

ICS 71.040.99

G 04

团 体 标 准

T/CIQA 7-2020

乙醇水分含量的快速测定 微波透射法

Rapid determination of the moisture content of ethanol

Microwave transmission method

2020-09-23 发布

2020-10-01 实施

中国出入境检验检疫协会 发布

前言

本标准按照 GB/T 1.1-2009 给出的规则起草。

本标准由中国出入境检验检疫协会检验鉴定标准化技术委员会提出。

本标准由中国出入境检验检疫协会归口。

本标准起草单位：湖南赫西仪器装备有限公司、天纺标检测认证股份有限公司、湛江经济技术开发区裕鑫实业有限公司、中国出入境检验检疫协会。

本标准主要起草人：寻继勇、葛传兵、刘凯、张琳。

本标准版权归中国出入境检验检疫协会所有。未经许可，不得擅自复制、转载、抄袭、改编、汇编、翻译或将本标准用于其他任何商业目的。

引 言

基于微波透射衰减的原理测试物质中水分含量，是一种新型的水分快速测定方法。根据这种方法测试乙醇溶液中的水分含量，与其他的标准方法比较，具有测试速度快、测试精度高、测试成本低、不需要其他辅助材料、操作简单、便于携带和现场或在线检测等优点。为了提升检测能力和效率，更好地满足市场经济快速发展的需求，特制定本标准。

乙醇水分含量的快速测定 微波透射法

1 范围

本标准规定了利用微波透射法测定乙醇溶液中水分含量的方法、程序和要求。

本标准适用于乙醇含量在40%~97%(vol)的食用酒精和工业酒精中水分含量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本标准。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 2001.4-2015 标准编写规则 第4部分：试验方法标准

GB/T 3358.2-2009 统计学词汇及符号

GB/T 6682-2008 分析实验室用水规格和试验方法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

重复性 repeatability

重复性条件下的精密度。

注：重复性可以用结果的离散特性来定量表示。

（GB/T 3358.2-2009，定义3.3.1）

3.2

重复性条件 repeatability conditions

为获得独立测试/测量结果，由同一操作员按相同的方法、使用相同的测试/测量设施、在短时间段内对同一测试/测量对象进行测试/测量的观测条件。

注：重复性条件包括：

- 相同的测量程序或测试方法；
- 同一操作员；
- 在同一条件下使用同一测量或测试设施；
- 同一地点；

——在短时间间隔内的重复。

(GB/T 3358.2-2009, 定义3.3.6)

3.3

再现性 reproducibility

再现性条件下的精密度。

注1: 再现性可以用结果的离散特性来定量表示。

注2: 结果通常理解为已修正的结果。

(GB/T 3358.2-2009, 定义3.3.10)

3.4

再现性条件 reproducibility conditions

由不同的操作员按相同的方法, 使用不同的测试或测量设施, 对同一测试/测量对象进行观测以获得独立测试/测量结果的观测条件。

(GB/T 3358.2-2009, 定义3.3.11)

3.5

精密度 precision

在规定条件下, 所获得的独立测试/测量结果间的一致程度。

注1: 精密度仅依赖于随机误差的分布, 与真值或规定值无关。

注2: 精密度的度量通常以表示“不精密”的术语来表达, 其值用测试结果或测量结果的标准差来表示。标准差越大, 精密度越低。

注3: 精密度的定量度最严格依赖于所规定的条件, 重复性条件和再现性条件为其中两种极端情况。

(GB/T 3358.2-2009, 定义3.3.4)

4 原理

4.1 微波透射法

微波通过被测物时, 会产生能量衰减。在一定电场、一定频率和一定温度能量的衰减通过被测特质的介电常数 ϵ 表征:

$$\epsilon = \epsilon' + a\epsilon'' \dots\dots\dots (1)$$

式中:

ϵ' ——储能的度量;

ε'' ——传输的度量；

a ——常数。

例如，当微波频率 $f = 9\ 370\ \text{MHz}$ 左右时，水的介电常数为 $\varepsilon_{\text{水}} = 61.5 - a_{\text{水}} 31.4$ ，乙醇的介电常数为 $\varepsilon_{\text{水}} = 2.4 - a_{\text{水}} 0.012$ ，通常水的介电常数远高于乙醇或一般介质。使用微波传感器测试乙醇所引起的微波信号的衰减量，可以换算成被测物的含水量。

4.2 测试系统结构原理

基于微波透射法原理的微波发射装置发射微波，微波经被测物后，产生微波能量衰减、相位变化等，经乙醇水分含量测定装置的微波接收装置探测，乙醇水分含量测定装置进一步演算、显示或记录，可得到被测物水分含量，测试系统结构原理见图1。

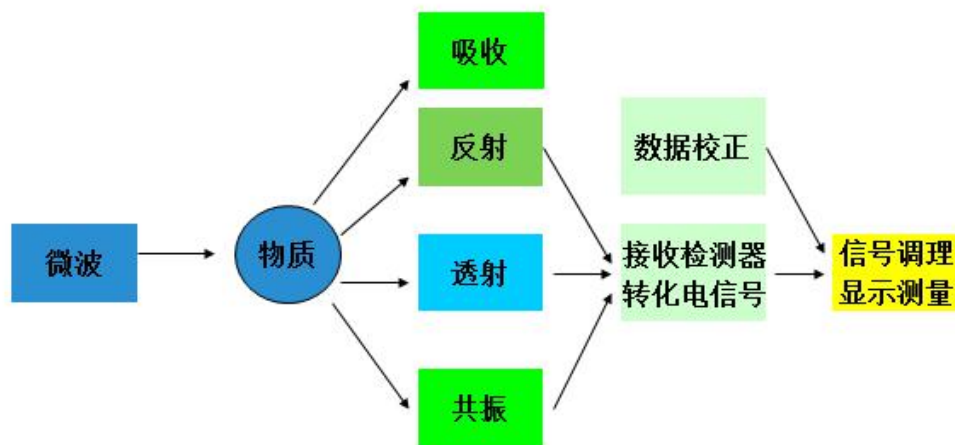


图 1 测试系统结构原理示意图

5 试验条件

本方法应在下列条件下进行：

- a) 温度：15℃～35℃；
- b) 相对湿度：30%～90%；
- c) 其他：周围无强烈振动、灰尘、强电磁干扰和腐蚀性气体。

6 试剂

6.1 乙醇

体积分数达到 99.5% 以上的无水乙醇。

6.2 纯水

实验用水应符合GB/T 6682-2008中三级水规格。

6.3 样品的配制

根据附录A 20℃时乙醇水溶液体积分数q与密度ρ换算表，将分析乙醇与纯水进行配比，新配新用。

7 仪器设备

7.1 微波透射水分仪

测量范围：乙醇溶液中水分含量 3% vol~60% vol

测量精度：±1.5% vol

分辨率：0.1%

7.2 精密酒精计（详情参见 8.1）

测量范围：（40-100）%

分度值：0.1% vol

7.3 烧杯（100ml）

7.4 量筒（1000ml）

8 样品

8.1 参比样品

根据附录A 20℃时乙醇水溶液体积分数q与密度ρ换算表，将6.1乙醇与纯水进行配比，并用精密酒精计测试出乙醇溶液含量 V_{ALC} ，并按式（2）换算出水分含量 V_{MC} ，确定为参比样品的参比值。

$$V_{MC}=100-V_{ALC} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中： V_{ALC} 为乙醇含量；

V_{MC} 为乙醇溶液水分含量。

9 试验步骤

9.1 校准仪器

将微波透射水分仪调节至正常工作状态，测试配置好的参比样品，使其微波透射水分仪示值与 8.1 确定的样品参比值之差的绝对值不超过 1.5%。

注：样品参比值之差的绝对值超过 1.5%，微波透射水分仪重新进行校准。

9.2 试验

9.2.1 按微波透射水分仪操作要求，从被测样品中取样 50ml，进行乙醇水分含量测试。读取并记录仪器示值 c_1 。

9.2.2 间隔 5 分钟之内，再次从被测样品中取样，进行乙醇水分含量测试，读取并记录仪器示值 c_2 。

9.3 结果计算

两次试验结果 c_1 、 c_2 按式 (3) 计算，其结果的平均值为被测样品的含量值 C 。

$$c = \frac{c_1 + c_2}{2} \dots\dots\dots(3)$$

式中： C ——被测样品的含量值；

c_1 ——第一次仪器示值；

c_2 ——第二次仪器示值。

10 重复性和再现性

10.1 重复性

在同一实验室，由同一操作者使用相同的设备，按相同的实验方法，在短时间间隔内对同一试样相互独立进行的试验条件；

在此条件下，依据精密酒精计测试出的已知含量的参比样品，其经过测试出的试验结果相差的绝对值不超过 1.0%。

10.2 再现性

在不同实验室，由不同操作者使用不同设备，按相同的试验方法，对同一试样相互独立进行的试验条件；

在此条件下，依据精密酒精计测试出的已知含量的参比样品，其经过测试出的试验试验结果相差的绝对值不超过 1.5%。

11 试验报告

试验报告应包含下列内容：

- a) 试验依据的标准号和标准名称；
- b) 试验时间；
- c) 试验环境条件，包括温度、湿度；
- d) 识别样品所需的全部细节，包括编号或流水号等；
- e) 测定中出现的异常现象；
- f) 试验结果；
- g) 报告批准人；
- h) 试验报告日期。

附录 A (资料性附录)

20℃时乙醇水溶液体积分数 q 与密度 ρ 换算表20℃时乙醇水溶液体积分数 q 与密度 ρ 换算表见 A.1。表 A.1 20℃时乙醇水溶液体积分数 q 与密度 ρ 换算表

$q/\%$	$\rho/\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$	$q/\%$	$\rho/\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$	$q/\%$	$\rho/\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$	$q/\%$	$\rho/\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$
0	998.20	—	—	—	—	—	—
1	996.70	26	966.96	51	928.16	76	870.15
2	995.23	27	965.81	52	926.15	77	867.48
3	993.80	28	964.64	53	924.12	78	864.77
4	992.41	29	963.44	54	922.05	79	862.04
5	991.05	30	962.21	55	919.96	80	859.27
6	989.73	31	960.95	56	917.84	81	856.46
7	988.43	32	959.66	57	915.70	82	853.62
8	987.16	33	958.34	58	913.53	83	850.74
9	985.92	34	956.98	59	911.33	84	847.82
10	984.71	35	955.58	60	909.11	85	844.85
11	983.52	36	954.15	61	906.87	86	841.83
12	982.35	37	952.68	62	904.60	87	838.77
13	981.21	38	951.17	63	902.31	88	835.64
14	980.08	39	949.63	64	899.99	89	832.45
15	978.97	40	948.04	65	897.65	90	829.18
16	977.87	41	946.42	66	895.28	91	825.83
17	976.78	42	944.75	67	892.89	92	822.39
18	975.70	43	943.05	68	890.47	93	818.84
19	974.63	44	941.31	69	888.03	94	815.18
20	973.56	45	939.54	70	885.56	95	811.38
21	972.48	46	937.73	71	883.06	96	807.42
22	971.40	47	935.88	72	880.54	97	803.27
23	970.31	48	934.00	73	877.98	98	798.90
24	969.21	49	932.09	74	875.40	99	794.25
25	968.10	50	930.14	75	872.79	100	789.23

注：采用国际温标（ITS-90）。