JJF（皖）

安徽省地方计量技术规范

JJF（皖）163－2023

微波消解仪校准规范

Calibration Specification for Microwave Digestion Instrument

2023-07-21 发布　　2023-09-01 实施

安徽省市场监督管理局　发布

微波消解仪校准规范

Calibration Specification for
Microwave Digestion Instrument

JJF（皖）163—2023

归 口 单 位： 安徽省热工计量技术委员会

主要起草单位： 宣城市标准计量所

参加起草单位： 北京林电伟业电子技术有限公司

山东中测华溯仪器仪表有限公司

本规范委托安徽省热工计量技术委员会负责解释

本规范主要起草人：

殷春前 （宣城市标准计量所）

郭　钧 （宣城市标准计量所）

李　征 （北京林电伟业电子技术有限公司）

参加起草人：

李易蔚 （宣城市产品质量监督检验所（宣纸及文房用品质量检验检测中心））

吴　俊 （宣城市标准计量所）

徐　伟 （宣城市标准计量所）

李春明 （山东中测华溯仪器仪表有限公司）

目　录

引言 ..... （Ⅱ）
1　范围 ..... （1）
2　引用文件 ..... （1）
3　术语 ..... （1）
4　概述 ..... （2）
5　计量特性 ..... （2）
5.1　温度技术要求 ..... （2）
5.2　压力技术要求 ..... （3）
6　校准条件 ..... （3）
6.1　环境条件 ..... （3）
6.2　试验试剂 ..... （3）
6.3　测量标准及其他设备 ..... （3）
7　校准项目和校准方法 ..... （4）
7.1　校准项目 ..... （4）
7.2　校准前外观及功能显示检查 ..... （4）
7.3　校准方法 ..... （4）
7.4　数据处理 ..... （5）
8　校准结果表达 ..... （7）
9　复校时间间隔 ..... （7）
附录 A　微波消解仪校准原始记录参考格式 ..... （8）
附录 B　微波消解仪校准证书内页参考格式 ..... （9）
附录 C　微波消解仪温度偏差测量不确定度评定示例 ..... （10）
附录 D　微波消解仪压力示值误差测量不确定度评定示例 ..... （12）

引　言

本规范以 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》、JJF 1059.1－2012《测量不确定度评定与表示》为基础性系列规范进行编写。

本规范为首次发布。

微波消解仪校准规范

1 范围

本规范适用于微波消解仪温度、压力参数（有压力要求时）的校准。其它类型的消解仪、微波消解萃取仪可以参照本规范进行校准。

2 引用文件

本规范引用了下列文件：

JJG 875－2019 数字压力计检定规程

JJF 1101－2019 环境试验设备温度、湿度参数校准规范

GB/T 26814－2011 微波消解装置

SL 144.8－2008 微波消解仪校验方法

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（包括所有的修改单）适用于本规范。

3 术语

3.1 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。

3.2 消解罐 digestion tank

用于微波消解试验的密闭容器。

3.3 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。

[JJF1011-2019，术语 3.3 修]

3.4 温度偏差 temperature deviation

微波消解仪稳定状态下，各消解罐内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。温度偏差包含温度上偏差和温度下偏差。

[JJF1011-2019，术语 3.4 修]

3.5 温度均匀度 temperature uniformity

微波消解仪稳定状态下，在某一瞬时任意两消解罐内温度之间的最大差值。

[JJF1011-2019，术语 3.8 修]

3.6 温度波动度 temperature fluctuation

微波消解仪稳定状态下，在规定的时间间隔内，任意一个消解罐内温度随时间的变化量。

[JJF1011-2019，术语 3.6 修]

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（以下简称消解罐）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、微波腔体、负载盘和样品架、自动控制系统、排风系统、安全防护门、消解罐等组成。微波消解仪按照控温方式分为接触式和非接触式。微波消解仪结构示意图如下：

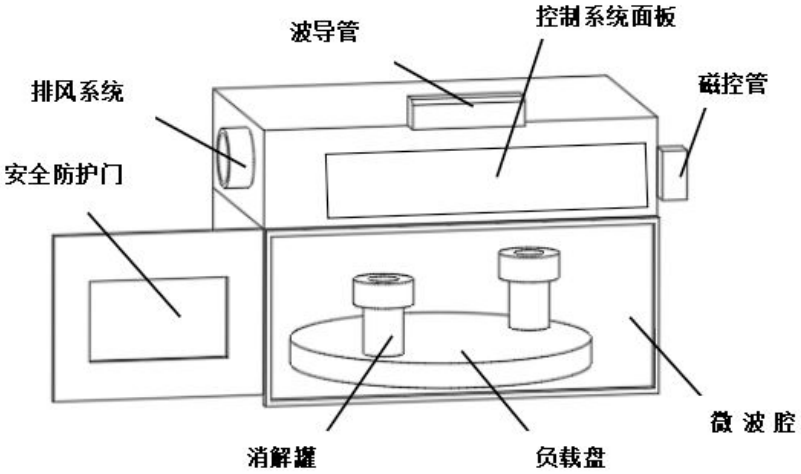

图 1 微波消解仪结构示意图

5 计量特性

5.1 温度技术要求

表 1 温度技术要求

校准项目	温度范围/℃	技术要求/℃
温度偏差	≤100	±3
	100～200	±5
温度均匀度	≤100	6
	100～200	10
温度波动度	≤100	±3
	100～200	±5

5.2 压力技术要求

表 2 压力技术要求

校准项目	压力范围/MPa	选择压力点/MPa	技术要求/MPa
压力示值误差	≤5.0	0.5	±0.1
		2.5	±0.1
		P_{max}—0.5	±0.2
	≤10.0	0.5	±0.1
		4.5	±0.2
		P_{max}—0.5	±0.5
	＞10.0	0.5	±0.1
	＞10.0	8.5	±0.5
		1/2（10+ P_{max}）	±0.6
		P_{max}—0.5	±0.7

注：1、P_{max} 为微波消解仪标称最大压力测量值。

2、温度、压力技术要求不用于合格判断，仅供校准及测量不确定度评定时参考。

6 校准条件

6.1 环境条件

6.1.1 环境温度：15℃～35℃；

相对湿度：不大于 85%；

气压：80kPa～106kPa；

6.1.2 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）。

6.3 测量标准及其他设备

测量标准及其他设备见表 3。

表 3 测量标准及其他设备

序号	测量标准及其他设备名称	测量范围	技术要求
1	微波专用温度数据记录器	（0～200）℃	分辨力：不低于 0.1℃ 最大允许误差：±0.5℃
2	数字压力计	（0～25）MPa	准确度等级 0.2 级
3	移液器	（0～10）mL	容量允许误差：±4.0%
注： 允许使用满足测量不确定度要求的其它测量标准及其他设备进行校准。			

7 校准项目和校准方法

7.1 校准项目

微波消解仪校准项目为温度偏差、温度均匀度、温度波动度和压力示值误差。

7.2 校准前外观及功能检查

仪器外观应整洁，不应有刻痕和脱漆，主机箱体、连接线、玻璃部件等应无划痕或破损，产品铭牌及标志应耐久和清楚。各功能键、开关应能正常调节，通电时指示灯和液晶显示屏能正常显示。消解罐应完好无变形变色。

7.3 校准方法

7.3.1 温度参数校准

包含温度偏差、温度均匀度和温度波动度。

7.3.1.1 温度数据记录器放置位置和数量

微波消解仪校准测量点的数量与位置分布，要满足对称、均匀这两个条件。测量点数量不少于 4 个，也可以根据客户需求适当增加测量点数量。其测量点布点示意图：

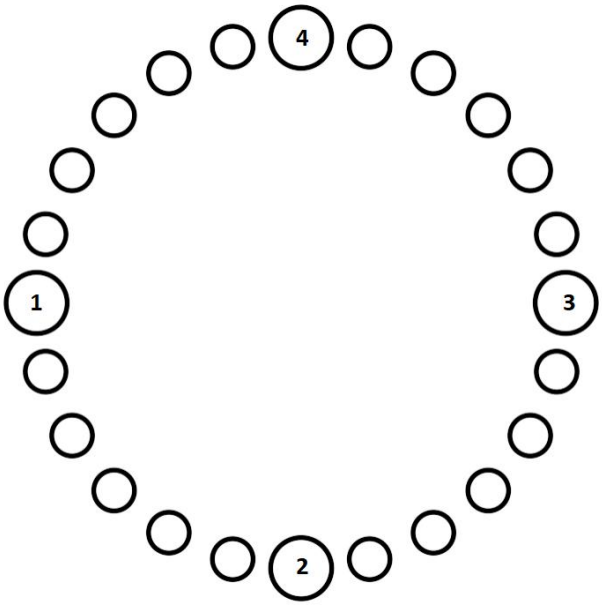

图 2 24 罐微波消解仪布点示意图

7.3.1.2 参数设置

根据客户需求选择微波消解仪的校准温度点，每个校准温度点设定温度持续时间不低于 10min。

在消解程序开始前，设置温度数据记录器的数据记录开始的时间和结束的时间以及记录间隔等运行的必要参数，通常记录间隔设置不超过 10s，数据记录时间大于微波消解仪运行时间。

7.3.1.3 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，用移液器加入适量的试验试剂，加入的试剂量应保证数据记录器的测温部分完全浸没于试剂中，最大不超过消解罐容量的 1/3。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。设定微波消解仪控制程序，开启运行。

取微波消解仪进入设定温度 3min 后的时间点作为稳定状态，所记录的温度数据作为校准数据，共记录 30 组数据。也可以根据用户校准需求确定时间间隔和数据记录次数，在原始记录和校准证书中加以说明。

温度偏差、温度均匀度和温度波动度分别按数据处理中的公式（1）、（2）、（3）和（4）计算。

7.3.2 压力参数校准

对于有压力参数要求的微波消解仪，应该进行压力参数的校准。

将微波消解仪的压力测量系统的压力传感器通过液压装置与数字压力计连接，根据微波消解仪的压力范围，在 5.2 压力技术要求表 2 中选择压力点（可根据客户要求选择压力点）。向压力测量系统和数字压力计同时施加压力到规定的压力点并达到平衡，记录数字压力计的压力值，每个压力点重复测量 3 次，取压力的平均值。压力参数的示值误差按数据处理中的公式（5）计算。

7.4 数据处理

7.4.1 温度参数数据处理

7.4.1.1 温度偏差

$$\Delta t_{\max} = t_{\max} - t_{s} \tag{1}$$

$$\Delta t_{\min} = t_{\min} - t_{s} \tag{2}$$

式中：

$\Delta t_{\max}$—温度上偏差，℃；

$\Delta t_{\min}$—温度下偏差，℃；

$t_{\max}$— 各测量点规定时间内测量的最高温度，℃；

$t_{\min}$— 各测量点规定时间内测量的最低温度，℃；

以上内容仅为本文档的试下载部分，为可阅读页数的一半内容。如要下载或阅读全文，请访问：https://d.book118.com/246122232241010210