}}{e}$	
		最小	最大
Ⅰ	$e \leq 1 \text{ mg}$	1×10^4	不限制
Ⅱ	$1 \text{ mg} < e \leq 50 \text{ mg}$	1×10^2	1×10^5
	$0.1 \text{ g} \leq e$	5×10^3	1×10^5

5.2 实际分度值 d

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级别并进行计量检定的、以质量单位表示的值，由生产厂商根据表 2 的要求选定。

检定分度值 e 和实际分度值 d 的关系：

5.3.1 若 $e=d$ ，则水分测定仪的检定分度值 e 应当取下列形式：

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

其中： k 是正整数、负整数或零。

5.3.2 若 $e \neq d$ 时，检定分度值 e 由下式规定：

$$d < e \leq 10d$$

在一般情况下，检定分度值 e 还应服从 $e = 10^k \text{ kg}$ ，其中 k 为正整数、负整数或零。

5.4 示值误差

加载或卸载时各载荷点的示值误差。

对于模拟显示水分测定仪，其示值误差不得超过表 3 的最大允许误差。

对于数字显示水分测定仪，其示值误差不得超过表 4 的最大允许误差。

5.5 重复性

同一载荷多次称量结果间的极差值。

对于模拟显示水分测定仪，其重复性误差不得超过表 3 的最大允许误差。

对于数字显示水分测定仪，其重复性误差不得超过表 4 中相应载荷最大允许误差的绝对值。

5.6 水分测定误差

水分测定仪的显示水分值与标准水分值之间的差值。

对于模拟显示水分测定仪，其水分测定误差是质量为 5 g 的 $5\% \pm 0.02\%$ 的标准氯化钠溶液，在 105°C 下，烘 1 h 后，水分测定仪的显示水分值与标准水分值之间的差值。该差值不得超过表 3 的最大允许误差。

对于数字显示水分测定仪，其水分测定误差是质量为 5 g 的 $5\% \pm 0.02\%$ 的标准氯化钠溶液，在 105°C 下，据 $1 \text{ mg}/60 \text{ s}$ 失水速率判定，水分测定仪的显示水分值与标准水分值之间的差值。该差值不得超过表 4 的最大允许误差。

表 3 模拟显示水分测定仪的最大允许误差 (MPE)

允 差 项目 准确度 等级	示值误差	重复性	水分测定误差 /%
Ⅰ	$\pm 1e$	$\leq 1e$	± 0.2
Ⅱ	$\pm 1e$	$\leq 1e$	± 0.5

表 4 数字显示水分测定仪的最大允许误差 (MPE)

允 差 项目 准确度 等级	示值误差 (e)	重复性 (e)	水分测定误差 /%
Ⅰ	参见表 5	参见表 5	± 0.2
Ⅱ			± 0.5

表 5 水分测定仪的衡量装置的最大允许误差 (MPE)

最大允许误差 (以检定分度值 e 表示)	载荷 m (以检定分度值 e 表示)	
	Ⅰ	Ⅱ
± 0.5	$0 \leq m \leq 5 \times 10^4$	$0 \leq m \leq 5 \times 10^3$
± 1.0	$5 \times 10^4 < m \leq 2 \times 10^5$	$5 \times 10^3 < m \leq 2 \times 10^4$
± 1.5	$2 \times 10^5 < m$	$2 \times 10^4 < m \leq 1 \times 10^5$

5.7 配套砝码的误差

若模拟水分测定仪有配套的砝码, 则该砝码依据 JJG 99—2006《砝码》检定规程的要求, 参照相应的砝码等级进行检定, 并出具检定证书。同时, 本套砝码的最大允许误差绝对值之和应不大于一个检定分度值 ($1e$)。

5.8 试样盘的误差

试样盘必须用耐高温的金属材料制造。对于不具备除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 ($1e$)。

6 通用技术要求

6.1 外观要求

6.1.1 水分测定仪的说明性标记

6.1.1.1 必备的标记

- 制造厂名称或商标;
- 产品名称;
- 型号;
- 用一个椭圆和椭圆里面的罗马数字表示准确度等级;
- 制造计量器具许可证标志和编号;
- 最大称量: 表示为 Max;
- 实际分度值为 d ;
- 检定分度值为 e ;
- 出厂编号;
- 出厂日期 (或以一定形式给出)。

6.1.1.2 适当必备的标记

- a. 最小称量：表示为 Min；
- b. 烘干温度范围： $\dots^{\circ}\text{C} \sim \dots^{\circ}\text{C}$ ；
- c. 电源电压： $\dots\text{V}$ ；
- d. 电源频率： $\dots\text{Hz}$ ；
- e. 在满足正常工作要求时的特殊温度界限： $\dots^{\circ}\text{C} \sim \dots^{\circ}\text{C}$ ；
- f. 水分含量的可读性。

上述载有说明性标记的铭牌必须牢固可靠，不易涂擦、破坏或拆卸，字迹大小、形状必须清晰、规范。

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、裂纹及显见的划痕和擦伤。

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。箱盖的起闭，称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，应具有以下功能：

- 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，并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。

6.3 工作温度要求

6.3.1 法定温度界限

在产品的技术说明中，若没有说明特别的工作温度

a. 数字显示水分测定仪应在 $10^{\circ}\text{C} \sim 30^{\circ}\text{C}$ 的温度条件下正常工作，其计量性能不得超过表 4 和表 5 的有关规定。

b. 具有微分标尺的模拟显示水分测定仪，其必须在下述温度和湿度环境内保证其计量性能，其计量性能不得超过表 3 的有关规定。

温度范围： $10^{\circ}\text{C} \sim 30^{\circ}\text{C}$

湿度： $\leq 75\% \text{RH}$

6.3.2 特殊温度界限

如果在操作说明书中制定了特殊的工作温度界限，则水分测定仪在该温度界限内保持其计量性能。

特殊的工作温度界限的范围至少应满足表 6 的要求。

表 6 特殊温度界限

准确度等级	界限的范围 /℃
Ⅰ	5
Ⅱ	15

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 衡量装置

6.4.2.1 模拟衡量装置

a. 标尺

水分测定仪衡量装置微分标尺的刻线或象限秤的刻线应清晰，不允许有断线和斑点等现象，分度值必须满足 6.3.1 条的要求。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 3 mm，不得出现与标牌擦碰现象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，其摆动到静止不得超过 3 个周期。

6.4.2.2 数显衡量装置

a. 开启数显衡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. 数显衡量装置应具有外部校准或内部校准功能或置零及去皮装置。

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 水分测定仪的部件应不易被操作者拆卸、调整，以避免误操作。

6.5.2 应能将盛有被测样品的试样盘方便、安全地放在衡量装置上。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显示水分测定仪，必须保证悬挂系统平稳、可靠。

6.5.3 当数字显示水分测定仪遇到干扰出现较严重故障时，其不应显示示值，而是自动检测并显示故障信息。当数字显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 衡量结果的显示

6.5.6.1 模拟显示水分测定仪

a. 具有微分标尺的光学衡量装置。投影窗中的微分标尺的刻线应清晰，不得有显见的歪斜，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，模拟显示水分测定仪衡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 数字显示水分测定仪

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 $\text{Max}+9e$ 时，天平应无数字显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一位数字，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 水平指示器

水分测定仪应安装水平指示器，并将水平指示器牢固地安装在操作者明显可见的位置。未安装水平指示器的水分测定仪，不应有显见的倾斜。

6.5.8 去皮装置

数字显示水分测定仪可有一个或多个去皮装置。

(1) 去皮装置应能保证准确置零，从而进行净重衡量。

(2) 去皮装置不得在零点以下或最大称量以上使用。

(3) 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 配备一组相应准确度等级的标准砝码，其最大允许误差不得大于被检水分测定仪在该载荷下最大允许误差的 1/3。该标准砝码的磁性应符合 JJG 99—2006《砝码》检定规程中规定的相应要求。

7.1.1.2 配备氯化钠国家标准物质，编号：GBW06103b，以下简称氯化钠标物。

7.1.2 配套设备

(1) 选取氯化钠标物，配备 $5\% \pm 0.02\%$ 的标准氯化钠 (NaCl) 溶液。(配置方法参见附录 A)

(2) 配备 5 mL 移液器 (最大允许误差为 $\pm 0.6\%$)。

(3) 配备玻璃纤维纸。

(4) 配备秒表 (读数能力 ≤ 0.1 s)。

(5) 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，一般为 $10\text{ }^{\circ}\text{C} \sim 30\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。工作环境条件应符合表 7 的要求。

表 7 工作环境条件

准确度等级	温度波动 / ($^{\circ}\text{C}/\text{h}$)	湿度 / ($\%\text{RH}$)
Ⅰ	≤ 1	30~70
Ⅱ	≤ 5	30~70

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。水分测定仪应置于坚固平稳的工作台上使用。

7.1.3.4 水分测定仪应避免阳光直接照射。

7.1.4 供电电源

对于额定电压变化为 $-15\% \sim +10\%$ ；

对于 50 Hz 电源频率变化为 $-2\% \sim +2\%$ 。

7.1.5 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衡量装置上残留的试样。

7.1.6 检定前应该对模拟水分测定仪调零，对数字显示水分测定仪应在规定预热时间后进行校准。

7.2 检定项目

水分测定仪的计量性能检定项目见表 8。

表 8 水分测定仪检定项目表

序号	检定项目	首次检定	后续检定	使用中检验
1	试样盘	+(¹)	—	—
2	配套砝码	+(²)	+(²)	—
3	外观检查	+	+	—
4	工作正常性	+(³)	+(³)	—
5	安全和可靠性	+(³)	+(³)	—
6	衡量装置示值误差	+	+	+
7	衡量装置重复性	+	+	+
8	水分测定误差	+	+	—

注：(1) 该项目仅针对没有除皮装置的水分测定仪。

(2) 该项目仅针对与模拟水分测定仪配套的砝码。

(3) 该项目为在检定前先预操作，之后仅目力检查。

7.3 检定方法

7.3.1 外观和主要零部件的检查

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规程第 6.1 条的要求。不具备除皮装置的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。

在检定前先预操作，之后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第 6.2~6.3 条的相应规定。

7.3.2 衡量装置的检定

7.3.2.1 模拟显示水分测定仪

a) 示值误差

各载荷点的示值误差不得超过 $1e$ 。

在秤盘内放最大秤量的标准砝码，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：

空载；

标尺最大载荷点；

最大秤量。

b) 重复性

在秤盘上放最大秤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。

模拟显示水分测定仪的重复性计算公式如下：

$$E_{\max} - E_{\min} \leq 1e$$

式中： $E_{\max}$ ——水分仪示值误差最大值；

$E_{\min}$ ——水分仪示值误差最小值。

c) 配套砝码的误差

若模拟水分测定仪有配套的砝码，则该砝码依据 JJG 99—2006《砝码》检定规程的要求，参照相应的砝码等级进行检定，并出具检定证书。同时，本套砝码的最大允许误差绝对值之和应不大于一个检定分度值（ $1e$ ）。

7.3.2.2 数字显示水分测定仪

a) 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，它不得超过水分测定仪在该载荷时的最大允许误差，即 $|E_c| \leq |MPE|$ 。

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，方法如下：

$$P = I + \frac{1}{2}e - \Delta L$$

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。

$$E = P - L$$

式中： E ——化整前的示值误差；

L ——载荷值。

$$E_c = E - E_0$$

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衡量装置的最大称量，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：

空载；

最大允许误差转换点所对应的载荷（或接近最大允许误差转换点）；

最大称量。

无论加载或卸载应分别保证有足够的测量点数，一般不得少于 5 点。

b) 重复性

同一载荷多次测量结果的差值不得大于该载荷下最大允许误差的绝对值。

试验载荷应选择 80%~100% 最大称量的单个砝码。

测量次数不得少于 6 次，测量中每次加载前可置零。

数字显示水分测定仪的重复性计算公式如下：

$$E_{\max} - E_{\min} \leq |MPE|$$

式中： $E_{\max}$ ——水分仪示值误差最大值；

$E_{\min}$ ——水分仪示值误差最小值。

7.3.3 烘干装置的检定（水分测定误差的检定）

7.3.3.1 模拟显示水分测定仪操作方法

(1) 将玻璃纤维纸放在水分测定仪试样盘上，在 105 ℃ 温度下预烘 10 min。

(2) 关闭加热装置，调节衡量装置上的砝码，使水分测定仪的指示刻度回到零点，记下此时秤盘上的砝码值 R 。

(3) 取走衡量装置上 5 g 砝码，并用 5 mL 移液器量取 5 mL 氯化钠溶液，并将其均匀地滴在玻璃纤维纸上，开启衡量装置，待平衡后记下此时的刻度线示值 x_1 和秤盘上的砝码值 r_1 。

(4) 关闭衡量装置后打开加热装置，升温至 105 ℃，升温过程需平缓，以免温度过冲造成焦灼现象。

(5) 1 h 后打开衡量装置，增减衡量装置上的砝码以便在显示屏上读取平衡位置。待示值稳定后，记下增减砝码的质量值 r_2 和最终的平衡位置 x_2 。

按下列公式计算试样的水分：

$$M_1 = \frac{r_2 + x_2 - x_1}{|R - x_1 - r_1|} \times 100\%$$

式中： M_1 ——模拟显示水分测定仪的水分含量，%；

x_1 ——加 5% 的氯化钠溶液后，指针的初始平衡位置，g；

x_2 ——烘干后指针的平衡位置，g；

R ——滤纸预烘后，未加氯化钠溶液前，衡量装置处于平衡位置时，秤盘上砝码的质量值，g；

r_1 ——加 5% 的氯化钠溶液后，初始平衡时，秤盘上砝码的质量值，g；

r_2 ——烘干后，为使衡量装置平衡而向衡量装置上添加砝码的质量值，g。

测量结果与标准含水量 95% 之间的误差不得大于表 3 的规定。若测量结果不符合允差表 3 的规定，则判定该水分测定仪水分测定误差不合格。

7.3.3.2 数字显示水分测定仪操作方法

(1) 在 105 ℃ 温度下，以 1 mg/60 s 失水速率判定法*，选择标准烘干程序。

(2) 在试样盘上放上玻璃纤维纸，在 105 ℃ 温度下，以 1 mg/60 s 失水速率判定法* 对其进行预烘。

(3) 预烘完毕后，用 5 mL 移液器移取 5 mL 氯化钠溶液，并将其尽可能均匀地滴在玻璃纤维纸上，随后进行水分测定，以 1 mg/60 s 失水速率法判定，记下最终的水分值。升温过程需平缓，以免温度过冲造成焦灼现象。

若水分测定仪测量结果以质量值显示，则按下列公式计算试样的水分：

$$M_2 = \frac{|w_2 - w_1|}{w_1} \times 100\%$$

式中： M_2 ——数字显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 5 的规定。若测量结果不符合允差表 5 的规定，则判定该水分测定仪水分测定误差不合格。

注：(*) a. 1 mg/60 s 失水速率判定法——在 60 s 内，样品的质量减少量小于 1 mg，水分测定仪自行判定水分烘干过程完毕，水分测定仪自动关闭烘干功能并显示样品的水分含量。

b. 如果数字显示水分测定仪不具备失水速率判定法，则由检定员以秒表计时，当 60 s 内水分测定仪的示值变化量小于 1 mg 或 1d (1 个实际分度值) 时，关闭水分测定仪的烘干功能，并记录此时水分测定仪的显示值，从而计算样品的水分含量。

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。

模拟显示水分测定仪经检定，各项技术指标中任意一项若超出表 3 的要求则视为不合格。

数字显示水分测定仪经检定，各项技术指标中任意一项超出表 4、表 5 的要求或外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 本规程中选用的氯化钠应为国家标准物质, 编号: GBW06103b。实验用水应符合 GB/T 6682—2008《分析实验室用水规格和试验方法》中三级水的规格, 氯化钠溶液的制备方法符合 GB/T 603—2002《化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备》中的有关规定。

A.2 氯化钠标准溶液的浓度是该溶液在 20℃ 时的浓度。在氯化钠标准溶液标定、直接制备时若温度有差异, 应根据 GB/T 601—2002 中附录 A《不同温度下标准滴定溶液的体积的补正值》进行修正。

A.3 氯化钠标准溶液的标定、直接制备和使用时所用的分析天平、砝码、滴定管、容量瓶、单标线吸管、移液器等均为经过相应的检定机构检定合格的计量器具。

A.4 氯化钠标准溶液的配制和标定方法

配置: 第一步: 将氯化钠(国家标准物质, 编号: GBW06103b)置于 105℃ 烘箱内烘至恒重。

第二步: 称取 $10.000\text{ g} \pm 0.001\text{ g}$ 氯化钠(国家标准物质, 编号: GBW06103b), 置于 250 mL 容量瓶中。

第三步: 向容量瓶中滴加 $190.000\text{ g} \pm 0.001\text{ g}$ 蒸馏水, 摇匀。

标定: 按 GB/T 9725—2007 的规定测定。其中: 用移液器量取 5.00 mL 配制好的氯化钠溶液, 加 40 mL 水、10 mL 淀粉溶液(10 g/L), 以 216 银电极作指示电极, 217 型双盐桥饱和甘汞电极作参比电极, 用硝酸银标准滴定溶液 [$c(\text{AgNO}_3) = 0.1\text{ mol/L}$] 滴定, 并按 GB/T 9725—2007 中 6.2.2 条的规定计算 V_0 。

氯化钠标准溶液的体积浓度 [$c(\text{NaCl})$], 数值以摩尔每升 (mol/L) 表示, 按公式 (A.1) 计算:

$$c(\text{NaCl}) = \frac{V_0 c_1}{V} \quad (\text{A.1})$$

式中: V_0 ——硝酸银标准滴定溶液的体积的数值, mL;

c_1 ——硝酸银标准滴定溶液的浓度的准确数值, mol/L;

V ——氯化钠溶液体积的准确数值, mL。

查元素周期表得氯化钠的摩尔质量为 58.45 g/mol, 根据公式 (A.2) 获得氯化钠溶液的质量—体积浓度 (W/V)。

$$c_2(\text{NaCl}) = c(\text{NaCl}) \times m_{\text{mol}}(\text{NaCl}) \quad (\text{A.2})$$

式中: c_2 ——氯化钠溶液的质量—体积浓度, g/L;

c ——氯化钠溶液的体积浓度, mol/L;

m_{mol} ——氯化钠溶液的摩尔质量, g/mol。

最后, 取 50 mL 此溶液, 测得其密度为 $\rho = 1.0307\text{ g/mL}$, 根据公式 (A.3) 得氯化钠溶液的质量浓度。

$$c_3(\text{NaCl}) = \frac{c_2(\text{NaCl})}{\rho} \quad (\text{A. 3})$$

例如：已知氯化钠标准溶液的浓度 $[c(\text{NaCl})]$ 为 0.882 3 mol/L，根据其摩尔质量 $m_{\text{mol}}(\text{NaCl})$ 为 58.45 g/mol，得出氯化钠溶液的质量—体积浓度为 (W/V)：

$$c_2(\text{NaCl}) = 58.45 \times 0.882\ 3 = 51.57\ \text{g/L} = 0.051\ 57\ \text{g/mL}$$

已知该溶液密度 $\rho = 1.030\ 7\ \text{g/mL}$ ，根据公式 (A. 3)，从而得氯化钠溶液的质量浓度为：

$$c_3(\text{NaCl}) = \frac{0.051\ 57}{1.030\ 7} \times 100\% = 5.003\%$$

A. 5 标定标准氯化钠溶液的浓度时，须两人进行实验，分别各做四平行，每人四平行测定结果极差的相对值¹⁾不得大于重复性临界极差 $[C_r R_{95}(4)]$ 的相对值²⁾0.15%，两人共八平行测定结果极差的相对值不得大于重复性临界极差 $[C_r R_{95}(8)]$ 的相对值0.18%。取两人八平行测定结果的平均值为测定结果。在运算过程中保留五位有效数字，浓度值报出结果取四位有效数字。

1) 极差的相对值是指测定结果的极差值与浓度平均值的比值，以“%”表示。

2) 重复性临界极差的相对值是指重复性临界极差与浓度平均值的比值，以“%”表示。

A. 6 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。

A. 7 贮存标准氯化钠溶液的容器，其材料不应与溶液起理化作用，壁厚最薄处不小于0.5 mm。

附录 B

模拟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:				标准砝码器号:	
温 度:	℃	湿 度:	%RH		
申检单位:			制造厂名:		
1 外观、工作正常性、安全和可靠性检查:					
2 试样盘:	各盘间最大质量误差 $m_{\max} - m_{\min}$:			允差:	$\pm 1e$
3 衡量装置 示值误差	载 荷 ()	加 载 ()		卸 载 ()	
4 衡量装置 重复性:	1.	2.	3.	重复性误差:	
5 水分测定:	R :	x_1 :	r_1 :	x_2 :	r_2 :
	样品水分测量结果 $M_1 = \frac{r_2 + x_2 - x_1}{R - x_1 - r_1} \times 100\% =$				
	水分测定误差:				
6 结论:					
出证号:		检定员:		核验员:	
				检定日期:	

附录 C

数显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:				标准砝码器号:	
温 度:	℃	湿 度:	%RH		
申检单位:			制造厂名:		
1 外观、工作正常性、安全和可靠性检查:					
2 衡量装置 示值误差	载 荷 ()	加 载 ()		卸 载 ()	
3 衡量装置 重复性:	1.	2.	3.	4.	5.
	6.	7.	8.	9.	10.
	衡量装置重复性误差:				
4 水分测定:	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:				
5 结论:					
出证号:		检定员:		核验员:	
				检定日期:	

附录 E

烘干法水分测定仪检定结果通知书内页格式

表 E.1 模拟水分测定仪检定结果通知书内页格式

 $d=$; $e=$; $\text{Max}=$

检定项目	检定结果	最大允许误差
试样盘		
衡量装置的示值误差		
衡量装置的重复性		
水分测定误差		
检定结论:		
不合格项目:		

标准氯化钠溶液水分含量: %

检定环境条件: 温度 °C 湿度 %RH

表 E.2 数字显示水分测定仪检定结果通知书内页格式

 $d=$; $e=$; $\text{Max}=$

检定项目	检定结果	最大允许误差
衡量装置的 示值误差	$\leq m \leq$	
	$< m \leq$	
	$< m \leq$	
衡量装置的重复性		
水分测定误差		
检定结论:		
不合格项目:		

标准氯化钠溶液水分含量: %

检定环境条件: 温度 °C 湿度 %RH



JJG 658—2010

版权专有 侵权必究

*

书号: 155026 · J-2558

定价: 24.00 元