

浅谈烘干法水分测定仪的检定及新旧规程的变化

□贾琨¹ 隋佳硕² 王倩¹ 李家如¹

[1. 吉林省计量科学研究院 (吉林省计量测试仪器与技术重点实验室)
2. 吉林省水文水资源局 (吉林省水环境监测中心)]

【摘要】本文主要讲述烘干法水分测定仪在检定过程中容易出现的问题,根据检定规程和实际的工作经验给予相关的指导意见,旨在拓宽技术人员交流渠道,增强技术人员的计量专业知识和检定实际操作的规范性、熟练度、数据处理能力。针对新颁布的JJG658-2022《烘干法水分测定仪》检定规程与JJG658-2010版本进行对照分析,详细讲述新旧规程变化的主要内容,并加以举例说明,为今后检定提供有力的技术支撑。

【关键词】世界计量日;技术比武;烘干法;水分测定仪;示值误差;规程对照

文献标识码: B 文章编号: 1003-1870 (2024) 03-0032-04

概述

水分含量是影响物质物理、化学和生物特性的重要指标,其测定涉及粮食、食品、医药、化工、纺织、卷烟等各个行业的实验室与生产现场,快速、准确检测水分含量的仪器逐渐进入市场,特别是在粮食收购、储存等企业属于必备的设备,也属于国家强制检定目录中的计量器具。近年来,随着科技的进步,水分测定仪的技术也在逐步换代更新^[1-3]。

为迎接第24个“世界计量日”,吉林省市场监督管理局下达了关于开展2023年全省计量岗位技术比武活动的提示函(吉市监提示函〔2023〕55号),围绕世界计量日主题“测量支撑全球粮食体系”,举办“全省计量岗位技术比武”活动,以数显式烘干法水分测定仪作为计量技能比武的对象,组织开展全省计量岗位技术比武活动,省各市、州、梅河口市法定计量检定机构共计10家单位参加。本文以此次计量比武活动为背景,介绍了检定过程中出现的问题和建议,阐述了外观检查、试验前准备、示值误差、重复性和水分测定误差的检定过程容易出现的问题并给予相应的建议。针对新颁布的JJG 658-2022

《烘干法水分测定仪》检定规程与JJG 658-2010版本的主要变化给予详细介绍,并对检定分度值(e)的变化而引起仪器判定级别的变化举例分析,对于文字性描述等的变化也给予罗列,从而使检定人员更为直观、准确地理解规程的变化。

通过本次全省计量岗位技术比武活动,能有效的增强检定人员的理论知识,提高检定结果的准确性,从而进一步调动全省计量专业人员工作积极性、主动性和创造性。

1 检定过程出现的问题和建议

1.1 检定过程中出现的问题

(1) 外观检查

外观检查过程中发现,检定员记录上体现必备的标记内容不完整,例如:缺少检定分度值 e 、显示分度值 d 、准确度等级等信息。

(2) 试验前准备

检定员在试验前没有对试验仪器进行调平、清洁和校准操作,而是将标准器等设备放到工作台上后直接开始衡量装置示值误差试验。

(3) 称量示值误差

称量示值误差试验过程中出现以下几种现象：将砝码直接加载到试样盘中进行试验；加载和卸载中出现“空载”现象；记录中无零点误差 E_0 和化整前的修正误差 E_c 。

(4) 称量重复性

检定员在做称量重复性试验过程中，选用的试验载荷与规程中要求不符。在取下试验载荷水分仪显示示值稳定后，水分仪显示示值不为“零”，而直接进行下一次的加载试验。

(5) 水分测定仪误差的检定

检定员在水分测定环节出现不当操作：没有对试样盘和玻璃纤维纸进行预烘。记录上有初始水分仪显示样品的质量值 W_1 和烘干后水分仪显示样品的质量值 W_2 ，但没有读取和记录，采用仪器显示的水分含量 M_2 为试验结果。

1.2 建议

(1) 外观检查

根据检定规程水分测定仪的强制性标记和附录C要求，必备的标记应该具备制造厂名称或商标、产品名称、型号、准确度等级、最大称量Max、实际分度值 d 、检定分度值 e 、出厂编号、型式批准标志和编号，在出具检定证书、核验和批准过程中充当有效的依据，不可遗漏。

(2) 试验前准备

根据检定规程要求，检定员须有3个举动：a. 将水平测定仪置于坚固的平台；b. 将水分测定仪调整水平；c. 将称量装置上的残留试样清理干净；d. 预热后对称量装置校准。完成这必要的条件后才可进行检定工作。

(3) 示值误差

根据规程要求，在检定称量装置前，须取走试样盘，将砝码放置承载支架中心。因此在开始检定水分测定仪前一定要取走试样盘，防止试样盘的不稳定性引起衡量装置的变化。

检定过程中，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，故在整个加载过程中，衡量仪器上一直存在着载荷。以试验样机为例，选取6个载荷点，其中包括空载0.02 g、5 g、10 g、20 g、50 g、54 g。首先将0.02 g的砝码放到承载支架上，读取相

应示值后直接加载5 g砝码，然后再取下0.02 g的砝码，以此类推，逐渐加载到衡量装置的最大称量，然后逐步卸载。称量后得到的结果为示值误差 E ，须减去零点误差 E_0 ，得到修正误差 E_c 作为检定的结果。此方法可以防止衡量仪器出现“空载”引起零点误差 E_0 的变化，从而影响修正误差 E_c 的正确性。

(4) 重复性

称量重复性的试验载荷应选择80%~100%最大称量的单个砝码，例如：试验样机最大称量Max=54 g，可以选择50 g的单个砝码进行重复性试验。在两次或多次称量之间的零点有偏差时，应重新置零，从而保证测量结果的准确性。

(5) 水分测定仪误差的检定

预烘目的是将试样盘和玻璃纤维纸中存在的水分烘干，防止因配套设备有水分影响检定结果的判定。样机在检定前已调整以“g”为计量单位，规程规定水分测量结果以质量值显示，按以下公式计算试样的水分：

$$M_2 = \frac{W_1 - W_2}{W_1} \times 100\%$$

式中： M_2 ——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。

因样机预先设置以“g”为单位，则须对烘干前后的示值给予记录。通过记录烘干前后样品的质量，能有效地还原烘干过程中质量变化，如有对数值怀疑时，能及时发现可疑数据并对其进行处理。通过计算的方法也对水分测定误差结果有效位数给予保证，例如：仪器上可能显示95.7%，通过计算得出95.65%，保留有效后结果为95.6%，可能对测量结果和结论有一定的影响。

2 新旧规程对照

JJG 658-2022《烘干法水分测定仪》检定规程2022年12月07日发布，2023年06月07日实施，代替JJG 658-2010《烘干法水分测定仪》检定规程。现将新旧规程的变化介绍如下：

2.1 主要变化

(1) 检定分度值 e

特种准确度等级水分测定仪的检定分度值范围

由 $e \leq 1 \text{ mg}$ 修改为 $e \geq 1 \text{ mg}$ ，其中规定 $d \leq e \leq 10d$ ，故可得出，所有的水分测定仪显示分度值必须服从 $d \geq 0.01 \text{ mg}$ 。如果水分测定仪显示分度值 $d=1 \text{ ug}$ 时，该仪器将不能应用本规程检定。高准确度水分测定仪检定分度值范围由 $1 \text{ mg} < e \leq 50 \text{ mg}$ 修改为 $1 \text{ mg} \leq e \leq 50 \text{ mg}$ ，特种准确度等级水分测定仪的检定分度数 n 由 $n_{\text{min}}=1 \times 10^4$ 修改为 $n_{\text{min}}=5 \times 10^4$ 。此条修改将会对水分测定仪的等级判定有一定的影响，例：一台水分测定仪 $\text{Max}=54 \text{ g}$ ， $d=0.1 \text{ mg}$ ， $e=1 \text{ mg}$ ，计算可知 $n=5.4 \times 10^4$ 。依据2010 版本规程等级判定为①级，依据2022 版本判定该水分测定仪可能是①级也可能是②级，需要查看该仪器的铭牌给予确定准确度等级，防止误判。

(2) 最小称量Min

增加最小称量的要求与计算方式，此条与JJG 1036-2022《电子天平》检定规程类似，例：水分测定仪 $\text{Max}=54 \text{ g}$ ， $d=0.1 \text{ mg}$ ， $e=1 \text{ mg}$ ，若铭牌标注是①级时，计算可知 $\text{Min}=100 \text{ mg}$ ；若是②级，则 $\text{Min}=20 \text{ mg}$ 。在条款7.3.2.2 a) 称量示值误差中，增加最小称量载荷点，并将必须包括载荷点中的“空载”修改为“零点或零点附近”。修改的目的在于称量装置中零点跟踪装置处于不运行状态，置零稳定后仪器显示的数值即为零点误差。若零点跟踪处于运行状态下，置零后不能确定其零点误差，需要增加小载荷来摆脱零点跟踪，从而确定仪器的零点误差，保障了修正后误差的准确性，提高了检定数据结果的正确性。

(3) 标准物质

删除了氯化钠标准物质编号，增加了有证氯化钠标准物质的参数和氯化钠溶液标准物质及相应的质量参数（质量分数为5%， U 不大于0.03%， $k=2$ ）。主标准器中增加氯化钠溶液标准物质，目的是为了减少计量检定部门的劳动强度，可以直接购买有资质的氯化钠溶液标准物质，既保证标准器的准确性，又提高了检定工作效率。

(4) 模拟指示水分测定仪水分测定误差计算公式

修改了模拟指示水分测定仪水分测定误差计算公式，细化了每个步骤得到的试验数据，直观地表达出模拟指示水分测定仪水分测定误差，修改后公

式如下：

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

式中：

M_1 ——模拟指示水分测定仪的水分含量，%；

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；

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。

2.2 其他变化

(1) 引用文件

2020 版新规程中条款2 标题由“引用文献”变化为“引用文件”，内容上删除了引用文件中规程、规范的年号，新增了“GB/T6682《分析实验室用水规格和试验方法》”，删除了“JJF 1299《质量密度计量名词术语及定义》”。

(2) 失水速度

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1 d/60 s 失水速度判定法。

(3) 修改了水分测定误差的定义

将模拟显示水分测定仪与数字显示测定仪的水分测量误差的表达合并。

(4) 将“衡量装置”更改为“称量装置”

(5) 修改检定分度值 e 的表述，增加了相关举例表

(6) 删除了供电电源要求、氯化钠标准物质编号

(7) 修改了附录A “氯化钠溶液的制备”

3 结语

本文是以吉林省技能比武为背景，介绍了数字

指示水分测定仪检定过程中容易出现的遗漏和疏忽问题，并给出建议。介绍了新旧《烘干法水分测定仪》检定规程主要变化，并对其举例说明新规程的变化对检定结果的判定的影响，希望本文对检定员在实际工作中有所帮助。

参考文献

- [1] 刘正. 红外快速水分测定仪的研究[D]. 上海: 上海大学, 2003:1-5.
- [2] 杜丽雯. 烘干法水分测定仪的计量检测和性能分析[J]. 现代商贸工业, 2021(11):167-168.
- [3] 王峰, 张扬. 进口大豆不同水分检测方法应用[J]. 中外食品工业, 2021.14(027):80-82.
- [4] JJG 658-2010 烘干法水分测定仪检定规程[S]. 北京: 中国标准出版社, 2010.

[5] JJG 658-2022 烘干法水分测定仪检定规程[S]. 北京: 中国标准出版社, 2022.

[6] JJG 99-2022 砝码检定规程[S]. 北京: 中国标准出版社, 2023.

[7] 苏祎. 烘干法水分测定仪[M]. 北京: 中国质检出版社, 2011.

[8] 任承祖, 勒孚河. 浅谈烘干法水分测定仪检定中的实际操作[J]. 计量与测试技术, 2014(10):13-14.

[9] 朱俊. 解读JJF 1367-2022《烘干法水分测定仪型式评价大纲》[J]. 上海计量测试, 2023(2):49-51.

作者简介

贾琨（1987—），男，汉族，硕士研究生，吉林省计量科学研究院工程师。研究方向：力学计量。