

JJF (浙)

# 浙江省地方计量技术规范

JJF(浙) 1192-2022

## 微波消解仪温度参数校准规范

Calibration Specification for  
Temperature Parameter of Microwave Digestion Instrument

2022-06-21 批准

2022-09-21 实施

浙江省市场监督管理局发布

# 微波消解仪温度参数 校准规范

Calibration Specification for  
Temperature Parameter of Microwave  
Digestion Instrument

JJF (浙) 1192—2022

归口单位：浙江省市场监督管理局

主要起草单位：慈溪市质量技术监督检验检测服务中心

浙江省计量科学研究院

参与起草单位：绍兴市质量技术监督检测院

台州市计量技术研究院

本规范委托主要起草单位负责解释

**本规范主要起草人：**

罗 锋（慈溪市质量技术监督检验检测服务中心）

郑 淞（慈溪市质量技术监督检验检测服务中心）

陈慧云（浙江省计量科学研究院）

**参与起草人：**

马迪峰（慈溪市质量技术监督检验检测服务中心）

赵丹侠（台州市计量技术研究院）

赵丹丹（绍兴市质量技术监督检测院）

余维栋（慈溪市质量技术监督检验检测服务中心）

# 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)  |
| 6 校准条件.....                   | (3)  |
| 6.1 环境条件.....                 | (3)  |
| 6.2 测量标准.....                 | (3)  |
| 6.3 试验试剂.....                 | (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.....                 | (5)  |
| 8 校准结果表达.....                 | (6)  |
| 9 复校时间间隔.....                 | (6)  |
| 附录 A 校准原始记录 (参考格式) .....      | (7)  |
| 附录 B 校准证书内页 (参考格式) .....      | (8)  |
| 附录 C 微波消解仪温度偏差测量不确定度评定示例..... | (9)  |

## 引言

本规范是以 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》和 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。

本规范参考了 GB/T 26814-2011《微波消解装置》、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》、JJF 1101-2019《环境试验设备温度、湿度参数校准规范》相关术语和部分技术内容。

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（0~200）℃密闭微波消解仪（以下简称“微波消解仪”）温度参数的校准。

本规范不适用于压力控制型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 1001-2011 通用计量术语与定义

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 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（包括所有的修改单）适用于本规范。

## 3 术语

JJF 1001-2011、GB/T 5170.1-2016 界定的及以下术语和定义适用于本规范。

### 3.1 微波消解法 microwave digestion method

利用微波加热封闭容器中的消解试剂和试样，从而在高温增压条件下使其快速消解的湿法消化的方法。

### 3.2 消解罐 digestion tank

微波可穿透并分解难溶物质的密闭容器。

### 3.3 标称温度值 nominal temperature value

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。

### 3.4 稳定状态 steady state

微波消解仪消解罐内温度变化量达到设备本身性能指标要求时的状态。

### 3.5 温度偏差 temperature deviation

微波消解仪稳定状态下，测量时间内实测最高温度和最低温度与微波消解仪标称温度值的上下偏差。温度偏差包含温度上偏差和温度下偏差。

### 3.6 温度均匀度 temperature uniformity

微波消解仪稳定状态下，某一瞬时任意两个消解罐内温度的最大差值。

### 3.7 温度波动度 temperature fluctuation

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

## 4 概述

微波消解仪通常用于原子吸收分光光度计(AAS)、原子荧光光度计(AFS)、电感耦合等离子体发射光谱仪(ICP-OES)、电感耦合等离子体质谱仪(ICP-MS)、气相色谱仪(GC)、气相色谱-质谱联用仪(GC-MS)及其他仪器的样品制备。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试样，使制样容器内压力增加，反应温度升高，提高反应速率，缩短试样制备时间的一种装置。

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、微波消解罐等组成。

## 5 计量特性

表1规定了微波消解仪的温度参数技术指标，供校准时参考。

表1 微波消解仪性能要求

| 校准项目  | 温度范围                                               | 技术指标                    |
|-------|----------------------------------------------------|-------------------------|
| 温度偏差  | $0^{\circ}\text{C} < t \leq 50^{\circ}\text{C}$    | $\pm 2^{\circ}\text{C}$ |
|       | $50^{\circ}\text{C} < t \leq 100^{\circ}\text{C}$  | $\pm 3^{\circ}\text{C}$ |
|       | $100^{\circ}\text{C} < t \leq 200^{\circ}\text{C}$ | $\pm 5^{\circ}\text{C}$ |
| 温度均匀度 | $0^{\circ}\text{C} < t \leq 50^{\circ}\text{C}$    | $2^{\circ}\text{C}$     |
|       | $50^{\circ}\text{C} < t \leq 100^{\circ}\text{C}$  | $3^{\circ}\text{C}$     |
|       | $100^{\circ}\text{C} < t \leq 200^{\circ}\text{C}$ | $5^{\circ}\text{C}$     |
| 温度波动度 | $0^{\circ}\text{C} < t \leq 50^{\circ}\text{C}$    | $\pm 2^{\circ}\text{C}$ |

|                                                                    |                                                    |                         |
|--------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------|-------------------------|
|                                                                    | $50^{\circ}\text{C} < t \leq 100^{\circ}\text{C}$  | $\pm 3^{\circ}\text{C}$ |
|                                                                    | $100^{\circ}\text{C} < t \leq 200^{\circ}\text{C}$ | $\pm 5^{\circ}\text{C}$ |
| 注 1：对温度参数有其他要求的微波消解仪，按有关技术文件规定的要求进行校准。<br>注 2：以上指标要求不用于合格性判定，仅供参考。 |                                                    |                         |

## 6 校准条件

### 6.1 环境条件

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

湿度：不大于 85%RH；

气压： $80\text{kPa} \sim 106\text{kPa}$ 。

微波消解仪应放置于平稳固定的工作台上，不应受强光直射、强烈振动和电磁干扰。室内应无腐蚀性及易燃易爆气体，应有良好的通风装置。微波消解仪周围应至少保留 10cm 空间，用于空气流通。实际工作中，环境条件还应满足测量标准器正常使用的要求。

### 6.2 测量标准

#### 6.2.1 技术要求

所使用的测量标准，应能在微波环境下正常工作，满足不破坏微波消解仪及其正常运行条件（如：不能破坏微波消解罐的密封性能、在微波环境中能安全使用等）的要求。测量标准的温度传感器数量应满足校准布点的要求，且应采用同种型号规格的温度传感器。校准时，可选用表 2 所列的测量标准。

表 2 测量标准技术要求

| 名称                                                                                                                      | 测量范围                                         | 技术要求                                                                            |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------|
| 温度数据采集仪                                                                                                                 | $0^{\circ}\text{C} \sim 200^{\circ}\text{C}$ | 分辨力：不低于 $0.1^{\circ}\text{C}$<br>最大允许误差： $\pm(0.15^{\circ}\text{C} + 0.002 t )$ |
| 注 1：上述测量范围为一般要求，使用中以能覆盖被校微波消解仪实际校准范围为准。<br>注 2：测量标准技术指标为包含传感器和采集设备的整体指标。<br>注 3： $ t $ 为温度的绝对值，单位为 $^{\circ}\text{C}$ 。 |                                              |                                                                                 |

#### 6.2.2 也可选用满足要求的其他测量标准。

### 6.3 试验试剂

在微波消解仪标称温度范围内，应使用不沸腾、不分解、无腐蚀性、不会发生剧烈

反应且无毒的试剂，例如：纯水（150℃以内）、丙三醇等。

## 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偏差、温度均匀度、温度波动度。

### 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，且一般不少于微波消解仪消解罐最大数量的 1/8，测量点的位置应均匀分布于微波消解仪工作舱内的转盘上，也可以根据用户需求或实际情况适当调整测量点数量和测量点位置，并图示说明。例如：一个 24 罐的微波消解仪，其测量点可按图 1 布置：

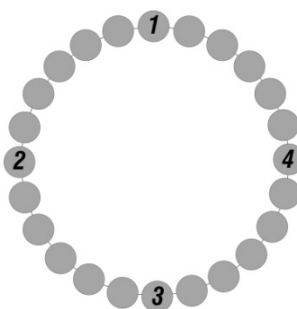


图 124 罐微波消解仪测量点布置图

#### 7.2.2 校准温度的选择

一般根据用户需要选择常用的温度点进行，或选择微波消解仪使用范围的下限、上限和中间点。

#### 7.2.3 校准过程

在消解程序开始前，应将消解罐进行彻底清洗和处理，去除杂质。按 7.2.1 的要求布放温度传感器，并加入 6.3 规定的适量的试验试剂，将微波消解仪的温度控制器设定到 7.2.2 要求的标称温度，按微波消解仪说明书的要求启动并运行程序，持续消解时间应满足校准工作的需要。当微波消解仪达到稳定状态后开始记录各测量点温度，记录时间间隔为 10s，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。

### 7.3 数据处理

#### 7.3.1 温度偏差

根据 7.2.3 得到的数据，微波消解仪的温度偏差按公式 (1)、(2) 计算。

$$\Delta T_{\max} = T_{\max} - T_s \quad (1)$$

$$\Delta T_{\min} = T_{\min} - T_s \quad (2)$$

式中： $\Delta T_{\max}$  —— 微波消解仪的温度上偏差，℃；

$\Delta T_{\min}$  —— 微波消解仪的温度下偏差，℃；

$T_{\max}$  —— 测量时间内实测最高温度，℃；

$T_{\min}$  —— 测量时间内实测最低温度，℃；

$T_s$  —— 微波消解仪标称温度值，℃。

#### 7.3.2 温度均匀度

根据 7.2.3 得到的数据，微波消解仪的温度均匀度为每次测量中实测最高温度与最低温度之差的算术平均值，按公式 (3) 计算。

$$\Delta T_u = [\sum_{i=1}^n (T_{i\max} - T_{i\min})] / n \quad (3)$$

式中： $\Delta T_u$  —— 微波消解仪温度均匀度，℃；

$T_{i\max}$  —— 各测量点在第  $i$  次测得的最高温度，℃；

$T_{i\min}$  —— 各测量点在第  $i$  次测量的最低温度，℃；

$n$  —— 测量次数。

#### 7.3.3 温度波动度

根据 7.2.3 得到的数据，微波消解仪的温度波动度为各测量点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的校准结果，按公式 (4) 计算。

$$T_f = \pm \max[(T_{j\max} - T_{j\min}) / 2] \quad (4)$$

式中： $T_f$  —— 微波消解仪温度波动度，℃；

$T_{j\max}$  —— 第  $j$  个测量点  $n$  次测量中的最高温度,  $^{\circ}\text{C}$ ;

$T_{j\min}$  —— 第  $j$  个测量点  $n$  次测量中的最低温度,  $^{\circ}\text{C}$ 。

## 8 校准结果表达

校准结果应在校准证书上反映。校准证书应至少包含以下信息:

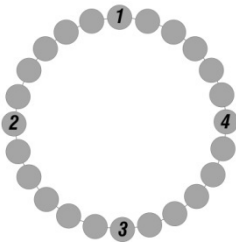
- a) 标题, 如“校准证书”;
- b) 实验室名称和地址;
- c) 进行校准的地点(如果与实验室的地址不同);
- d) 证书的唯一性标识(如编号), 每页及总页数的标识;
- e) 客户的名称和地址;
- f) 被校对象的描述和明确标识;
- g) 进行校准的日期, 如果与校准结果的有效性和应用有关时, 应说明被校对象的接收日期;
- h) 校准所依据的技术规范的标识, 包括名称及代号;
- i) 本次校准所用测量标准的溯源性及有效性说明;
- j) 校准环境的描述;
- k) 校准结果及测量不确定度的说明;
- l) 对校准规范的偏离的说明;
- m) 校准证书或校准报告签发人的签名, 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的有效声明;
- p) 未经实验室书面批准, 不得部分复制证书的声明。

## 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, 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。如果对仪器的检测数据有怀疑或仪器更换主要部件及修理后建议对仪器重新校准。

附录 A

校准原始记录（参考格式）

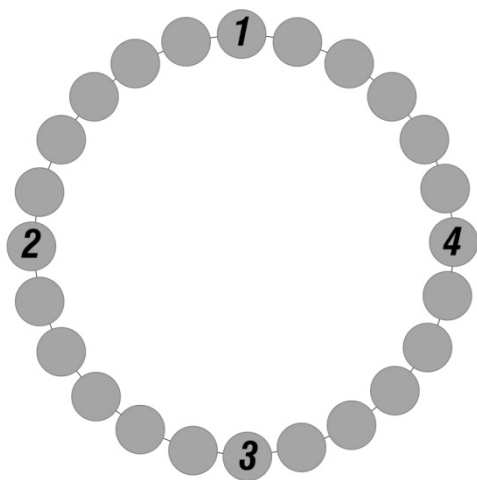
|                                                                                     |         |      |                   |                     |     |       |                    |
|-------------------------------------------------------------------------------------|---------|------|-------------------|---------------------|-----|-------|--------------------|
| 委 托 单 位                                                                             |         |      |                   | 记 录 编 号             |     |       |                    |
| 委托单位地址                                                                              |         |      |                   | 校准日期                |     |       |                    |
| 设 备                                                                                 | 名 称     |      |                   | 型 号 规 格             |     |       |                    |
|                                                                                     | 制造厂     |      |                   | 出 厂 编 号             |     |       |                    |
| 标准器                                                                                 | 名称      | 测量范围 | 不确定度或准确度等级或最大允许误差 |                     | 证书号 | 有 效 期 | 溯源机构               |
|                                                                                     |         |      |                   |                     |     |       |                    |
|                                                                                     |         |      |                   |                     |     |       |                    |
| 校准技术依据                                                                              |         |      |                   | 校 准 地 点             |     |       |                    |
| 标称温度值 $T_s$ /℃                                                                      |         |      |                   | 校准环境<br>℃；      %RH |     | 试 剂   |                    |
| 消解罐数量                                                                               |         |      |                   | 测量点数量               |     | 时间间隔  |                    |
| 温度测量点<br>测量次数 n                                                                     | 实测温度值/℃ |      |                   |                     |     |       | 第 $i$ 次温度均匀度<br>/℃ |
|                                                                                     | 1       | 2    | 3                 | 4                   | 5   | ..... |                    |
| 1                                                                                   |         |      |                   |                     |     |       |                    |
| 2                                                                                   |         |      |                   |                     |     |       |                    |
| 3                                                                                   |         |      |                   |                     |     |       |                    |
| .....                                                                               |         |      |                   |                     |     |       |                    |
| 29                                                                                  |         |      |                   |                     |     |       |                    |
| 30                                                                                  |         |      |                   |                     |     |       |                    |
| 修正值/℃                                                                               |         |      |                   |                     |     |       |                    |
| 测量点温度波动度                                                                            |         |      |                   |                     |     |       |                    |
| 温度上偏差：                                                                              |         | ℃    |                   | 温度下偏差：              |     | ℃     |                    |
| 温度均匀度：                                                                              |         | ℃    |                   |                     |     |       |                    |
| 温度波动度：                                                                              |         | ℃    |                   |                     |     |       |                    |
| 温度上偏差不确定度：                                                                          |         |      |                   |                     |     |       |                    |
| 温度下偏差不确定度：                                                                          |         |      |                   |                     |     |       |                    |
| 传感器布点示意图：                                                                           |         |      |                   |                     |     |       |                    |
|  |         |      |                   |                     |     |       |                    |

校验员：                      核验员：

附录 B

校准证书内页（参考格式）

- 1. 校准试剂：
- 2. 温度测量点位置图



3. 校准结果

|                      |  |
|----------------------|--|
| 校准温度/℃               |  |
| 温度上偏差/℃              |  |
| 温度下偏差/℃              |  |
| 温度均匀度/℃              |  |
| 温度波动度/℃              |  |
| 温度上偏差不确定度（ $k=2$ ）/℃ |  |
| 温度下偏差不确定度（ $k=2$ ）/℃ |  |

## 附录 C

## 微波消解仪温度偏差测量不确定度评定示例

## C.1 概述

以分辨力为  $0.1^{\circ}\text{C}$  的微波消解仪为例，用温度指示分辨力为  $0.001^{\circ}\text{C}$ ，最大允许误差为  $\pm(0.15^{\circ}\text{C}+0.002|t|)$  的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  $170.0^{\circ}\text{C}$  时温度偏差的扩展不确定度。

## C.2 测量模型

$$\Delta T_{\max} = T_{\max} - T_s \quad (\text{C.1})$$

式中： $\Delta T_{\max}$  —— 微波消解仪的温度上偏差， $^{\circ}\text{C}$ ；

$T_{\max}$  —— 各测量点规定时间内测量的最高温度， $^{\circ}\text{C}$ ；

$T_s$  —— 微波消解仪标称温度值， $^{\circ}\text{C}$ 。

## C.3 标准不确定度来源

- (1) 被校微波消解仪测量重复性引入的标准不确定度分量  $u_1$ ；
- (2) 标准器分辨力引入的标准不确定度分量  $u_2$ ；
- (3) 标准器修正值引入的标准不确定度分量  $u_3$ ；
- (4) 标准器稳定性引入的标准不确定度分量  $u_4$ ；

由于上偏差与下偏差不确定度来源和数值相同，因此本规范仅以上偏差为例进行不确定评定。

## C.4 标准不确定度分量

C.4.1 被校微波消解仪测量重复性引入的标准不确定度分量  $u_1$ 

在  $170.0^{\circ}\text{C}$  校准点重复测量 10 次，得到 10 次测量值，测量数据见表 C.1。

表 C.1 重复性测量

| 测量次数 | 测得值/ $^{\circ}\text{C}$ | 测量次数 | 测得值/ $^{\circ}\text{C}$ |
|------|-------------------------|------|-------------------------|
| 1    | 169.773                 | 6    | 169.411                 |
| 2    | 170.151                 | 7    | 169.658                 |
| 3    | 169.666                 | 8    | 169.880                 |

|   |         |    |         |
|---|---------|----|---------|
| 4 | 169.732 | 9  | 169.608 |
| 5 | 169.452 | 10 | 169.789 |

标准偏差  $s$  用式 (C.2) 计算:

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}} = 0.21^\circ\text{C} \quad (\text{C.2})$$

$$\text{则 } u_1 = s = 0.21^\circ\text{C}$$

#### C.4.2 标准器分辨力引入的标准不确定度分量 $u_2$

标准器分辨力为  $0.001^\circ\text{C}$ , 不确定度区间半宽  $0.0005^\circ\text{C}$ , 服从均匀分布, 则分辨力引入的标准不确定分量:

$$u_2 = 0.0005/\sqrt{3} \approx 0.00^\circ\text{C}$$

#### C.4.3 标准器修正值引入的标准不确定度分量 $u_3$

标准器修正值引入的不确定度为  $U=0.10^\circ\text{C}$ ,  $k=2$ , 则标准器修正值引入的标准不确定度分量:

$$u_3 = U/k = 0.10/2 = 0.05^\circ\text{C}$$

#### C.4.4 标准器稳定性引入的不确定度分量 $u_4$

本标准器相邻两次校准温度修正值最大变化  $0.10^\circ\text{C}$ , 按均匀分布, 由此引入的标准不确定度分量:

$$u_4 = 0.10/\sqrt{3} = 0.06^\circ\text{C}$$

#### C.5 标准不确定度分量汇总表

标准不确定度分量汇总表见表 C.2。

表 C.2 温度上偏差标准不确定度分量汇总表

| 标准不确定度符号 | 不确定度来源  | 标准不确定度               |
|----------|---------|----------------------|
| $u_1$    | 温度测量重复性 | $0.21^\circ\text{C}$ |
| $u_2$    | 标准器分辨力  | $0.00^\circ\text{C}$ |
| $u_3$    | 标准器修正值  | $0.05^\circ\text{C}$ |
| $u_4$    | 标准器稳定性  | $0.06^\circ\text{C}$ |

#### C.6 合成标准不确定度

由于 $u_1$ 、 $u_2$ 、 $u_3$ 、 $u_4$ 相互独立，则合成标准不确定度 $u_c$ 按式 (C.3) 计算：

$$u_c = \sqrt{u_1^2 + u_2^2 + u_3^2 + u_4^2} = 0.22^\circ\text{C} \quad (\text{C.3})$$

#### C.7 扩展不确定度

取包含因子  $k=2$ ，温度上偏差扩展不确定度为： $U=k \times u_c=0.44^\circ\text{C} \approx 0.4^\circ\text{C}$

#### C.8 不确定度报告

不确定度报告见表 C.3。

表 C.3 微波消解仪温度上偏差测量不确定度报告

|                                            |       |
|--------------------------------------------|-------|
| 校准温度/ $^\circ\text{C}$                     | 170.0 |
| 温度上偏差 $\Delta T_{\max}/^\circ\text{C}$     | 0.2   |
| 温度上偏差扩展不确定度/ $^\circ\text{C}$<br>( $k=2$ ) | 0.4   |