



吉林省地方计量技术规范

JJF(吉)XXX—2023

微波消解仪温度参数校准规范

Calibration Specification for
Temperature Parameter of Microwave Digestion Instruments

(报批稿)

2023-XX-XX 发布

2023-XX-XX 实施

吉林省市场监督管理厅 发布

微波消解仪温度参数校准规范

Calibration Specification for Temperature
Parameter of Microwave Digestion Instruments

JJF (吉) XX-XXXX

归口单位：吉林省市场监督管理厅

主要起草单位：吉林省计量科学研究院

本规范由吉林省计量科学研究院负责解释

本规范主要起草人：

贺会超 (吉林省计量科学研究院)

吴明岳 (吉林省计量科学研究院)

孙俊峰 (吉林省计量科学研究院)

参加起草人：

张雅南 (吉林省计量科学研究院)

王宇航 (吉林省计量科学研究院)

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 计量特性.....	(2)
6 校准条件.....	(3)
6.1 环境条件.....	(3)
6.2 试验试剂.....	(3)
6.3 移液器.....	(3)
6.4 测量标准.....	(3)
7 校准项目和校准方法.....	(3)
7.1 校准项目.....	(3)
7.2 校准方法.....	(4)
7.3 校准数据处理.....	(4)
8 校准结果表达.....	(5)
9 复校时间间隔.....	(5)
附录 A.....	(7)
附录 B.....	(8)
附录 C.....	(9)

引 言

本规范依据 JJF 1071-2010《国家计量校准规范编写规则》、JJF 1001-2011《通用计量术语及定义》和 JJF 1059.1-2012《测量不确定度评定与表示》有关规定而制定。在编写本规范过程中，参考了 GB/T 26814-2011《微波消解装置》、GB/T 18800-2008《家用微波炉 性能试验方法》、GB/T 5170.1-2016《电工电子产品环境试验设备检验方法第 1 部分：总则》、JJF1101-2019《环境试验设备温度、湿度校准规范》国家标准、国家校准规范部分条款。

本规范为首次制定。

微波消解仪温度参数校准规范

1 范围

本规范适用于实验室用微波消解仪温度参数的校准。

2 引用文件

本规范引用了下列文件：

JJF 1101 – 2019 环境试验设备温度、湿度参数校准规范

GB/T 5170.1-2016 电工电子产品环境试验设备检验方法第1部分：总则

GB/T 18800-2008 家用微波炉 性能试验方法

GB/T 26814-2011 微波消解装置

凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本规范；凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本规范。

3 术语和计量单位

3.1 术语

3.1.1 微波消解技术 Microwave Digestion Technology

利用微波的穿透性和激活反应能力加热封闭容器中的消解液（各种酸、部分碱液以及盐类）和试样，在高温增压条件下使各种样品快速溶解的湿法消化。

3.1.2 微波消解仪 Microwave Digestion Instrument

利用微波来加热腔体中材料达到消解目的的仪器。

3.1.3 消解罐 Digestion Tank

微波可穿透并分解难溶物质的且耐酸碱腐蚀的密闭容器。

3.1.4 稳定状态 Steady state

微波消解仪工作空间内任意点温度变化量达到设备本身性能指标要求时的状态。

3.1.5 温度示值误差 Temperature Indication Error

消解仪温度稳定状态下，消解仪设定值与各测量点测得的温度平均值之差。

3.1.6 温度均匀度 Temperature Uniformity

消解仪温度稳定状态下，消解罐内某一时刻实测最高温度与最低温度之差。

3.1.7 温度波动度 Temperature Fluctuation

消解仪温度稳定状态下，在规定的时间内，消解罐内温度变化的范围。

3.2 计量单位

计量单位为摄氏度 (°C) 或开尔文 (K)。

4 概述

微波消解仪指利用微波的穿透性和激活反应能力加热封闭容器(本规范中就是指消解罐)中的消解液(各种酸、部分碱液以及盐类)和试样，在高温增压条件下使各种样品快速溶解的湿法消化的设备。在微波消解过程中，微波加热试剂的同时，增压迫使酸试剂和样品充分接触并最终迅速溶解样品。

微波消解仪主要由磁控管、波导管、微波炉腔、能转动的负载盘和样品架、自动控制系统、排风系统、安全防护门、微波消解罐和温压控制罐(或温压传感器)等组成。微波消解仪按照控温方式分为接触式微波消解仪和非接触式微波消解仪。微波消解仪结构示意图如图 1:

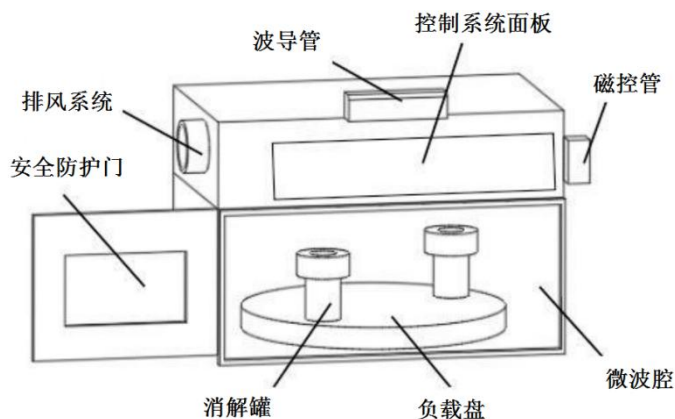


图 1 微波消解仪结构示意图

5 计量特性

微波消解仪的计量特性包括：温度示值误差、温度均匀度、温度波动度。表 1 规定了微波消解仪的温度参数技术指标。

表 1 微波消解仪的温度参数技术指标

校准项目	温度范围	温度点	技术指标
温度示值误差	≤200°C	50°C	± 2.0°C
		100°C	± 3.0°C
		T _{max}	± 5.0°C

温度均匀度	$\leq 200^{\circ}\text{C}$	50 $^{\circ}\text{C}$	2.0 $^{\circ}\text{C}$
		100 $^{\circ}\text{C}$	3.0 $^{\circ}\text{C}$
		T_{max}	5.0 $^{\circ}\text{C}$
温度波动度	$\leq 200^{\circ}\text{C}$	50 $^{\circ}\text{C}$	$\pm 1.0^{\circ}\text{C}/2\text{min}$
		100 $^{\circ}\text{C}$	$\pm 1.0^{\circ}\text{C}/2\text{min}$
		T_{max}	$\pm 1.0^{\circ}\text{C}/2\text{min}$

注:

1 以上技术要求不用于合格判定。

2 T_{max} : 被校微波消解仪最高温度, 单位/ $^{\circ}\text{C}$ 。

6 校准条件

6.1 环境条件

环境温度: (5 ~ 40) $^{\circ}\text{C}$ 。

相对湿度: 不超过85%。

其他: 室内应无腐蚀性及易燃易爆气体, 应有良好的通风装置; 设备应放置于平稳的工作台上, 不应受强光直射、强烈振动和电磁干扰; 装置周围应至少保留 10cm 空间, 用于空气流通。

6.2 试验试剂

在微波消解仪标称的温度范围内, 消解罐添加的试验试剂为不分解且无毒的试剂, 一般选择为纯净水 (或去离子水)。试验试剂的容量应保证数据记录器的测温部分浸没于试剂中, 最大不超过消解罐容量的 1/3。

6.3 移液器

移液器的测量范围: (0 ~ 10) mL, 容量允许误差: $\pm 4.0\%$ 。

6.4 测量标准

一般采用温度数据采集仪。所使用的测量标准, 应满足不破坏微波消解仪及其正常运行条件 (如: 不能破坏微波消解仪密封性能) 的要求。测量标准及其他设备引入的扩展不确定度不大于被校仪器温度最大允许误差的 1/3。

7 校准项目和校准方法

7.1 校准项目

微波消解仪的校准项目为温度示值误差、温度均匀度、温度波动度。

7.2 校准方法

7.2.1 温度数据采集仪放置位置

将温度数据采集仪和消解罐各部件连接完好,按图2所示将温度数据采集仪置于微波消解仪转子上,各种容积、装载量的微波消解仪可参照图2进行温度测点布置。

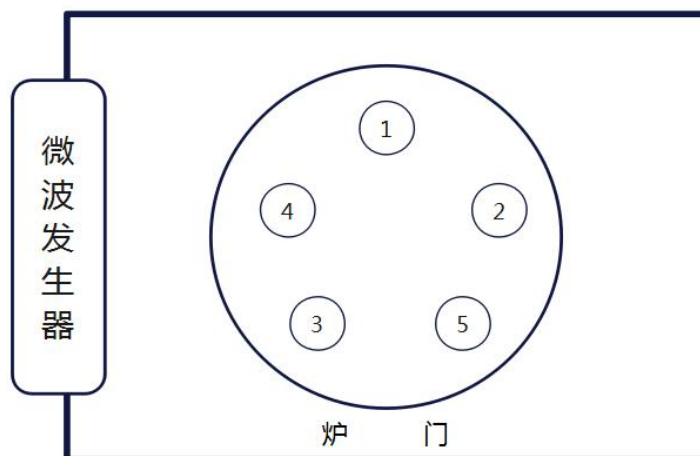


图2 温度传感器布点示意图

7.2.2 参数设置

按照微波消解仪操作说明书的规定,设置温度数据采集仪的数据记录间隔、启动方式、停止方式等温度数据采集仪运行的必要参数,设置的采样时间间隔不超过5s,消解仪在各被校温度点上保持时间为3min,每个温度数据采集仪在是达到设定温度点1min后的2min时间内总记录数不少于24个。

7.2.3 校准点选择

根据客户要求选择校准温度点,每个校准点设定温度持续时间为3min。

7.2.4 校准过程

在微波消解开始前,应将消解罐按照实验室的要求进行清洗和处理。根据消解罐的大小,用移液器加入6.2规定的适量的试验试剂,应确保温度数据记录器温度探头完全浸没于试剂中,有主控罐的微波消解仪,主控罐中也要加入同等量的试验试剂,启动微波消解仪,达到设定温度点1min后开始记录数据并保存,完成一次校准过程。

7.3 校准数据处理

7.3.1 温度示值误差计算：

微波消解仪的温度示值误差按公式（1）计算：

$$\Delta t_d = t_s - \bar{t} \quad (1)$$

式中：

Δt_d ——微波消解仪的温度示值误差，℃；

t_s ——微波消解仪设定温度值，℃；

\bar{t} ——所有标准器测定值的平均值，℃。

7.3.2 温度均匀度计算：

微波消解仪的温度均匀度按公式（2）计算：

$$\Delta t_u = \sum_{i=1}^n (t_{i\max} - t_{i\min}) / n \quad (2)$$

式中：

Δt_u ——温度均匀度，℃；

n——测量次数；

$t_{i\max}$ ——各校准点在第*i*次测量的最高温度，℃；

$t_{i\min}$ ——各校准点在第*i*次测量的最低温度，℃。

7.3.3 温度波动度计算：

微波消解仪的温度波动度按公式（3）计算，取全部校准点中变化量的最大值：

$$\Delta t_f = \pm \max \left[\frac{(t_{j\max} - t_{j\min})}{2} \right] \quad (3)$$

式中：

Δt_f ——温度波动度，℃；

$t_{j\max}$ ——校准点*j*在n次测量中的最高温度，℃；

$t_{j\min}$ ——校准点*j*在n次测量中的最低温度，℃。

8 校准结果表达

经校准的微波消解仪应发给校准证书，校准证书校准结果页格式见附录 B。

9 复校时间间隔

由于复校时间间隔的长短是由仪器的使用情况、使用者、仪器本身质量等诸因素所决定

的，因此，送校单位可根据实际使用情况自主决定复校时间间隔。建议复校间隔时间不超过12个月。

附录 A

校准原始记录参考格式

委托方:		型号规格:			
器具/物品名称:		出厂编号:		制造厂:	
环境温度: °C 相对湿度: %		日期: 校准员:		核验员:	
依据的技术文件: 校准地点:					
测量不确定度:					
标准器名称	设备编号	测量范围	准确度等级	证书编号	有效期至

设定温度 (°C):					
测温点 次数	校准结果 (°C)				
	1	2	3	4	5
1					
2					
...					
23					
24					
平均值					
温度示值误差					
温度均匀度					
温度波动度					

附录 B

校准证书内页参考格式
校准数据和结果

设定温度 (°C)	温度示值误差 (°C)	温度均匀度 (°C)	温度波动度 (°C /min)

温度示值误差校准结果的不确定度：

附录 C

微波消解仪温度示值误差校准结果不确定度评定（示例）

C.1 被测对象

以分辨力为 0.1°C 的微波消解仪为例，用温度数据采集仪作为测量标准进行校准。评定微波消解仪在校准点 120.0°C 的测量误差的不确定度。

C.2 评定模型

C.2.1 测量模型

$$\Delta t_d = t_s - \bar{t}$$

式中： Δt_d ——微波消解仪的温度示值误差， $^{\circ}\text{C}$ ；

t_s ——微波消解仪设定温度值， $^{\circ}\text{C}$ ；

\bar{t} ——所有标准器测定值的平均值， $^{\circ}\text{C}$ 。

C.2.2 灵敏系数

t_s 的灵敏系数：

$$c_1 = \partial \Delta t_d / \partial t_s = 1$$

的灵敏系数：

$$c_2 = \partial \Delta t_d / \partial \bar{t} = -1$$

C.2.3 合成标准不确定度公式

依据不确定度传播率计算合成标准不确定度如下：

$$u^2(\Delta) = u^2(\bar{t}) + u^2(t_s)$$

C.3 标准不确定度来源

C.3.1 输入量 t_s 导致的标准不确定度 $u(t_s)$ ，包括的分量为：

- (1) 微波消解仪测量重复性引入的标准不确定度 u_1 ；
- (2) 微波消解仪分辨力引入的标准不确定度 u_2 ；

C.3.2 输入量 \bar{t} 导致的标准不确定度 $u(\bar{t})$ ，包括的分量为：

- (1) 标准器量值溯源引入的标准不确定度 u_3 ；
- (2) 标准器短期稳定性引入的不确定度 u_4 ；

C.4 标准不确定度的评定

C.4.1 $u(t_s)$ 的评定

C.4.1.1 u_1 的评定

微波消解仪的温度波动、微波消解仪的短期不稳定性等均会导致被校微波消解仪示值与温度数据采集仪测量值的差值的不重复，采用 A 类评定方法。

用温度数据采集仪对被校微波消解仪在重复性条件下做 10 次测量，测量数据如表 C.1:

表 C.1 重复性测量

测量次数	$x_i / ^\circ\text{C}$	测量次数	$x_i / ^\circ\text{C}$
1	120.4	6	120.1
2	120.5	7	120.4
3	120.4	8	120.3
4	120.1	9	120.6
5	120.3	10	120.3

用贝塞尔公式分别计算单次的实验标准差:

$$s(x) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{10} (x_i - \bar{x})^2}{n-1}} = 0.158^\circ\text{C};$$

实际测量中以 24 次测量值的平均值作为测量结果，则

$$u_1 = s(x) / \sqrt{24} = 0.032^\circ\text{C}$$

C.4.1.2 u_2 的评定

被校微波消解仪分辨力为 0.1°C ，采用 B 类评定方法，区间半宽 $a=0.05^\circ\text{C}$ ，服从均匀分布，置信因子 $k=\sqrt{3}$ ，则

$$u_2 = 0.05^\circ\text{C} / \sqrt{3} = 0.029^\circ\text{C}$$

C.4.2 $u(\bar{t})$ 的评定

C.4.2.1 u_3 的评定

u_3 主要由温度数据采集仪量值传递引入，其测量不确定度为 $U=0.20^\circ\text{C}$ ($k=2$)，则

$$u_3 = 0.20^\circ\text{C} / 2 = 0.10^\circ\text{C}$$

C.4.2.2 u_4 的评定

在短时间内（2 分钟）温度数据采集仪变化估计为 0.02°C ，区间半宽 $a=0.01^{\circ}\text{C}$ ，服从均匀分布，置信因子 $k=\sqrt{3}$ ，则

$$u_4 = 0.01^{\circ}\text{C} / \sqrt{3} = 0.006^{\circ}\text{C}$$

C.4.3 标准不确定度一览表见表 C.2 所示。

表 C.2 标准不确定度一览表

符号	不确定度来源	标准不确定分量/ $^{\circ}\text{C}$	分布
$u(t_s)$			
u_1	测量重复性	0.032	正态
u_2	被校微波消解仪分辨率	0.029	均匀
$u(\bar{t})$			
u_3	量值传递	0.10	正态
u_4	短期稳定性	0.006	均匀

C.5 合成标准不确定度的评定

微波消解仪的测量重复性与分辨率取两者中较大值，故合成标准不确定度为：

$$u_c = \sqrt{u_1^2 + u_3^2 + u_4^2} = 0.11^{\circ}\text{C}$$

C.6 扩展不确定度的评定

取包含因子 $k=2$ ，则扩展不确定度为

$$U = 2 \cdot u_c = 0.22^{\circ}\text{C}$$

吉林省地方计量技术规范

XXXX 校准规范

JJF(吉)XX—202X

吉林省市场监督管理厅发布

*

版权所有不得翻印

297 mm × 210 mm A4 纸

202X 年 X 月第 X 版 202X 年 X 月第 X 次印刷