



中华人民共和国国家计量检定规程

JJG 821—2005

总有机碳分析仪

Total Organic Carbon Analyzer

2005 - 09 - 05 发布

2006 - 03 - 05 实施

国家质量监督检验检疫总局 发布

总有机碳分析仪检定规程

Verification Regulation of
Total Organic Carbon Analyzer

JJG 821—2005
代替 JJG 821—1993

本规程经国家质量监督检验检疫总局于 2005 年 9 月 5 日批准，并自 2006 年 3 月 5 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

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：

曹文祺 （国家标准物质研究中心）

何雅娟 （国家标准物质研究中心）

参加起草人：

纪 洁 （国家标准物质研究中心）

目 录

1 范围	(1)
2 概述	(1)
3 计量性能要求	(1)
3.1 无机碳检测示值误差	(1)
3.2 有机碳检测示值误差	(1)
3.3 无机碳检测重复性	(1)
3.4 有机碳检测重复性	(1)
4 通用技术要求	(1)
4.1 外观检查	(1)
4.2 绝缘电阻与绝缘强度	(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	(2)
5.4 检定结果的处理	(4)
5.5 检定周期	(4)
附录 A 标准溶液用水的制备方法	(5)
附录 B 标准溶液的配制方法	(6)
附录 C 检定记录格式	(7)
附录 D 检定证书内页格式	(8)
附录 E 检定结果通知书内页格式	(9)

总有机碳分析仪检定规程

1 范围

本规程适用于总有机碳分析仪的首次检定、后续检定和使用中的检验。

2 概述

总有机碳分析仪（以下简称 TOC 分析仪），在测量溶液或固体状态样品中的碳含量时，是将样品中的碳元素氧化为二氧化碳，利用二氧化碳与碳质量之间的对应关系，得到样品中碳元素的含量。

TOC 分析仪主要由以下几个部分构成：进样装置、反应器、气液分离器、非色散红外二氧化碳检测器、数据处理单元。

3 计量性能要求

3.1 无机碳检测示值误差

无机碳检测的示值误差限为 $\pm 4\%$ （相对误差）。

3.2 有机碳检测示值误差

有机碳检测的示值误差限为 $\pm 5\%$ （相对误差）。

3.3 无机碳检测重复性

无机碳检测重复性应优于 3% 。

3.4 有机碳检测重复性

有机碳检测重复性应优于 3% 。

4 通用技术要求

4.1 外观检查

4.1.1 仪器无影响其工作的损伤、变形等现象；仪器名称、型号、出厂编号、制造时间、制造厂名称等应齐全清晰。危险部件（高温、强光等）应有明显标志。附有生产厂家的使用说明书。

4.1.2 仪器结构完整，各部件和电缆插件连结可靠，配件齐全。各调节旋钮、按键和开关均能正常工作。仪器的指示刻度或数字显示要清晰；带记录仪的仪器，其性能要符合相关的技术要求。

4.1.3 气体管路应使用不锈钢管或聚四氟乙烯管，各接头要紧密封固，在使用压力下不泄露。

4.2 绝缘电阻与绝缘强度

4.2.1 绝缘电阻

对于使用 220 V 交流电源的仪器，仪器电源的相线对地的绝缘电阻应不小于 20 M Ω 。

4.2.2 绝缘强度

对于使用 220 V 交流电源的仪器，电源的相线对地的绝缘强度应能承受交流电压 1 500 V、频率 50 Hz，时间为 1 min 的试验，无击穿和飞弧现象。

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 环境条件

环境温度 $(20 \pm 10)^\circ\text{C}$ ，相对湿度 $\leq 85\%$ ，电源电压 $(220 \pm 22)\text{V}$ 。

5.1.2 检定用标准物质及设备

5.1.2.1 碳酸钠纯度标准物质

国家二级标准物质。纯度值不确定度： 0.02% ， $k = 2$ 。

5.1.2.2 邻苯二甲酸氢钾纯度标准物质

国家二级标准物质。纯度值不确定度： 0.02% ， $k = 2$ 。

5.1.2.3 分析天平

最小分度值 0.1mg 。

5.1.2.4 玻璃量器

A 级。

5.1.2.5 检定仪器标准溶液所用的空白水（制备方法见附录 A）

5.1.2.6 绝缘电阻表

500V ，10 级。

5.1.2.7 绝缘强度测试仪（电压大于 1.5kV ）

5.1.3 其他要求

5.1.3.1 仪器放置

仪器应平稳地放在工作台上，无强光直射在仪器上，仪器周围无强磁场、电场干扰，无震动。室内空气清新、通风情况良好。

5.1.3.2 仪器用载气

载气气源压力与流量均稳定在仪器规定数值。

5.2 检定项目

检定项目如表 1 所示。

5.3 检定方法

5.3.1 外观

用目察、手触方法按 4.1 的要求进行。

5.3.2 绝缘电阻

仪器不连接供电电源，接通其电源开关。将绝缘电阻表的一个接线端子接到电源插头的相线（或零线）上，另一接线端子接到仪器的接地端上，用绝缘电阻表测量仪器的绝缘电阻。

表 1 检定项目表

检定项目	首次检定	后续检定	使用中检验
外观	+	+	-
绝缘电阻	+	-	-
绝缘强度	+	-	-
无机碳检测示值误差	+	+	+
有机碳检测示值误差	+	+	+
无机碳检测重复性	+	+	-
有机碳检测重复性	+	+	-

注：1. “+”为需检项目；“-”为可不检项目。
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进行。

5.3.3 绝缘强度

仪器不连接供电电源，接通其电源开关，把绝缘强度测试仪的两根接线分别接在仪器电源插头的相线（或零线）及接地端（或机壳）上。试验时电压应平稳上升到规定值 1 500 V，电流为 5 mA，保持 1 min，然后将电压平稳地下降到 0 V。试验过程中不应出现击穿和飞弧现象。

5.3.4 无机碳检测示值误差

按使用说明书对仪器进行预热。参照仪器的使用说明书，用空白水和适宜浓度的标准溶液校正仪器的零点和满量程。在仪器已经校正过的量程范围内，选取 3 个浓度的溶液：满量程的 20%，50%，80% 浓度的无机碳标准溶液，每个浓度的溶液重复 3 次进样并记录仪器的示值，计算 3 次测量示值的算术平均值。用平均值与标准值的相对误差作为示值误差。计算公式如下：

$$d_1 = \frac{\bar{c}_1 - c_{1s}}{c_{1s}} \times 100\% \quad (1)$$

式中： d_1 ——无机碳检测的示值误差；

\bar{c}_1 ——仪器 3 次测量值的算术平均值，mg/L；

c_{1s} ——无机碳标准溶液的浓度标准值，mg/L。

取绝对值最大的 d_1 作为仪器的无机碳检测示值误差。

5.3.5 有机碳检测示值误差

按使用说明书对仪器进行预热。参照仪器的使用说明书，用空白水和适宜浓度的标准溶液校正仪器的零点和满量程。在仪器已经校正过的量程范围内，选取 3 个浓度的溶液：满量程的 20%，50%，80% 浓度的有机碳标准溶液，每个浓度的溶液重复 3 次进样并记录仪器的示值，计算 3 次测量示值的算术平均值。用平均值与标准值的相对误差作为示值误差。计算公式如下：

$$d_0 = \frac{\bar{c}_0 - c_{0s}}{c_{0s}} \times 100\% \quad (2)$$

式中： d_0 ——总有机碳分析仪有机碳检测的示值误差；

\bar{c}_0 ——仪器 3 次测量值的算术平均值，mg/L；

c_{0s} ——有机碳标准溶液的浓度标准值，mg/L。

取绝对值最大的 d_0 作为仪器的有机碳检测示值误差。

5.3.6 无机碳检测重复性

在仪器已经校正过的量程范围内，用无机碳标准溶液（其浓度为满量程的 50%）为样品，重复 6 次进样，记录仪器的测量示值。按下式计算其相对标准偏差（RSD）并以其作为仪器的无机碳检测重复性。

$$RSD = \frac{s_1}{\bar{X}_1} \times 100\% \quad (3)$$

$$\text{式中：} \quad s_1 = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (X_{1i} - \bar{X}_1)^2}{n-1}}; \quad (4)$$

X_{1i} ——仪器的无机碳测量示值；

\bar{X}_1 ——仪器的有机碳测量示值的平均值；

n ——测量次数。

5.3.7 有机碳检测重复性

在仪器已经校正过的量程范围内，用有机碳标准溶液（其浓度为满量程的 50%）为样品，重复 6 次进样，记录仪器的测量示值。并按下式计算其相对标准偏差（RSD）并以其作为仪器的有机碳检测重复性。

$$RSD = \frac{s_0}{\bar{X}_0} \times 100\% \quad (5)$$

$$\text{式中：} \quad s_0 = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (X_{0i} - \bar{X}_0)^2}{n-1}} \quad (6)$$

X_{0i} ——仪器的有机碳测量示值；

\bar{X}_0 ——仪器的有机碳测量示值的平均值；

n ——测量次数。

5.4 检定结果的处理

按本规程要求检定合格的仪器，出具检定证书；检定不合格的仪器，出具检定结果通知书，并注明不合格项目。

5.5 检定周期

总有机碳分析仪的检定周期一般不超过 2 年。

附录 A

标准溶液用水的制备方法

将去离子水或普通蒸馏水放入玻璃烧瓶内，滴入高锰酸钾溶液（0.3%体积分数），显出紫红色；每升水加 1+1 硫酸（2~3）mL，加热蒸馏。初馏分（约相当于全部水体积的 1/5）弃掉，收集余下的馏出液。蒸馏结束时，瓶内应有高锰酸钾着色的残余。制备出的纯水，应保存在全玻璃容器内，并尽量减少与空气的接触，以降低二氧化碳的干扰。特别是要稀释低浓度溶液时的用水，一定要现用现制备。

附录 B

标准溶液的配制方法

B.1 配制溶液所需的器材

使用天平、移液管、容量瓶经计量检定。

表 B.1

名 称	规 格	数 量
移液管	10 和 50 mL	各 4 支
容量瓶	100 和 1 000 mL	若干个
分析天平	分度值 0.1 mg	1 台

B.2 化学试剂的处理

B.2.1 无水碳酸钠的处理

将无水碳酸钠放在瓷坩埚内，在 270 ℃ 下烘干 4 h，然后放入干燥器内冷却，备用。

B.2.2 无水邻苯二甲酸氢钾的处理

将邻苯二甲酸氢钾放在称量瓶内，然后在烘箱中 118 ℃ 下干燥 2 h，取出后放入干燥器内冷却，备用。

B.3 标准溶液的配制

B.3.1 无机碳标准溶液

准确称取一定量的无水碳酸钠，溶解在纯水中，然后转移至容量瓶中稀释至刻度，摇匀；并准确计算该溶液的浓度。

B.3.2 有机碳标准溶液

B.3.2.1 邻苯二甲酸氢钾标准溶液

准确称取一定量的邻苯二甲酸氢钾，溶解在纯水中，转移到容量瓶中稀释至刻度，摇匀；并准确计算该溶液的浓度。

附录 C

检定记录格式

送检单位：_____ 检定日期：_____

生产厂家：_____ 仪器型号：_____

出厂编号：_____ 设备编号：_____

原始记录号：_____ 证书编号：_____

环境温度：_____ 环境湿度：_____

外观检查									
无机碳 检测示 值误差	标准值								
	测量值	1							
		2							
		3							
	平均值								
示值误差									
有机碳 检测示 值误差	标准值								
	测量值	1							
		2							
		3							
	平均值								
示值误差									
无机碳检 测重复性	序号	1	2	3	4	5	6	平均值	RSD
	测量值								
有机碳检 测重复性	序号	1	2	3	4	5	6	平均值	RSD
	测量值								
绝缘电阻检查：									
绝缘强度检查：									
总有机碳示值误差检定结果不确定度：					包含因子 $k =$				
备注：									

检定员：

核验员：

附录 D

检定证书内页格式

检定项目	技术要求	检定结果
外观检查		
绝缘电阻		
绝缘强度		
无机碳检测示值误差		
有机碳检测示值误差		
无机碳检测重复性		
有机碳检测重复性		

附录 E

检定结果通知书内页格式

检定项目	技术要求	检定结果
外观检查		
绝缘电阻		
绝缘强度		
无机碳检测示值误差		
有机碳检测示值误差		
无机碳检测重复性		
有机碳检测重复性		