

# JJG

## 中华人民共和国国家计量检定规程

JJG 656—90

---

### 硝酸根自动监测仪

1990年2月26日批准

1990年12月1日实施

---

国家技术监督局

# 目 录

|                         |       |
|-------------------------|-------|
| 一 概 述.....              | ( 1 ) |
| 二 技术要求.....             | ( 1 ) |
| 三 检定条件.....             | ( 2 ) |
| 四 检定项目和检定方法.....        | ( 3 ) |
| 五 检定结果处理和检定周期.....      | ( 6 ) |
| 附录                      |       |
| 附录 1 标准溶液和缓冲溶液的制备.....  | ( 7 ) |
| 附录 2 硝酸根自动监测仪检定记录 ..... | ( 8 ) |

---

# 硝酸根自动监测仪检定规程

Verification Regulation for  
Nitrate Automatic Monitor

JJG 656—90

---

本检定规程经国家技术监督局于1990年2月26日批准，并自1990年12月1日起施行。

归口单位：上海市技术监督局

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：**

顾强龙 (上海市测试技术研究所)

钟全斌 (上海市测试技术研究所)

**参加起草人：**

余瑞宝 (上海雷磁仪器厂)

林生荫 (上海市测试技术研究所)

## 硝酸根自动监测仪检定规程

本规程适用于新制造、使用中和修理后的硝酸根自动监测仪的检定。

### 一 概 述

硝酸根自动监测仪（以下简称仪器）是根据电位分析法原理，以硝酸根离子选择电极为测量电极，配上适当的电计和液体流动系统组成的电化学分析仪器，能自动连续地监测水中的硝酸根浓度。当离子选择电极与参比电极一起装入测量池，由进样系统注入样品溶液和缓冲溶液时，电极对产生电势，该电势通过一个高阻直流放大器来测量，并由显示器显示出相应的离子浓度（见图1）。

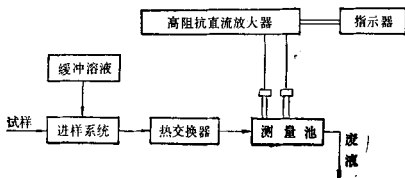


图 1

### 二 技 术 要 求

#### 1 外观和机械性能的要求

1.1 仪器应有下列标志：仪器型号、名称、制造厂名、出厂时间和仪器编号。

1.2 出厂时仪器的外表部分（包括涂、镀层）应色泽均匀，无明显擦伤、露底、裂纹和起泡等现象。

1.3 仪器各调节器应能正常调节；传动部分运转正常；各紧固件无松动；液体流动部分无渗漏。

1.4 指示器应能正常工作，刻线应清晰。

1.5 工作时，搅拌器应能在测量池的中心均匀搅拌。

1.6 电极应完好无损，电极引线连接可靠，能正常工作。

## 2 电计引用误差

电计引用误差应不超过 $\pm 1\%$ 。

## 3 电计重复性

电计重复性应不超过 $\pm 0.5\%$ 。

## 4 电计输入阻抗

电计输入阻抗应不小于 $1 \times 10^{11} \Omega$ 。

## 5 仪器相对误差

在仪器测量范围内 ( $1 \sim 100 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$ )，其相对误差应不超过 $\pm 10\%$ 。

## 6 仪器重复性

仪器重复性用相对标准偏差表示，应不超过 $\pm 3\%$ 。

## 7 仪器稳定度

仪器在规定工作条件下，测量同一浓度的硝酸根溶液，连续工作6 h，仪器读数的偏移应不超过 $\pm 10\%$ 。

## 8 仪器的响应时间

仪器浓度示值达到稳定示值的90%时，所需要的时间应不大于10 min。

## 9 仪器的绝缘电阻

仪器的绝缘电阻应不小于20 M $\Omega$ 。

## 三 检定条件

### 10 环境要求

10.1 温度： $10 \sim 30^\circ\text{C}$ 。

10.2 相对湿度：不大于85%。

10.3 附近无影响正常工作的机械振动和电磁场干扰。

## 11 检定设备

11.1 准确度不低于0.05级的直流电位差计（或标准电位发生器）一台，以及相应的标准电池、检流计等。

11.2 直流电阻（ $1 \times 10^9 \Omega \pm 10\%$ ）。

11.3 记录仪。

11.4 秒表。

11.5 兆欧表（500 V）。

## 12 配制硝酸根标准溶液和缓冲溶液的试剂和设备

### 12.1 试剂

12.1.1 纯水：25℃时电导率小于 $0.5 \times 10^{-6} \text{ S} \cdot \text{cm}^{-1}$ 的去离子水。

12.1.2 硝酸钾（ $\text{KNO}_3$ ）：基准试剂。

12.1.3 磷酸二氢钾（ $\text{KH}_2\text{PO}_4$ ）：分析纯。

12.1.4 乙二胺四乙酸二钠（EDTA）：分析纯。

### 12.2 设备

12.2.1 分析天平：感量 $\pm 0.0001 \text{ g}$ 。

12.2.2 架盘天平：感量 $\pm 0.5 \text{ g}$ 。

12.2.3 A级容量瓶：1000 mL。

12.2.4 A级无分度吸管：5 mL，10 mL，100 mL。

12.2.5 烧杯：100 mL。

12.2.6 烘箱：0~（200±2）℃。

## 四 检定项目和检定方法

### 13 外观和机械性能的检查

利用手感和目测的方法进行检查，应符合本规程第1条的要求。

### 14 电计引用误差的检定

14.1 按图2接好线路，接通开关K，调节电位差计，使其输出电位分别为0.00 mV和120.30 mV，调节电位的示值分别为零和满量程。

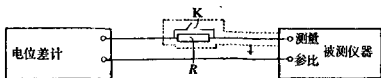


图 2

14.2 分别按电计标称值 0, 10, 20, 30, …, 90, 100 ( $x_0$ ) 对应的标准电位 0.00, 12.03, 24.06, 36.09, …, 108.27, 120.30 mV 输入电计, 记录电计示值。连续测量 2 次, 取其平均值 ( $\bar{x}$ )。分别按下式计算电计引用误差:

$$A_{\text{引}} = \frac{\bar{x} - x_0}{100} \times 100\% \quad (1)$$

式中  $A$ ——电计的引用误差 (%) ;

$x_0$ ——电计的标称值;

$\bar{x}$ ——电计的读数平均值。

电计的引用误差应符合本规程第 2 条的要求。

### 15 电计重复性的检定

按 14.1 款调节好电计, 将开关 K 断开, 由电位差计输入电位 60.15 mV, 读出并记录示值 ( $x_i$ )。重复测量 6 次, 按下式计算标准偏差:

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^6 (x_i - \bar{x})^2}{5}} \quad (2)$$

式中  $S$ ——标准偏差;

$\bar{x}$ ——6 次测量值的平均值。

电计重复性应符合本规程第 3 条的要求。

### 16 电计输入阻抗的检定

16.1 按 14.1 款调节好电计, 用电位差计向电计输入 120.30 mV, 调节电计至满量程, 记录电位差计示值 ( $E_0$ )。



16.2 将开关K断开,由电位差计输入零电位,使电计显示为零。然后调节电位差计,使电计指示满量程,记录电位差计示值( $E_1$ )。

16.3 按16.1和16.2款的程序测量3次,取 $E_0$ 和 $E_1$ 的3次算术平均值分别为 $\bar{E}_0$ 和 $\bar{E}_1$ ,按下式计算电计的输入阻抗( $R_1$ ):

$$R_1 = \frac{\bar{E}_0}{\bar{E}_0 - \bar{E}_1} R \quad (3)$$

式中  $R$ ——电计输入端串联的电阻 ( $1 \times 10^9 \Omega$ );

$E_0$ ——未串入  $R$  时电位差计示值 (mV);

$R_1$ ——电计的输入阻抗 ( $\Omega$ )。

输入阻抗应符合本规程第4条的要求。

## 17 仪器相对误差的检定

17.1 仪器按操作说明书要求,用  $10.00 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$  硝酸根标准溶液输入测量池,调节仪器示值在  $10.0 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$  位置。然后用  $100.00 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$  硝酸根标准溶液输入,调节仪器示值在  $100.0 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$  位置。

17.2 分别输入  $5.00 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$ ,  $50.00 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$  硝酸根标准溶液,待数值稳定后,记录仪器的示值。分别重复测量3次,各取平均值,分别按下式计算仪器相对误差  $B$  (%) :

$$B(\%) = \frac{\bar{x} - x_0}{x_0} \times 100\% \quad (4)$$

式中  $B$ ——仪器相对误差 (%) ;

$\bar{x}$ ——3次测量平均值 ( $\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$ ) ;

$x_0$ ——标准溶液浓度值 ( $\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$ ) 。

仪器相对误差应符合本规程第5条的要求。

## 18 仪器重复性的检定

按17条分别测定  $5.00 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$  和  $50.00 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$  硝酸根标准溶液各6次,分别按下列公式计算相对标准偏差:

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^6 (x_i - \bar{x})^2}{5}} \quad (5)$$

$$C_V = \frac{S}{\bar{x}} \times 100\% \quad (6)$$

式中  $x_i$ ——各次测量值 ( $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ ) ;  
 $S$ ——仪器标准偏差 ( $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ ) ;  
 $C_V$ ——仪器相对标准偏差 ( % ) ;  
 $\bar{x}$ ——6次测量平均值 ( $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ ) .

仪器重复性应符合本规程第6条的要求。

#### 19 仪器稳定度的检定

按 17.1 款校正好仪器, 输入  $10.00 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$  硝酸根标准溶液, 仪器连续工作 6 h, 用记录仪记录输出信号, 按下式计算稳定度:

$$C(\%) = \frac{\Delta x}{x_0} \times 100\% \quad (7)$$

式中  $C$ ——仪器稳定度 ( % ) ;  
 $\Delta x$ ——记录曲线上偏离标准值的最大偏差 ( $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ ) ;  
 $x_0$ ——标准溶液的浓度值 ( $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ ) .

仪器稳定度应符合本规程第7条的要求。

#### 20 仪器响应时间的检定

按 17.1 款校正好仪器, 输入  $100.00 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$  硝酸根标准溶液, 用秒表记录样品进入系统至仪器指示达到  $90.0 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$  时所需要的时间。

仪器的响应时间应符合本规程第8条的要求。

#### 21 仪器绝缘电阻的检定

仪器在开机不通电的情况下, 用兆欧表测量电源引入线和机壳间的绝缘电阻。

仪器的绝缘电阻应符合本规程第9条的要求。

### 五 检定结果处理和检定周期

22 按本规程检定合格的仪器发给检定证书, 不合格的仪器发给检定结果通知书, 并注明不合格项目。

23 检定周期为一年, 在使用中如发现疑问时, 应随时申请检定。

## 附 录

### 附录 1

#### 标准溶液和缓冲溶液的制备

##### 1 硝酸根标准溶液的配制

###### 1.1 $1\ 000.00\ \text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ 硝酸根标准溶液

将硝酸钾基准试剂置于  $(110\pm 5)$  °C 烘箱中干燥 24 h, 取出后置于干燥器中冷却至室温。精确称取 1.6306 g, 置于 100 mL 烧杯中, 用少量纯水溶解, 移入 1 000 mL 容量瓶中。烧杯用纯水冲洗数次, 洗液倒入容量瓶中, 用纯水稀释至刻度并摇匀。

###### 1.2 $100.00\ \text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ 硝酸根标准溶液

用 100 mL 无分度吸管吸取 1.1 款的硝酸根标准溶液 100 mL 于 1 000 mL 容量瓶中, 用纯水稀释至刻度后摇匀。

###### 1.3 $50.00\ \text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ 硝酸根标准溶液

用 50 mL 无分度吸管吸取 1.1 款的硝酸根标准溶液 50 mL 于 1 000 mL 容量瓶中, 用纯水稀释至刻度, 摇匀。

###### 1.4 $10.00\ \text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ 硝酸根标准溶液

用 10 mL 无分度吸管吸取 1.1 款的硝酸根标准溶液 10 mL 于 1 000 mL 容量瓶中, 用纯水稀释至刻度, 摇匀。

###### 1.5 $5.00\ \text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ 硝酸根标准溶液

用 5 mL 无分度吸管吸取 1.1 款的硝酸根标准溶液 5 mL 于 1 000 mL 容量瓶中, 用纯水稀释至刻度, 摇匀。

##### 2 缓冲溶液的制备

用架盘天平称取磷酸二氢钾 13.5 g, 和乙二胺四乙酸二钠 10 g 于烧杯中, 用少量纯水溶解, 移入 1 000 mL 容量瓶中。烧杯用纯水冲洗数次, 洗液倒入容量瓶中, 用纯水稀释至刻度, 摇匀。



## 四、电计输入阻抗

| 串联电阻<br>( $\Omega$ ) | 电位差计示值 (mV) |   |   |   | 输入阻抗<br>( $\Omega$ ) |
|----------------------|-------------|---|---|---|----------------------|
|                      | 1           | 2 | 3 | E |                      |
| 0                    |             |   |   |   |                      |
| $1 \times 10^9$      |             |   |   |   |                      |

## 五、六、仪器相对误差和重复性

| 标准溶液<br>( $\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$ ) | 仪器示值 ( $\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$ ) |   |   |           | B (%) |
|---|--|---|---|-----------|-------|
|   | 1  | 2 | 3 | $\bar{x}$ |       |
|   |  |   |   |           |       |
|   |  |   |   |           |       |

| 标准溶液<br>( $\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$ ) | 仪器示值 ( $\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$ ) |   |   |   | Cv (%) |
|---|--|---|---|---|--------|
|   | 4  | 5 | 6 | S |        |
|   |  |   |   |   |        |
|   |  |   |   |   |        |

## 七、仪器稳定度

(%)

## 八、仪器的响应时间

| 1 | 2 | 3 | $\bar{x}$ (min) |
|---|---|---|-----------------|
|   |   |   |                 |

## 九、仪器的绝缘电阻

结论:

|      |  |      |  |
|------|--|------|--|
| 证书编号 |  | 温 度  |  |
| 检 定  |  | 湿 度  |  |
| 复 核  |  | 检定日期 |  |