

中华人民共和国国家标准

GB/T 27506—2011

机械称量式烘干法水分测定仪

Mechanical weighing moisture analyzer drying
of

2011-10-31 发布

2012-01-01 实施

中国国家标准化管理委员会 19

别 置

请注意本标准的某些内容有可能涉及专利，本标准的发布机构不应承担识别这些专利的责任。

本标准附录 A 是资料性附录。

本标准由中国机械工业联合会提出并归口。

本标准主要起草单位：上海精密科学仪器有限公司、长沙湘仪天平仪器设备有限公司、机械工业仪器仪表综合技术经济研究所、中国仪器仪表行业协会实验室仪器分会、上海舜宇恒平科学仪器有限公司、沈阳龙腾电子有限公司、长沙湘平科技发展有限公司。

本标准参加起草单位：上海良平仪器仪表有限公司、上海菁海仪器有限公司、上海民桥精密科学仪器有限公司、沈阳计量研究所、上海市计量测试技术研究院、湖南省计量检测研究院、常州市富月砝码有限公司。

本标准主要起草人：董莉、周凌嵘、金丽辉、王家龙、吴群、张志、熊一凡、李沪仓、张柏荣、归剑刚、杨秀英、朱俊、钟小军、忻秀月、邓爱群、冯晓升、张光荣。

机械称量式烘干法水分测定仪

1 范围

本标准规定了机械称量式烘干法水分测定仪的基本参数、要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输及贮存。

本标准适用于对 $0\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 200\text{ }^{\circ}\text{C}$ 物理形态和化学形态相对稳定的样品进行游离水分含量测定的机械称量式烘干法水分测定仪（以下简称水分仪）。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包括勘误的内容）或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB/T 191—2008 包装储运图示标志（ISO 780:1997, MOD）

GB/T 2829 2002 周期检验计数抽样程序及表（适用于对过程稳定性的检验）

GB/T 9969 2008 工业产品使用说明书总则

GB/T 11606 2007 分析仪器环境试验方法

JJG 98—2006 机械天平

3 基本参数

3.1 水分仪衡量装置的分度值

3.1.1 衡量装置的实际分度值

以质量单位表示的水分仪衡量装置相邻两个示值之差为水分仪的衡量装置的实际分度值，用 d 表示。

3.1.2 衡量装置的检定分度值

以质量单位表示的水分仪的衡量装置用于划分等级与进行计量检定的值为检定分度值，用 e 表示。

3.1.3 实际分度值 d 与检定分度值 P 的规定

实际分度值 d 等于检定分度值 e ，它应当取 1×10^{-k} 或 2×10^{-k} 或 5×10^{-k} 的形式，其中： k 为正整数、负整数或零。

3.2 准确度级别

3.2.1 水分仪按其衡量装置的检定分度值和检定分度数（衡量装置的最大称量与检定分度值之比），划分成下列两个准确度级别：

a) 特种准确度级符号为（Ⅰ）；

b) 高准确度级符号为（Ⅱ）。

3.2.2 准确度级别与检定分度值和检定分度数的关系应符合表 1 的规定。

表 1

准确度级别	分度值	分度数	
		最小	最大
①	$E \leq 0.001$	50 000	不限制
②	$0.001\text{ g} < e \leq 0.05\text{ g}$	100	100 000
	$0.1\text{ g} \leq e$	5 000	

3.3 正常工作条件

3.3.1 室内环境温度、相对湿度应符合表2的规定。

3.3.2 电源电压：220 V，具有一15%和+10%的允许偏离额定值；频率：50 Hz，具有±2%的允许偏离额定值。

3.3.3 水分仪周围应无腐蚀性气体，无影响水分仪性能的振动和气流的存在。

表2

准确度级别	温度范围	温度波动度不大于 ℃/h	相对湿度不大于 %
①	15~30	1	75
①	10h32	2	80

4 要求

4.1 外观及结构

4.1.1 水分仪表面镀层或涂层，色泽应均匀，不应有露底、起层、起泡、水渍（水迹）、斑痕、毛刺、裂纹及明显的擦痕。

4.1.2 水分仪的各个开关应定位准确，运用自如。

4.1.3 水分仪的光学衡量装置投影窗中的微分标尺的刻线应清晰，不应有显见的歪斜，读数视准线的宽度不应大于投影窗中显见的微分标尺的刻线宽度，视准线应与该标尺的刻线相平行。

4.1.4 烘干装置内的温度计分度值不应大于2℃。

4.2 衡量装置

水分仪衡量装置的示值误差、重复性、分度值误差应符合表3的规定。

表3

准确度级别	示值误差	重复性	分度值误差
①	±e	≤e	+2/1
①	±e	≤P	

4.3 烘干装置

水分仪的加热装置的温度显示允差、水分测定准确度应符合表4的规定。

表4

准确度级别	加热装置温度显示允差 ℃	水分测定准确度 %
①		±0.2
①	±2	±0.5

4.4 其他重要部件

4.4.1 标尺

刻度线分度的间距应相等或按一定规律变化（不小于1ram），刻线宽度应均匀（不大于0.3mm）。

4.4.2 指针

针尖宽度不应大于分度线的宽度，指针与标尺之间的距离不大于2mm。

4.4.3 阻尼

指针偏离平衡位置5个分度时，在阻尼器的作用下，其摆动不应超过3周期。

4.4.4 试样盘

同一台水分仪中所有试样盘之间的质量差值不应大于该水分仪的分度值。

4.4.5 水准器

水准器灵敏度不应低于 $10'$ 。

注：水准器灵敏度不大于水准器中水准泡公称角值的 15% 。

4.5 电压变化

在 220 V ，具有一 15% 和 + 10% 允许偏离额定值的交流电网供电时，水分仪基本性能应符合表 3 的规定。

4.6 安全要求

4.6.1 介电强度

在采用规定值的介电强度电压试验时，水分仪不应出现击穿或重复飞弧（电晕效应和类似现象可忽略不计）。

4.6.2 保护接地连续性

水分仪的保护导体端子与规定要采用保护连接的每一个可触及零部件之间的阻抗不应超过 $0.1\ \Omega$ （电源线的阻抗除外）。

4.6.3 接触电流

水分仪的接触电流是正弦波电流有效值，为 $0.5\ \text{mA}$ 。

4.7 运输、贮存适应性

水分仪在包装条件下，模拟运输、贮存基本环境条件，进行高温、低温、湿热、跌落和碰撞试验。每次试验结束后打开包装进行测试，其结果应符合 4.1~4.4 的规定。

5 试验方法

5.1 试验条件

水分仪的试验条件应符合 3.3 的规定。

5.2 试验设备

5.2.1 应配备一组标准砝码，其扩展不确定度（ $k=2$ ）不应大于被检水分仪在该载荷下最大允许误差的三分之一。

5.2.2 应配备分度值不大于 $0.1\ \text{mg}$ 的天平。

5.2.3 其他有关试验用的器具如下：

- a) 灵敏度不小于 $10'$ 的水准仪；
- b) 最大允许误差为 $\pm 0.6\%$ 的 $5\ \text{mL}$ 移液器；
- c) 准确度为 $0.1\ \text{s}$ 的秒表；
- d) 玻璃纤维滤纸；
- e) 氯化钠国家标准物质（以下简称氯化钠标物），编号：GBW 06103b。

5.3 外观及结构试验

用目视和手动操作的方法进行检测，其结果应符合 4.1 的规定。

5.4 衡量装置试验

5.4.1 衡量装置的示值误差试验

在水分仪的试样盘内加入相当于标尺全长所对应质量的标准砝码，打开并调整衡量装置，使指针与标尺零位分度线相重合或微分标尺零线与基准线相重合，然后按照标尺全长较均匀分为 5 个称量点（应包括：空载、标尺最大载荷点、最大称量），分别依次减去称量点上的标准砝码，每个称量点上所产生的示值误差应符合表 3 的规定。

5.4.2 衡量装置的重复性及分度值误差试验

水分仪衡量装置的重复性、分度值误差试验按 JJG 98—2006 中 5.3.4.2 进行，其结果应符合表 3 的规定。

5.5 烘干装置试验

5.5.1 水分仪加热装置温度显示允差试验

用目视方法进行检测，观察时间不少于30min，其结果应符合4.3的规定。

5.5.2 水分测定准确度试验

5.5.2.1 试样配制

选取氯化钠标物，配备5%±0.02%的标准氯化钠(NaCl)溶液(参见附录A)。

5.5.2.2 试验步骤

试验步骤如下：

- a) 将玻璃纤维滤纸放在水分仪试样盘上，在105℃温度下预烘10min。关闭加热装置。
- b) 调节秤盘上的砝码，使水分仪的指示刻度回到零点附近，记下此时秤盘上的砝码质量值R。然后取走秤盘上5g砝码，并用移液器移取5mL NaCl溶液，将其均匀地滴在玻璃纤维滤纸上，开启衡量装置，待读数平稳后记下此时的刻度线示值z，和秤盘上的砝码质量值n。
- c) 关闭衡量装置后打开加热装置，以平缓的升温速率使温度升至105℃±2℃并保持1h恒重时间。然后打开衡量装置，待读数稳定后记下此时的刻度线示值z'，如果示值超出了显示的范
围，可以在秤盘上增减砝码并记下增减砝码的质量值r：和最终的平衡位置z。'，并按式(1)计算试样的水分准确度。

$$M = \frac{z' - z}{z - z'} \times 100\% \dots \dots \dots (1)$$

式中：

M。——水分测定准确度；

z，——烘干前平衡位置的示值，单位为克(g)；

z'——烘干后平衡位置的示值，单位为克(g)；

R——玻璃纤维滤纸预烘后，未加氯化钠溶液试样前，衡量装置处于平衡位置时，秤盘上砝码的质量值，单位为克(g)；

n——加5%的氯化钠溶液试样后，烘干前秤盘上砝码的质量值，单位为克(g)；

r——烘干后，为使衡量装置平衡而向秤盘上添加砝码的质量值，单位为克(g)。

5.6 其他重要部件试验

5.6.1 标尺、指针、阻尼试验

用目视和手动操作的方法进行检测，其结果应符合4.4.1、4.4.2、4.4.3的规定。

5.6.2 试样盘试验

用天平分别称量试样盘，其结果应符合4.4.4的规定。

5.6.3 水准器试验

用水准仪进行测试，其结果应符合4.4.5的规定。

5.7 电压变化试验

水分仪在正常工作条件下稳定后，分别在最高工作电压、额定工作电压和最低工作电压时测试衡量装置，其结果应符合4.5的规定。

5.8 安全要求试验

5.8.1 介电强度试验

5.8.1.1 在正常工作条件下，水分仪处于非工作状态，电源开关置于接通位置。

5.8.1.2 使用耐压测试仪，在基本绝缘部位之间施加在电网电源电路的基本绝缘试验电压为50Hz交流有效值1690V。

注：基本绝缘部位是指在正常条件下是危险带电的电路(电源输入端)与保护导体端子连接的可触及零部件(例如与保护导体端子连接的金属外壳等)。

5.8.1.3 在进行试验时，电压要在5 s或5 s以内逐渐升高到规定值，使电压不出现明显的跳变，然后保持5 s，其结果应符合4.6.1的规定。

5.8.2 保护接地连续性试验

使用接地电阻测试仪，设置直流2.5 A或交流2.5 A、50 Hz，在一端为器具输入插座的接地销，以及另一端为保护连接要求与保护导体端子相连的可触及导电零部件之间进行接地连续性试验。通过施加试验电流1 min（试验电压不得超过1.2 V），按式（2）计算阻抗，其结果应符合4.6.2的规定。

$$Z = \frac{U}{I}$$

 阻抗

U——试验电压；

I——试验电流。

5.8.3 接触电流

使用接触电流测试仪，设置电源供电电压24.2 V，水分仪处于工作状态。对具有保护导体端子或功能接地连接的水分仪，测量网络（测试棒）的一端应连接到保护导体端子上，另一端应连接到水分仪的任意可触及部分。按换相键，重复测试，其结果应符合4.6.3的规定。

5.9 运输、贮存适应性试验

5.9.1 高温试验

把外包装好的水分仪放在常温环境下达到温度平衡后，放入高温试验箱（室）内。将试验温度以不大于1℃/min的升温速率（不超过5 min的平均值）升温到55℃±3℃，保持4 h，再降温，待恢复至常温后将水分仪取出，在正常工作条件下放置24 h后进行测试，其结果应符合4.7的规定。

5.9.2 低温试验

把外包装好的水分仪放在常温环境下达到温度平衡后，放入低温试验箱（室）内。将试验温度以不大于1℃/rain的降温速率（不超过5 min的平均值）降温到-40℃±3℃，保持4 h，再升温，待其恢复至常温后将水分仪取出，在正常工作条件下放置24 h后进行测试，其结果应符合4.7的规定。

5.9.3 湿热试验

把外包装好的水分仪放在常温环境下达到温湿度平衡后，放入湿热试验箱中，按照GB/T 11606—2007中第8章规定的（温度、相对湿度选贮运条件组）方法进行试验，试验后将水分仪在正常工作条件下放置24 h后进行测试，其结果应符合4.7的规定。

5.9.4 跌落试验

把外包装好的水分仪，按GB/T 11606—2007中第17章规定的方法进行试验，试验后在正常工作条件下放置24 h后进行测试，其结果应符合4.7的规定。

5.9.5 碰撞试验

把外包装好的水分仪按GB/T 11606—2007中第18章规定的方法进行试验，试验后在正常工作条件下放置24 h后进行测试，其结果应符合4.7的规定。

6 检验规则

6.1 检验分类

水分仪的检验分为：

- a) 出厂检验；
- b) 定型检验；
- c) 周期检验。

6.2 出厂检验

6.2.1 水分仪的出厂检验由质量检验部门逐台检验，合格后签发产品合格证，方能出厂。

6.2.2 出厂检验的项目、要求及试验方法的条款号见表5。

表5

序号	检验项目	要求的条款号	试验方法的条款号	出厂检验	周期检验
1	外观及结构	4.1	5.3 ₃	●	●
2	重量装置	4.2	5.4	●	●
3	烘干装置	4.3	5.5	●	●
4	其他重要部件	4.4	5.6	●	●
5	电压变化	4.5	5.7	—	●
6	介电强度	4.6.1 ₁	5.8.1 ₁	●	●
7	保护接地连续性	4.6.2 ₂	5.8.2 ₂	—	●
8	接触电阻	4.6.3 ₃	5.8.3 ₃	—	●
9	运输、贮存适应性	4.7	5.9	—	●

注：符号“●”表示应检验的项目，符号“—”表示不必检验的项目。

6.2.3 定型检验

6.2.3.1 水分仪定型检验的样本为3台，检验项目为4.1~7.1，所有项目应符合规定的要求。

6.2.3.2 经定型检验合格的水分仪修整、更换寿命终了或接近终了的零部件后，应重新进行出厂检验。检验合格后，经产品合格方能出厂。

6.3 周期检验

6.3.1 检验情况

在下列情况之一时进行周期检验：

- a) 正常生产时应每年进行不少于一次的检验；
- b) 产品停产一年后恢复生产时；
- c) 出厂检验结果与上次周期检验有较大差异时；
- d) 质量监督机构要求时。

注：特殊订货或批量生产的水分仪除外。

6.3.2 抽样方案及合格或不合格判断

6.3.2.1 周期检验采用GB/T 2829-2002中判别水平L₁的二次抽样方案。周期检验的项目及要求及试验方法的条款号见表5。

6.3.2.2 周期检验项目的不合格分类、不合格质量水平(RQL)、判别水平(DL)及判定数组(Ac, Re)见表6。

6.3.2.3 周期检验按GB/T 2829-2002的规定进行合格或不合格判断，其中批重量以每百单位产品不合格数表示。

6.3.3 样本抽取

周期检验的样本应在出厂检验合格品中随机抽取。

6.3.4 周期检验后的处置

6.3.4.1 周期检验不合格，应分析原因，找出问题并落实措施，重新进行周期检验。检验合格，则应停止整顿，产品停止出厂检验，待解决问题，周期检验合格，方可恢复出厂检验。

6.3.4.2 若周期检验合格，经出厂检验合格的批可以做为合格品出厂或入库。

表6

序号	不合格分类	检验项目	条款	不合格质量水平 (RQL)	判别水平 (DL)	抽样方案	
						样本量 n	判定组数(AcRRe)
1	A	外观	4.1.1	30	I	3	(0,1)
2		衡量装置	4.1.2				
3		烘干装置	4.1.3				
4		其他重要零件	4.1.4				
5		电压变化	4.1.5				
6		安全要求	4.1.6				
7	B	运输、贮存适应性	4.1.7	65			(1,2)

7 标志

7.1 必备标志

下列标志必备：

- 产品名称及型号；
- 制造计量器具许可证标志和编号；
- 生产单位名称；
- 最大称量 M_{max} ；
- 分度值；
- 准确度级别符号；
- 出厂编号；
- 高温警示标志。

7.2 适当时的必备标志

下列标志适当时必备：

- 出厂日期；
- 水分仪的烘干温度范围 $e \dots ^\circ\text{C} / \dots ^\circ\text{C}$ ；
- 电源电压、频率的额定值；
- 在满足正常工作要求时的特殊温度界限 $e \dots ^\circ\text{C} / \dots ^\circ\text{C}$ 。

7.3 包装标志

包装标志应符合下列内容：

- 产品名称、型号及商标；
- 执行产品标准号；
- 包装储运图示标志应符合 GB/T 191-2008 中“易碎物品”、“向上”、“怕雨”、“堆码层数极限”等的规定；
- 制造计量器具许可证标志和编号；
- 生产单位名称、地址、邮政编码；
- 包装箱外型及重量。

7.4 使用说明书

使用说明书的内容应符合 GB/T 9969-2008 的规定。

8 包装、运输、贮存

8.1 包装

8.1.1 1 水分仪的包装应符合设计图纸规定。

8.1.2 2 水分仪的随机文件应包括：

- a) 装箱单；
- b) 合格证；
- c) 使用说明书。

8.2 运输

水分仪在包装完整的情况下允许用一般交通工具运输。在运输过程中应防止受到剧烈震动、雨淋与暴晒。

8.3 贮存

水分仪应贮存在 -10°C ~ $+55^{\circ}\text{C}$ 、相对湿度不大于85%RH的通风库房中，库房中不应有腐蚀性气体和腐蚀性化学药品，贮存期不应超过一年。

附录 A
(资料性附录)
氯化钠溶液的制备

A.1 国家标准物质氯化钠

本标准中使用的氯化钠应为国家标准物质,编号:GBW06103b,由水溶液试验用水应符合 GB/T 6682—2008 中三级水的规格,氯化钠溶液的制备方法符合 GB/T 603—2002 中的有关规定。

A.2 氯化钠标准溶液的浓度

氯化钠标准溶液的浓度是该溶液在 20℃ 时的浓度。在氯化钠标准溶液标定、直接制备时若温度有差异,应根据 GB/T 601—2002 中附录 A 进行修正。

A.3 标定、直接制备和使用的器具

氯化钠标准溶液的标定、直接制备和使用时所用的分析天平、砝码、滴定管、容量瓶、单标线吸管、移液器等均为经过相应的检定机构检定合格的计量器具。

A.4 氯化钠标准溶液的配制和标定方法

A.4.1 配制

配制步骤如下:

- a) 将氯化钠(国家标准物质,编号:GBW06103b)置于 105℃ 烘箱内烘至恒重;
- b) 称取 0.0000 g ± 0.001 g 氯化钠(国家标准物质,编号:GBW06103b),置于 250 mL 容量瓶中;
- c) 向容量瓶中滴加 100.000 g ± 0.001 g 蒸馏水,摇匀。

A.4.2 标定

A.4.2.1 按 GB/T 9725—1988 的规定测定,其中用移液器量取 5.00 mL 配制好的氯化钠溶液,加 40 mL 水、10 mL 淀粉溶液(10g/L),以 2 号银电极作指示电极,217 型双盐桥饱和甘汞电极作参比电极,用硝酸银标准滴定溶液 [c(AgNO₃) = 0.1 mol/L] 滴定,并按 GB/T 9725—1988 中 6.2.2 的规定计算 V₀。

A.4.2.2 氯化钠标准溶液的体积浓度,数值以摩尔每升 (mol/L) 表示,按式 (A.1) 计算:

c(NaCl) = (V₀ c₁) / V (A.1)

式中:

V₀——可 V₀ c₁

c(NaCl)——氯化钠标准溶液的体积浓度;

V₀——硝酸银标准滴定溶液的体积数值,单位为毫升 (mL);

c₁——硝酸银标准滴定溶液的浓度的准确数值,单位为摩尔每升 (mol/L);

V——氯化钠溶液的体积的准确数值,单位为毫升 (mL)。

A.4.2.3 查元素周期表得氯化钠的摩尔质量为 58.45 g/mol,根据式 (A.2) 获得氯化钠溶液的质量 (W) 除以体积浓度 (V),最后取 50 mL 此溶液,测得其密度为 ρ = 1.0307 g/mL,根据式 (A.3) 得氯化钠溶液的质量浓度。

c(NaCl) = c(NaCl) × m_{mol}(NaCl) (A.2)

式中:

c——氯化钠溶液的质量-体积浓度,单位为克每升 (g/L);

c ——氯化钠溶液的体积浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

m_{NaCl} ——氯化钠溶液的质量浓度,单位为克每摩尔(g/mol);

$$c(NaCl) = \frac{c(NaCl)}{\rho} \dots\dots\dots (A.3)$$

式中:

c ——氯化钠溶液的体积浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

ρ ——氯化钠溶液的质量浓度,单位为克每升(g/L);

示例:已知氯化钠标准溶液的浓度 $c(NaCl)$ 为 0.8823 mol/L , 根据其质量, 得出氯化钠溶液的质量-体积浓度为 $(W/V)_{NaCl} = 51.571 \text{ g/L} = 0.051571 \text{ g/mL}$, 根据式(A.3), 从而得出氯化钠溶液的质量浓度为 5.003% 。

A.4.2.4 标定标准氯化钠溶液的浓度时, 须两人进行试验, 分别各做四平行, 每人四平行测定结果极差的相对值不得大于重复性临界极差 $[C_{R_1}(4)]$ 的相对值 0.15% , 两人共八平行测定结果极差的相对值不得大于重复性临界极差 $[C_{R_2}(8)]$ 的相对值 0.18% , 取两人八平行测定结果的平均值为测定结果。在运算过程中保留五位有效数字, 浓度值报出结果取四位有效数字。

注1: 极差的相对值是指测定结果的极差值与测定平均值之比, 以“%”表示。

注2: 重复性临界极差的相对值是重复性临界极差值与测定平均值的比值, 以“%”表示。

A.4.3 标准氯化钠溶液贮存

A.4.3.1 标准氯化钠溶液在常温 $(15\text{ }^\circ\text{C} \sim 25\text{ }^\circ\text{C})$ 下保存时间一般不超过两个月。当溶液出现混浊、沉淀、颜色变化等现象时, 应重新制备。

A.4.3.2 贮存标准氯化钠溶液的容器, 其材料不应与溶液起理化作用, 壁厚最薄处不小于 0.5 mm 。

参 考 文 献

- [1] 5 GB/T 601—2002 化学试剂 标准滴定溶液的制备
- [2] GB/T 603—2003 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
- [3] GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法
- [4] 1 GB/T 9725—1988 化学试剂 电位滴定法通则
-