



中华人民共和国国家计量检定规程

JJG 631—2004

氨自动监测仪

Ammonia Analyzers

2004 - 03 - 02 发布

2004 - 09 - 02 实施

国家质量监督检验检疫总局 发布

氨自动监测仪检定规程

Verification Regulation of
Ammonia Analyzers

JJG 631—2004
代替 JJG 631—1989

本规程经国家质量监督检验检疫总局于 2004 年 03 月 02 日批准，并自 2004 年 09 月 02 日起施行。

归口单位：全国环境化学计量技术委员会

主要起草单位：上海市计量测试技术研究院

参加起草单位：上海雷磁仪器厂

本规程委托全国环境化学计量技术委员会负责解释

本规程主要起草人：

龚飞雁 （上海市计量测试技术研究院）

参加起草人：

谢陆云 （上海市计量测试技术研究院）

王巧梅 （上海雷磁仪器厂）

目 录

1 范围	(1)
2 概述	(1)
3 计量性能要求	(1)
3.1 示值误差限	(1)
3.2 重复性	(1)
3.3 稳定性	(1)
3.4 响应时间	(1)
4 通用技术要求	(1)
4.1 外观	(1)
4.2 安全要求	(1)
5 计量器具控制	(2)
5.1 检定条件	(2)
5.2 检定项目	(2)
5.3 检定方法	(3)
5.4 检定结果的处理	(4)
5.5 检定周期	(4)
附录 A 氨氮标准溶液的配制	(5)
附录 B 氨自动监测仪检定记录	(6)
附录 C 检定证书(内页)格式	(7)
附录 D 检定结果通知书(内页)格式	(8)

氨自动监测仪检定规程

1 范围

本规程适用于氨自动监测仪（氨气敏电极法）的首次检定、后续检定和使用中检验。

2 概述

氨自动监测仪（以下简称仪器）可自动连续监测地表水、排放水等水体中的氨氮浓度。氨气敏电极由单极工作电极、参比电极及透气膜组成的复合电极，它产生的电动势随溶液中氨的活度变化而变化，该电动势以浓度显示。

仪器可用框图 1 表示。

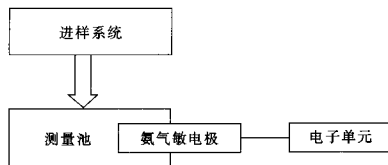


图 1 氨自动监测仪(氨气敏电极法)工作原理示意图

3 计量性能要求

- 3.1 示值误差限： $\pm 10\%$
- 3.2 重复性：相对标准偏差不大于 3%
- 3.3 稳定性： $\leq 10\%/4\text{h}$
- 3.4 响应时间： $\leq 6\text{min}$

4 通用技术要求

4.1 外观

4.1.1 仪器及附件的所有紧固件应紧固良好；连接件应连接良好；运动部位应运动灵活、平稳；仪器内外各种管路接口必须可靠密封，避免漏液。面板显示清晰、完整，微机输入指令时，各相应的功能应正常。

4.1.2 仪器上应标有名称、型号、出厂编号、制造日期、制造厂名、制造计量器具许可证标志及编号，并附有说明书。新制造仪器的所有电镀表面不应有脱皮现象，喷漆表面色泽应均匀，不得有明显的擦伤、露底、裂纹、起泡及锈蚀现象，外部露件结合处应整齐，无粗糙不平现象。使用中仪器不应有影响其正常工作的损伤。

4.2 安全要求

4.2.1 绝缘电阻

仪器的电源进线与机壳之间的绝缘电阻不小于 $20\text{M}\Omega$ 。

4.2.2 绝缘强度

仪器的电源进线与机壳之间能承受 50Hz ， 1500V ，限流 5mA ，历时 1min ，不出现电弧和击穿现象。

4.2.3 泄漏电流

仪器的泄漏电流不大于 5mA 。

5 计量器具控制

计量器具控制包括首次检定、后续检定和使用中检验。根据仪器使用场合的不同，将用于地表水监测的仪器定义为 A 类仪器，将用于污水排放监测的仪器定义为 B 类仪器。对于新出厂的仪器和两种场合都使用的仪器，须按照 A 类和 B 类仪器全部要求进行检定。

5.1 检定条件

5.1.1 检定用标准器及配套设备

5.1.1.1 水中氨氮标准物质，浓度不低于 100mg/L ，扩展不确定度不大于 1% ($k=2$)。

5.1.1.2 单标线移管、容量瓶、分度吸管：均为 A 级

5.1.1.3 分析天平：最大称量 200g ，最小分度值 0.1mg

5.1.1.4 秒表： 0.01s

5.1.1.5 绝缘电阻表： 500V ，10 级

5.1.1.6 耐压试验仪

5.1.1.7 泄露电流测试仪

5.1.2 检定环境条件

5.1.2.1 环境温度： $(5\sim 35)^{\circ}\text{C}$

5.1.2.2 相对湿度：不大于 85%

5.1.2.3 电源： $(220\pm 22)\text{V}$ ， 50Hz

5.2 检定项目

检定项目见表 1。

表 1 检定项目一览表

检定项目	首次检定	后续检定	使用中检验
外观	+	+	+
示值误差	+	+	+
重复性	+	+	-
稳定性	+	+	-
响应时间	+	+	-
绝缘电阻	+	+	-

表 1 (续)

检定项目	首次检定	后续检定	使用中检验
绝缘强度	+	-	-
泄露电流	+	-	-

注 1: 表格中“+”表示需检项目,“-”表示可不检项目。
 注 2: 仪器经安装维修后,对计量性能有重大影响时,其后续检定原则上需按首次检定进行。

5.3 检定方法

5.3.1 外观

用目测和手感检查仪器外观。

5.3.2 示值误差

仪器调至正常工作状态后, A 类仪器分别用浓度为 1.50mg/L 和 5.00mg/L 的氨氮标准溶液进行重复 4 次测定, B 类仪器分别用浓度为 15.0mg/L 和 25.0mg/L 的氨氮标准溶液进行重复 4 次测定, 计算出 4 次测定值的平均值, 并按下式计算示值误差:

$$\Delta c_r = \frac{\bar{c} - c_s}{c_s} \times 100\%$$

式中: Δc_r ——示值误差, %;

$\bar{c}$ ——4 次测定值的平均值, mg/L;

c_s ——氨氮标准溶液的浓度值, mg/L。

其中以绝对值较大的示值误差作为检定结果。

5.3.3 重复性

仪器调至正常工作状态后, A 类仪器用浓度为 5.00mg/L 的氨氮标准溶液进行测定, B 类仪器用浓度为 25.0mg/L 的氨氮标准溶液进行测定, 重复测定 7 次, 利用贝塞尔公式计算标准偏差 s_c :

$$s_c = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (c_i - \bar{c})^2}{n-1}}$$

式中: n ——测定次数, $n=7$ 。

再求其相对标准偏差 $RSD(\%)$:

$$RSD(\%) = \frac{s_c}{\bar{c}} \times 100\%$$

5.3.4 稳定性

仪器调至正常工作状态后, A 类仪器用浓度为 5.00mg/L 的氨氮标准溶液进行测定, B 类仪器用浓度为 25.0mg/L 的氨氮标准溶液进行测定, 每隔半小时测定一次, 连续四小时, 并按下式计算稳定性:

$$M = \frac{c_{\max} - c_{\min}}{c_s} \times 100\%$$

式中： M ——仪器稳定度；

$c_{\max}$ ——最大测得值；

$c_{\min}$ ——最小测得值。

5.3.5 响应时间

系统先用无氨水洗净后，对 A 类仪器用浓度为 5.00mg/L 的氨氮标准溶液进行测定，B 类仪器用浓度为 25.0mg/L 的氨氮标准溶液进行测定，以待测溶液进入仪器为起点，仪器示值达到最终稳定值的 90% 为终点，记录所需的时间。

5.3.6 安全指标

5.3.6.1 绝缘电阻

电源插头不接入电网，电源开关置于接通位置，用绝缘电阻测试仪在电源进线与机壳之间施加 500V 直流试验电压，稳定 5 秒后，测量绝缘电阻。

5.3.6.2 绝缘强度

电源插头不接入电网，仪器电源开关置于接通位置，用电压试验装置分别在电源插头两相线与地线端施加试验电压，试验电压逐渐上升到 1500V，限流 5mA，并保持 1min，观察是否出现飞弧和击穿现象，然后平稳下降到零。

5.3.6.3 泄漏电流

将产品置于绝缘工作台上，电源插头不接入电网，仪器电源开关置于接通位置，在产品外壳与电源进线之间接上泄漏电流测试仪，将泄漏电流测试仪的电压调至 242V，测量一次，再变化一下电源极性，重复测量一次，取二次中的最大值，即为产品的泄漏电流。

5.4 检定结果的处理

按本规程的规定和要求，检定合格的仪器，发给检定证书；检定不合格的仪器，发给检定结果通知书，并注明不合格项目。

5.5 检定周期

仪器的检定周期一般不超过 1 年。

附录 A

氨氮标准溶液的配制

A.1 无氨水的制备

按每升去离子水中加入 0.1mL 浓硫酸的 ($\rho = 1.84\text{g/mL}$) 的比例, 用一个全玻璃装置进行蒸馏。最初蒸馏出的 50mL 馏出液废弃不要, 余下的馏出液收集在有密闭玻璃塞的玻璃容器中, 每升馏出液加入约 10g 强酸性离子交换树脂 (氢型)。

A.2 氨氮标准溶液的配制

根据检定所需的氨氮标准溶液浓度、用量及所用的水中氨氮标准物质的浓度, 配制检定用的氨氮标准溶液。例如, 准确移取 30.00mL 浓度为 500mg/L 的水中氨氮成分分析标准物质, 置于 1000mL 容量瓶中, 用无氨水稀释至刻度, 定容并摇匀, 即得 1L 浓度为 15.0mg/L 的氨氮标准溶液。

水中氨氮标准物质应按照标准物质证书的要求保存。氨氮标准溶液应现配现用, 如有剩余, 可冷藏保存 3 天。

附录 B

氨自动监测仪检定记录

委托单位名称					
委托单位地址			联系电话		
仪器型号			联系人		
生产厂商			原始记录编号		
仪器编号			证书编号		
环境条件	℃	%RH	检定日期		
仪器分类	☐ A类 ☐ B类 ☐ 新制造				
主要测量设备					
检定前仪器情况					
1. 外观	☐ 合格 ☐ 不合格				
2. 示值误差					
标准溶液浓度 /(mg/L)	实测浓度/(mg/L)			平均值 /(mg/L)	示值误差 /%
3. 重复性					
标准溶液浓度 /(mg/L)	实测浓度/(mg/L)			重复性(RSD)/%	
4. 稳定性					
标准溶液浓度 /(mg/L)	实测浓度/(mg/L)			稳定性/%	
5. 响应时间/min				6. 绝缘电阻/MΩ	
7. 绝缘强度				8. 泄露电流/mA	
检定后仪器情况					
结 论					
备 注					
检 定 员				核 验 员	

附录 C

检定证书（内页）格式

检定环境条件：

温度： ℃ 湿度： %RH

仪器类别：

检定项目	技术要求	检定结果
外观	标识齐全，表面平整，功能正常， 没有影响正常工作的损伤	
示值误差限/%	$\pm 10\%$	
重复性（ <i>RSD</i> ）/%	$\leq 3\%$	
稳定性/%	$\leq 10\%/4h$	
响应时间/min	$\leq 6min$	
绝缘电阻/M Ω	$\geq 20M\Omega$	
绝缘强度	50Hz，1500V，限流 5mA，1min， 不出现飞弧和击穿现象	
泄露电流/mA	$\leq 5mA$	

附录 D

检定结果通知书（内页）格式

检定环境条件：

温度： ℃ 湿度： % RH

仪器类别：

检定项目	技术要求	检定结果
外观	标识齐全，表面平整，功能正常， 没有影响正常工作的损伤	
示值误差限/%	$\pm 10\%$	
重复性（ <i>RSD</i> ）/%	$\leq 3\%$	
稳定性/%	$\leq 10\%/4\text{h}$	
响应时间/min	$\leq 6\text{min}$	
绝缘电阻/M Ω	$\geq 20\text{M}\Omega$	
绝缘强度	50Hz，1500V，限流 5mA，1min， 不出现飞弧和击穿现象	
泄露电流/mA	$\leq 5\text{mA}$	

不合格项目：