

JJG

黑龙江省地方计量检定规程

JJG（黑）xx—202x

水浸悬浮法粮食水分测定仪检定规程

Verification Regulation of Waterlogged Suspend Method

Grain Moisture Testers

（审定稿）

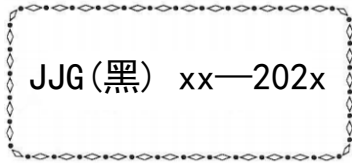
xxxx—xx—xx 发布

xx-xx-xx 实施

黑龙江省市场监督管理局 发布

水浸悬浮法粮食水分 测定仪检定规程

Verification Regulation of Waterlogged
Suspend Method Grain Moisture Testers



归口单位： 黑龙江省市场监督管理局
主要起草单位： 黑龙江省计量检定测试研究院
公主岭志和粮食测水仪开发有限公司

本规范由黑龙江省计量检定测试研究院负责解释

本规程主要起草人：

张葳葳（黑龙江省计量检定测试研究院）

张 涛（黑龙江省计量检定测试研究院）

田志和（公主岭志和粮食测水仪开发有限公司）

丁海铭（黑龙江省计量检定测试研究院）

吴辰虢（黑龙江省计量检定测试研究院）

卢炳瑄（黑龙江省计量检定测试研究院）

于志鹏（黑龙江省计量检定测试研究院）

参加起草人：

巴彩一（黑龙江省计量检定测试研究院）

原 赫（黑龙江省计量检定测试研究院）

陈 犁（黑龙江省计量检定测试研究院）

目 录

引言.....	(II)
1 范围.....	(1)
2 引用文件.....	(1)
3 概述.....	(1)
4 计量性能要求.....	(1)
5 通用技术要求.....	(1)
6 计量器具控制.....	(2)
6.1 检定条件.....	(2)
6.2 计量标准器和配套设备.....	(2)
6.3 检定项目.....	(2)
6.4 检定方法.....	(3)
6.5 检定结果的处理.....	(4)
6.6 检定结果的处理.....	(4)
附录 A 粮食水分测量范围和称样量.....	(5)
附录 B 粮食样品的制备方法.....	(6)
附录 C 粮食样品含水率的测定方法.....	(8)
附录 D 水浸悬浮法粮食水分测定仪检定记录格式.....	(11)
附录 E 检定证书/检定结果通知书内页格式.....	(14)

引 言

JJF 1002《国家计量检定规程编写规则》、JJF 1001—2011《通用计量术语及定义》共同构成支撑规程修订工作的基础性系列规范。

本规程主要参考 JJG 891—2019《电容法和电阻法谷物水分测定仪》、GB 1353—2018《玉米》、GB/T 5497—1985《粮食、油料检验 水分测定法》、LS/T 6103—2010《粮油检验 粮食水分测定 水浸悬浮法》。

本规程为首次发布。

水浸悬浮法粮食水分测定仪检定规程

1 范围

本规程适用于采用水浸悬浮法原理的粮食水分测定仪的首次检定、后续检定和使用中检查。

2 引用文件

本规程引用了下列文件：

JJG 891—2019 电容法和电阻法谷物水分测定仪

GB 1353—2018 玉米

GB/T 5497—1985 粮食、油料检验 水分测定法

LS/T 6103—2010 粮油检验 粮食水分测定 水浸悬浮法

凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本规程；凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本规程。

3 概述

水浸悬浮法粮食水分测定仪（以下简称测定仪）根据测量方法可以分为湿法和干法两种。湿法测定仪主要由称量系统、注水加压系统、测量系统和显示系统构成；干法测定仪主要由称量系统、进样系统、测量系统和显示系统构成。湿法测定仪原理是将一定量的粉碎试样完全浸没于水中悬挂称量，根据浮力法原理，所得质量为样品干物质和测量皿的质量，通过数据处理即可显示水分含量；干法测定仪原理是将一定量的粉碎试样倒入测量装置中，根据自动恒温压缩后的密度值不同，通过数据处理显示水分含量。

4 计量性能要求

测定仪的示值误差和重复性应符合表 1 的要求。

表 1 测定仪计量性能要求

准确度等级	主要水分测量范围		水分测量全范围的其他测量范围	
	最大允许误差 %	重复性 %	最大允许误差 %	重复性 %
0.5 级	±0.5	≤0.2	±1.0	≤0.5
1 级	±1.0	≤0.5	±2.0	≤1.0

注：“主要水分测量范围”与“水分测量全范围的其他测量范围”详见附录 A。

5 通用技术要求

5.1 测定仪铭牌上应注明生产厂名、仪器名称、规格型号、出厂编号、生产日期、准确度等级等。

5.2 外表面应光洁平整，无机械损伤，各功能键正常工作，无紧固件松动。

5.3 湿法测定仪的注水打压系统稳定，单向阀性能可靠，无漏水或水倒流现象。

5.4 数字显示完整，按键灵敏，定位准确。

6 计量器具控制

计量器具控制包括：首次检定、后续检定以及使用中检查。

6.1 检定条件

6.1.1 工作环境条件

6.1.1.1 温度：(15~40) °C。

6.1.1.2 相对湿度：≤ 85%。

6.1.1.3 电源电压频率：交流 (220±22) V，(50±0.5) Hz。

6.1.1.4 测定仪应放在稳固的操作台上，避开阳光直射和气流扰动。

6.1.1.5 周围不能有影响测定仪正常工作的电磁场和机械振动。

6.1.2 检定用样品

按照附录 A 选取检定用粮食种类，制备满足 6.4.2.1 检定方法要求的粮食样品，样品制备方法见附录 B。优先选取申请检定单位申请的粮食种类，制备出的 2 个检定点样品含水率相差不小于 5%，且至少 1 个检定点在主要水分测量范围内。

6.2 计量标准器和配套设备

6.2.1 计量标准器

天平：准确度等级：①级，实际分度值不大于 0.1 mg。

6.2.2 配套设备

表 1 配套设备

序号	名称	技术要求
1	电热恒温干燥箱	在 105 °C 时，温度偏差不超过±1.0 °C，温度波动度不超过±0.5 °C，温度均匀度不超过 2.0 °C。
2	冷冻柜	在-10 °C 以下时，温度偏差不超过±2.0 °C，温度波动度不超过±0.5 °C，温度均匀度不超过 2.0 °C。
3	冷藏箱	(4~16) °C可调。
4	圆孔试验筛	筛孔为 1.6 mm 时，最大偏差+0.19 mm, 最大标准偏差 0.082 mm；筛孔为 2.5 mm 时，最大偏差+0.26 mm，最大标准偏差 0.117 mm。
5	间歇式立式电动粉碎机	一个粉碎周期工作 5 s 停 1 s，循环 4 次。
6	测量皿	内径 32 mm，内高 45 mm，壁厚 2 mm。

6.3 检定项目

测定仪的检定项目见表 2。

表 2 检定项目一览表

检定项目		首次检定	后续检定	使用中检查
通用技术要求		+	+	—
计量性能要求	示值误差	+	+	—
	重复性	+	+	+

注：“+”表示需要检定的项目，“—”表示不需要检定的项目。

6.4 检定方法

6.4.1 通用技术要求

用目测和手动方式检查测定仪。

6.4.2 示值误差和重复性

6.4.2.1 示值误差

按照测定仪说明书操作，根据被检单位要求的粮食种类选择 2 个检定点，湿法的每个检定点的检定过程为：先用间歇式立式电动粉碎机粉碎样品或冰冻状态样品并充分混匀，然后将样品倒入测量皿中，用被检测定仪测量该样品；干法的每个检定点的检定过程为：将样品或冰冻状态样品倒入间歇式立式电动粉碎机内，粉碎后用被检测定仪来测量该样品，两种方法测量后未被破坏的样品应放回原密封袋或密封盒中，充分混合后再取出做下一次测量。

每个检定点测量 4 次，得到测量值 M ，取 4 次测得值的算术平均值 $\overline{M}$ 作为测量结果，测量结果的示值误差按式 (1) 计算：

$$\Delta M = \overline{M} - \overline{M}_s \quad (1)$$

式中：

ΔM ——测量结果的示值误差，%；

$\overline{M}$ ——测定仪测量平均值，%；

$\overline{M}_s$ ——样品实际含水率，按附录 C 计算，%。

6.4.2.2 重复性

取 6.4.2.1 中各检定点测量结果，按照式 (2) 计算测定仪检定点的重复性。

$$s = \frac{M_{\max} - M_{\min}}{C} \quad (2)$$

式中：

s ——测定仪各检定点的重复性，%；

$M_{\max}$ ——测定仪各检定点的测量结果最大值，%；

$M_{\min}$ ——测定仪各检定点的测量结果最小值，%；

C ——极差系数，查表得 $C = 2.06$ 。

6.5 检定结果的处理

全部项目检定合格的测定仪，发给检定证书，并注明仅适用的粮食样品种类；任何一项不合格，发给检定结果通知书，并注明不合格项目。

6.6 检定周期

测定仪的检定周期一般不超过 1 年。凡在使用过程中经过修理的，需重新检定。

附录 A

粮食水分测量范围、主要水分测量范围及冰冻状态水分测量范围

粮食种类	水分测量全范围 %	主要水分测量范围 %	冰冻状态水分测量范围 %
玉米	9~33	12~25	12~25
大米	10~20	12~17	12~17

附录 B

粮食样品的制备方法

B.1 范围

本方法适用于粮食样品的制备。

B.2 环境条件

环境温度：(15~40) °C，相对湿度：≤85%。

B.3 主要设备

a) 电子天平：准确度等级：①级，实际分度值不大于 0.1 mg。

b) 冷冻柜：在-10 °C以下时，温度偏差不得超过±2.0 °C，温度波动度不得超过±0.5 °C，温度均匀度不得超过 2.0 °C。

c) 冷藏箱：(4~16) °C可调。

B.4 制备方法

B.4.1 常温样品准备

选择品种单一、籽粒均匀、无霉变、无破碎粒、无杂质的粮食作为原始样品，将其摊铺于托盘中，上面覆盖防尘布及防尘纸，在实验室中放置足够长的时间，使样品中的水分与实验室环境条件达到平衡。将样品放入较大的塑料容器中，盖紧后摇晃样品使其混合均匀，用测定仪对样品自然含水率进行粗测，然后用附录 C 的方法测定其含水率 $\overline{M}_s$ 。

将样品（处于主要水分范围）作为一个检定点使用，将其均匀分成 4 份放入密封袋中备用。

B.4.2 样品调湿

如果原始样品的含水率低于所需范围值，则通过将样品放置在底部盛水的密封容器中（样品不能接触到水）逐渐增湿，使其达到所需范围值。也可直接向样品中均匀注入一定量蒸馏水的方式使其达到所需范围值，在注水操作后的前 4 天必须每天反复振摇样品 2 次，每次持续 1 min 左右，使水分分布均匀，所需注入的蒸馏水质量由式（B.1）计算得到。

$$G = m \times \frac{M_s - M_0}{1 - M_s} \quad (\text{B.1})$$

式中：

G ——所需注入的蒸馏水质量，g；

m ——原始样品的质量，g；

M_0 ——原始样品的含水率，%；

M_s ——调湿后样品的含水率，%。

B.4.3 样品调干

如果原始样品的含水率高于所需范围值，则通过烘干或将样品放置于干燥器中干燥的方式去除其多余的水分，烘干温度一般不应超过 40 °C。所需去除水分的质量由式 (B.2) 计算得到：

$$G_d = m \times \frac{M_0 - M_s}{1 - M_s} \quad (\text{B.2})$$

式中：

G_d ——所需去除水分的质量，g。

B.4.4 冰冻状态样品制备

原始样品的含水率低于所需范围值，按照 B.4.2 进行样品调湿；原始样品含水率高于所需范围值，按照 B.4.3 进行样品调干。将处理后的样品摊铺于托盘中，放入冷冻柜冰冻 48 h 备用。将冰冻后的样品放入较大的塑料容器中，盖紧后摇晃样品使其混合均匀。同样采用附录 C 的方法测定其含水率。

B.5 样品贮存

制备好的粮食样品放置于真空密封袋中，将常温样品保存在 5 °C 冷藏箱中，将冰冻状态样品保存在冷冻柜中。为保证样品的含水率稳定，样品应尽快使用，如出现生虫、被污染等情况，则需要重新制备。

附录 C

粮食样品含水率的测定方法

C.1 范围

本方法适用于对粮食样品含水率的定值。

C.2 环境条件

环境温度：(15~40) °C，相对湿度：≤85 %。

C.3 主要设备

a) 电子天平：准确度等级：Ⅰ级，实际分度值不大于 0.1 mg。

b) 电热恒温干燥箱：在 105 °C 时，箱内工作区的温度偏差不超过±1.0 °C，温度波动度不超过±0.5 °C，温度均匀度不超过 2.0 °C。

e) 圆孔试验筛：筛孔为 1.6 mm 时，最大偏差+0.19 mm, 最大标准偏差 0.082 mm；筛孔为 2.5 mm 时，最大偏差+0.26 mm，最大标准偏差 0.117 mm。

f) 间歇式立式电动粉碎机：工作 5 s 停 1 s、循环 4 次。

g) 干燥器：内附有效干燥剂。

h) 铝盒：带密封盖，内径 4.5 cm、高 2 cm；内径 15 cm、高 2 cm。

C.4 含水率 18 %以下粮食样品的测定

C.4.1 操作方法

C.4.1.1 铝盒称重

取实验所需数量的空铝盒，清洗烘干后，放置干燥器中备用，干燥剂与铝盒不能直接接触。从干燥器中取出 2 个洁净空铝盒，用干燥洁净空气吹扫其内外表面，将盒盖取下后和盒体一起放置于洁净搪瓷托盘中，然后放在 105 °C 烘箱中烘 (30~60) min，取出后立即趁热盖上盒盖，再放入干燥器内冷却至室温（冷却时间约 5 min）后，用电子天平分别称出其质量，然后再烘 30 min 后再称重，直至前后两次质量差不超过 1 mg，即为恒重，于是得到铝盒重量 m_{0i} ($i=1,2$)。如果铝盒为多次重复使用的，则第二次及以后使用时，铝盒从干燥器中取出后先称重，只要称得质量与前次质量之差不超过 1 mg 则无须烘干，直接以此质量为铝盒质量。

C.4.1.2 样品粉碎

将 30 g 待测粮食样品用间歇式立式电动粉碎机粉碎（粉碎细度通过 1.6 mm 圆孔筛的不少于 90 %），对于直径小于 1.6 mm 的颗粒则不必粉碎。

C.4.1.3 样品称重和烘干

在已粉碎的样品中取出 2 份 3 g 左右的小样，分别放入 2 个已知质量的空铝盒中，均匀摊铺于盒底，盖紧盒盖，并立即称出各自的质量 m_{0i} ($i=1,2$)。

将已称重量的 2 个样品的盒盖拧下，与样品盒均匀放置于搪瓷托盘中，再将该托盘放置在电热恒温干燥箱中。电热恒温干燥箱温度调定在 105 °C，样品烘 3 h（不包括电

热恒温干燥箱升温时间)后取出样品盒并盖紧,然后放入干燥器中冷却至室温(冷却时间约 5 min)后称重,记录其烘干后质量后再按以上方法复烘,每隔 1 h 取出冷却后称重一次,直至前后两次质量差不超过 4 mg 为止(累计烘干时间一般为 5 h 以上),得到 2 个样品烘干后质量 m_{0i} ($i=1,2$)。如果后一次称重质量高于前一次称重质量,以前一次为准。

C.4.2 样品含水率计算

样品含水率 M_{si} ($i=1,2$)由式 (C.1) 计算得到:

$$M_{si} = \frac{m_{1i} - m_{2i}}{m_{1i} - m_{0i}} \times 100\% \quad (\text{C.1})$$

式中:

M_{si} ——第 i 份粮食样品的含水率, %;

m_{1i} ——烘干前样品与铝盒的总质量, g;

m_{2i} ——烘干后样品与铝盒的总质量, g;

m_{0i} ——铝盒质量, g。

C.5 含水率 18%以上粮食样品的测定

C.5.1 操作方法

含水率为 18%以上的样品采用二次烘干法测定。

第一次烘干:取洁净铝盒一个,按 C.4.1.1 的方法确定其质量 m_0' 。取混合均匀的整粒待测样品约 30 g 放入准备好的铝盒中摊平,称取其质量 m_1' ,然后在 105 °C 电热恒温干燥箱中烘 30 min 后取出,自然冷却至室温,然后称出其质量 m_2' 。

将 30 g 待测粮食样品用间歇式立式电动粉碎机粉碎(粉碎细度通过 2.5 mm 圆孔筛的不少于 90 %),对于直径小于 2.5 mm 的颗粒则不必粉碎。

第二次烘干:将第一次烘干处理后的样品按 C.4.1.1 的方法操作。

C.5.2 样品含水率计算

第一次烘干去除的样品水分含量由式 (C.2) 计算得到:

$$M' = \frac{m_1' - m_2'}{m_1' - m_0'} \times 100\% \quad (\text{C.2})$$

式中:

M' ——第一次烘干去除的样品水分含量, %;

m_1' ——第一次烘干前样品与铝盒的总质量, g;

m_2' ——第一次烘干后样品与铝盒的总质量, g;

m_0' ——第一次烘干时铝盒质量, g。

第二次烘干去除的样品水分含量由式 (C.3) 计算得到:

$$M_i'' = \frac{m_{1i}'' - m_{2i}''}{m_{1i}'' - m_{0i}''} \times 100\% \quad (\text{C.3})$$

式中:

M_i'' ——第二次烘干去除的样品水分含量, %;

m_{1i}'' ——第二次烘干前样品与铝盒的总质量, g;

m_{2i}'' ——第二次烘干后样品与铝盒的总质量, g;

m_{0i}'' ——第二次烘干时铝盒质量, g。

样品含水率 M_{si} ($i=1, 2$) 由式 (C.4) 计算得到:

$$M_{si} = M' + M_i'' - M M_i'' \quad (\text{C.4})$$

C.6 样品水分的定值

按照 C.4 或 C.5 得到同一份粮食样品的两份试样的含水率 M_{s1} 、 M_{s2} , 如果这两份试样的含水率之差超过 0.2%, 则该检定点的试验结果无效, 应重新试验, 直至满足要求为止, 取其算术平均值 $\overline{M_s}$ (精确至 0.1%) 作为该检定点的样品实际含水率。

$$\overline{M_s} = (M_{s1} + M_{s2}) / 2 \quad (\text{C.5})$$

附录 D

水浸悬浮法粮食水分测定仪检定记录格式

D.1 含水率 18%以下粮食样品水分数据记录表

试验地点:		环境温度:		℃	环境湿度:		%RH
粮食种类	样品 1						水分平均值
	铝盒质量 m_0 g	烘干前铝盒 与样品质量 m_1 g	烘干后铝盒与样品质量 m_2 g		水分 M_s %	$\overline{M}_s$ %	
	原质量		累计烘干 3.0h 后				
	未烘干时		累计烘干 4.0h 后				
	累计烘干 1.0h 后		累计烘干 5.0h 后				
	累计烘干 1.5h 后		累计烘干 6.0h 后				
	累计烘干 2.0h 后		累计烘干 7.0h 后				
	样品 2						
	铝盒质量 m_0 g	烘干前铝盒 与样品质量 m_1 g	烘干后铝盒与样品质量 m_2 g		水分 M_s %		
	原质量		累计烘干 3.0h 后				
	未烘干时		累计烘干 4.0h 后				
	累计烘干 1.0h 后		累计烘干 5.0h 后				
	累计烘干 1.5h 后		累计烘干 6.0h 后				
	累计烘干 2.0h 后		累计烘干 7.0h 后				
检定员:		核验员:		检定日期:		第 页 共 页	

D.2 含水率 18%以上粮食样品水分数据记录表

试验地点:			环境温度: °C			环境湿度: %RH			
粮食种类:									
第一次烘干	铝盒质量 m'_0 g		烘干前铝盒与样品 质量 m'_1 g		烘干后铝盒与样品 质量 m'_2 g		第一次烘干去除的 样品水分 M' %		
	原质量								
	未烘干时								
	累计烘干 1.0 h 后								
	累计烘干 1.5 h 后								
	累计烘干 2.0 h 后								
第二次烘干	样品 1				样品 2				水分 平均 值 $\overline{M}_s$ %
	铝盒质量 m''_0 g		烘干前铝盒与 样品质量 m''_1 g		烘干后铝盒 与样品质量 m''_2 g		水分 M'' %		
	原质量		累计 烘干 3.0h 后		原质量		累计 烘干 3.0h 后		
	未烘 干时		累计 烘干 4.0h 后		未烘 干时		累计 烘干 4.0h 后		
	累计 烘干 1.0h 后		累计 烘干 5.0h 后		累计 烘干 1.0h 后		累计 烘干 5.0h 后		
	累计 烘干 1.5h 后		累计 烘干 6.0h 后		累计 烘干 1.5h 后		累计 烘干 6.0h 后		
	累计 烘干 2.0h 后		累计 烘干 7.0h 后		累计 烘干 2.0h 后		累计 烘干 7.0h 后		
	样品水分								

检定员:

核验员:

检定日期:

第 页 共 页

D.3 检定原始记录格式

送检单位： 仪器名称： 制造厂：
 型号： 出厂编号： 准确度等级：
 标准器名称： 型号： 出厂编号： 证书号：
 环境条件： 温度： °C 湿度： %RH

通用技术要求：

检定项目	检定结果	备注
标志和标识检查		
外观及功能检查		

计量性能测量数据

检定项目	实际测量值					技术要求 %
示值误差	粮食品种	标准值/%	测量次数	仪器示值/%	示值误差/%	
			1			
			2			
			3			
			4			
			平均值			
			1			
			2			
			3			
			4			
			平均值			

重复性：

检定项目	实际测量值			技术要求 %
重复性	粮食品种	测量点	重复性/%	
		1		
		2		

检定员： 核验员： 检定日期： 第 页 共 页

附录 E

检定证书/检定结果通知书内页格式

E.1 检定证书

检 定 结 果

1. 通用技术要求:

检定项目	检定结果
标志和标识检查	
外观及功能检查	

2. 示值误差及重复性

粮食品种	示值误差/%	重复性/%

E.2 检定结果通知书格式

检 定 结 果

1. 通用技术要求:

检定项目	检定结果
标志和标识检查	
外观及功能检查	

2. 示值误差及重复性:

粮食品种	示值误差/%	重复性/%

经检定, 该仪器_____不符合规程要求, 判为不合格。
