



黑龙江省地方计量检定规程

JJG (黑) 03-2013

高锰酸盐指数在线自动监测仪

On-line Automatic Determinators of Permanganate Index

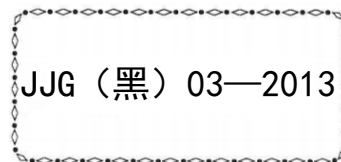
2013-07-08 发布

2013-07-08 实施

黑龙江省质量技术监督局 发布

高锰酸盐指数在线 自动监测仪检定规程

Verification Regulation of
On-line Automatic Determinators
of Permanganate Index



归口单位：黑龙江省质量技术监督局

主要起草单位：黑龙江省计量检定测试院

黑龙江省轻工科学研究院

黑龙江省水文地质工程地质勘察院

本规程由黑龙江省质量技术监督局计量处负责解释

本规范主要起草人：

张 涛（黑龙江省计量检定测试院）

丁海铭（黑龙江省计量检定测试院）

郑 伟（黑龙江省轻工科学研究院）

张洪志（黑龙江省水文地质工程地质勘察院）

参加起草人：

张永臣（黑龙江省计量检定测试院）

于亚洲（黑龙江省计量检定测试院）

李 莹（黑龙江省计量检定测试院）

目 录

引 言.....	(II)
1 范围.....	(1)
2 引用文件.....	(1)
3 概述.....	(1)
4 计量性能要求.....	(1)
5 通用技术要求.....	(2)
5.1 外观.....	(2)
5.2 绝缘电阻.....	(2)
6 计量器具控制.....	(2)
6.1 检定条件.....	(2)
6.2 检定项目.....	(2)
6.3 检定方法.....	(3)
6.4 检定结果的处理.....	(5)
6.5 检定周期.....	(5)
附录 A 检定记录格式	(6)
附录 B 检定证书和检定结果通知书内页格式	(7)

引 言

本规程是依据 JJF 1002-2010《国家计量检定规程编写规则》、JJF 1001-2011《通用计量术语及定义》、JJF 1059-2012《测量不确定度评定与表示》、JJF 1094-2002《测量仪器特性评定》，并参照 HJ/T 100-2003《高锰酸盐指数水质自动分析仪技术要求》的规定而制定的。

本规程是首次制定。

高锰酸盐指数在线自动监测仪检定规程

1 范围

本规程适用于地表水、工业污水和市政污水的高锰酸盐指数在线自动监测（分析）仪（以下简称仪器）的首次检定、后续检定和使用中检查。

2 引用文件

HJ/T 100-2003 高锰酸盐指数水质自动分析仪技术要求

凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本规程，凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本规程。

3 概述

高锰酸盐指数是反映水体中有机及无机可氧化物质污染的常用指标。定义为：在一定条件下，用高锰酸钾氧化水样中的某些有机物及无机还原性物质，由消耗的高锰酸钾量计算相当的氧量。

样品中加入已知量的高锰酸钾和硫酸，在沸水浴中加热 30min，高锰酸钾将样品中的某些有机物和无机还原性物质氧化，反应后加入过量的草酸钠还原剩余的高锰酸钾，再用高锰酸钾标准溶液回滴过量的草酸钠。通过计算得到样品中高锰酸盐指数。

仪器构成：采样部分、计量单元、反应器单元、检测单元、试剂储存单元及显示记录、数据处理、信号传输等。如图 1。

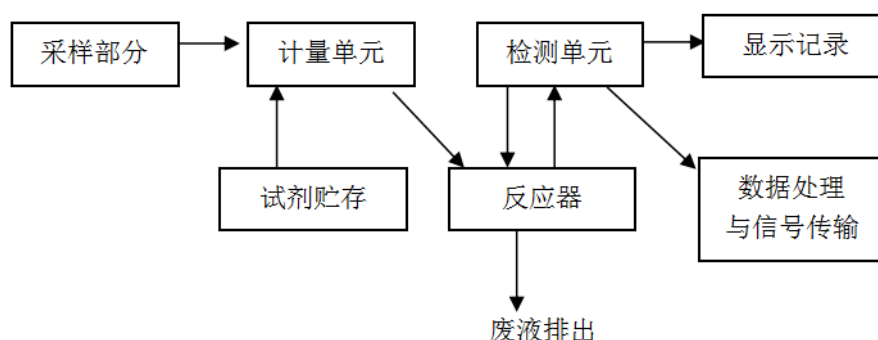


图 1 高锰酸盐指数在线自动监测仪结构示意图

4 计量性能要求

仪器的性能指标见表 1。

表 1 仪器性能指标

项 目	性 能
示值误差	$\pm 5\%$ (葡萄糖)
重复性	5%
零点漂移	$\pm 5\%/24\text{h}$
量程漂移	$\pm 5\%/24\text{h}$

5 通用技术要求

5.1 外观及常规检查

仪器应附有制造厂的使用说明书,应标明仪器名称、型号、出厂编号、制造厂名称、制造日期、工作电压及频率、使用环境条件,国产仪器应有制造计量器具许可证标志。

仪器不应有妨碍正常工作的机械损伤;各固定件应无松动;通电后,各显示完整清晰,调节正常。

5.2 绝缘电阻

仪器的绝缘电阻不小于 $5\text{M}\Omega$ 。

6 计量器具控制

计量器具控制包括:首次检定、后续检定、使用中检查。

6.1 检定条件

6.1.1 检定用标准器及配套设备

6.1.1.1 标准溶液:选用葡萄糖有证标准物质,其扩展不确定度应不大于 1%, $k=2$ 。

6.1.1.2 绝缘电阻表:(0-500) V, 10.0 级

6.1.1.3 常用玻璃量器(容量瓶、单标线吸管):A 级

6.1.1.4 不含有还原性物质的蒸馏水:将 1L 蒸馏水置于全玻璃蒸馏器中,加入 10mL 硫酸(硫酸:水=1:3)和少量 0.1mol/L 高锰酸钾溶液,蒸馏。弃去 100mL 初馏液,余下馏出液贮于具玻璃塞的细口瓶中。

6.1.2 环境条件

6.1.2.1 环境温度:(5~35)℃,每天的温度变化幅度在 $\pm 5^\circ\text{C}$ 以内。

6.1.2.2 环境湿度: $\leq 85\%\text{RH}$ 。

6.1.2.3 供电电源:AC (220 \pm 22) V, 频率为 (50 \pm 0.5) Hz。

6.2 检定项目

检定项目见表 2

表 2 检定项目一览表

序号	检定项目	首次检定	后续检定	使用中检查
1	外观	+	+	-
2	绝缘电阻	+	-	-
3	示值误差	+	+	+
4	重复性	+	+	+
5	零点漂移	+	+	-
6	量程漂移	+	+	-

注：1. “+”表示需检定项目，表示可不检项目。

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项目进行。

6.3 检定方法

6.3.1 外观

用目视和手感检查，按 5.1 的要求进行。

6.3.2 绝缘电阻

不接入供电电源，仪器电源开关处于接通位置，使各电路本身端子短路。将绝缘电阻表的接线端分别接在仪器的交流输入端和机壳上，施加 500V 直流电压，稳定 10s 后读取绝缘电阻值。

6.3.3 示值误差

在仪器正常运行状态下，对高锰酸盐指数为 5mg/L、10mg/L、15mg/L 的葡萄糖标准溶液分别进行 3 次测定，记录测量数据，按式 (1)、(2) 计算示值误差 δ_c 。

$$\Delta C = \bar{C} - C_s \quad (1)$$

式中： ΔC ——示值误差，mg/L；

\bar{C} ——三次测量平均值，mg/L；

C_s ——葡萄糖标准溶液的高锰酸盐指数，mg/L；

$$\delta_c = \frac{\bar{C} - C_s}{C_s} \times 100\% \quad (2)$$

式中： δ_c ——示值误差，%。

取 δ_c 计算结果中最大值为仪器示值误差。

6.3.4 重复性

在 6.1.2 的环境条件下, 测定量程校正液 (80% 量程值的溶液) 6 次, 各次测量值按式 (3) 计算相对标准偏差 S_A , 标准偏差 S_A 数值为仪器重复性。

$$S_A = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (C_i - \bar{C})^2}{n-1}} \times \frac{1}{\bar{C}} \times 100\% \quad (3)$$

式中 S_A ——重复性;

C_i ——第 i 次测量值;

\bar{C} —— n 次测量平均值;

n ——测量次数, 这里 $n=6$ 。

6.3.5 零点漂移

采用零点校正液, 设置仪器每 2h 测量一次, 连续测量 24h。利用最初的 3 次测定的平均值, 计算最大变化幅度相对于量程的百分比, 按式 (4) 计算, 取 δ_0 最大计算值为仪器零点漂移。

$$\delta_0 = \frac{A_i - \bar{A}}{A} \times 100\% \quad (4)$$

式中 δ_0 ——零点漂移;

A_i ——第 i 次零点测定值;

\bar{A} ——零点测定平均值;

A ——仪器量程。

6.3.6 量程漂移

采用量程校正液, 设置仪器每 2h 测量一次, 连续测量 24h, 以最初 3 次测量值的平均值作为起始值, 计算各次测量值相对于初始值的变化幅度, 取变化幅度最大值与量程之比为仪器的量程漂移结果, 按式 (5) 计算, 取 δ_c 最大计算值为仪器量程漂移。

$$\delta_c = \frac{C_i - \bar{C}}{A} \times 100\% \quad (5)$$

式中 δ_c ——相对量程漂移;

C_i ——第 i 次量程校正液测定值;

\bar{C} ——量程校正液测定平均值;

A ——仪器量程。

6.4 检定结果的处理

按照检定规程的规定和要求, 检定合格的计量器具发给检定证书, 检定不合格的计量器具发给检定结果通知书, 并注明不合格项目。

6.5 检定周期

高锰酸盐指数在线自动监测仪检定周期一般不超过 1 年。

附录 A

检定记录格式备

委托单位:

仪器名称:

仪器型号:

制造厂:

出厂编号:

测量范围:

环境温度: °C

环境湿度: %RH

标准物质:

检定记录编号

外观				绝缘电阻	MΩ	
示 值 误 差	标准溶液(mg/L)	实测值(mg/L)			平均值(mg/L)	示值误差 $\delta_c(\%)$
	检定结果				重复性(%):	
漂移	测量次数	1	2	3	相对漂移(%)	
	零点漂移					
	量程漂移					

附录 B

检定证书和检定结果通知书内页格式

B.1 检定证书内页格式

检定结果

外观:

测量范围:

序号	检定项目	技术要求	检定结果
1	绝缘电阻	$\geq 5\text{M}\Omega$	
2	示值误差	$\pm 5\%$	
3	重复性	5%	
4	零点漂移	$\pm 5\%/24\text{h}$	
5	量程漂移	$\pm 5\%/24\text{h}$	

B.2 检定结果通知书内页格式

检定结果

外观:

测量范围:

序号	检定项目	技术要求	检定结果
1	绝缘电阻	$\geq 5\text{M}\Omega$	
2	示值误差	$\pm 5\%$	
3	重复性	5%	
4	零点漂移	$\pm 5\%/24\text{h}$	
5	量程漂移	$\pm 5\%/24\text{h}$	
不合格项目			

注：检定证书/检定结果通知书内页还应包含证书/检定结果通知书编号；检定所用计量基准或计量标准信息；计量基准或计量标准名称；测量范围；不确定度/准确度等级/最大允许误差；证书编号；证书有效期。

