



中华人民共和国国家计量检定规程

JJG 748—2007

示波极谱仪

Oscilloscopic Polarograph

2007-02-28 发布

2007-08-28 实施

国家质量监督检验检疫总局 发布

示波极谱仪检定规程

Verification Regulation of
Oscilloscopic Polarograph

JJG 748—2007
代替 JJG 748—1991

本规程经国家质量监督检验检疫总局于 2007 年 2 月 28 日批准，并自 2007 年 8 月 28 日起施行。

归口单位：全国物理化学计量技术委员会

主要起草单位：中国计量科学研究院

参加起草单位：齐齐哈尔医学院药学系

本规程委托全国物理化学计量技术委员会负责解释

本规程主要起草人：

史乃捷（中国计量科学研究院）

参加起草人：

张 榕（齐齐哈尔医学院药系）

目 录

1 范围	(1)
2 概述	(1)
3 计量性能要求	(1)
3.1 检测限	(1)
3.2 测量重复性	(1)
3.3 线性示值误差	(1)
3.4 抗先还原物质能力	(1)
3.5 分辨力	(2)
3.6 电流倍率	(2)
4 通用技术要求	(2)
4.1 外观及功能性检查	(2)
4.2 绝缘电阻	(2)
5 计量器具控制	(2)
5.1 检定条件	(2)
5.2 检定项目	(3)
5.3 检定方法	(3)
5.4 检定结果的处理	(5)
5.5 检定周期	(5)
附录 A 检定记录	(6)
附录 B 检定证书内页格式	(8)
附录 C 检定结果通知书内页格式	(9)
附录 D 检定溶液的配制	(10)

示波极谱仪检定规程

1 范围

本规程适用于示波极谱仪和极谱仪中具有示波极谱仪功能部分的仪器的首次检定、后续检定和使用中检验。

2 概述

示波极谱仪（以下简称仪器）是一种电化学分析仪器，主要用来测量溶液中氧化或还原物质的量。该仪器主要由电极和电子单元两部分组成。其工作原理为：控制工作电极的每一滴汞的生长周期，使每一次电位扫描都是新的汞滴。在工作电极和辅助电极加上一个快速随时间作直线变化的电压，通过测量电流与电压变化曲线，判断峰电压和峰电流的存在及其大小，对其氧化或还原物质的量进行定性和定量分析。

仪器的原理图如图 1 所示。

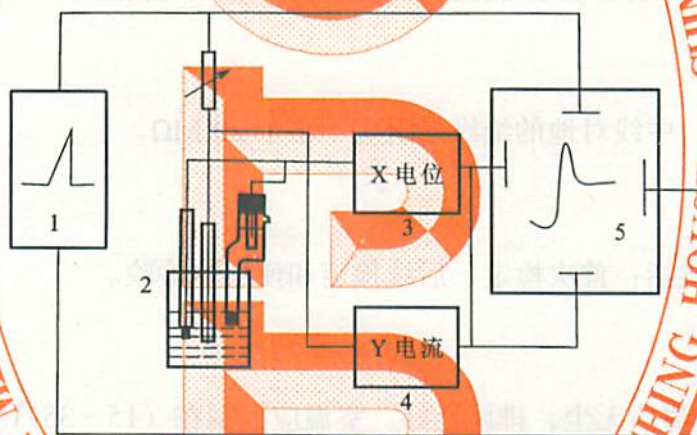


图 1 示波极谱仪原理图

1—锯齿波发生器；2—电解池；3—垂直放大器；
4—水平放大器；5—显示及数据处理部分

3 计量性能要求

3.1 检出限

镉（Ⅱ）的检出限不大于 $20 \mu\text{g/L}$ 。

3.2 测量重复性

测量重复性不大于 1%。

3.3 线性示值误差

线性示值误差绝对值不大于 0.05 mg/L 。

3.4 抗先还原物质能力

抗先还原物质能力应大于 5 000:1。

3.5 分辨力

分辨力不大于 35 mV。

3.6 电流倍率

3.6.1 仪器在相邻电流倍率挡时对电流示值大于 10 倍最小分度值的同一输入信号的测量误差绝对值大于 1.5%。

3.6.2 与仪器电流倍率对应的电阻阻值的误差

电流倍率在“25”至“0.4”各挡对应的电阻阻值的误差绝对值不大于 1.5%；

电流倍率在“0.25”至“0.01”各挡对应的电阻阻值的误差绝对值不大于 3%；

电流倍率在“0.06”至“0.001”各挡对应的电阻阻值的误差绝对值不大于 5%。

带有计算机处理极谱谱图的仪器，可以不进行 3.6 检定。

4 通用技术要求

4.1 外观及功能性检查

4.1.1 仪器应附有制造厂的技术说明书，并应附件齐全；应标明仪器名称、型号、编号及制造厂名称，各开关、旋钮、显示器应有明确的功能标志。

4.1.2 仪器通电后，各部分都能正常工作，各调节器应能正常调节，显示应清晰和完整。

4.2 绝缘电阻

仪器的电源相、中线对地的绝缘电阻应不小于 20 MΩ。

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。

5.1 检定条件

5.1.1 环境条件

5.1.1.1 实验室应清洁无尘，排风良好。室温应控制在 (15~35)℃，检定时室温波动应小于 2℃/h，相对湿度 < 80%。

5.1.1.2 仪器应平稳地放在工作台上，周围无强电磁场干扰，无机械震动和冲击的影响。

5.1.2 检定设备

5.1.2.1 数字多用表：0.1 级（电阻测量挡）。

5.1.2.2 绝缘电阻表：500 V，10 级。

5.1.2.3 检定用的溶液标准物质

0.2 mol/L NH₄OH、0.2 mol/L NH₄Cl 和 1% Na₂SO₃ 的混合空白溶液；

以 0.2 mol/L NH₄OH、0.2 mol/L NH₄Cl 和 1% Na₂SO₃ 的混合溶液为底液的 0.50, 1.00, 1.50, 2.00 和 2.50 μg/mL Cd (II) 的混合溶液标准物质；

0.2 mol/L KCl、1.0 μg/mL Cd (II) 和 1.5 μg/mL In (II) 的混合溶液标准物质；

0.2 mol/L NH₄OH、0.2 mol/L NH₄Cl、1% Na₂SO₃、520 μg/mL Pb(II) 和 0.060 μg/mL Cd (II) 的混合溶液标准物质。

5.2 检定项目

检定项目如表 1 所示。

表 1 仪器检定项目一览表

序 号	检 定 项 目	首 次 检 定	后 续 检 定	使用中检验
1	外观及初步检查	+	+	+
2	检出限	+	+	+
3	线性示值误差	+	+	+
4	测量重复性	+	+	+
5	抗先还原物质能力	+	-	-
6	分辨力	+	-	-
7	电流倍率	+	+	+
8	绝缘电阻	+	-	-
注：1 “+”为需检项目，“-”为不需检项目； 2 经安装及维修后对仪器计量性能有重大影响，检定须按首次检定项目进行。				

5.3 检定方法

5.3.1 外观及常规要求

按 4.1 要求，用目视和手感进行检查。

5.3.2 用绝缘电阻表接入仪器的电源进线端与机壳，打开仪器开关测量绝缘电阻。

5.3.3 检出限

取 0.2 mol/L NH_4OH 、0.2 mol/L NH_4Cl 和 1% Na_2SO_3 混合溶液作空白液，选择仪器的最佳工作条件，在镉（Ⅱ）波峰电位前后的极化电压范围内观测导数还原波峰高，重复测量 6 次，计算空白值的标准偏差 s_b ，并按公式（2）求出检出限。

$$s_b = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (h_i - \bar{h})^2}{n-1}} \quad (1)$$

$$\text{DL} = 3s_b/b \quad (2)$$

式中： h_i ——第 i 次测定空白溶液的镉（Ⅱ）峰高；

$\bar{h}$ ——6 次测定空白溶液的镉（Ⅱ）峰高的平均值；

n ——测量次数， $n=6$ ；

b ——仪器的灵敏度。

5.3.4 线性示值误差

待仪器稳定后，选择仪器的最佳工作条件，分别测定 0.2 mol/L NH_4OH 、0.2 mol/L NH_4Cl 和 1% Na_2SO_3 底液中 0.50，1.00，1.50，2.00 和 2.50 $\mu\text{g/mL}$ Cd（Ⅱ）标准溶液的导数还原波峰高，重复测定三次，求得各峰高平均值，按照线性回

归法求得标准工作曲线的截距 a ，斜率 b 及标准工作曲线的线性方程，然后按照公式 (5) 计算标准曲线测量点的线性示值误差 (Δc_i)。

线性方程：

$$h_i = a + bc_i \quad (3)$$

则：

$$c_i = \frac{h_i - a}{b} \quad (4)$$

线性示值误差：

$$\Delta c_i = c_i - c_{si} \quad (5)$$

式中：

其中：

$$a = \bar{h} - b\bar{c}, \quad b = \frac{\sum_{i=1}^5 (c_i - \bar{c})(h_i - \bar{h})}{\sum_{i=1}^5 (c_i - \bar{c})^2}$$

$$\bar{c} = \frac{\sum_{i=1}^5 c_i}{5}, \quad \bar{h} = \frac{\sum_{i=1}^5 h_i}{5}$$

式中： c_{si} ——第 i 点的溶液中镉 (II) 质量浓度， $\mu\text{g/mL}$ ；

h_i ——第 i 点的镉 (II) 还原导数波峰高的平均值， mm ；

c_i ——第 i 点按照线性方程计算出的测得质量浓度， $\mu\text{g/mL}$ 。

5.3.5 测量重复性

选择仪器的最佳工作条件，测定 $0.2 \text{ mol/L NH}_4\text{OH}$ 、 $0.2 \text{ mol/L NH}_4\text{Cl}$ 和 $1\% \text{ Na}_2\text{SO}_3$ 底液中 $1.00 \mu\text{g/mL}$ 镉 (II) 标准溶液的峰高，重复测定 6 次，按式 (6) 计算测量重复性。

$$\text{RSD} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (h_i - \bar{h})^2}{n-1}} \times \frac{1}{\bar{h}} \times 100\% \quad (6)$$

式中：RSD——测量重复性；

h_i ——第 i 次测量峰高值；

$\bar{h}$ —— n 次测量峰高平均值；

n ——测量次数， $n=6$ 。

5.3.6 抗先还原物质能力

对 $0.2 \text{ mol/L NH}_4\text{OH}$ 、 $0.2 \text{ mol/L NH}_4\text{Cl}$ 、 $1\% \text{ Na}_2\text{SO}_3$ 、 $520 \mu\text{g/mL Pb (II)}$ 和 $0.060 \mu\text{g/mL Cd (II)}$ 的混合溶液，用导数还原波测定，应能观察到镉的波峰。

5.3.7 分辨力

取 0.2 mol/L KCl 、 $1.0 \mu\text{g/mL Cd (II)}$ 和 $1.5 \mu\text{g/mL In (II)}$ 的混合溶液进行测定，应能分辨其导数还原波，测量两波峰之间的宽度，即为分辨力。

5.3.8 电流倍率

5.3.8.1 仪器电流倍率调节器的一致性

仪器的辅助电极和工作电极端串接一个电阻,为了得到电流示值大于10倍最小分度值,可串接电阻(1 MΩ, 5 MΩ, 100 kΩ或10 kΩ等),记录不同的电流倍率挡扫描过程电流的读数,按式(7)计算相邻电流倍率挡对同一个输入信号测量值的误差。

$$\delta = \frac{k_2 h_2 - k_1 h_1}{k_1 h_1} \times 100\% \quad (7)$$

式中: k_1, k_2 ——分别为相邻电流倍率的读数;

h_1, h_2 ——相应于 k_1, k_2 电流倍率下的电流示值; mm。

5.3.8.2 与仪器电流倍率对应的电阻阻值的误差

仪器不开机的情况下,导数开关位于“ I_p ”,电极开关位于“y 校对”,用多用表连接参比电极和辅助电极端,测量电流倍率各挡对应的电阻值,按式(8)计算电阻阻值的误差绝对值。

$$\Delta = \frac{|x - x_0|}{x_0} \times 100\% \quad (8)$$

式中: x ——测量电流倍率各挡对应的电阻值, Ω;

x_0 ——仪器标称的电流倍率各挡对应的电阻值, Ω。

检定电流倍率项目可选上面任意一种方法做。

5.4 检定结果的处理

经检定,仪器的检定项目全部达到要求,发给检定证书。若仪器有1项达不到要求的,判为不合格仪器,发给检定结果通知书,并列出不合格项目。

5.5 检定周期

检定周期为1年。在此期间,当仪器维修后,应重新检定。

附录 A

检 定 记 录

仪器名称		检定温度	
型 号		湿 度	
制 造 厂		检 定 员	
出厂编号		复 核 员	
检定结果		检定日期	
记录编号		证书编号	
送检单位			
检定地点			
检定依据			

一、外观检查：

二、检出限

检测项目 \ 次 数 峰 高	1	2	3	4	5	6	$\bar{h}$	s_b
空白液								
b								
DL								

三、测量重复性

序 号	1	2	3	4	5	6	$\bar{h}$
峰高							
RSD							

四、线性示值误差

Cd 溶液标准物质	峰 高				Δc_i
	1	2	3	平均值	
0.50 mg/L					
1.00 mg/L					
1.50 mg/L					

表 (续)

Cd 溶液标准物质	峰 高				Δc_i
	1	2	3	平均值	
2.00 mg/L					
2.50 mg/L					
a		b		r	
结论:					

五、抗先还原物质能力

Cd (II) 波峰高度_____。

结论_____。

六、分辨力

In (III) 峰电位_____, Cd (II) 峰电位_____。

结论_____。

七、电流倍率的检查

(1) 电流倍率调节器一致性

电流倍率	模拟电阻值	信号值 h				kh	$\frac{k_2 h_2 - k_1 h_1}{k_1 h_1} \times 100\%$	结论
		1	2	3	平均			

(2) 电流倍率对应测量电阻阻值的检查

电流倍率	对应测量电阻阻值/k Ω	实际测量电阻值/k Ω				误差	结论
		1	2	3	平均		

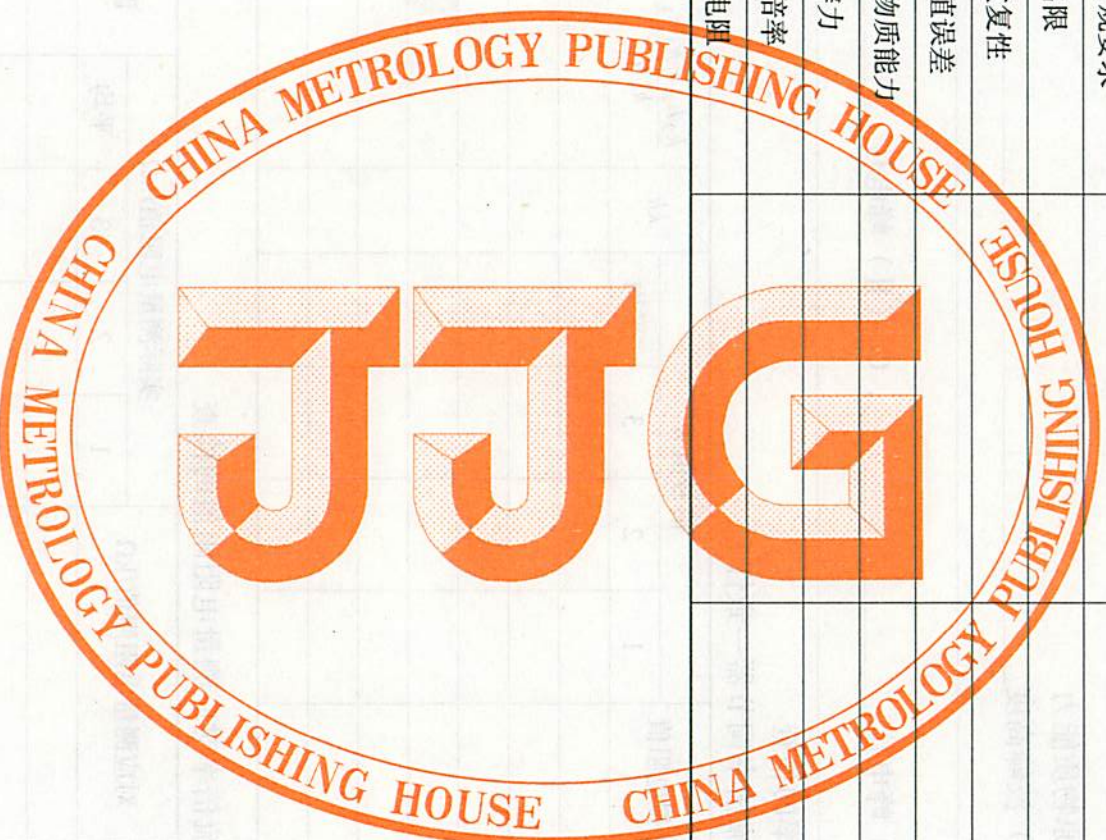
结论: _____

附录 B

检定证书内页格式

检定结果

检 定 项 目	技 术 要 求	检 定 结 果
外观及常规要求		
检出限		
测量重复性		
线性示值误差		
抗先还原物质能力		
分辨力		
电流倍率		
绝缘电阻		



附录 C

检定结果通知书内页格式

检 定 结 果

检 定 项 目	技 术 要 求	检 定 结 果
外观及常规要求		
检出限		
测量重复性		
线性示值误差		
抗先还原物质能力		
分辨力		
电流倍率		
绝缘电阻		
结论：不合格		
不合格项目：		

附录 D

检定溶液的配制

1. 2.0 mol/L NH_4OH 和 2.0 mol/L NH_4Cl 混合溶液的配制

称取 10.49 g 优级纯氯化铵于 100 mL 烧杯, 再加入 14 mL 优级纯浓氨水, 并用水溶解转移到 100 mL 容量瓶, 定容摇匀。

2. 检定线性示值误差溶液的配制

分别吸取 10.0 mg/L 镉溶液标准物质 5.0, 10.0, 15.0, 20.0 和 25.0 mL 到 5 个 100 mL 容量瓶, 再分别加入 10 mL 的 2.0 mol/L NH_4OH 和 2.0 mol/L NH_4Cl 混合溶液和 1.0 g 的优级纯亚硫酸钠试剂, 并加水定容和摇匀。

3. 检定检出限空白液的配制

分别加入 10 mL 的 2.0 mol/L NH_4OH 和 2.0 mol/L NH_4Cl 混合溶液和 1.0 g 的优级纯亚硫酸钠试剂到 100 mL 容量瓶, 加水定容和摇匀。

4. 检定抗先还原物质能力溶液的配制

分别吸取 0.3 mL 的 10.0 mg/L 镉溶液标准物质和 13 mL 的 1 000 mg/L 铅溶液标准物质到 25 mL 容量瓶, 再分别加入 2.5 mL 的 2.0 mol/L NH_4OH 和 2.0 mol/L NH_4Cl 混合溶液和 0.25 g 的优级纯亚硫酸钠试剂, 并加水定容和摇匀。

5. 检定分辨力溶液的配制

分别吸取 2.5 mL 的 10.0 mg/L 镉溶液标准物质和 3.75 mL 的 10.0 mg/L 镉溶液标准物质到 25 mL 容量瓶, 再加入 0.372 g 的优级纯氯化钾试剂, 并加水定容和摇匀。

中华人民共和国
国家计量检定规程

示波极谱仪

JJG 748—2007

国家质量监督检验检疫总局发布

*

中国计量出版社出版

北京和平里西街甲2号

邮政编码 100013

电话 (010)64275360

<http://www.zgjl.com.cn>

北京市迪鑫印刷厂印刷

新华书店北京发行所发行

版权所有 不得翻印

*

880 mm×1230 mm 16开本 印张1 字数14千字

2007年6月第1版 2007年6月第1次印刷

印数1—2 000

统一书号 155026-2254 定价: 18.00元