

JJG(浙)

浙江省地方计量检定规程

29

JJG(浙)98-2007

电导率法总有机碳分析仪

Total Organic Carbon Analyzer With Conductivity Measurement

2007-12-24 发布

2008-01-01 实施

浙江省质量技术监督局 发布

电导率法总有机碳

分析仪检定规程

JJG(浙) 98-2007

Verification Regulation of
Total Organic Carbon Analyzer With
Conductivity Measurement

本规程经浙江省质量技术监督局于 2007 年 12 月 24 日批准，并自 2008 年 01 月 01 日起施行。

归口单位：浙江省质量技术监督局

主要起草单位：浙江省计量科学研究院

参加起草单位：杭州高得医疗器械有限公司

本规程委托浙江省计量科学研究院负责解释

本规程主要起草人：

严湘青（浙江省计量科学研究院）

张燕群（浙江省计量科学研究院）

参加起草人：

夏信群（杭州高得医疗器械有限公司）

目 录

1 范围.....	(1)
2 引用文献.....	(1)
3 概述.....	(1)
4 计量性能要求.....	(1)
4.1 示值误差.....	(1)
4.2 重复性.....	(1)
4.3 零点漂移.....	(1)
4.4 量程漂移.....	(1)
5 通用技术要求.....	(2)
5.1 外观检查.....	(2)
5.2 绝缘电阻.....	(2)
5.3 介电强度.....	(2)
6 计量器具控制.....	(2)
6.1 检定条件.....	(2)
6.2 检定项目.....	(3)
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 标准溶液的配制方法.....	(6)
附录 B 电导率法总有机碳分析仪检定原始记录.....	(7)
附录 C 电导率法总有机碳分析仪检定证书内页格式.....	(8)
附录 D 电导率法总有机碳分析仪检定结果通知书内页格式.....	(9)

电导率法总有机碳分析仪检定规程

1 范围

本规程适用于总有机碳浓度测量范围为(0~2.5) mg/L的电导率法总有机碳分析仪的首次检定、后续检定和使用中的检验。

2 引用文献

HJ/T 71-2001 水质 总有机碳的测定 燃烧氧化-非分散红外吸收法

HJ/T 104-2003 总有机碳(TOC)水质自动分析技术要求

JJG 821-2005 总有机碳分析仪检定规程

使用本规程时，应使用上述引用文献的现行有效版本。

3 概述

电导率法总有机碳分析仪(以下简称分析仪)，在测量液体中的有机碳含量时，通过紫外线或添加强氧化剂的方式将液体样品中的有机碳氧化为二氧化碳，并通过电导率检测的方法检测出二氧化碳的含量。利用二氧化碳与碳质量之间的对应关系，得出样品中有机碳的含量。该仪器适用于饮用水、纯水、电子行业用水、制药用水等总有机碳浓度的检测。

分析仪由以下几部分构成：进样装置、氧化装置、电导率检测器、膜分离器(适用于薄膜电导率法)及控制器。

4 计量性能要求

4.1 示值误差

分析仪的示值误差以满量程浓度的引用误差表示，其示值误差限应为±8%。

4.2 重复性

分析仪的重复性应优于5%。

4.3 零点漂移

分析仪的零点漂移应在±8%之内。

4.4 量程漂移

总有机碳检测的量程漂移应在±8%之内。

5 通用技术要求

5.1 外观检查

5.1.1 分析仪应无影响其工作的损伤、变形等；名称、型号、出厂编号、制造时间、制造厂名称等应齐全清晰，并附有生产厂家的使用说明书。

5.1.2 分析仪应结构完整，各部件和电缆插件连接可靠，配件齐全。各调节旋钮、按键和开关均能正常工作。显示部分应清晰，带记录仪的分析仪，其性能应符合相关的技术要求。

5.1.3 所有试剂或样品流经的管路及管件应使用不锈钢、聚四氟乙烯或聚醚醚酮等材料制造，各接头应紧密牢固，在使用压力下不泄漏。

5.2 绝缘电阻

对于使用 220V 交流电源的分析仪，电源的相线对地的绝缘电阻应不小于 $20M\Omega$ 。

5.3 介电强度

对于使用 220V 交流电源的分析仪，电源的相线对地的介电强度应能承受交流电压 1500V、频率 50Hz，时间为 1min 的试验，无击穿和飞弧现象。

6 计量器具的控制

分析仪的控制包括首次检定、后续检定和使用中的检验。

6.1 检定条件

6.1.1 环境条件

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

6.1.2 检定用标准物质及设备

6.1.2.1 总有机碳标准物质

国家二级标准物质。纯度值不确定度：2%， $k=2$

6.1.2.2 容量瓶

A级

6.1.2.3 移液管

A级

6.1.2.4 超纯水机

出水水质总有机碳浓度应小于 0.1mg/L ，电导率低于 $1.0\mu\text{S/cm}(25^\circ\text{C})$

6.1.2.5 绝缘电阻表

0~500MΩ, 500V 10 级

6.1.2.6 绝缘强度测试仪 (电压大于 1.5kV)

6.1.3 其它要求

分析仪应平稳地放置在工作台上，无强光直射，分析仪周围无强磁场、电场干扰，无震动。室内空气清新、通风情况良好。

6.2 检定项目

检定项目如表1所示

表 1 检定项目表

检定项目	首次检定	后续检定	使用中的检验
外观	+	+	-
绝缘电阻	+	-	-
介电强度	+	-	-
示值误差	+	+	+
重复性	+	+	-
零点漂移	+	+	-
量程漂移	+	+	-

注：1. “+”为需检项目；“-”为可不检项目。

2. 分析仪经修理后，其后续检定原则上需按首次检定进行。

6.3 检定方法

6.3.1 外观

用目测、手触方法按 5.1 的要求进行。

6.3.2 绝缘电阻

分析仪不连接供电电源，接通电源开关。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，另一接线端子接到分析仪的接地端上，用绝缘电阻表测量分析仪的绝缘电阻。

6.3.3 介电强度

分析仪不连接供电电源，接通其电源开关，把绝缘强度测试仪的两根接线分别接在分析仪电源插头的相线（或零线）及接地端（或机壳）上。试验时击穿电流为 5mA，将电压平稳地上升至规定值 1500V，保持 1min，然后将电压平稳地下降至零。试验过程中不应出现击穿和飞弧现象。

6.3.4 示值误差

分析仪按使用说明书对其进行预热和校正。在其量程范围内，选取3个浓度的溶液：满量程的20%、50%、80%浓度的总有机碳标准溶液测量，每个浓度的溶液分别进样。达到使用说明书规定的响应时间后，连续3次测量，记录其测量值，计算3次测量的算术平均值。示值误差计算按公式（1）

$$d = \frac{\bar{X}_i - X_{iS}}{X_N} \times 100\% \quad (1)$$

式中：d——示值误差，%

\bar{X}_i ——测量值的算术平均值，mg/L

X_{iS} ——总有机碳标准溶液的浓度标准值，mg/L

X_N ——分析仪量程，mg/L

6.3.5 重复性

重复性可与示值误差检定同时进行。

按6.3.4的方法，用总有机碳标准溶液（其浓度为满量程的50%）测量。进样并达到使用说明书规定的响应时间后，连续6次测量，记录其测量值。并按公式（2）计算分析仪的重复性。

$$RSD = \frac{s}{\bar{x}_i} \times 100\% \quad (2)$$

$$\text{式中: } s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x}_i)^2}{n-1}}$$

RSD——相对标准偏差，即重复性

s——测量的实验标准差，mg/L

n——测量次数，此式中为6。

x_i ——校正液浓度测试值，mg/L

\bar{x}_i ——校正液浓度平均值，mg/L

6.3.6 零点漂移

按分析仪使用说明书要求进行管路冲洗，用总有机碳标准溶液（其浓度为满量程的5%）测量。进样并达到使用说明书规定的响应时间后，连续3次测量，记录其测量值。24小时后，重复上述试验，利用两组试验中测量的平均值 \bar{x}_{01} 、 \bar{x}_{02} ，按公式（3）计算零点漂移：

$$L_0 = \frac{\bar{x}_{01} - \bar{x}_{02}}{X_N} \times 100\% \quad (3)$$

式中： L_0 ——零点漂移，%

\bar{x}_{01} ——第一组量程的5%标准液测定平均值，mg/L

\bar{x}_{02} ——第二组量程的5%标准液测定平均值，mg/L

X_N ——分析仪的量程，mg/L

6.3.7 量程漂移

按使用说明书要求进行管路冲洗，用量程校正液测量。进样并达到使用说明书规定的响应时间后，连续3次测量，记录其测量值。24小时后，重复上述试验，利用两组试验测定的平均值 \bar{x}_1 、 \bar{x}_2 ，按公式（4）计算量程漂移：

$$L = \frac{|\bar{x}_2 - \bar{x}_1| - |\bar{x}_{02} - \bar{x}_{01}|}{X_N} \times 100\% \quad (4)$$

式中： L ——量程漂移，%

\bar{x}_1 ——第一组量程校正液测量的平均值，mg/L

\bar{x}_2 ——第二组量程校正液测量的平均值，mg/L

\bar{x}_{01} ——第一组5%量程标准液测量的平均值，mg/L

\bar{x}_{02} ——第二组5%量程标准液测量的平均值，mg/L

X_N ——分析仪的量程，mg/L

6.4 检定结果的处理

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

6.5 检定周期

电导率法总有机碳分析仪的检定周期为1年。

附录A

A. 1 标准溶液的配制方法

A. 1. 1 配制溶液所需的器材

使用经计量确认合格的计量器具。

名称	规格	数量
移液管	2ml	2
容量瓶	1000ml	4
试剂瓶	500ml	4
玻璃棒	/	2
超纯水机		1

A. 1. 2 配制用水

A. 1. 2. 1 超纯水机须按使用要求定期更换紫外灯、滤芯等耗材，每半年或更换紫外灯及滤芯时检测一次所制水的总有机碳浓度和电导率。

A. 1. 2. 2 配制用水必须现配现用。

A. 1. 2. 3 同一台仪器检定所用的配制用水须取自同一容器。

A. 1. 3 标准溶液的配制

根据检定需要，计算所需要的总有机碳标准液的量，准确量取一定量的总有机碳标准液，转移至容量瓶中，稀释至刻度，摇匀。

A. 2 量程校正液浓度为分析仪量程的80%。

附录 B

电导率法总有机碳分析仪检定原始记录

证书编号: _____

委托单位: _____

地址: _____

生产厂家: _____

型号规格: _____

出厂编号: _____

检定日期: _____

环境温度: _____

环境湿度: _____

外观检查							
示值误差	标准值 X_{is} (mg/L)						
	测量值 X_i (mg/L)	1					
		2					
		3					
平均值 \bar{x}_i (mg/L)							
示值误差d							
重复性	测量值 X_i (mg/L)	1	2	3	4	5	6
	平均值 \bar{x}_i (mg/L)						
	标准偏差s (mg/L)						
	重复性						
零点漂移	第一组测量值 X_{01} (mg/L)	1	2	3	平均值		
	第二组测量值 X_{02}	1	2	3	平均值		
	零点漂移						
量程漂移	第一组测量值 X_1	1	2	3	平均值		
	第二组测量值 X_2	1	2	3	平均值		
	量程漂移						
绝缘电阻							
介电强度							
总有机碳示值误差检定结果不确定度:							
结论:							

检定员:

核验员:

附录 C

电导率法总有机碳分析仪检定证书内页格式

检定项目	技术要求	检定结果
外观检查		
绝缘电阻		
介电强度		
示值误差		
重复性		
零点漂移		
量程漂移		

附录 D

电导率法总有机碳分析仪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		
介电强度		
示值误差		
重复性		
零点漂移		
量程漂移		

JJG (浙) 98-2007