

# 中华人民共和国国家计量技术规范

JJF XXXX—20XX

## 微波消解仪温度参数校准规范

Calibration Specification for Temperature Parameters of  
Microwave Digestion Instrument

(征求意见稿)

20XX—XX—XX 发布

20XX—XX—XX 实施

国家市场监督管理总局 发布

微波消解仪温度参数校准规范

Calibration Specification for Temperature Parameters  
of Microwave Digestion Instrument

---

本规范委托全国温度计量技术委员会负责解释

本规范主要起草人：

参加起草人：

## 目 录

引言	.....	(III)
1 范围	.....	(1)
2 引用文件	.....	(1)
3 术语	.....	(1)
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 消解介质	.....	(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 校准方法	.....	(4)
7.3 数据处理	.....	(6)
8 校准结果表达	.....	(7)
9 复校时间间隔	.....	(7)
附录 A 微波消解仪校准结果记录参考格式	.....	(8)
附录 B 微波消解仪校准证书内页参考格式	.....	(10)
附录 C 微波消解仪温度示值误差测量结果不确定度评定示例	.....	(11)

## 引 言

本规范以JJF1071-2010《国家计量校准规范编写规则》、JJF1001-2011《通用计量术语及定义》和JJF1059.1-2012《测量不确定度评定与表示》为基础性系列规范进行编写。

本规范采用了 GB/T 26814-2011《微波消解装置》相关术语定义和部分技术内容。

本规范包含了对微波消解仪温度参数的计量要求和校准项目。计量性能主要包括温度示值误差、温度均匀度、温度波动度、温度最大过冲量的具体要求。

本规范为首次发布。

# 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，其他类型的消解仪或微波消解装置温度参数的校准可参照本规范进行。

## 2 引用文件

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

GB 4706.21-2008 家用和类似用途电器的安全 微波炉，包括组合型微波炉的特殊要求

HJ 678-2013 水质 金属总量的消解 微波消解法

HJ 680-2013 土壤和沉积物 汞、砷、硒、铋、锑的测定 微波消解/原子荧光法

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密闭容器中的试剂和试样，从而在高温增压条件下使试样快速溶解的一种湿法消化方法。

### 3.2 微波消解仪 microwave digestion instrument

利用微波来加热密闭容器中试剂和样品从而达到消解目的的仪器。

### 3.3 消解罐 digestion tank

微波可穿透并分解难溶物质的密闭容器。

### 3.4 标称温度 nominal temperature

按试验方法要求所规定的温度值或按需要预先设定的温度值。

### 3.5 稳定状态 steady state

微波消解仪工作区域温度变化量达到设备本身性能指标要求时的状态。

### 3.6 温度示值误差 temperature indication error

微波消解仪达到稳定状态时，消解仪标称温度与测量点测得温度之差。

### 3.7 温度均匀度 temperature uniformity

微波消解仪稳定状态下，工作空间内某一瞬时任意两消解罐内温度之间的最大差值。

### 3.8 温度波动度 temperature fluctuation

微波消解仪稳定状态下，在规定的时间内，消解罐内温度随时间的变化量。

### 3.9 温度最大过冲量 temperature maximum overshoot

微波消解仪在升温至设定温度并达到稳定过程中，各测量点实测最高温度与设定温度的差值。

## 4 概述

微波消解仪是利用微波的穿透性和激活反应能力加热密闭容器内的试剂和样品，使容器内压力增加、反应温度升高，在高温增压条件下使样品快速溶解，从而大大提高反应速率，缩短样品制备时间的装置。微波消解技术具有样品分解快速、完全，挥发性元素损失小，试剂消耗少，操作简单，处理效率高，污染小，空白低等显著特点，深受分析工作者的欢迎，被誉为“绿色化学反应技术”。

微波消解仪主要由磁控管、波导管、微波炉腔、负载盘和样品架、自动控制系统、排风系统、安全防护门、微波消解罐等组成。按消解罐的密闭性可分为非密闭常压微波消解装置和密闭加压微波消解装置。微波消解仪广泛应用于食品、纺织、动植物、烟草、造纸、化妆品、环境土壤、大气和水等样品分析检测中的消解前处理。

## 5 计量特性

微波消解仪的校准项目及技术指标见表 1：

表 1 微波消解仪性能要求

校准项目	温度范围	技术指标
温度示值误差	$\leq 100^{\circ}\text{C}$	$\pm 3^{\circ}\text{C}$
	$100^{\circ}\text{C} \sim 200^{\circ}\text{C}$	$\pm 5^{\circ}\text{C}$
温度均匀度	$\leq 100^{\circ}\text{C}$	$3^{\circ}\text{C}$
	$100^{\circ}\text{C} \sim 200^{\circ}\text{C}$	$5^{\circ}\text{C}$
温度波动度	$\leq 100^{\circ}\text{C}$	$\pm 3^{\circ}\text{C}$
	$100^{\circ}\text{C} \sim 200^{\circ}\text{C}$	$\pm 5^{\circ}\text{C}$

温度最大过冲量	$\leq 100^{\circ}\text{C}$	$6^{\circ}\text{C}$
	$100^{\circ}\text{C} \sim 200^{\circ}\text{C}$	$10^{\circ}\text{C}$

注：以上所有指标不用于合格性判别，仅供参考。

## 6 校准条件

### 6.1 环境条件

温度： $15^{\circ}\text{C} \sim 35^{\circ}\text{C}$ ；

相对湿度：不大于 85%；

气压： $70\text{kPa} \sim 106\text{kPa}$ 。

微波消解仪周围应无强烈振动及腐蚀性气体存在，应避免其它冷、热源影响。实际工作中，环境条件还应满足测量标准正常使用的要求。

### 6.2 试剂介质

#### 6.2.1 介质选择

微波消解仪校准时应在消解罐内添加溶剂作为消解介质，一般可选择纯净水。

#### 6.2.2 介质容量

校准时消解罐内介质容量一般为 10ml，最大不超过消解罐容量的 1/3。

### 6.3 测量标准及其他设备

#### 6.3.1 测量标准

通常采用微波专用温度记录器（或微波用温度采集仪等）作为测量标准，标准器应能在微波条件下正常工作。温度传感器数量不少于 4 个。

#### 6.3.2 技术指标要求

表 2 测量标准技术指标

序号	名称	技术要求
1	微波专用温度记录器	测量范围： $0^{\circ}\text{C} \sim 200^{\circ}\text{C}$ （或满足校准所需温度范围） 分辨力：不低于 $0.1^{\circ}\text{C}$ 最大允许误差： $\pm 0.2^{\circ}\text{C}$ 。
2	移液器或量筒	测量范围： $0\text{ml} \sim 10\text{ml}$ 分度值：不低于 1ml 最大允许误差： $\pm 10\%$

6.3.3 校准时可选用表 2 所列的测量标准，也可以选用符合要求的其他测量标准。

6.3.4 测量标准应满足不破坏微波消解仪及其正常运行条件（如：不能破坏消解罐的密封性能、不能干扰消解罐对微波的吸收性能等）的要求。

## 7 校准项目和校准方法

### 7.1 校准项目

校准项目为温度示值误差、温度均匀度、温度波动度、温度最大过冲量。

### 7.2 校准方法

#### 7.2.1 测量点的数量与位置

测量点数量不少于 4 个，用数字 1、2、3、4 表示，如图 1 所示，也可根据客户需求或消解仪内部消解罐的数量适当增加测量点。测量点的位置应均匀分布于微波消解仪内的转盘上。

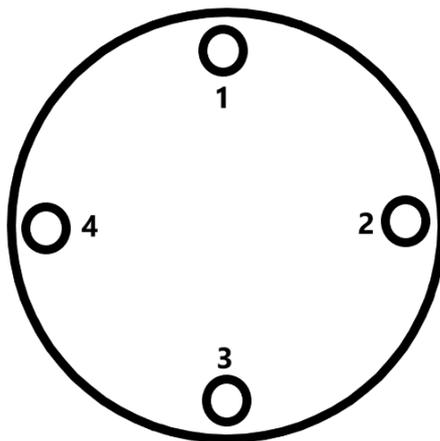


图 1 布点示意图

#### 7.2.2 标准器放置

放置标准器的消解罐应干净、无污染、内部无残留，宜配置校准用专用消解罐，以保证校准过程安全可靠。

在消解罐内添加纯净水作为消解介质（容量为 10ml），温度记录器探头朝下放入消解罐中，应确保记录器温度探头浸没于介质中。

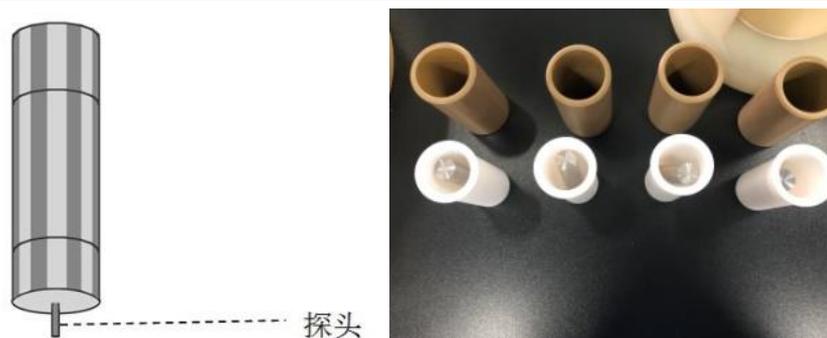


图 2 温度记录器放置示意图

### 7.2.3 校准程序设置

校准时可采用表 3 微波消解仪控制标准程序进行校准,或按照用户要求设定控制程序。

表 3 微波消解仪控制标准程序

步骤	设定温度	持续时间
1	80℃	10 min
2	100℃	10 min
3	150℃	10 min
4	180℃	10 min

### 7.2.4 校准过程

设定温度记录器采样时间间隔为 10s,记录器自动记录各测量点的温度值,按照操作要求将装有温度记录器的消解罐放入微波消解仪中。设定微波消解仪控制程序,开启运行。微波消解仪升温过程中,温度达到设定温度后经过一段时间趋于稳定,通常情况下到达设定温度 1min~3min 后可达到稳定的状态。

校准过程中选择微波消解仪温度达到设定温度 3min 后的时刻作为稳定状态的开始阶段,5min 内共记录 30 组数据,或根据设备运行状况和用户校准需求确定时间间隔和数据记录次数,并在原始记录和校准证书中进行说明。

### 7.2.5 校准结束

微波消解仪校准程序运行完成后,应等待消解仪显示温度低于 80℃后方可选择停止运行。取出消解罐冷却到室温后缓慢打开消解罐上盖,取出记录器,将记录器和消解罐清洗并擦拭干净。

### 7.3 数据处理

#### 7.3.1 温度示值误差

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

式中：

$\Delta t$ —温度示值误差，℃；

$t_s$ —设定温度，℃；

$\bar{t}_c$ —稳定状态下各测量点实测温度的平均值，℃。

#### 7.3.2 温度均匀度

微波消解仪在稳定状态下，各测量点 5min 内每次测量中实测最高温度与最低温度之差的算术平均值。

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

式中：

$\Delta t_u$ —温度均匀度，℃；

$t_{i\max}$ —各测量点在第  $i$  次测得的最高温度，℃；

$t_{i\min}$ —各测量点在第  $i$  次测得的最低温度，℃；

$n$ —测量次数。

#### 7.3.3 温度波动度

微波消解仪在稳定状态下，各测量点 5min 内实测最高温度与最低温度之差的一半，冠以“±”号，取全部测量点中变化量的最大值作为温度波动度校准结果。

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

式中：

$\Delta t_f$ —温度波动度，℃；

$t_{j\max}$ —测量点  $j$  在  $n$  次测量中的最高温度，℃；

$t_{j\min}$ —测量点  $j$  在  $n$  次测量中的最低温度，℃。

#### 7.3.4 温度最大过冲量

$$\Delta t_{ov} = t_{\max} - t_s \quad (4)$$

式中：

$\Delta t_{ov}$ —温度最大过冲量，℃；

$t_{max}$ —升温至设定温度过程中各测量点的最高温度，℃；

## 8 校准结果表达

校准结果应在校准证书上反映。校准证书应至少包括以下信息：

- a) 标题“校准证书”；
- b) 实验室名称和地址；
- c) 校准地点（如果与实验室的地址不同）；
- d) 证书的唯一性标识（如编号），每页及总页数的标识；
- e) 客户的名称和地址；
- f) 被校对象的描述和明确标识；
- g) 校准日期，如果与校准结果有效性和应用有关时，应说明被较对象的接受日期；
- h) 校准所依据的技术规范的标识，包括名称及代号；
- i) 本次校准所用测量标准的溯源性及有效性说明；
- j) 校准环境的描述；
- k) 校准结果及其测量不确定度的说明；
- l) 对校准规范的偏离的说明；
- m) 校准证书签发人的签名、职务或等效标识；
- n) 校准人和核验人签名；
- o) 校准结果仅对被校对象有效性的声明；
- p) 未经实验室书面批准，不得部分复制校准证书的声明。

## 9 复校时间间隔

建议复校间隔时间为1年，使用特别频繁时应适当缩短。在使用过程中经过修理、更换重要器件等的一般需要重新校准。

由于复校间隔时间的长短是由微波消解仪器的使用情况、使用者、仪器本身质量等因素所决定，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。

## 附录 A

## 微波消解仪校准结果记录参考格式

委托单位：\_\_\_\_\_ 客户联络信息：\_\_\_\_\_

仪器名称：\_\_\_\_\_ 制 造 厂：\_\_\_\_\_

型号规格：\_\_\_\_\_ 出 厂 编 号：\_\_\_\_\_

校准地点：\_\_\_\_\_ 环 境 温 度：\_\_\_\_\_ °C

校准依据：\_\_\_\_\_ 环境相对湿度：\_\_\_\_\_ %

标准器名称 型号/规格 准确度等级/最大允许误差/不确定度

证书编号 有效期至

准确度等级/最大允许误差/不确定度

## 1. 校准记录：

微波消解仪设定温度：\_\_\_\_\_ °C；持续时间：\_\_\_\_\_ min

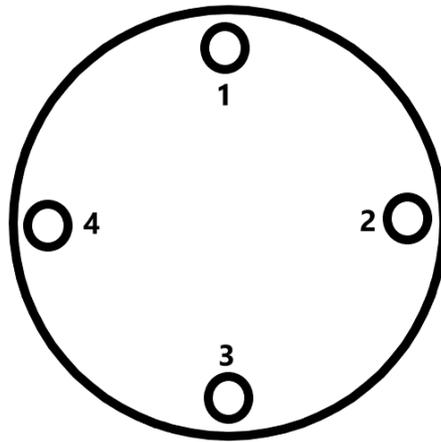
次数	实测温度值/°C				温度均匀度 /°C
	测量点 1	测量点 2	测量点 3	测量点 4	
1					
2					
3					
.....					
温度示值误差/°C				温度均匀度	
温度波动度/°C					

## 2. 温度最大过冲量校准记录：

微波消解仪设定温度：\_\_\_\_\_ °C；持续时间：\_\_\_\_\_ min； 加热功率\_\_\_\_\_ W

次数	实测温度值/℃			
	测量点 1	测量点 2	测量点 3	测量点 4
1				
2				
3				
.....				
温度最大过冲量/℃				

## 3. 传感器布点示意图



校准员:

核验员:

校准日期:

## 附录 B

## 微波消解仪校准证书内页参考格式

## 校 准 结 果

1. 布点示意图如 B.1 所示。

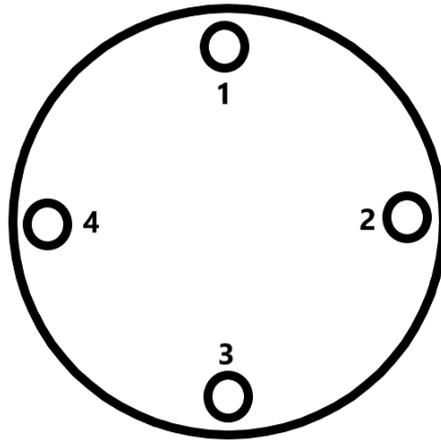


图 B.1 布点示意图

2. 校准结果：

设定温度 / $^{\circ}\text{C}$	
温度示值误差 / $^{\circ}\text{C}$	
温度均匀度 / $^{\circ}\text{C}$	
温度波动度 / $^{\circ}\text{C}$	
温度最大过冲量 / $^{\circ}\text{C}$	
温度示值误差校准结果不确定度 / $^{\circ}\text{C}$	

-----以下空白-----

## 附录 C

## 微波消解仪温度示值误差测量不确定度评定示例

## C.1 概述

依据本规范中示值误差的校准方法，采用微波专用温度记录器作为测量标准进行校准，设定采样时间间隔为 10s。被校微波消解仪温度分辨力为 0.1℃，以 150℃校准点为例进行不确定度分析。

## C.2 测量模型

$$\Delta t = t_s - \bar{t}_c \quad (\text{C.1})$$

式中：

$\Delta t$ —温度示值误差，℃；

$t_s$ —设定温度，℃；

$\bar{t}_c$ —稳定状态下各测量点实测温度的平均值，℃。

## C.3 灵敏系数

$$c_1 = \partial \Delta t / \partial t_s = 1 \quad (\text{C.2})$$

$$c_2 = \partial \Delta t / \partial \bar{t}_c = -1 \quad (\text{C.3})$$

## C.4 标准不确定度评定

C.4.1 输入量  $t_s$  引入的标准不确定度  $u_1$  的评定

微波消解仪温度设定值分辨力为 0.1℃，区间半宽 0.05℃，按均匀分布，则分辨力引入的不确定度分量：

$$u_1 = \frac{0.05}{\sqrt{3}} = 0.03^\circ\text{C} \quad (\text{C.4})$$

C.4.2 输入量  $\bar{t}_c$  引入的不确定度C.4.2.1 测量重复性及标准器分辨力引入的不确定度分量  $u_2$  的评定

(a) 测量重复性引入的不确定度分量  $u_{21}$

微波消解仪测量点 1 的 30 次测量数据如表 C.1 所示。

表 C.1 测量结果

$i$ 次数	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
$t_{c1i}/^{\circ}\text{C}$	149.391	149.555	149.669	149.775	149.571	150.062	150.095	150.299	150.658	150.021
$i$ 次数	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
$t_{c1i}/^{\circ}\text{C}$	150.495	150.413	151.353	150.748	151.157	150.895	150.683	151.238	150.765	150.699
$i$ 次数	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30
$t_{c1i}/^{\circ}\text{C}$	150.626	150.650	150.438	150.626	150.242	151.059	150.544	150.977	150.765	151.336

根据贝塞尔公式

$$s(t_{c1}) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (t_{c1i} - \bar{t}_{c1})^2}{n-1}} \quad (\text{C.5})$$

计算得测量点 1 的实验标准偏差  $s(t_{c1})=0.54^{\circ}\text{C}$ 。

测量点 1 平均值的标准偏差为  $s(\bar{t}_{c1}) = \frac{s(t_{c1})}{\sqrt{30}} = 0.10^{\circ}\text{C}$

同样方法计算出其他三个测量点平均值的标准偏差  $s(\bar{t}_{c2})=0.11^{\circ}\text{C}$ ,  $s(\bar{t}_{c3})=0.15^{\circ}\text{C}$ ,  $s(\bar{t}_{c4})=0.14^{\circ}\text{C}$ , 则:

$$u_{21} = \frac{(s(\bar{t}_{c1}) + s(\bar{t}_{c2}) + s(\bar{t}_{c3}) + s(\bar{t}_{c4}))}{4} = 0.12^{\circ}\text{C} \quad (\text{C.6})$$

(b) 温度记录器分辨力引入的不确定度分量  $u_{22}$

温度记录器分辨力为  $0.001^{\circ}\text{C}$ , 区间半宽  $0.0005^{\circ}\text{C}$ , 服从均匀分布, 则

$$u_{22} = \frac{0.0005}{\sqrt{3}} = 0.0003^{\circ}\text{C} \quad (\text{C.8})$$

测量重复性包含标准器分辨力引入的不确定度, 取其中较大者, 因此:

$$u_2 = u_{21} = 0.12^{\circ}\text{C} \quad (\text{C.8})$$

#### C.4.2.2 标准器引入的不确定度分量 $u_3$ 的评定

温度记录器扩展不确定度为  $0.2^{\circ}\text{C}$ , 即  $U=0.2^{\circ}\text{C}$ ,  $k=2$ , 故

$$u_3 = 0.2/2 = 0.1^{\circ}\text{C} \quad (\text{C.9})$$

#### C.5 合成标准不确定度

表 C.2 标准不确定度分量汇总表

标准不确定分量度	不确定度来源	标准不确定度 $u_i$ 值	灵敏系数 $c_i$	$ c_i  u_i$
$u_1$	被校微波消解仪设定值分辨力	0.03℃	1	0.03℃
$u_2$	温度示值误差测量重复性	0.12℃	-1	0.12℃
$u_3$	标准器温度修正值及稳定性	0.1℃		0.1℃

上述各项标准不确定分量互不相关，所以合成标准不确定为：

$$u_c = \sqrt{|c_1|u_1^2 + |c_2|u_2^2 + |c_3|u_3^2} = 0.16^\circ\text{C} \quad (\text{C.10})$$

#### C.6 扩展不确定度

取包含因子  $k = 2$ ，则扩展不确定度为：

$$U = k \times u_c = 0.3^\circ\text{C} \quad (\text{C.11})$$