

国家计量技术法规统一宣贯教材

烘干法水分测定仪

国家质量监督检验检疫总局计量司 审定

上海市计量测试技术研究院 苏祎 主编

JJG658-2010

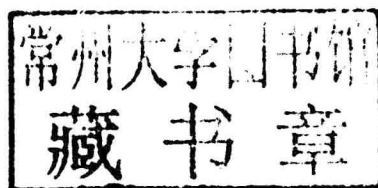
JJG658-2010

JJG658-2010

国家计量技术法规统一宣贯教材

烘干法水分测定仪

国家质量监督检验检疫总局计量司 审定
上海市计量测试技术研究院 苏祎 主编



中国质检出版社

图书在版编目 (CIP) 数据

烘干法水分测定仪 / 苏祯主编. —北京: 中国质检出版社, 2011. 5

国家计量技术法规统一宣贯教材

ISBN 978-7-5026-3099-7

I. ①烘… II. ①苏… III. ①水分计-教材 IV. ①TH83

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2011) 第 065957 号

内 容 提 要

本书对检定规程 JJG 658—2010《烘干法水分测定仪》的全部内容作了解释, 对测量程序的要求作了详细介绍, 尤其突出了对烘干装置的计量检定过程的操作说明, 有效解决了检定规程执行中的统一性和可操作性问题。

本书适合从事相关计量检测检定及从业人员阅读。

中国质检出版社出版发行

北京市朝阳区和平里西街甲 2 号 (100013)

北京市西城区复外三里河北街 16 号 (100045)

网址: www.spc.net.cn

电话: (010) 64275360 68523946

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

各地新华书店经销

*

开本 880 mm × 1230 mm 1/16 印张 6.75 字数 146 千字

2011 年 5 月第 1 版 2011 年 5 月第 1 次印刷

*

定价: 30.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话: (010) 68510107

编 委 会

主 编：苏 祎

编 委：（按姓氏笔画排序）

丁京鞍	王 江	王 健	刘 炜	朱 俊
张 志	余培英	杨琪琪	柳建明	钟瑞麟
姚 弘	梁 辉	董文忠	程丽苑	董 莉
葛 锐	惠程智			

序

2010年11月，国家质量监督检验检疫总局颁布了JJG 658—2010《烘干法水分测定仪》检定规程。该规程是对JJG 658—1990《烘干法谷物水分测定仪》检定规程的第一次修订。该规程参照OIML国际建议《水分测定仪》和国际建议《非自动衡器》，是对烘干法水分测定仪进行计量控制的完整的计量技术法规。

在物质的生产和销售过程中物质本身的水分含量是一个至关重要的因素，它影响着物质的贮存、价格和品质。烘干法水分测定仪的技术革新增加了该类水分测定仪从制造到计量控制的技术难度。因此，为了提高我国烘干法水分测定仪的生产技术水平，规范现有的烘干法水分测定仪市场，加强对烘干法水分测定仪的法制计量管理，正确地按照检定规程的要求实施首次检定、后续检定以及烘干法水分测定仪产品质量监督抽查，各地方必须努力做好该规程的统一宣贯工作。

为配合该检定规程的宣贯，全国质量密度计量技术委员会委托规程起草单位编写了此书。本教材对检定规程的全部内容作了解释，对测量程序的要求作了详细介绍，尤其突出了对烘干装置的计量检定过程的操作说明，有效解决了检定规程执行中的统一性和可操作性问题。本教材不仅有大量不确定度评定的具体实例，同时还列举了17个系列和型号的水分测定仪的简易操作程序。本教材采用深入浅出的叙述方法，最大限度地让计量检定人员理解并掌握检定规程的内容，以便正确地执行检定规程。

全国质量密度计量技术委员会

2011年3月

前 言

JJG 658—2010《烘干法水分测定仪》国家计量检定规程的修订引用了国际法制计量组织 R59 国际建议《谷物或菜籽水分测定仪》和 R76 国际建议《非自动衡器》的部分条款，以 JJG 658—1990《烘干法谷物水分测定仪》检定规程和 JJG 1036—2008《电子天平》检定规程为基础，水分测量部分参考了 GB/T 601—2002《化学试剂标准滴定溶液的制备》。JJG 658—2010《烘干法水分测定仪》检定规程替代了 JJG 658—1990《烘干法谷物水分测定仪》检定规程。

古往今来，在物质的生产和销售过程中物质本身的水分含量都是一个至关重要的经济因素。物质中的含水量是影响其加工和贮存稳定性的主要原因之一，同时含水量也直接关系着大多数商品的质量与价格。当今社会商品中的含水量关系着商品的质量和买卖双方的切身利益，关系着国计民生，因此，随着科技水平的不断提高，人们对物质中的含水量日趋重视。据 ISO 9000 国际标准认证的要求，判定产品质量的衡量过程有了新的侧重点——水分含量。不论是在未来的认证审核中，还是在生产过程监控中，产品中含水量的控制都将是十分重要且必备的。多年来，国内外许多专家都致力于水分测定方法的研究。在众多水分含量测定的方法中，目前应用最广的就是基于“热重力原理”的水分测定方法，也就是我们现在俗称的“烘干失重法”，简称“烘干法”。

从我国自行研制的第一台模拟水分测定仪至今，烘干法水分仪的制造技术取得了革命性的进步。从应用领域而言，烘干法水分测定仪已从粮食行业发展到轻工、纺织、烟草、医药等各行业；从衡量方式而言，烘干法水分测定仪从原有的机械杠杆平衡原理发展为现在的应变片、称重传感器等；从烘干方式而言，除了原有的红外加热原理以外，红外陶瓷加热器、石英加热器、远红外加热器、卤素灯、微波、激光技术等先进的烘干技术都被引入了当今的快速水分测定仪中。因此，原有的 JJG 658—1990《烘干法谷物水分测定仪》检定规程已不再适应今天的水分仪市场。社会迫切需要一个既与国际接轨，又充分考虑到目前我国该类仪器的技术水平，具有科学性、先进性和可操作性的新规程，从而保证该类仪器的量值的准确性，完善现有检定技术，更好地开展计量检测和校准服务。新规程的修订工作历时一年半，调研了国内外主要生产商的技术现状，对市场上该类计量器具主要型号的产品性能也都进行了试验。规程的主起草人还与国外烘干法水分测定仪的技术专家进行面对面的沟通，了解水分计量的国内外动态，同时结合中国的市场因素修订原水分仪规程。因此，新规程既符合国际水分仪的计量要求，又反映了我国现有水分测定仪的技术水平，它覆盖了该计量器具的基本性能，同时也考虑到检定工作的科学性和可操作性等因素。

本书是为配合 JJG 658—2010《烘干法水分测定仪》检定规程的宣贯而编写的，其主要编写工作由上海计量测试技术研究院的苏祎完成。在本书的编写过程中得到了全国质量密度计量技术委员会、参与本规程起草的计量技术机构以及国内外水分测定仪生产企业的大力支持，谨此一并致谢。

编 者

2011.03

目 录

第1章 物质中水分研究的必要性	(1)
1 加工、贮存	(1)
2 价格	(1)
3 口感、品质	(1)
第2章 水分分析的方法	(3)
1 烘箱法	(3)
2 红外水分分析法	(5)
3 微波分析法	(13)
4 化学分析法	(15)
5 其他测量方法简介	(17)
第3章 “烘干法（热重力法）”水分分析的基本要素	(19)
1 “烘干法”的前提	(19)
2 “烘干法”分析原理	(19)
3 水分的定义	(20)
第4章 新旧规程的区别	(22)
1 适用范围	(22)
2 与国际接轨	(23)
3 修改了水分测定误差的检定的方法	(23)
第5章 水分测定误差检定方法的解析	(26)
1 选用氯化钠标准物质为检定标准的理由	(26)
2 氯化钠溶液的配制及存储要求	(27)
3 多种水分测定误差检定方法的比较	(28)
第6章 烘干法水分测定仪的分类及准确度等级	(30)
1 水分测定仪的分类	(30)
2 烘干法水分测定仪的准确度等级划分	(31)
3 水分测定仪的选择	(32)
第7章 烘干法水分测定仪的通用技术要求	(33)
1 外观要求	(33)
2 工作正常性要求	(34)
3 工作温度要求	(34)

4	功能要求	(35)
5	安全和可靠性	(35)
第 8 章	烘干法水分测定仪的计量性能	(38)
1	模拟水分测定仪	(38)
2	数字显示水分测定仪	(39)
第 9 章	烘干法水分测定仪的检定项目及方法	(41)
1	烘干法水分测定仪的检定项目	(41)
2	烘干法水分测定仪的检定方法	(41)
附录 1	烘干法水分测定仪检定证书内页格式	(48)
附录 2	烘干法水分测定仪检定结果通知书内页格式	(49)
附录 3	烘干法水分测定仪的不确定度评定示例	(50)
附录 4	氯化钠溶液的制备	(60)
附录 5	水分测定仪必要参数设定的方法	(62)

第 1 章 物质中水分研究的必要性

在物质的生产和销售过程中物质本身的水分含量都是一个至关重要的因素。其重要性主要取决于以下三个方面：

1 加工、贮存

众所周知，水分含量较低、相对干燥的物质一般比较容易加工和贮存。相对于水分含量高的物质，它们的保鲜时间更长一些。

2 价格

除了贮存过程，材料中的水分含量往往还是主要的经济影响因素。例如，原材料往往是以它们的重量来定价的，相同的单价下，材料的水分含量越高，重量就越重，总价也就越高。换言之，同质量的材料，水分含量越高，则材料的净重就越小，利润也就越少。

3 口感、品质

产品的水分含量或产品的净重也直接关系着产品的质量和口感。例如，在粮食产业，稻谷的水分含量是有控制的（10% ~ 18%），当稻谷中的水分含量超标时，则它在贮存过程中会变质。同样，在奶制品行业中，奶产品净质量中的脂肪含量是有规定的。由于脂肪带有香气，因此，含脂量越高的奶制品，口感越好。

鉴于物质中水分含量的重要性，人们越来越苛求原材料水分含量的准确性。为了确保工艺流程，原材料的贮存往往有一些特殊的规定，例如特定的水分含量。以往，人们常常通过感官，例如触觉、味觉、嗅觉，来感知物质干燥与否。这种判断标准往往是基于判断者的经验，是主观的，粗略的，人们无法真正量化物质中的水分含量。如今，随着技术的发展，一种以相对量的形式显示物质中水分含量的技术已经问世，人们能够基于视觉更直观地，更公正地量化物种中的水分含量。

原则上，如果我们要完全精确地量化物质的含水量，那么我们就得在显微镜下数物质中的水分子了，这个过程是极其耗时耗力的，无可操作性。为了平衡实用性和准确性之间的矛盾，多年来，国内外许多专家都致力于水分测定方法的研究。在众多水分含量测定的方法中，目前应用最广的就是基于“热重力原理”的水分测定方法，也就是我们

现在俗称的“烘干失重法”简称“烘干法”。

简而言之，伴随着 20 世纪初的科技革新以及制造业的兴起，据 ISO 9000 国际标准认证的要求，判定产品质量的衡量过程有了新的侧重点——水分含量。不论是在未来的认证审核中，还是在生产过程监控中，产品中含水量的控制都将是十分重要且必备的。当今社会商品中的含水量关系着商品的质量和买卖双方的切身利益，关系着国计民生，因此，随着科技水平的不断提高，人们对物质中的含水量也日趋重视。

第2章 水分分析的方法

1 烘箱法

烘箱法是水分分析的传统方法，在过去几十年里，该方法凭借其分析精度高的特点，占领着国内外的水分分析市场。截至目前，仍有许多行业，如烟草，医药等，将该水分分析方法列入行业标准。以下我们就该方法的设备、加热原理和实验步骤三方面来介绍它。

1.1 设备

在所有的烘干法中，烘箱法是最古老的，也是世界范围内最通用的一种水分分析法。其结构和操作原理类似于工业烘箱。烘箱是一个装有加热管的金属箱，通过加热管加热箱体內的空气，再由风扇将热空气均匀分布于整个样品腔。烘箱的形状和尺寸范围极广，小的可以成为实验室工作台上的便携式烘箱，大的可以是整间房，同时烘数百种样品。

烘箱本身是不能测量样品中的水分含量的，它必须借助秤或天平，从而获知样品烘干前后的质量。因此，有些使用者就直接将烘箱置于天平房间。通常情况下，天平、秤等衡量仪器是独立于烘箱分开操作的。图2-1显示了烘箱法中常用的设备。

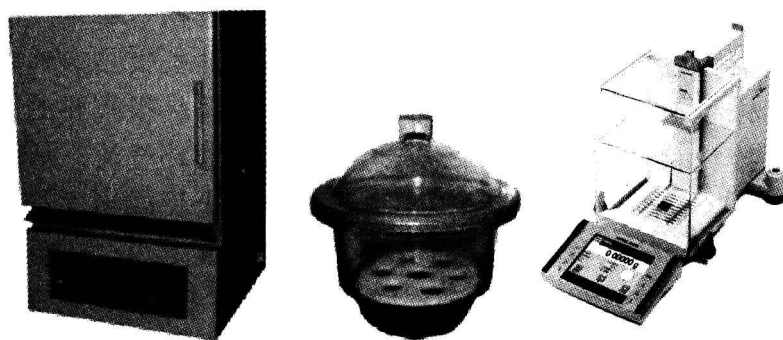


图2-1 烘箱法中的常用设备

1.2 烘干原理

烘箱法基于热传导原理，如图2-2所示。当烘箱内空气温度达到 103°C ~ 107°C 时，样品表层的水分首先开始蒸发，之后随着样品深层的水分不断向样品表面扩散，从而在样品内部形成一个水分分布梯度。对于热敏感性高的样品，例如 103°C 下会燃烧的干燥样

品可以选用真空烘箱进行水分分析。由于水的沸点会随着气压的降低而降低，因此热敏感性高的样品可以安全快速地在真空烘箱内进行低温蒸发。此外，该方法还可以减少烘干次数，提高效率。

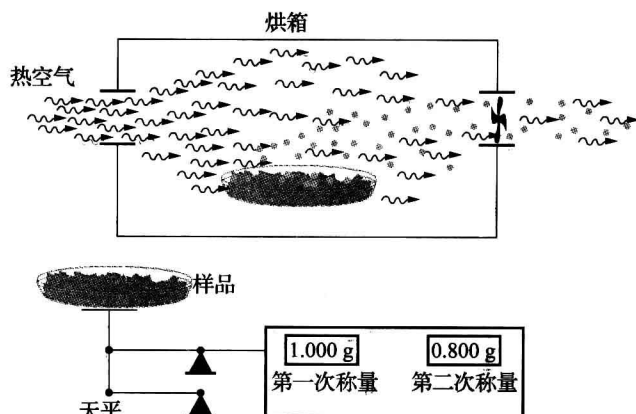


图 2-2 烘箱热传导水分分析原理图

烘箱法采用的是“无筛选”的水分分析技术，在测试结果中水分和挥发杂质一并存在。这些杂质与水分的比例取决于样品的材料，尤其是对不纯的材料，这个比例可能变化很大。另一方面，即使低挥发性杂质仅占烘箱中挥发出的“水分”中的一小部分，我们也无法将它们从上述所谓的“水分”中精确地分离出来。

1.3 实验步骤

首先，将玻璃或陶瓷的样品盘清空并将样品盘在天平上去皮。接着将样品放入样品盘，并在精密天平上称出样品的精确质量。之后，将样品盘放入烘箱，一个小时后取出冷却 20min。

为了防止样品在冷却过程中再次吸潮，样品必须放置在干燥箱内冷却。干燥箱是一个双底耐压玻璃容器，通常人们在底部铺上硅胶颗粒，硅胶吸收空气中的水蒸气，从而能够确保容器中的样品不会二次受潮。将样品冷却至室温是很重要的，因为热的样品和周围冷的环境直接接触时，样品底层与环境之间会形成循环气流，从而将样品托起，使得样品显示重量变小。这种变化即使很微小也能被分析天平或半微量天平分辨出来，从而干扰测量结果。而且，热的样品将会使机械天平的元件受热，在衡量系统内部产生热应力，从而进一步干扰称重结果。这种现象称为天平的“热漂移”。一旦样品盘和冷却的样品称量结束，就必须继续执行烘干过程，因为单一的称量无法确定样品是否烘至恒重。样品被再次放入烘箱中，30min 后取出样品置于干燥箱中冷却，之后再次称量。重复上述步骤直至称量值连续 3 次相同。只有在这种情况下表明样品已烘至恒重，烘干完毕。

综上所述，该测试的详细过程可能耗时 4 ~ 24h。耗时过长是烘干法的致命弱点。在实际行业标准中，操作时常常根据经验将第一次烘干时间延长至数小时，从而节省反复冷却的时间。而且，一个烘箱同时可以烘多个样品，对于样品量比较大时，这也可以节省一定的时间。

最后一次重复称量结束后，我们可以通过以下公式来计算样品质量减少量的百分比：

$$\text{水分含量} = \frac{(m_E - m_t) - (m_R - m_t)}{m_E - m_t} \times 100\%$$

式中： m_t ——样品盘的皮重；

m_E ——样品的初始质量（烘干前样品和样品盘的质量）；

m_R ——重复称量所得出的质量（烘干后的样品和样品盘的质量）。

含糖分的物质烘干时在物质表面会形成一层膜或壳。这就形成毛细作用封锁，严重时将导致样品内水分停止蒸发。为了防止这类情况的发生，在烘干前可将这类含糖类的样品与海滩沙混合。海滩沙一方面可以扩大样品表面积，另一方面沙子利用自身的间隙可以自然形成许多毛细管道，从而便于水蒸气从样品中分离出来。这种方法也可以用来缩短液体样品的烘干时间。

水分分析前必须明确海滩沙的有机杂质质量，因为有机杂质在烘干过程中会分解产生水分，从而导致额外的失重，影响分析结果。因此，在使用前应对海滩沙进行退火处理，从而除去海滩沙中的有机杂质。

1.4 烘箱法的特点及核验

由于这种技术是基于热对流原理的，因此，如果烘箱内的气流分布均匀，即在烘箱内任意位置测量的条件一致，则样品烘干时的空气温度可以用一个计量过的温度计直接测量。鉴于烘箱内气流分布均匀，温度波动不大这一特点，烘箱法逐渐变为其他水分分析法（包括红外加热法、微波分析法）的参考方法，它是目前唯一国际认可的烘干法（热重力法）水分分析法标准。烘箱法的应用范围很广，它能够分析任意形状样品及其水分含量等级。样品质量、烘干时间和烘干温度这三个参数是烘箱法的重要特性参数。

通过校验天平，我们就可以从计量学意义上校验烘箱法的分析结果。在校验这种分析方法之前，必须先对整套装置出具形式评价证书，从而对这个装置的特性、最大允许误差有一个精确的定义。之后用标准砝码检测该分析装置并根据该装置的特性和误差限对烘箱法这一分析方法进行严格的再校验。

2 红外水分分析法

为了获得比热对流烘箱更短的烘干时间，人们发现了另一种加热原理——吸热烘干方法。这种方法是将样品暴露于一种电磁红外线（IR）中。众所周知，红外线是热射线。图2-3显示了不同射线的波长。

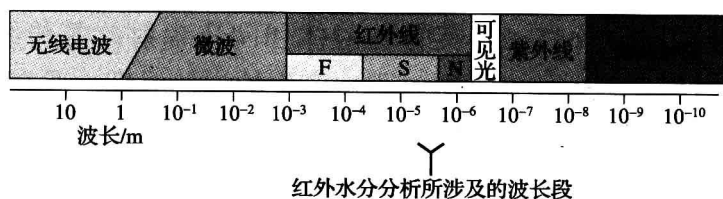


图2-3 波长示意图

在同等精度下，相对于烘箱加热，红外线能够将烘干时间平均缩短至 5 ~ 50min。然而，红外加热法每次只能分析一种样品。红外加热水分测定仪可以测试任何固体、糊状物质或液体物质，然而，高可燃性和有爆炸隐患的物质除外。我国最早的红外测定仪是基于机械单盘天平的。该类水分测定仪在 20 世纪七八十年代，广泛应用于我国的粮仓、药品等行业，并沿用至今。它是我国继烘箱法后的第一次水分分析技术上的革新。

2.1 加热器的种类及区别

如上文所述，红外线也是一种热射线。这也就说明任何能够发热的物质都是红外辐射体。红外辐射体产生红外光谱范围内射线的能力不是取决于某一种材料，而是取决于对材料的选择。例如光的颜色和辐射体表面的结构状况，尤其是温度，它们是影响放射线光谱范围和光谱密度的重要因子。红外放射线依据光学原理，能够通过凹透镜或聚光反射镜的聚光作用形成。下一步是开发一个能够产生大量红外线能量的放射体。图 2-4 为目前市场上的加热器。



图 2-4 加热件

对于低精度的使用环境，例如出厂检验和进口检验，一般选用弯曲的金属杆辐射体作为加热元件，这样仪器投入成本相对较低。红外灯、石英管辐射体和陶瓷辐射体都具有温度可调节和快速加热的优点。然而，在加热升温过程中，它们会产生温度过冲现象，即最高温度超过预设温度。一般，它们的温度过冲为 20℃，所以这类放射不适用于对烘干温度敏感度高的物质（高热敏感物质）。由于加热器的几何尺寸情况，这类加热器产生的热量在样品表面分布也是不均匀的，就如同金属杆辐射体一样。

与上述的各类传统红外加热器特性的优缺点相比，卤素灯辐射体属于技术比较领先的一种。如图 2-5 显示，卤素灯的加热比陶瓷加热器均匀。

卤素灯的升温速度比红外灯、石英管辐射体和陶瓷辐射体等传统红外辐射体更快，如图 2-6 所示，同时卤素辐射体在升温过程中产生的过冲温度一般在 3℃ ~ 5℃。

相比于其他型号的热源，卤素辐射体的热量分布是最均匀的，如图 2-7 所示。

此外，卤素灯辐射体在冷机启动（室温情况下的首次测定）和热机启动情况下都能获得很好的重现性，这对水分分析测量次数和测量结果的重复性都有绝对的影响，如图 2-8 所示。

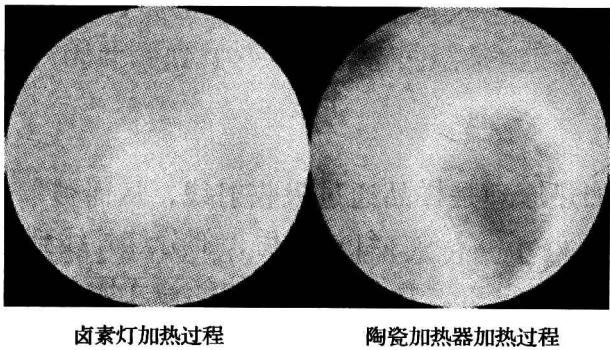


图 2-5 红外照相机拍摄的卤素灯和陶瓷加热器的加热过程的对比

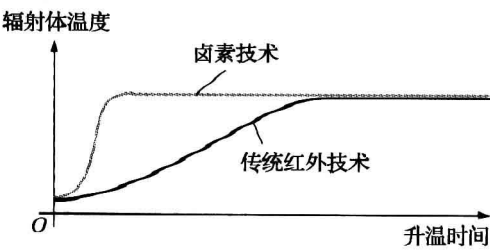


图 2-6 卤素技术和传统红外技术的升温时间对比

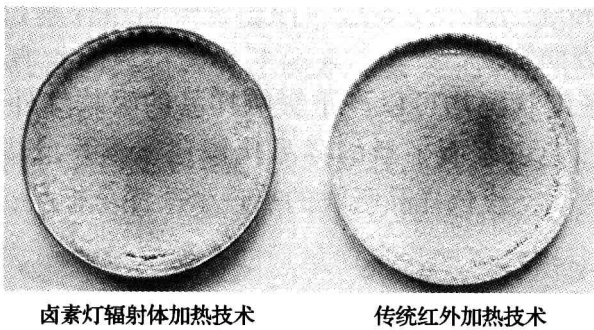


图 2-7 卤素灯辐射体和传统红外加热技术热量分布对比

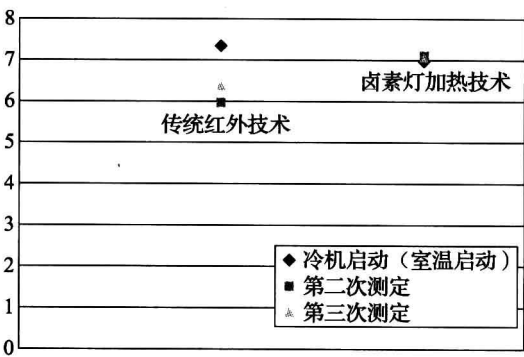


图 2-8 卤素灯加热技术和传统红外加热技术在各次测定时的结果对比

所以，在选择水分仪之前，最重要的是确定加热元件的性能：良好的加热性能、均匀的温场以及可重现的测定结果。

2.2 加热原理

红外水分测定仪的加热原理是样品通过吸收射线，从而被加热或烘干。热源辐射出红外线后，部分红外线到达样品表面被反射回来，部分红外线畅通无阻地穿透样品（类似光线的传播），最后剩下的一部分射线才被样品吸收，如图 2-9 所示。

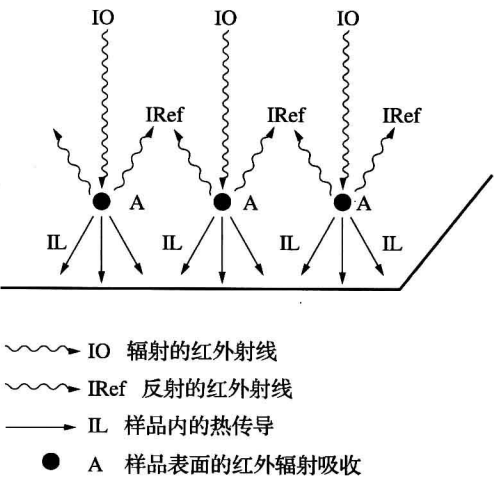


图 2-9 红外加热原理图

根据红外线的特点，影响样品吸热能力的因素有以下三点：

(1) 样品在试样盘中的平铺高度

根据样品材料的不同结构，一般红外线的穿透能力为 2mm ~ 5mm。如果样品盘上平铺的样品高度高于上述红外线的穿透距离，则样品内部是通过热传导加热的。换言之，是样品表面吸收了红外线的受激分子逐步将能量传给相邻的分子，

以实现热传导。红外水分测定仪所需的样品量一般为 2g ~ 20g，平铺在加热盘上的高度约为 5mm。

(2) 样品的颜色和表面密度

样品的颜色和表面密度状况均可以严重影响样品的吸收红外线的的能力，从而影响样品的加热过程。通常，浅色、表面平滑的样品比深色、不平滑或粗糙的样品反射力强。因此，在同样的辐射强度下，浅色样品吸收的热量少于深色样品，如图 2-10 所示。

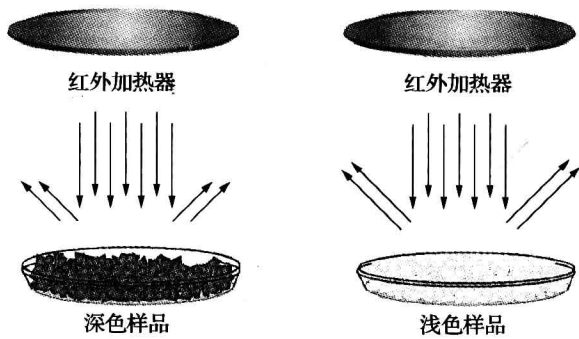


图 2-10 不同颜色样品的吸热示意图

(3) 样品失水的动态过程

即使在一个加热过程中，样品的吸热特性也是不断变化的。例如，样品水分的流失将导致样品表面变暗，这将使样品的吸热能力增强，从而加快样品的受热过程。又例如，在一些样品中，低水分含量可能导致热传导率的降低。样品吸热能力和热传导率的降低，还可能导致样品部分或全部分解。