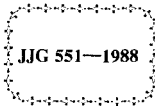


二氧化硫分析仪检定规程

JJG 551—1988

二氧化硫分析仪检定规程

Verification Regulation of
Sulfur Dioxide Analyzer



JJG 551—1988

本检定规程经国家计量局于1988年3月22日批准，并自1989年2月1日起施行。

归口单位：上海市标准计量管理局

起草单位：上海市测试技术研究所

本规程技术条文由起草单位负责解释。

本规程主要起草人：朱金凤（上海市测试技术研究所）

目 录

一 概述	1500
二 技术要求	1500
三 检定条件	1501
(一) 检定设备	1501
(二) 检定环境条件	1501
四 检定项目和检定方法	1501
五 检定结果处理和检定周期	1504
附录 1 检定证书和检定结果通知书背面内容	1504
附录 2 检定记录格式	1054
附录 3 渗透管的使用和贮存	1506

二氧化硫分析仪检定规程

本规程适用于新制造、使用中和修理后的三电极库仑法二氧化硫分析仪（以下简称仪器）的检定。

一 概 述

该仪器基于三电极型动态库仑滴定原理来检测二氧化硫的浓度。其结构通常由过滤器单元、气路系统、库仑池、采样泵和电子测量单元组成。工作原理如图1所示。

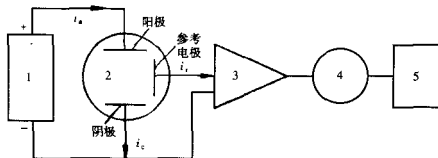


图1 三电极库仑法二氧化硫分析仪工作原理示意图

1—恒流电源；2—库仑池；3—放大器；4—电表；5—记录仪；
 i_a —阳极电流； i_c —阴极电流； i_r —参考电极电流

二 技 术 要 求

- 1 仪器的测量范围（一般可分为四档）0~0.5, 0~1.0, 0~2.0, 0~4.0 (mg/m^3)。
- 2 流量的示值误差
不大于 $\pm 2\%$ 。
- 3 浓度示值引用误差
每档量程不大于 $\pm 5\%$ 。
- 4 重复性
每档量程不大于 2% 。
- 5 响应时间
每档量程不大于4min（到达最终响应值95%的时间）。
- 6 稳定度
 - 6.1 零点漂移不大于 $\pm 2\%$ 满度值/24h；
 - 6.2 跨度漂移不大于 $\pm 3\%$ 满度值/8h。
- 7 噪声
不大于 2% 满度值。
- 8 抗干扰性能
仪器对 $0.75\text{mg}/\text{m}^3$ (0°C) 硫化氢、 $1.02\text{mg}/\text{m}^3$ (0°C) 二氧化氮两种干扰气体分别与 $1.43\text{mg}/\text{m}^3$ (0°C) 二氧化硫标准气引起的干扰不大于无干扰时测量值的 $\pm 10\%$ 。

9 绝缘电阻

仪器的电源引入线与机壳之间的绝缘电阻应不小于 $20M\Omega$ 。

10 电压试验

仪器的电源引入线与机壳之间应能承受 $1500V$ 交流正弦波高压，历时 $1min$ 不被击穿。

注：9、10 两条是仪器的绝缘要求，应由生产厂根据中华人民共和国国家标准 GB 4793—84《电子测量仪器安全要求》第 9 条电击危险加以保证，必要时计量部门进行抽检。

11 外观要求

11.1 仪器应标明生产厂名、型号和仪器出厂编号。

11.2 新生产的仪器，镀层和涂层应无明显擦伤和锈蚀现象；仪器外表应无明显露底、裂纹及起泡现象；面板字迹清晰，紧固件坚固可靠；仪器完整无损。

11.3 使用中和修理后的仪器，其外观缺陷应不影响仪器正常工作。

三 检 定 条 件

(一) 检定设备

12 检定仪器时应具备下列设备

12.1 皂膜流量计 $200ml$ (示值误差 $\pm 0.5\%$) 一支。

12.2 电子秒表 $\pm 0.02s$ ($1h$) 一块，参考型号 J9-1 型。

12.3 电子交流稳压器 $1kW$ 0.2 级一台，参考型号 614-A 型。

12.4 恒温装置 $25 \pm 0.1^\circ C$ 或 $30 \pm 0.1^\circ C$ 一套 (包括 $0 \sim 50^\circ C$ ， $1/10$ 分度的二等标准水银温度计一支)。

12.5 交流耐压试验台 (1 级) 一台，参考型号 MY II -A 型。

12.6 兆欧表 ($500V$ I 级) 一台。

12.7 电子自动平衡记录仪 ($0 \sim 10mV$ 0.5 级) 一台。

12.8 二氧化硫标准气体渗透管，其渗透率为： $0.1, 0.2, 0.4, 0.8, 0.9, 1.8$ ($\mu g/min$) 左右 6 支。

12.9 二氧化氮标准气体渗透管，其渗透率为： $0.3, 0.5$ ($\mu g/min$) 左右两支。

12.10 硫化氢标准气体渗透管，其渗透率为 $0.2, 0.4$ ($\mu g/min$) 左右两支。

注：应使用经国家计量行政部门批准的渗透管标准物质，其不确定度：二氧化硫优于 $\pm 1\%$ ，二氧化氮和硫化氢优于 $\pm 2\%$ 。

(二) 检定环境条件

13 环境温度 $20 \sim 30^\circ C$ (按渗透管使用温度而定)。

14 相对湿度不大于 85% 。

15 电源

交流电压 $220 \pm 22V$ ；

频率 $50 \pm 0.5Hz$ 。

四 检定项目和检定方法

16 流量示值误差检定

16.1 接通仪器气路，并把 $200ml$ 皂膜流量计串接在仪器的进气口处，接通电源，开机 $10min$ 后调节针型阀，使流量指示到规定值 (按仪器的规定而定)。

16.2 用皂膜流量计和秒表测定进气口气体的流量,连续测定3次。根据测得的体积(1)和时间(s)计算流量,并取3次的平均值作为标准值。

16.3 流量示值误差 d_f 按式(1)计算:

$$d_f = \frac{\text{示值} - \text{标准值}}{\text{标准值}} \times 100\% \quad (1)$$

d_f 应符合本规程第2条要求。

17 仪器的浓度示值引用误差检定

17.1 在每档量程选取一点(约80%量程),把相应浓度的二氧化硫标准气体渗透管置于 $25 \pm 0.1^\circ\text{C}$ (或 $30 \pm 0.1^\circ\text{C}$)的恒温装置中恒温24h。

17.2 仪器开机30min后,开启记录仪,待仪器零气线稳定后,通入二氧化硫标准气,待记录仪记录曲线稳定后,切断二氧化硫气源,再回到零气。记录通入二氧化硫标准气浓度 C_s 和仪器测得的二氧化硫浓度值,连续重复测量7次。取7次测量值中 $|C_T - C_s|$ 最大的测量值为 C_T 。

注:7次测量值中,异常值最多只能出现1次,并以格拉布斯(Grubbs)准则用概率为99%进行剔除。

17.3 浓度示值引用误差 d_R 按式(2)计算:

$$d_R = \frac{C_T - C_s}{C_m} \times 100\% \quad (2)$$

式中: C_m ——每档测量范围满度值。

d_R 应符合本规程第3条要求。

18 重复性检定

重复性用相对标准偏差 S_a 表示。

检定方法同17条,用7次测量的数值 a_i 按式(3)计算:

$$S_a = \frac{1}{a} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (a_i - \bar{a})^2}{n-1}} \times 100\% \quad (3)$$

式中: a_i ——各次的测量值;

\bar{a} ——测量值的平均值;

n ——测量次数。

S_a 应符合本规程第4条要求。

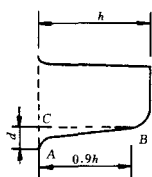


图2 响应时间取值示意图

19 响应时间检定

检定方法同17条,在记录纸的各档测量所得曲线上,找出从零气位开始上升点A与90%峰高处B点,测量B点在零气位上的垂足C与A点间距离 d (如图2)。以7次测量曲线上所得距离取其中最大值为 d (mm),根据设定的记录纸速度 v (mm/min)(经秒表校准),按式(4)计算仪器的响应时间 t (min)。

$$t = \frac{d}{v} \quad (\text{min}) \quad (4)$$

t 应符合本规程第5条要求。

20 稳定度检定

20.1 零点漂移

将仪器接通电源，量程开关置于 $0.5\text{mg}/\text{m}^3$ 档。三通阀置于“零气”位置，预热 30min 后，调节“调零”旋钮，将电表读数调至 $0.05\text{mg}/\text{m}^3$ 处，稳定 30min 后，以这时的读数平均值为基准值。连续记录 24h，测量经 24h 后零气位偏离基准值的最大漂移量 ΔC_0 (格)，并以 ΔC_0 (格) 与记录仪满度值 C (100 格) 之比的相对量为零点漂移 ΔZ ，按式 (5) 计算：

$$\Delta Z = \frac{\Delta C_0}{100} \times 100\% \quad (5)$$

ΔZ 应符合本规程第 6 条要求。

20.2 跨度漂移

将仪器接通电源，量程开关置于 $0.5\text{mg}/\text{m}^3$ 档，三通阀置于“零气”位置，预热 30min 后，再将三通阀置于“测量”位置，通入浓度为 $0.35 \pm 0.05\text{mg}/\text{m}^3$ 二氧化硫标准气，经 30min 稳定后，以这时的读数平均值为基准值。连续通气 8h。测量曲线偏离基准值的最大漂移量 ΔC (格)，并以此最大漂移量 ΔC (格) 与记录仪满度值 (100 格) 之比的相对量为跨度漂移 ΔG ，按式 (6) 计算：

$$\Delta G = \frac{\Delta C}{100} \times 100\% \quad (6)$$

ΔG 应符合本规程第 6 条要求。

注：二氧化硫标准气工作条件同 17 条。

21 噪声检定

用 20.1 款的记录曲线，测量该曲线抖动的峰-峰的最大振幅 f (剔除意外干扰)，以记录纸的格为单位。 f (格) 与满度 (100 格) 之比的相对量为仪器的噪声 N ， N 应符合本规程第 7 条要求。

注：意外干扰是指受外界偶然因素所引起的干扰而产生的峰，此干扰峰应再回到原来线上；若不能，则属非意外干扰。

22 抗干扰性能检定

抗干扰性能是指有 NO_2 、 H_2S 等干扰气体存在的情况下，对 SO_2 测量值的影响。

抗干扰性能定义为：

$$S = \frac{C_x - C_s}{C_8} \times 100\% \quad (7)$$

式中： C_x ——有干扰气时的测量值 (mg/m^3)；

C_s —— SO_2 标准气的测量值 (mg/m^3)。

22.1 开启仪器后预热 30min，量程开关置于 $2.0\text{mg}/\text{m}^3$ 档。三通阀置于“测量”位置。通入浓度为 $1.43\text{mg}/\text{m}^3$ (0°C) SO_2 标准气，得到稳定读数后，记录 SO_2 标准气的测量值 C_s 。

22.2 在 SO_2 标准气中分别混入 NO_2 [浓度为 $1.02\text{mg}/\text{m}^3$ (0°C)] 或 H_2S [浓度为 $0.75\text{mg}/\text{m}^3$ (0°C)] 干扰气体，逐个得到稳定读数后，记录有干扰气时得到的测量值 C_x ，按式 (7) 计算抗干扰性能 S 。 S 应符合本规程第 8 条要求。

23 绝缘电阻检定

仪器在不通电的情况下，用 500V 兆欧表测量电源引入线与外壳之间的绝缘电阻，应符合本规程第 9 条要求。

24 电压试验检定

表 1

项 目	检 定 结 果	结 论
外观要求		
噪 声 (%)		
绝缘电阻 (MΩ)		
电压试验		

表 2 浓度示值引用误差和重复性检定记录

量程 (mg / m ³) 测量值 (格) 测量次数	0~0.5	0~1.0	0~2.0	0~4.0
	1			
2				
3				
4				
5				
6				
7				
测量值的平均值				
SO ₂ 渗透管渗透率 (μg / min)				
二氧化硫 (mg / m ³)				
标准气浓度 (满度 100 格)				
浓度示值 d_R (%)				
引用误差 结 论				
重 复 性 S_a (%)				
结 论				

表 3 响应时间检定记录

量 程 (mg / m ³)	0~0.5	0~1.0	0~2.0	0~4.0
SO ₂ 渗透管渗透率 (μg / min)				
记录纸速度 v (mm / min)				
七 次 测 量 值 (mm)	1			
	2			
	3			
	4			
	5			
	6			
	7			
7 次测量最大值 d (mm)				
响应时间 t (min)				
结 论				

表 4 稳定度检定记录

零 点 漂 移	零点起始基准值 (格)	24h 内漂移量 (格)	零点漂移 (%) 满度值 / 24h	结 论
跨 度 漂 移	跨度起始基准值 (格)	8h 内漂移量 (格)	跨度漂移 (%) 满度值 / 8h	结 论

表 5 抗干扰性能检定记录

SO ₂ 标准气体		有干扰气体			抗干扰性能 S (%)	结 论
浓度 (格)	测量值 C _i (格)	名 称	浓度 (格)	测量值 C _i (格)		
		H ₂ S				
		NO ₂				

表 6 流量示值误差检定记录

测量次数	体积 (l)	时间 (s)	流量 (l/min)	平均值 (l/min)	流量示值 (l/min)	流量示值误差 d _f (%)	结论
			$= \frac{\text{体积 (l)}}{\text{时间 (s)}} \times 60$				

附录 3 渗透管的使用和贮存

标准气体渗透管是一种理想的标准气源，可用来检定、校准有关的分析仪器，校验分析方法的可靠性以及用于环境监测工作中监测数据。

渗透管由玻璃安瓶瓶、聚四氟乙烯（或丙烯）制成的渗透帽和安瓶瓶内的液态气体三部分组成。在安瓶瓶内气液两相并存，气相通过渗透帽向外不断地渗出。在一定的温度条件下，渗透量与渗透时间成正比，渗透率是一个常数。但是，渗透管具有较高的温度系数（约 10% / °C），因此，使用时必须将渗透管的使用温度与标定渗透率时的温度保持一致。要求控制恒定，误差在 ±0.1°C 之内。温度测量应采用经计量部门检定、修正值小于 ±0.05°C 的 0 ~ 50°C、1/10 分度的二等标准水银温度计或其他准确的测温手段，以保证渗透率的准确重现。在室温下放置的渗透管，需经过 24h 稳定后方可使用。

二氧化硫和二氧化氮渗透管应贮存在有硅胶和氢氧化钠颗粒的干燥器内，以避免空气中水分对渗透率的影响。同时还应防止渗透帽表面的污染。

硫化氢渗透管应贮存在装有硅胶和氢氧化钠颗粒、有氮气（静态）作保护气氛、防光的密闭容器中，以防止水分、污染、氧化和受光照分解。

采用标准气体渗透管可根据下式配制所需的标准气体浓度。

$$C = \frac{q}{F}$$

式中：C——标准气体浓度 (mg/m³)；

q——渗透管的渗透率 (μg/min)；

F——稀释气流量 (l/min)。

在配制标气时，通入的稀释气应经过干燥处理。