



中华人民共和国国家计量检定规程

JJG 801—2004

化学发光法氮氧化物分析仪

Chemiluminescent NO/NO_x Analyzers

2004 - 11 - 09 发布

2005 - 05 - 09 实施

国家质量监督检验检疫总局 发布

化学发光法氮氧化物分析仪 检定规程

Verification Regulation of
Chemiluminescent NO/NO_x Analyzers

JJG 801—2004
代替 JJG 801—1993

本规程经国家质量监督检验检疫总局于 2004 年 11 月 09 日批准，并自 2005 年 05 月 09 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：国家标准物质研究中心

参加起草单位：河北先河科技发展有限公司

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：

湛永华 （国家标准物质研究中心）

参加起草人：

周泽义 （国家标准物质研究中心）

黄建辉 （河北先河科技发展有限公司）

目 录

1 范围	(1)
2 概述	(1)
3 计量性能要求	(1)
4 通用技术要求	(1)
4.1 外观及通电检查	(1)
4.2 绝缘电阻	(2)
4.3 绝缘强度	(2)
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 检定结果处理	(4)
5.5 检定周期	(4)
附录 A 标准物质的说明	(5)
附录 B 检定证书及检定结果通知书内页格式	(6)
附录 C 检定记录格式	(7)

化学发光法氮氧化物分析仪检定规程

1 范围

本规程适用于化学发光法氮氧化物分析仪的首次检定、后续检定和使用中的检验。

2 概述

化学发光法氮氧化物分析仪（以下简称“仪器”）的基本检测原理是基于一氧化氮与臭氧（ O_3 ）发生化学反应时，产生激发态的二氧化氮分子（ NO_2^* ），激发态的二氧化氮分子回到基态时发出光。发出的光强与一氧化氮的浓度成正比关系。采用检测发光强度进行一氧化氮浓度的检测。其化学反应式为：



式中： $h\nu$ ——发射光。

样气中若有二氧化氮气体时，样品气先通过仪器固有的转换器，将二氧化氮转换成一氧化氮（NO）后，再与臭氧（ O_3 ）发生上述化学发光反应。检测出的氮氧化物（NO + NO_2 ）总量（ NO_x ）与一氧化氮的差等于二氧化氮（即 $NO_x - NO = NO_2$ ）气体的含量。

仪器的结构一般包括：臭氧发生器、转换器、检测器、电子单元等。

3 计量性能要求

对仪器的计量性能要求按表 1 规定。

表 1 仪器的计量性能要求

计量性能		要求
示值误差		不超过 $\pm 3\%$
重复性		$\leq 1\%$
响应时间（ t_{90} ）		$\leq 120\text{ s}$
二氧化氮的转换效率		$\geq 95\%$
漂移	零点漂移	不超过 $\pm 1\% \text{ FS}$
	量程漂移	不超过 $\pm 2\% \text{ FS}$

4 通用技术要求

4.1 外观及通电检查

4.1.1 仪器应无影响其正常工作的损伤、变形等现象。新制造的仪器，其表面应无凹痕，明显划痕及脱漆等现象。仪器名称、型号、编号、制造日期、制造厂名称、制造计量器具许可证及编号等标志应齐全清晰。仪器结构完整，各部件连接可靠，配件齐全，并附有制造厂的使用说明书。

4.1.2 通电检查时, 仪器各旋钮及按键应能正常操作和控制, 显示应清晰、完整、正确。

4.2 绝缘电阻

电源的相线对地的绝缘电阻应不小于 20 M Ω 。

4.3 绝缘强度

电源的相线对地的绝缘强度, 应能承受电压 1 500 V、50 Hz, 判定电流 5 mA, 历时 1 min 的试验, 并无击穿和飞弧现象产生。

5 计量器具控制

仪器的控制包括首次检定、后续检定和使用中的检验。

5.1 检定条件

5.1.1 检定环境条件

环境温度: $(20 \pm 5)^\circ\text{C}$;

相对湿度: $\leq 85\%$ 。

5.1.2 检定用标准物质及设备

5.1.2.1 气体标准物质: 采用浓度约为量程 20%, 50%, 85% 的一氧化氮标准物质。瓶装一氧化氮标准物质的扩展不确定度不应大于 1% (包含因子 $k=3$)。稀释装置见附录 A。

5.1.2.2 零点气体: 采用纯度为 99.999% 的高纯氮。

5.1.2.3 NO₂ 混合气体: 约为量程 10% 的氮中二氧化氮。

5.1.2.4 流量计: 流量范围应大于 200 mL/min。

5.1.2.5 秒表: 分度值不大于 0.1 s。

5.1.2.6 绝缘电阻表: 500 V, 10 级。

5.1.2.7 绝缘强度测试仪: 电压大于 1.5 kV。

5.2 检定项目

表 2 检定项目

检定项目	首次检定	后续检定	使用中检验
外观及通电检查	+	+	+
绝缘电阻	+	-	-
绝缘强度	+	-	-
示值误差	+	+	+
重复性	+	+	-
响应时间	+	+	-
NO ₂ 转换效率	+	+	-
漂移	+	-	-

注: 1. “+”为需要检定项目; “-”为不需要检定项目。

2. 经维修或更换主要元件后, 对计量性能有较大影响的, 其后续检定按首次检定进行。

5.3 检定方法

5.3.1 外观及通电检查

用目察和手感法按 4.1.1 和 4.1.2 要求进行。

5.3.2 绝缘电阻测量

被检仪器不接入供电电源, 接通其电源开关, 将绝缘电阻表的一个接线端接到电源插头的相、中联线上, 另一接线端接到仪器的接地端上, 用绝缘电阻表测量被检仪器的绝缘电阻值。

5.3.3 绝缘强度测量

被检仪器不接入供电电源, 接通其电源开关, 将绝缘强度测量仪的两根接线分别接在被检仪器电源插头的相线(或零线)及机壳上, 使电压平稳上升到 1 500 V, 保持 1 min, 然后使电压平稳下降到 0 V。试验过程中不应出现击穿和飞弧现象。

5.3.4 检定前的调准

给仪器通电预热至少 1.5 h 后, 通过放空流量计监测通入的总流量要大于说明书要求的流量。首先通入零点气体, 调准零点, 再通入约为该量程 85% 的 NO 标准气体, 待示值稳定后, 将仪器的 NO 和 NO_x 的示值调到与标准值一致。

5.3.5 示值误差检定

按校准时的流量要求, 分别通入约为量程 20%, 50%, 85% 的 NO 标准气体, 记录稳定示值。每点做三次, 取三次的算术平均值为仪器示值, 按式 (1) 计算结果, 取结果绝对值的最大值为示值误差 (ΔC)。对多量程仪器选用高、中、低量程进行检定。

$$\Delta C = \frac{\bar{C} - C_0}{C_0} \times 100\% \quad (1)$$

式中: $\bar{C}$ ——仪器示值的算术平均值;

C_0 ——通入仪器的 NO 标准值。

5.3.6 重复性检定

在仪器中间量程, 按校准时的流量要求, 通入零点气体校准仪器零点, 再通入约为该量程 50% 的 NO 标准气体, 记录仪器稳定示值 C_i , 重复上述操作 6 次。以式 (2) 计算的相对标准偏差为仪器的重复性 (RSD)。

$$RSD = \frac{1}{\bar{C}} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^6 (C_i - \bar{C})^2}{5}} \times 100\% \quad (2)$$

式中: C_i ——第 i 次的测量值;

$\bar{C}$ ——6 次测量值的算术平均值。

5.3.7 响应时间的检定

在仪器中间量程, 按校准时的流量要求, 通入零点气体校准仪器零点后, 再通入约为该量程 50% 的 NO 标准气体, 记录稳定示值后停止通气, 让仪器回到零点。再通入上述标准气体, 同时启动秒表, 待示值升至稳定示值的 90% 时, 停止秒表, 记下秒表显示的时间。按上述操作重复三次, 取三次的算术平均值为仪器的响应时间。

5.3.8 NO₂ 转换效率检定

在仪器的中间量程,按校准时的流量,通入含量约为该量程 10% 的 NO_2 混合气体,读取仪器显示的 NO_2 稳定示值。按同样的方法连续三次,取三次的算术平均值为结果,按式 (3) 计算转换效率。

$$\text{转换效率} = \frac{\bar{C}_{\text{NO}_2}}{C_0} \times 100\% \quad (3)$$

式中: $\bar{C}_{\text{NO}_2}$ ——三次测量的 NO_2 平均值。

C_0 —— NO_2 混合气体浓度。

5.3.9 漂移检定

仪器的漂移包括零点漂移和量程漂移。仪器预热后,在仪器的最高量程,通入零点气体,此时记录稳定读数为 Z_0 ;再通入含量约为量程 85% 的 NO 标准气体,读取稳定示值为 S_0 。连续运行 6 h,每间隔 1 h 通入零点气体记录仪器的零点值为 Z_i 。通入上述同一标准气体,记录仪器稳定示值为 S_i 。按式 (4) 计算零点漂移 (ΔZ_i),按式 (5) 计算量程漂移 (ΔS_i)。取绝对值最大的 ΔZ_i 为零点漂移 (ΔZ)。取绝对值最大的 ΔS_i 为量程漂移 (ΔS)。

$$\Delta Z_i = \frac{Z_i - Z_0}{R} \times 100\% \quad (4)$$

$$\Delta S_i = \frac{(S_i - Z_i) - (S_0 - Z_0)}{R} \times 100\% \quad (5)$$

式中: Z_i ——第 i 次通入零点气体的零点值;

S_i ——第 i 次通入标准气体的示值;

R ——仪器满量程。

5.4 检定结果处理

按本规程检定合格的仪器,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 2 年。

仪器经修理或更换主要元件后,应随时送检。

附录 A

标准物质的说明

由于该仪器的使用环境不同，仪器的量程不同。相当一部分化学发光法氮氧化物分析仪的使用量程范围很低，一般在 10×10^{-6} 以下，因此检定用的气体标准物质也可采用 ISO 公认的质量流量动态配气装置配置低浓度标准气体。但在动态配气时使用的高浓度标准气体必须溯源到不确定度为 1% ($k=3$) 的国家有证标准物质。

目前典型的标准气体稀释装置即为上述原理，可根据被检仪器的需要，采用高纯氮为稀释气体，对高浓度的气体标准物质进行稀释，便可配制出 $10^{-8} \sim 10^{-2}$ 含量的各种标准气体。其主要技术性能如下：

- 1) 流量范围：(10/2 000/3 000/5 000) mL/min(任选)；
- 2) 流量示值误差限： $\pm 0.5\%$ ；
- 3) 转换浓度需要的时间： $< 60 \text{ s}$ 。

附录 B

检定证书及检定结果通知书内页格式

B.1 检定证书内页格式

检定项目		技术要求	检定结果
外观及通电检查			
绝缘电阻		$\geq 20 \text{ M}\Omega$	
绝缘强度		能承受 1 500 V 的电压	
示值误差		不超过 $\pm 3\%$	
重复性		$\leq 1\%$	
响应时间 (t_{90})		$\leq 120 \text{ s}$	
NO ₂ 转换效率		$\geq 95\%$	
漂 移	零点漂移	不超过 $\pm 1\% \text{ FS}$	
	量程漂移	不超过 $\pm 2\% \text{ FS}$	

B.2 检定结果通知书内页格式

要求同上，并注明检定不合格项目。

附录 C

检定记录格式

检定日期：____年____月____日 温度____℃ 相对湿度____% 气压____kPa

仪器名称：____ 型号____ 出厂编号____ 量程____

送检单位：____ 制造厂：____

检定依据：____

检定用标准和主要装置：____

一、外观及通电检查：____

二、绝缘电阻测量：____

三、绝缘强度试验：____

四、示值误差、重复性及响应时间

NO 标气浓度 $C_0/\times 10^{-6}$	仪器示值/ $\times 10^{-6}$								响应时间/s			
	1	2	3	4	5	6	$\bar{C}$	$\Delta C/\%$	1	2	3	$\bar{t}$

重复性 (RSD) =

五、NO₂ 转换效率

通入 NO ₂ 气体浓度	示值 1	示值 2	示值 3	平均值	转换效率/%

六、漂移

时间	0	1 h	2 h	3 h	4 h	5 h	6 h	ΔZ	ΔS
零点									
示值									
$S_i - Z_i$									
ΔS_i									

检定结论：

证书编号____ 检定员____ 核验员____