

新登(京)字024号

JJG

中华人民共和国国家计量检定规程

JJG 822—93

钠离子计

中华人民共和国
国家计量检定规程

钠离子计

JJG 822—93

国家技术监督局颁布

—*—

中国计量出版社出版
北京和平里西街甲2号
中国计量出版社印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行

—*—

开本 850×1168/32 印张 0.5 字数 11 千字
1993年9月第1版 1993年9月第1次印刷
印数 1—1500
统一书号 155026-675 定价 2.00元

1993年6月4日批准

1993年10月1日实施

国家技术监督局

浙江省标准计量检测研究所

JJG 822-93

钠离子计检定规程

Verification Regulation for
Sodium Ionometer



本检定规程经国家技术监督局于1993年6月4日批准，并自1993年10月1日起施行。

归口单位： 国家标准物质研究中心

起草单位： 国家标准物质研究中心

本规程技术条文由起草单位负责解释。

本规程主要起草人：

刘亚英 (国家标准物质研究中心)

目 录

一 概述.....	(1)
二 技术要求.....	(1)
三 检定条件.....	(2)
检定环境条件.....	(2)
检定用设备.....	(2)
四 检定项目和检定方法.....	(3)
五 检定结果处理和检定周期.....	(5)
附录	
附录 1 25℃下pNa 值与电位对应关系.....	(6)
附录 2 不同温度下对应于 6 pNa 的电位值.....	(7)
附录 3 标准溶液的配制与保存.....	(8)
附录 4 钠离子计检定记录格式.....	(10)

钠离子计检定规程

本规程适用于新制造、使用中和修理后的实验室钠离子计的检定。

一 概 述

钠离子计是用来测量水溶液中钠离子浓度的一种专用离子计, 广泛应用于电厂、半导体厂高纯水的测量, 也适用于其他工业用水、天然水等的监测分析。

钠离子计是由高阻抗毫伏计(简称电计)和钠离子选择电极、甘汞电极(简称电极对)组合而成。当电极对浸入被测溶液时, 产生与钠离子活度*成函数关系的电位, 经电计转换后可显示pNa值或钠离子浓度值。

注: *离子活度等于离子浓度乘以离子活度系数。

二 技 术 条 件

- 1 仪器的级别按分度值(或最小显示值)确定。
- 2 外观质量
 - 2.1 仪器应具备铭牌, 标明仪器的名称、型号、制造厂名、制造日期、出厂编号、电源的电压和频率。
 - 2.2 仪器不应有影响工作的破损、缺陷。
 - 2.3 电计各开关、调节器应能正常工作, 各紧固件无松动。
 - 2.4 钠离子选择电极的插头、插孔应清洁、干燥、无锈蚀, 屏蔽线与插头接触应良好。
 - 2.5 甘汞电极的内参比电极应插入内充溶液中, 内充溶液可缓慢渗出。
 - 2.6 新生产的仪器表面涂层应均匀, 无掉漆、锈蚀和机械损伤。
- 3 仪器的性能应符合表1规定

表 1 仪器性能指标*

参数	仪器级别	0.01	0.05
电计示值误差	(pNa)	±0.01	±0.03
电计温度补偿器误差	(pNa)	±0.01	±0.03
电计输入电流	(A)	$\leq 2 \times 10^{-12}$	$\leq 5 \times 10^{-12}$
电计输入阻抗	(Ω)	$\geq 1 \times 10^{12}$	$\geq 3 \times 10^{11}$
电计重复性误差	(pNa)	≤ 0.01	≤ 0.02
电计绝缘电阻	(M Ω)	≥ 20	≥ 20
仪器示值误差	(pNa)	±0.04	±0.05
仪器重复性误差	(pNa)	≤ 0.02	≤ 0.03

* 数字显示式仪器，其允许误差为表中给定值再加减一个字。

三 检定条件

4 检定环境条件

- 4.1 温度 $20 \pm 10^\circ\text{C}$ 。
- 4.2 相对湿度不大于 85%。
- 4.3 电源电压 $220 \pm 22\text{V}$ ，频率 $50 \pm 0.5\text{Hz}$ 。
- 4.4 无影响仪器性能的机械振动和电磁场干扰。
- 4.5 无腐蚀性气体存在。

5 检定用设备

检定用计量仪器设备应按规定检定，合格者方可使用。

- 5.1 量程大于 1 000 mV，不确定度为被检电计不确定度 1/5 的高电势直流电位差计或同等功能的检定仪（统称标准器）一台；
 - 5.2 电阻为 $1 \sim 10\text{G}\Omega \pm 10\%$ 的高阻一个；
 - 5.3 500 V 兆欧表一只；
 - 5.4 量程为 100°C 分度为 0.5°C 的温度计一只；
 - 5.5 称量为 200 g，感量为 0.1 mg 的精密天平一台；
 - 5.6 容量瓶、移液管等玻璃仪器若干。
- 6 检定用标准溶液（见附录 3）

四 检定项目和检定方法

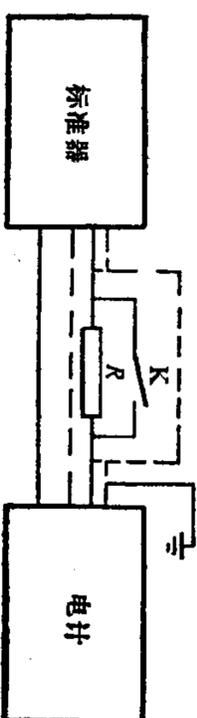
7 外观检查

用目测和手感按第 2 条进行检查。

8 电计检定

在进行 8.1 至 8.5 款检定前均应作好如下准备。

将电计先予热 30 min，然后按图示接好线路。调节标准器输出为



零电位，将开关 K 接通，按被检仪器说明书操作。电计温度补偿器定位于 25°C ，示值为零 pNa 值。

8.1 电计示值误差检定

调节标准器，按附录 1 逐点向被检电计输出相应电位，记录电计示值。每点重复测量 3 次，取平均值 \overline{pNa} 。按下式计算示值误差 ΔpNa 。

$$\Delta pNa = \overline{pNa} - pNa \quad (1)$$

式中 pNa 为检定点标称值。

取 ΔpNa 的最大值为电计示值误差。

8.2 电计温度补偿器误差检定

调节标准器向被检电计输出 354.94 mV，记录电计示值 pNa_0 ，将温度补偿器置于其他刻度位置（不少于 5 个点） t_i ，按附录 2 调节标准器输出，记下电计示值。每点重复测量 3 次，取平均值 \overline{pNa}_i ，按下式计算温度补偿器示值误差 ΔpNa_i （相当于每 3 个 pNa 的补偿误差）。

$$\Delta pNa_i = \frac{\overline{pNa_i} - pNa_{i_0}}{2} \quad (2)$$

取 ΔpNa_i 的最大值为电计温度补偿器误差。

8.3 电计输入电流检定

断开开关 K, 接上高阻 R (取 $10^8 \Omega$, 以下同), 记录电计示值变化。如此接通、断开, 重复测量 3 次, 取平均值的绝对值 $|\Delta pNa|$ 。按下式计算输入电流 I。

$$I = \frac{|\Delta pNa| \times 59.157}{R} \times 10^{-8} \quad (3)$$

8.4 电计输入阻抗检定

调节标准器向被检电计输出 354.94 mV, 记录电计示值 pNa_{i_1} 。断开开关 K, 接上高阻 R, 在标准器输出为零时, 调整电计示值为零 pNa 值。然后再调节标准器向电计输出 354.94 mV, 记录电计示值 pNa_{i_2} 。重复测量 3 次, 取平均值。按下式计算输入阻抗 R_i 。

$$R_i = \left| \frac{6}{pNa_{i_1} - pNa_{i_2}} \right| \times R \quad (4)$$

8.5 电计重复性误差检定

断开开关 K, 接上高阻 R, 在标准器输出为零时, 调节电计示值为零 pNa 值。再调节标准器向电计输出 354.94 mV, 记录电计示值 pNa_{i_1} 。重复测量 6 次, 以单次测量标准偏差 S 表示重复性误差。

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^6 (pNa_{i_1} - \overline{pNa})^2}{5}} \quad (5)$$

9 电计绝缘电阻检定

电计在开机而不通电的状态下, 短接其电源插头相、中线, 用兆欧表测定电计相线与地线间的绝缘电阻。

使用中的电计此项可以免检。

10 仪器配套检定

在电计检定合格后, 选用附录 3 中规定的 2~3 种标准溶液检定

仪器。

10.1 仪器示值误差检定

电计与配套用电极对安装好后, 先用附录 3 中的 pNa_3 ($1 \times 10^{-8} \text{mol} \cdot \text{kg}^{-1}$) 或 pNa_4 ($1 \times 10^{-4} \text{mol} \cdot \text{kg}^{-1}$) 标准溶液定位, 然后测量 pNa_5 ($1 \times 10^{-5} \text{mol} \cdot \text{kg}^{-1}$) 或 pNa_6 ($1 \times 10^{-9} \text{mol} \cdot \text{kg}^{-1}$) 标准溶液, 重复测量 3 次, 取平均值 \overline{pNa} 。该值与同温度下的标准 pNa 值之差为仪器的示值误差。

10.2 仪器重复性误差检定

按 10.1 方法, 重复测量 6 次, 以单次测量标准偏差 S 表示重复性误差, 计算公式同式 (5)。

五 检定结果处理和检定周期

- 11 经检定符合本规程规定指标的仪器为合格仪器, 发给检定证书。
- 12 当电计检定合格, 仪器配套检定不合格时, 可以更换或处理电极后再检定, 检定合格者为合格仪器, 发给检定证书。
- 13 不合格仪器出具检定结果通知书, 并注明不合格项目。
- 14 在仪器降级使用时, 级别按表 1 规定执行。合格者可发给检定证书, 并注明降级使用。
- 15 检定周期为 1 年, 但可根据实际情况随时送检。

附录

附录 1

25℃ 下 pNa 值与电位对应关系

电计示值 (pNa)	1.00	2.00	3.00	3.20	3.40	3.60	3.80
输入电位 (mV)	59.16	118.31	177.47	189.30	201.13	212.96	224.80
电计示值 (pNa)	4.00	5.00	6.00	7.00	8.00	9.00	
输入电位 (mV)	236.63	295.78	354.94	414.10	473.26	532.41	

附录 2

不同温度下对应于 6 pNa 的电位值

温度补偿器位置 (°C)	5	10	15	20	25	30	35
标准器输出 (mV)	331.13	337.09	343.04	348.99	354.94	360.89	360.85
温度补偿器位置 (°C)	38	40	45	50	55	60	65
标准器输出 (mV)	370.42	372.80	378.76	384.71	390.66	396.61	402.56
温度补偿器位置 (°C)	70	75	80	85	90	95	100
标准器输出 (mV)	408.52	414.47	420.42	426.37	432.32	438.28	444.23

标准溶液的配制与保存

- 1 配制钠标准溶液必须用电导率小于 2×10^{-6} S/cm、钠离子含量小于 $2 \mu\text{g/L}$ 的新鲜高纯水。
- 2 配制钠标准溶液必须用经 450°C 灼烧过的含氯化钠 99.9% 以上的氯化钠试剂。使用前在 110°C 下干燥恒重。
- 3 制备高纯水用盛水器具必须采用聚乙烯或石英玻璃制品。
- 4 标准溶液配制
 - 4.1 $1.0 \text{ mol}\cdot\text{kg}^{-1}$ 标准溶液。准确称取 57.198 g 氯化钠并转移到 1 L 容量瓶中，在 25°C 下用高纯水溶解，并稀释至刻度。
 - 4.2 $0.1 \text{ mol}\cdot\text{kg}^{-1}$ 标准溶液。准确称取 5.815 g 氯化钠，并转移到 1 L 容量瓶中，在 25°C 下用高纯水溶解并稀释至刻度。
 - 4.3 $0.01 \text{ mol}\cdot\text{kg}^{-1}$ 标准溶液。准确称取 0.5827 g 氯化钠，并转移到 1 L 容量瓶中，在 25°C 下用高纯水溶解，并稀释至刻度。
 - 4.4 $0.001 \text{ mol}\cdot\text{kg}^{-1}$ 标准溶液。吸取 100 mL $0.01 \text{ mol}\cdot\text{kg}^{-1}$ 标准溶液，并转移到 1 L 容量瓶中，用高纯水稀释至刻度。
 - 4.5 1×10^{-4} 、 1×10^{-5} 、 $1 \times 10^{-6} \text{ mol}\cdot\text{kg}^{-1}$ 标准溶液。采用逐级稀释的方法制备，操作同 4.4 条。
- 5 标准溶液的保存
 - 1.0、0.1、0.01、0.001 $\text{mol}\cdot\text{kg}^{-1}$ 标准溶液配制后，应立即转移到聚乙烯塑料瓶或石英玻璃瓶内，并于室温下洁净处或冰箱中保存。保存期一般为 1 年以上。 10^{-4} 、 10^{-5} 、 $10^{-6} \text{ mol}\cdot\text{kg}^{-1}$ 标准溶液应随用随配。
 - 6 γ 为消除氢离子对测量的干扰，标准溶液必须用二异丙胺或氢氧化钡调节其 pH，使 pH 值比标准 pNa 值大 3 以上。
 - 7 标准溶液浓度与相对应的 pNa 值见下表。

钠离子浓度与对应的 pNa 值

Na ⁺ 浓度	pNa 值			
	mol/kg	g/L	mol/kg	g/L
1.0	0.157	1.106	2.044	3.015
0.1	22.505	2.287	10 ⁻²	10 ⁻³
10 ⁻⁴	4.005	5.000	6.000	
10 ⁻⁵		23.0 × 10 ⁻⁵	10 ⁻⁶	
10 ⁻⁶		23.0 × 10 ⁻⁶		

附录 4

钠离子计检定记录格式

检定日期		检定员		校验员	
仪器型号		仪器编号		制造厂	
读数方式		分度值		量程	
pNa 玻璃		甘汞电极		检定证书号	
电极型号		型号		其他	
检定温度		检定湿度		联系人	
送检单位		邮编或电话			

1 电计示值误差检定
温度补偿器示值 25℃

输入电位 (mV)	标称值 (pNa)	电 计 示 值 (pNa)			示值误差 (pNa)
		1	2	3	
69.16	1.00				
118.31	2.00				
177.47	3.00				
189.30	4.00				
201.13	5.00				
212.96	6.00				
224.80	7.00				
236.63	8.00				
285.78	9.00				
354.94	10.00				
414.19	11.00				
473.26	12.00				
532.41	13.00				

2 电计温度补偿器误差检定

温度补偿器 示值(°C)	输入电位 (mV)	电计示值 (pNa)				实际值 (pNa)	误差 (pNa)	备注
		1	2	3	平均			
25	354.94							

3 电计输入电流检定
温度补偿器示值 25℃

串联电阻 (MΩ)	输入电位 (mV)	电计示值 (pNa)				输入电流 (安培)	备注
		1	2	3	平均值		
0	0						
1000	0						

4 电计输入阻抗检定
温度补偿器示值 25℃

串联电阻 (MΩ)	输入电位 (mV)	电计示值 (pNa)				误差 (pNa)	备注
		1	2	3	平均		
0	354.94						
1000	354.94						

