



# 广东省地方计量检定规程

JJG (粤) 029—2016

---

## 干体式消解实验仪

Dry Block Digester

2016-07-11 发布

2016-09-01 实施

---

广东省质量技术监督局 发布

# 干体式消解实验仪检定规程

Verification Regulation of  
Dry Block Digester

JJG (粤) 029—2016

归口单位：广东省质量技术监督局

主要起草单位：深圳市计量质量检测研究院

参加起草单位：深圳市昌鸿科技有限公司

本规程委托深圳市计量质量检测研究院负责解释

**本规程主要起草人：**

陈成新（深圳市计量质量检测研究院）

许 莹（深圳市计量质量检测研究院）

李少鹏（深圳市计量质量检测研究院）

喻晓虎（深圳市计量质量检测研究院）

胡继承（深圳市计量质量检测研究院）

**参加起草人：**

赵国富（深圳市昌鸿科技有限公司）

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..... (1)

4 概述..... (1)

5 计量性能要求..... (2)

5.1 温度允许偏差..... (2)

5.2 温度波动度..... (2)

5.3 温度均匀度..... (2)

5.4 定时允许误差..... (2)

6 通用技术要求..... (2)

6.1 外观..... (2)

6.2 绝缘性能..... (2)

7 计量器具控制..... (2)

7.1 检定条件..... (2)

7.2 检定项目..... (3)

7.3 检定方法..... (3)

7.4 检定结果的处理..... (8)

7.5 检定周期..... (8)

附录 A 检定记录格式 ..... (9)

附录 B 检定证书检定结果页格式 ..... (10)

附录 C 检定结果通知书检定结果页格式 ..... (11)

## 引 言

JJF 1002—2010《国家计量检定规程编写规则》、JJF 1001—2011《通用计量术语及定义》、JJF 1007—2007《温度计量名词术语及定义》共同构成本规程制定的基础性系列规范。

本规程的制定主要参考了 JJF 1101—2003《环境试验设备温度、湿度校准规范》、JJG 975—2002《化学需氧量 (COD) 测定仪》、GB/T 2424.5—2006《电工电子产品环境试验 温度试验箱性能确认》、GB/T 5170.1—2008《电工电子产品环境试验设备检验方法 总则》、GB/T 5170.2—2008《电工电子产品环境试验设备检验方法 温度试验设备》和 SL 144.11—2008《控温消煮炉校验方法》，采用了上述规程、规范、标准的基本原则，对具体技术指标和检定方法进行了重新编写和补充。

本规程为首次制定。

## 干体式消解实验仪检定规程

### 1 范围

本规程适用于带孔恒温块加热式的干体式消解实验仪（以下简称消解仪）的首次检定、后续检定和使用中检查，不适用于微波式消解仪、平板式消解仪等。

### 2 引用文件

本规程引用下列文件：

JJF 1001 通用计量术语及定义

JJF 1007 温度计量名词术语及定义

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

下列术语和 JJF 1001、JJF 1007 中界定的其他术语适用于本规程。

##### 3.1.1 消解 digestion

指湿法消解，即使用酸液或碱液在加热条件下，破坏样品中的有机物或/和还原性物质的过程。

##### 3.1.2 稳定状态 steady state

消解仪在显示温度达到设定的加热温度后，再正常控温运行 15 min 之后的状态。

##### 3.1.3 温度偏差 temperature deviation

在稳定状态下，消解仪的显示温度平均值与选定测试孔的实测温度平均值之间的差值。

##### 3.1.4 温度波动度 temperature fluctuation

在稳定状态下，消解仪的选定测试孔在规定时间间隔内，实测温度最大变动量的一半。

##### 3.1.5 温度均匀度 temperature uniformity

在稳定状态下，消解仪各测试孔的实测温度平均值之间的最大差值。

##### 3.1.6 定时误差 time error

消解仪的定时时间值与实测时间值之间的差值。

#### 3.2 计量单位

温度的基本计量单位：摄氏度，℃。

### 4 概述

消解仪是一种应用于产品检验、环境监测、医疗卫生、化工冶炼、科学研究等领域

的化学实验设备,常用于样品消解、成分分析及蒸发干燥等实验。消解仪由加热器件、恒温块(金属或石墨)、感温元器件(温度计或传感器)、控温仪表等组成。消解仪的恒温块中加工有多个规则排列的圆形消解孔,用于放置玻璃试管进行消解实验。消解仪通过加热器件和恒温块对试管中的样品进行加热,由感温元器件和控温仪表控制温度恒定在设定点上,使用定时器对实验时间进行定时。

消解仪的名称因不同的行业和习惯也被称为:消解装置、电热消解仪、干浴消解器、消解加热器、消解反应器、消煮仪等。

## 5 计量性能要求

### 5.1 温度允许偏差

室温~200℃:  $\pm 2^\circ\text{C}$ ;

温度大于200℃: 温度设定值的 $\pm 2\%$ 。

### 5.2 温度波动度

室温~200℃:  $\pm 1^\circ\text{C}$ ;

温度大于200℃: 温度设定值的 $\pm 1\%$ 。

### 5.3 温度均匀度

室温~200℃:  $\leq 3^\circ\text{C}$ ;

温度大于200℃:  $\leq$ 温度设定值的3%。

### 5.4 定时允许误差

定时时间10 min,  $\pm 2\text{ s}$ 。

## 6 通用技术要求

### 6.1 外观

6.1.1 消解仪铭牌上应标有仪器名称、型号规格、制造厂名(或商标)、出厂编号、出厂日期、功率、电源要求等。

6.1.2 消解仪外观应完好,结构应完整,附件、备件应齐全,紧固件不应有松动现象,焊接件不应有开裂现象,应有产品使用说明书和出厂检验合格证书。

6.1.3 消解仪电源线、信号线等插接紧密,各开关、旋钮、按键等功能正常,指示灯灵敏,显示器清晰。

### 6.2 绝缘性能

消解仪的绝缘电阻应不小于20 M $\Omega$ 。

## 7 计量器具控制

计量器具控制包括:首次检定、后续检定和使用中检查。

### 7.1 检定条件

#### 7.1.1 检定用标准仪器

##### 7.1.1.1 温度标准仪器

通常由热电偶和温度显示仪表组成,也可选用符合要求的其他温度标准仪器。整套

温度标准仪器的测量结果扩展不确定度 ( $U, k=2$ ) 不大于被检消解仪最大允许误差绝对值的  $1/3$ , 相邻两周期的稳定性应小于其修正值的扩展不确定度 ( $U, k=2$ ) 或最大允许误差的绝对值。

a) 通常采用直径为  $0.5\text{ mm}$  左右的热电偶线, 其感温结点的尺寸应不大于  $2\text{ mm}$ ;

b) 热电偶的温度响应时间常数应不大于  $15\text{ s}$ ;

c) 温度显示仪表可采用多通道数据采集器, 能实现温度数据的自动记录, 电信号测量值允许误差应优于  $\pm (0.024\% \text{rdg} + 0.006\text{ mV})$ , 接入热电偶后的分辨力为  $0.1\text{ }^{\circ}\text{C}$  或更优。

7.1.1.2 电子秒表: 最大允许误差不超过  $\pm 0.5\text{ s/d}$ 。

7.1.1.3 绝缘电阻表:  $500\text{ V}$ ,  $10$  级。

#### 7.1.2 环境条件

a) 环境温度:  $5\text{ }^{\circ}\text{C} \sim 35\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

b) 相对湿度: 不大于  $85\%$ 。

c) 周围不应有影响消解仪和标准仪器正常工作的电磁场干扰和振动, 无易燃、易爆及腐蚀性气体存在, 通风良好。

#### 7.2 检定项目

检定项目见表 1。

表 1 消解仪检定项目

| 序号                                      | 检定项目  | 首次检定 | 后续检定 | 使用中检查 |
|---|-------|------|------|-------|
| 1                                       | 外观    | +    | +    | —     |
| 2                                       | 绝缘性能  | +    | —    | —     |
| 3                                       | 温度偏差  | +    | +    | +     |
| 4                                       | 温度波动度 | +    | +    | +     |
| 5                                       | 温度均匀度 | +    | +    | +     |
| 6                                       | 定时误差  | +    | +    | —     |
| 注: 1 表中“+”为需检定项目, “—”为不需检定项目。           |       |      |      |       |
| 2 经安装及维修后对仪器计量性能有重大影响, 其后续检定须按首次检定项目进行。 |       |      |      |       |

#### 7.3 检定方法

##### 7.3.1 外观的检定

用目力观察, 应符合 6.1.1~6.1.3 的要求。

##### 7.3.2 绝缘性能的检定

在消解仪不接入工作电源的状态下, 打开消解仪电源开关, 用绝缘电阻表分别连接仪器电源进线端的火线与机壳、零线与机壳, 分别测量出绝缘电阻值, 取最小的电阻值作为消解仪的绝缘电阻。

##### 7.3.3 热电偶的放置要求



选定用于温度测量的消解孔为测试孔，在每个测试孔中分别插入一支热电偶，其感温结点应接触消解孔底部。在放好热电偶后的测试孔内同时放入适当大小的玻璃试管或其他耐热填充物，以固定热电偶，防止孔内空气对流。

#### 7.3.4 测试孔的选择原则

测试孔的选择主要取决于恒温块中消解孔的排列情况。测试孔的分布应尽量均匀，位置应具有代表性，也可根据需要适当增加测试孔的数量。一般选择位于恒温块中心位置的消解孔和两端（或四角）的消解孔作为测试孔。

通常指定某一位置的测试孔作为特征孔，用于温度波动度的检定。特征孔一般选择位于恒温块中心或接近中心位置的消解孔，若无中心消解孔，也可选择某一特定位置的消解孔。

图1~图5中以圆圈代表消解孔，描述几种常见排列方式的消解孔，进行测试孔选择的方法。选定的测试孔用O, A, B, ...字母表示（其中O为特征孔），一同用于温度偏差和温度均匀度的检定。

a) 单行排列的消解孔，如图1所示。

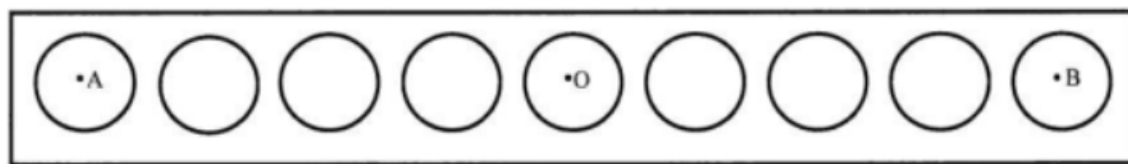


图1 单行排列

b) 多行排列的消解孔，如图2所示。

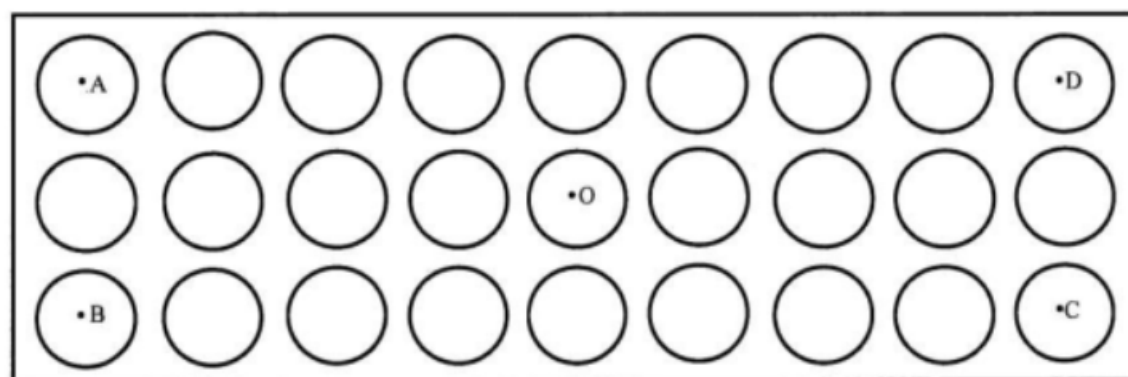


图2 多行排列

c) 矩形排列的消解孔，如图 3 所示。

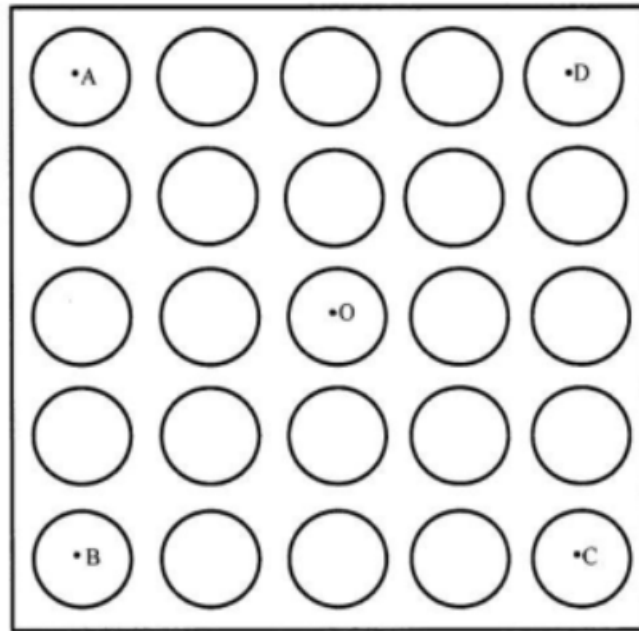


图 3 矩形排列

d) 环形排列的消解孔，如图 4 所示。

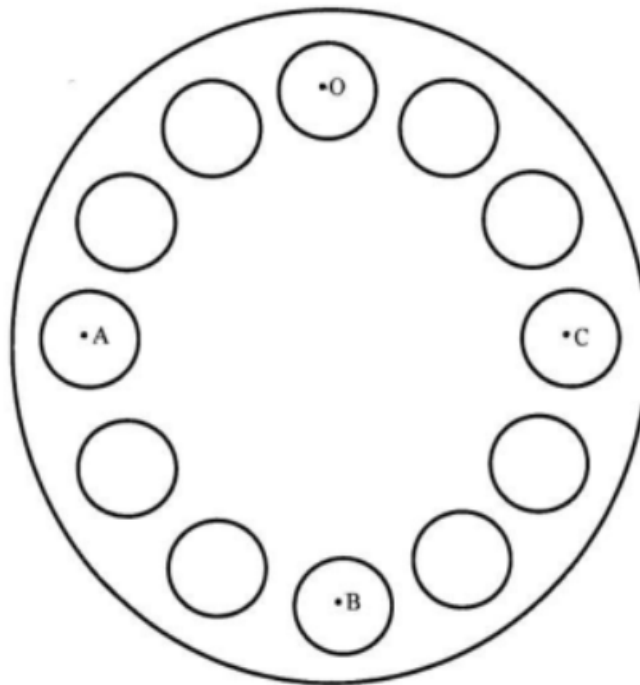


图 4 环形排列

e) 多环排列的消解孔，如图 5 所示。

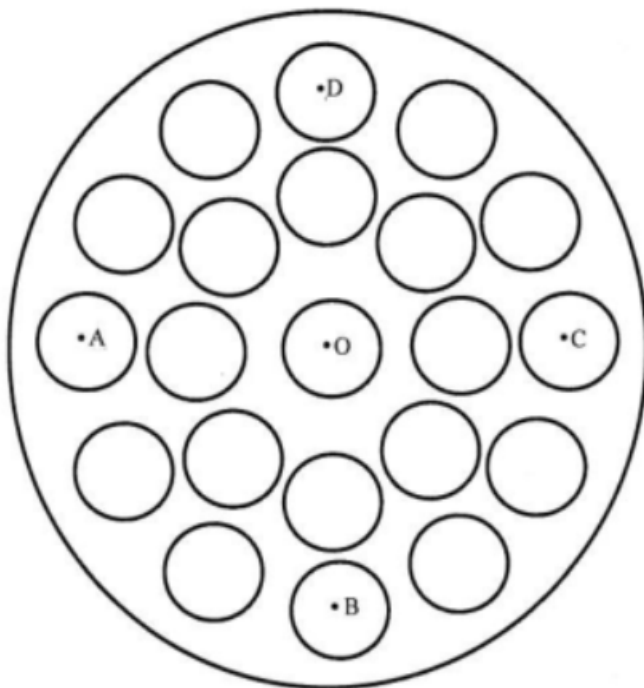


图 5 多环排列

### 7.3.5 温度偏差的检定

按 7.3.4 的规定选择测试孔，测试孔数量为 3~5 个或更多，插入热电偶，待消解仪达到稳定状态后，每间隔 2 min 记录温度标准仪器的显示温度值，共记录 15 次。分别求出消解仪的显示温度平均值和每个测试孔的实测温度平均值，按式 (1)、式 (2) 和式 (3) 计算每个测试孔的温度偏差  $\Delta T_d$ 。所有测试孔的温度偏差须在技术指标以内。

$$\Delta T_{dO} = T_d - T_O \quad (1)$$

$$\Delta T_{dA} = T_d - T_A \quad (2)$$

$$\Delta T_{dB} = T_d - T_B \quad (3)$$

式中：

$\Delta T_{dO}$ ——测试孔 O 的温度偏差，℃；

$\Delta T_{dA}$ ——测试孔 A 的温度偏差，℃；

$\Delta T_{dB}$ ——测试孔 B 的温度偏差，℃；

$T_d$ ——消解仪的显示温度平均值，℃；

$T_O$ ——测试孔 O 的实测温度平均值，℃；

$T_A$ ——测试孔 A 的实测温度平均值，℃；

$T_B$ ——测试孔 B 的实测温度平均值，℃。

### 7.3.6 温度波动度的检定

按 7.3.4 的规定选择测试孔 O 为特征孔，插入热电偶，待消解仪达到稳定状态后，每间隔 2 min 记录温度标准仪器的显示温度值，共记录 15 次。在 15 组记录的温度值中，分别找出特征孔的实测温度的最高值与实测温度的最低值，按式 (4) 计算温度波

动度  $\Delta T_f$ ，并冠以“±”号表示。

$$\Delta T_f = \pm \frac{T_{Omax} - T_{Omin}}{2} \quad (4)$$

式中：

$\Delta T_f$ ——温度波动度，℃；

$T_{Omax}$ ——特征孔的实测温度的最高值，℃；

$T_{Omin}$ ——特征孔的实测温度的最低值，℃。

### 7.3.7 温度均匀度的检定

按 7.3.4 的规定选择测试孔，测试孔数量为 3~5 个或更多，插入热电偶，待消解仪达到稳定状态后，每间隔 2 min 记录温度标准仪器的显示温度值，共记录 15 次。分别求出每个测试孔的实测温度平均值，然后按式 (5) 和式 (6) 分别获得测试孔最高的实测温度平均值和最低的实测温度平均值，按式 (7) 计算温度均匀度  $\Delta T_u$ 。

$$\bar{T}_{max} = \max(\bar{T}_O, \bar{T}_A, \bar{T}_B, \dots) \quad (5)$$

$$\bar{T}_{min} = \min(\bar{T}_O, \bar{T}_A, \bar{T}_B, \dots) \quad (6)$$

$$\Delta T_u = \bar{T}_{max} - \bar{T}_{min} \quad (7)$$

式中：

$\bar{T}_{max}$ ——最高的实测温度平均值，℃；

$\bar{T}_{min}$ ——最低的实测温度平均值，℃；

$\bar{T}_O$ ——测试孔 O 的实测温度平均值，℃；

$\bar{T}_A$ ——测试孔 A 的实测温度平均值，℃；

$\bar{T}_B$ ——测试孔 B 的实测温度平均值，℃；

$\Delta T_u$ ——温度均匀度，℃。

### 7.3.8 数据处理中的热电偶修正

根据整套温度标准仪器的检定或校准值，获得热电偶在不同温度下的修正值，结合各测试孔的温度测量数据进行数值加和的计算，获得经修正后的实测温度值。

a) 计算温度波动度时，数据处理过程中可不用考虑热电偶的修正。

b) 计算温度偏差时，通常需考虑放置于各测试孔的热电偶的修正值，进行温度测量数据的修正。但如果所用热电偶的误差绝对值小于 0.1℃时，数据处理过程中可不用考虑热电偶的修正。

c) 计算温度均匀度时，通常需考虑放置于各测试孔的热电偶的修正值，进行温度测量数据的修正。但如果所用各热电偶之间的最大差值绝对值小于 0.1℃时，数据处理过程中可不用考虑热电偶的修正。

### 7.3.9 定时误差的检定

设定消解仪的定时时间为 10 min。启动消解仪的定时器，同时使用电子秒表开始计时，待消解仪定时结束时，停止电子秒表。记录电子秒表的实测时间值，按式 (8) 计算定时误差  $\Delta t$ 。

$$\Delta t = t_s - t \quad (8)$$

式中:

$\Delta t$ ——定时误差, s;

$t_s$ ——消解仪的定时时间值, s;

$t$ ——电子秒表的实测时间值, s。

#### 7.4 检定结果的处理

检定合格的消解仪, 出具检定证书; 检定不合格的消解仪, 出具检定结果通知书, 并注明不合格的项目和内容。

#### 7.5 检定周期

消解仪的检定周期可根据使用环境及使用频繁程度确定, 检定周期一般不超过 12 个月。

附录 A

检定记录格式

干体式消解实验仪检定原始记录

送检单位\_\_\_\_\_ 证书（记录）编号\_\_\_\_\_ 检定地点\_\_\_\_\_

检定日期\_\_\_\_\_年\_\_\_\_\_月\_\_\_\_\_日 环境条件：温度\_\_\_\_\_℃ 相对湿度\_\_\_\_\_％

|        |      |                       |      |         |
|--------|------|-----------------------|------|---------|
| 计量标准名称 | 测量范围 | 不确定度/准确度等级/<br>最大允许误差 | 证书编号 | 检定证书有效期 |
|        |      |                       |      |         |

| 被检仪器信息        |                     |  |                |            |                |  |
|---------------|---------------------|--|----------------|------------|----------------|--|
| 仪器名称          |                     |  | 型号规格           |            |                |  |
| 制造单位          |                     |  | 出厂编号           |            |                |  |
| 检定项目          | 检定数据及处理结果           |  |                |            |                |  |
| 1. 外观         |                     |  |                |            |                |  |
| 2. 绝缘性能<br>MΩ | 火线与机壳：              |  | 零线与机壳：         |            | 绝缘电阻：          |  |
| 3. 温度偏差<br>℃  | 设定值：                |  |                | 设备显示温度平均值： |                |  |
|               | 测试孔位置               |  |                |            |                |  |
|               | 热电偶编号               |  |                |            |                |  |
|               | 修正值                 |  |                |            |                |  |
|               | 未修正温度平均值            |  |                |            |                |  |
|               | 实测温度平均值             |  |                |            |                |  |
| 4. 温度波动度<br>℃ | 测试孔 O 实测温度值         |  | 实测温度最大值：       |            | 实测温度最小值：       |  |
| 5. 温度均匀度<br>℃ | 热电偶<br>分布图          |  |                |            |                |  |
|               | 允许值：<br>所有测试孔的温度偏差： |  | 允许值：<br>温度波动度： |            | 允许值：<br>温度均匀度： |  |
|               |                     |  |                |            |                |  |
| 6. 定时误差<br>s  | 定时值：                |  | 实测值：           |            | 定时误差：          |  |
| 检定结论          | □合格 / □不合格          |  |                |            |                |  |

检定员：\_\_\_\_\_ 核验员：\_\_\_\_\_

附录 B

检定证书检定结果页格式

证书编号××××××

检 定 结 果

1. 外观：

2. 绝缘性能：

3. 温度偏差：

4. 温度波动度：

5. 温度均匀度：

6. 定时误差：

以下空白

附录 C

检定结果通知书检定结果页格式

证书编号××××××

检定结果

1. 外观：

2. 绝缘性能：

3. 温度偏差：

4. 温度波动度：

5. 温度均匀度：

6. 定时误差：

附加说明：

说明检定结果不合格项

以下空白

第×页 共×页