

# 新疆维吾尔自治区地方计量校准规范

JJF（新）131—2024

## 石墨消解仪校准规范

Calibration Specification for Graphite Digester

2024-12-31 发布

2025-06-30 实施

新疆维吾尔自治区市场监督管理局 发布

# 石墨消解仪校准规范

Calibration Specification for  
Graphite Digester

JJF(新)131—2024

归口单位：新疆维吾尔自治区市场监督管理局

主要起草单位：哈密市质量与计量检测所

参加起草单位：新疆维吾尔自治区计量测试研究院

中煤哈密发电有限公司

本规范委托新疆维吾尔自治区热工计量技术委员会负责解释

**本规范主要起草人：**

李银花（哈密市质量与计量检测所）

陈楠（哈密市质量与计量检测所）

郝世豪（哈密市质量与计量检测所）

**参加起草人：**

王栋（新疆维吾尔自治区计量测试研究院）

高鹏强（新疆维吾尔自治区计量测试研究院）

张文博（新疆维吾尔自治区计量测试研究院）

赵帅（中煤哈密发电有限公司）

# 目 录

|                             |      |
|-----------------------------|------|
| 引 言 .....                   | (II) |
| 1 范围 .....                  | (1)  |
| 2 引用文件 .....                | (1)  |
| 3 术语 .....                  | (1)  |
| 4 概述 .....                  | (1)  |
| 5 计量特性 .....                | (2)  |
| 6 校准条件 .....                | (2)  |
| 6.1 测量标准及其他设备 .....         | (2)  |
| 6.2 环境条件 .....              | (2)  |
| 7 校准项目和校准方法 .....           | (3)  |
| 7.1 校准项目 .....              | (3)  |
| 7.2 校准方法 .....              | (3)  |
| 7.3 数据处理 .....              | (4)  |
| 8 校准结果表达 .....              | (5)  |
| 9 复校时间间隔 .....              | (6)  |
| 附录 A 消解仪校准记录参考格式 .....      | (7)  |
| 附录 B 消解仪校准结果参考格式 .....      | (8)  |
| 附录 C 消解仪温度偏差的不确定度评定示例 ..... | (9)  |

# 引 言

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》与 JJF 1059.1—2012《测量不确定度评定与表示》共同构成本规范制定的基础性系列规范。

本规范为首次发布。

# 石墨消解仪校准规范

## 1 范围

本规范适用于(室温+10 °C)~400 °C的电加热式石墨消解仪(以下简称消解仪)的校准。其他类似的恒温加热设备也可参考本规范进行校准。

## 2 引用文件

本规范引用了下列文件：

JJF 1101 环境试验设备温度、湿度参数校准规范

JJF 1409 表面温度计校准规范

JJF 2019 液体恒温试验设备温度性能测试规范

GB/T 5170.1 电工电子产品环境试验设备检验方法 第1部分：总则

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、GB/T 5170.1 界定的术语和定义适用于本规范。

### 3.1 温度偏差 temperature deviation

消解仪在稳定状态下，各测量孔在规定时间内实测最高温度和最低温度与设定温度的上、下偏差。

[GB/T 5170.1—2016，术语和定义 3.2.4，有修改]

### 3.2 温度波动度 temperature fluctuation

消解仪在稳定状态下，规定时间间隔内各测量孔温度随时间变化的最大值。

[GB/T 5170.1—2016，术语和定义 3.2.6，有修改]

### 3.3 温度均匀度 temperature uniformity

消解仪在稳定状态下，某一瞬时各测量孔最高温度与最低温度之差的平均值。

[GB/T 5170.1—2016，术语和定义 3.2.8，有修改]

## 4 概述

消解仪主要由加热器件、石墨恒温块、温度传感器、温控器等组成。消解仪通过电加热方式对恒温块进行加热，恒温块预先制作了若干孔位，石墨温控器读取传感器温度并控制石墨块温度平衡，以提供温度可调、均匀稳定的温场。消解仪按结构可分为分离式和一体式两大类。

## 5 计量特性

消解仪的计量特性包含温度偏差、温度波动度、温度均匀度。对计量特性有具体要求的设备，技术要求可参照相应的技术文件的规定。

## 6 校准条件

### 6.1 测量标准及其他设备

温度测量标准通常由温度传感器和多通道温度测量仪组成，传感器数量应不少于 5 个。其在与消解仪对应温度范围内的不确定度应不大于消解仪温度偏差最大允许值的绝对值的 1/3。技术要求见表 1。

表 1 技术要求

| 序号                                                                                                                                                                                                                                                                | 名称                      | 测量范围                          | 技术要求                                                                                     |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------|-------------------------------|------------------------------------------------------------------------------------------|
| 1                                                                                                                                                                                                                                                                 | 多通道温度测量仪(配四线制铂电阻)       | $(0\sim 300)^{\circ}\text{C}$ | 分辨力：不低于 $0.01^{\circ}\text{C}$<br>最大允许误差： $\pm(0.15^{\circ}\text{C}+0.002 t )$           |
| 2                                                                                                                                                                                                                                                                 | 多通道温度测量仪(配热电偶或自重式表面热电偶) | $(0\sim 400)^{\circ}\text{C}$ | 分辨力：不低于 $0.01^{\circ}\text{C}$<br>最大允许误差： $\pm 1.5^{\circ}\text{C}$ 或 $\pm 0.004\cdot t$ |
| 注：<br>1、标准器测量范围以能覆盖被校消解仪实际校准范围为准。<br>2、含保护管的传感器，保护管外径应不大于 4 mm、长度应不大于 40 mm。<br>3、测量标准技术指标为包含传感器和带参考端温度补偿的采集设备的整体指标。<br>4、热电偶测量标准的最大允许误差在 $\pm 1.5^{\circ}\text{C}$ 与 $\pm 0.004\cdot t$ 中取较大值。<br>5、自重式表面热电偶(简称表面热电偶)作为测量标准时，应确保感温元件与孔底紧密接触。<br>6、也可采用满足要求的其他设备。 |                         |                               |                                                                                          |

### 6.2 环境条件

温度： $(15\sim 35)^{\circ}\text{C}$ ；相对湿度：不大于 85 %，不应有机械振动、较强空气对流等

影响测量结果的环境因素，环境条件还应满足测量标准正常使用的要求。

## 7 校准项目和校准方法

### 7.1 校准项目

温度偏差、温度波动度、温度均匀度，也可根据用户的实际使用需要进行选择。

### 7.2 校准方法

#### 7.2.1 校准前检查

消解仪的外形结构应完好，不应有影响计量特性的缺陷；通电后控温面板应显示正常，按键能正常工作。

消解孔应无油垢、污垢等，校准过程中应保持温度测量标准的感温元件与消解孔接触良好。

#### 7.2.2 校准点的选择

校准点通常选择设备使用范围的上限、下限和中间点，或按用户的需要选择常用的温度点。

#### 7.2.3 传感器布放位置与数量

温度传感器的布放位置为设备温度性能测试时的测量孔位置，传感器布放应尽可能均匀且具有代表性。四边形消解仪温度传感器应布放在角点及中心点孔；圆形消解仪温度传感器应布放在象限点及中心点孔。传感器分布如图 1 所示，其中 0 点为消解仪的中心点孔。

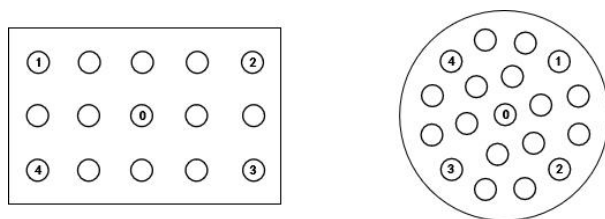


图 1 温度传感器布放位置示意图

若消解孔不大于 6 个，或消解孔较多、无中心点孔，应根据实际情况减少或增加传感器布放位置，并图示说明。传感器的布放位置也可按用户实际工作需求进行布置。

#### 7.2.4 传感器放置要求

消解仪在空载条件下进行校准。校准时依据孔径大小与温度性能要求选择适宜的测量标准按布放要求放入消解孔中，铂电阻或热电偶布放时应确保其与孔壁和孔底紧密接



触，然后用耐温棉封堵住消解孔，减少与外界的热交换；表面热电偶应置于消解孔中心，且使感温元件与孔底良好接触。

### 7.2.5 温度的校准

a) 将温度传感器按要求置于消解孔中，开启测量标准与消解仪电源开关，调节消解仪设定温度。多通道温度测量仪与消解仪的间距应保持在 0.5 m 以上。

b) 待达到设定温度并处于稳定状态后开始记录各测量孔的温度，每 2 min 测量一次，30 min 内共记录 16 组数据。温度稳定时间以说明书为依据，若说明书中未给出，应在温度达到设定值后，稳定不少于 30 min。

## 7.3 数据处理

### 7.3.1 温度偏差

按公式(1)和公式(2)计算消解仪的温度上偏差和温度下偏差：

$$\Delta t_{\max} = t_{\max} - t_s \quad (1)$$

$$\Delta t_{\min} = t_{\min} - t_s \quad (2)$$

式中：

$\Delta t_{\max}$ ——温度上偏差，℃；

$\Delta t_{\min}$ ——温度下偏差，℃；

$t_{\max}$ ——各测量孔在规定时间内测得的最高温度，℃；

$t_{\min}$ ——各测量孔在规定时间内测得的最低温度，℃；

$t_s$ ——设定温度，℃。

### 7.3.2 温度波动度

消解仪稳定状态下，各测量孔在 30 min 内(每 2 min 测量一次)实测温度变化的最大值为温度波动度。按公式(3)计算：

$$\Delta t_f = \max(t_{j\max} - t_{j\min}) \quad (3)$$

式中：

$\Delta t_f$ ——温度波动度，℃；

$t_{j\max}$ ——测量孔  $j$  在  $n$  次测量中测得的最高温度，℃；

$t_{j\min}$ ——测量孔  $j$  在  $n$  次测量中测得的最低温度，℃。

### 7.3.3 温度均匀度

消解仪稳定状态下, 各测量孔在 30 min 内(每 2 min 测量一次), 每次实测孔最高温度与最低温度差值的平均值为温度均匀度。按公式(4)计算:

$$\Delta t_u = \sum_{i=1}^n (t_{i\max} - t_{i\min})/n \quad (4)$$

式中:

$\Delta t_u$ ——温度均匀度, °C;

$t_{i\max}$ ——各测量孔在第  $i$  次测量时测得的最高温度, °C;

$t_{i\min}$ ——各测量孔在第  $i$  次测量时测得的最低温度, °C;

$n$ ——测量次数。

## 8 校准结果表达

校准结果应在证书上反映。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) 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) 如果与校准结果的有效性和应用有关时, 应对被校样品的抽样程序进行说明;
- i) 校准所依据的技术规范的标识, 包括名称及代号;
- j) 本次校准所用测量标准的溯源性及有效性说明;
- k) 校准环境的描述;
- l) 校准结果及其测量不确定度的说明;
- m) 对校准规范的偏离的说明;
- n) 校准证书或校准报告签发人的签名、职务或等效标识;

- o) 校准结果仅对被校对象有效的声明；
- 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

建议复校时间间隔为 1 年。由于复校时间间隔的长短是由消解仪的使用情况、使用者、仪器本身质量等因素所决定的，因此，送校单位可根据实际情况自主决定复校时间间隔。

附录 A

消解仪校准记录参考格式

|                   |           |        |      |                     |      |                    |     |
|-------------------|-----------|--------|------|---------------------|------|--------------------|-----|
| 委托单位：             |           |        |      | 记录编号：               |      |                    |     |
| 仪器名称：             |           |        |      | 生产单位：               |      |                    |     |
| 型号/规格：            |           |        |      | 出厂编号：               |      |                    |     |
| 校准地点：             |           |        |      | 温度：            °C   |      | 相对湿度：            % |     |
| 标准器名称             | 型号/规格     | 测量范围   | 出厂编号 | 不确定度/准确度<br>等级/最大允差 | 证书编号 | 溯源机构               | 有效期 |
|                   |           |        |      |                     |      |                    |     |
|                   |           |        |      |                     |      |                    |     |
| 校准依据：             |           |        |      |                     |      |                    |     |
| 1. 温度性能校准         |           |        |      |                     |      |                    |     |
| 设定温度/°C：          |           |        |      |                     |      |                    |     |
| 次数                | 温度测量结果/°C |        |      |                     |      |                    |     |
|                   | 1         | 2      | 0    | 3                   | 4    |                    |     |
| 1                 |           |        |      |                     |      |                    |     |
| 2                 |           |        |      |                     |      |                    |     |
| 3                 |           |        |      |                     |      |                    |     |
| 4                 |           |        |      |                     |      |                    |     |
| 5                 |           |        |      |                     |      |                    |     |
| 6                 |           |        |      |                     |      |                    |     |
| 7                 |           |        |      |                     |      |                    |     |
| 8                 |           |        |      |                     |      |                    |     |
| 9                 |           |        |      |                     |      |                    |     |
| 10                |           |        |      |                     |      |                    |     |
| 11                |           |        |      |                     |      |                    |     |
| 12                |           |        |      |                     |      |                    |     |
| 13                |           |        |      |                     |      |                    |     |
| 14                |           |        |      |                     |      |                    |     |
| 15                |           |        |      |                     |      |                    |     |
| 16                |           |        |      |                     |      |                    |     |
| 温度上偏差：            |           | 温度下偏差： |      | 温度波动度：              |      | 温度均匀度：             |     |
| 扩展不确定度 $U(k=2)$ ： |           |        |      |                     |      |                    |     |
| 2. 传感器布放位置示意图     |           |        |      |                     |      |                    |     |
|                   |           |        |      |                     |      |                    |     |
|                   |           |        |      |                     |      |                    |     |
| 校准人员：             |           | 复核人员：  |      | 校准日期：               |      |                    |     |

## 附录 B

## 消解仪校准结果参考格式

|                                      |          |          |          |          |
|--------------------------------------|----------|----------|----------|----------|
| 1. 温度性能校准结果                          |          |          |          |          |
| 设定温度/°C                              | 温度上偏差/°C | 温度下偏差/°C | 温度波动度/°C | 温度均匀度/°C |
|                                      |          |          |          |          |
| 扩展不确定度 $U/^\circ\text{C}$ ( $k=2$ ): |          |          |          |          |
| 2. 传感器布放位置示意图                        |          |          |          |          |
|                                      |          |          |          |          |

以下空白

## 附录 C

## 消解仪温度偏差的不确定度评定示例

## C.1 被校对象

石墨消解仪，温度设定分辨力为 0.1 °C，以温度点 100.0 °C 为例进行评定。

## C.2 测量标准

多通道温度测量仪，分辨力为 0.001 °C。

## C.3 校准方法

将多通道温度测量仪的铂电阻传感器按本规范要求布放于消解孔中，将石墨消解仪温度设定为 100.0 °C，待消解仪温度达到设定值并稳定后开始记录测量标准显示的温度值，每 2 min 测量一次，30 min 内共记录 16 组数据。

## C.4 测量条件

校准环境条件：温度为(25.0~25.3) °C；相对湿度为 16%。

## C.5 建立数学模型

$$\Delta t_{max} = t_{max} - t_s \quad (C.1)$$

$$\Delta t_{min} = t_{min} - t_s \quad (C.2)$$

式中：

$\Delta t_{max}$ ——温度上偏差，°C；

$\Delta t_{min}$ ——温度下偏差，°C；

$t_{max}$  ——各测量孔在规定时间内测得的最高温度，°C；

$t_{min}$  ——各测量孔在规定时间内测得的最低温度，°C；

$t_s$ ——设定温度，°C。

## C.6 标准不确定度的评定

C.6.1 消解仪温度偏差重复性测量引起的不确定度分量  $u_1(t_{max})$ 、 $u_1(t_{min})$ 

对消解仪进行 10 次重复测量，用贝塞尔公式计算标准偏差，则由温度上偏差和温度下偏差重复性测量引入的标准不确定度分别为：

$$u_1(t_{max}) = s(t_{max}) \approx 7.92 \times 10^{-2} \text{ °C} \quad (C.3)$$

$$u_1(t_{min}) = s(t_{min}) \approx 7.66 \times 10^{-2} \text{ °C} \quad (C.4)$$

C.6.2 标准器分辨力引入的不确定度分量  $u_2(t)$ 

标准器的分辨力为  $0.001\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，区间半宽度为  $0.0005\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，服从均匀分布，则由标准器分辨力引入的标准不确定度为：

$$u_2(t) = \frac{0.0005}{\sqrt{3}} \approx 2.89 \times 10^{-4} \text{ }^{\circ}\text{C} \quad (\text{C.5})$$

C.6.3 标准器误差引入的不确定度分量  $u_3(t)$ 

在测量范围内，标准器的最大允许误差为  $\pm(0.15\text{ }^{\circ}\text{C}+0.002|t|)$ ，区间半宽度为  $0.35\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，服从均匀分布，取包含因子  $k = \sqrt{3}$ ，则标准器引入的不确定度分量为：

$$u_3(t) = \frac{0.35}{\sqrt{3}} \approx 0.202 \text{ }^{\circ}\text{C} \quad (\text{C.6})$$

## C.7 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.1、C.2：

表 C.1 温度上偏差标准不确定度分量汇总表

| 不确定度分量          | 不确定度来源     | 标准不确定度/ $^{\circ}\text{C}$ | 灵敏系数 $c_i$ | $ c_i u_1(t_{\max})/^{\circ}\text{C}$ |
|-----------------|------------|----------------------------|------------|---------------------------------------|
| $u_1(t_{\max})$ | 温度上偏差测量重复性 | $7.92 \times 10^{-2}$      | 1          | $7.92 \times 10^{-2}$                 |
| $u_2(t)$        | 标准器分辨力     | $2.89 \times 10^{-4}$      | 1          | $2.89 \times 10^{-4}$                 |
| $u_3(t)$        | 标准器误差      | 0.202                      | 1          | 0.202                                 |

表 C.2 温度下偏差标准不确定度分量汇总表

| 不确定度分量          | 不确定度来源     | 标准不确定度/ $^{\circ}\text{C}$ | 灵敏系数 $c_i$ | $ c_i u_1(t_{\min})/^{\circ}\text{C}$ |
|-----------------|------------|----------------------------|------------|---------------------------------------|
| $u_1(t_{\min})$ | 温度下偏差测量重复性 | $7.66 \times 10^{-2}$      | 1          | $7.66 \times 10^{-2}$                 |
| $u_2(t)$        | 标准器分辨力     | $2.89 \times 10^{-4}$      | 1          | $2.89 \times 10^{-4}$                 |
| $u_3(t)$        | 标准器误差      | 0.202                      | 1          | 0.202                                 |

## C.8 合成标准不确定度

因  $u_1(t_{\max})$ 与  $u_1(t_{\min})$ 大于  $u_2(t)$ ，只保留  $u_1(t_{\max})$ 与  $u_1(t_{\min})$ 作为合成标准不确定度分量的计算，由于各分量互不相关，故合成标准不确定度  $u_c(t_{\max})$ 、 $u_c(t_{\min})$ 为：

$$u_c(t_{\max}) = \sqrt{u_1^2(t_{\max}) + u_3^2(t)} \approx 0.22 \text{ }^{\circ}\text{C} \quad (\text{C.7})$$

$$u_c(t_{\min}) = \sqrt{u_1^2(t_{\min}) + u_3^2(t)} \approx 0.22 \text{ }^{\circ}\text{C} \quad (\text{C.8})$$

### C.9 扩展不确定度

取包含因子  $k=2$ ，温度上偏差的扩展不确定度  $U = 2 \times u_c(t_{max}) \approx 0.5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

取包含因子  $k=2$ ，温度下偏差的扩展不确定度  $U = 2 \times u_c(t_{min}) \approx 0.5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

---



新疆维吾尔自治区  
地方计量校准规范

石墨消解仪校准规范

JJF(新) 131—2024

新疆维吾尔自治区市场监督管理局发布

\*

版权所有 不得翻印

\*

880mm×1230mm 16 开本

2024 年 12 月第 1 版 2025 年\*月第 1 次印刷

印数 100