

JJG

中华人民共和国国家计量检定规程

JJG 551—88

二 氧 化 硫 分 析 仪

1988年3月22日批准

1989年2月1日实施

国 家 计 量 局

中华人民共和国
国家计量检定规程
二氧化硫分析仪
JJG 551—88
国家计量局颁布

—♦—
中国计量出版社出版
北京和平里中街7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 0.6 字数 12 千字
1988年12月第1版 1988年12月第1次印刷
印数 1—5 000
统一书号 155026·90 定价 0.45 元
标准书目：104—062④

二氧化硫分析仪检定规程

Verification Regulation of

Sulfur Dioxide Analyzer

JJG 551—88

本检定规程经国家计量局于1988年3月22日批准，并自1989年2月1日起施行。

归口单位：上海市标准计量管理局

起草单位：上海市测试技术研究所

本规程技术条文由起草单位负责解释。

本规程主要起草人：

朱金凤 (上海市测试技术研究所)

其结
元组

目 录

一 概述	(1)
二 技术要求	(1)
三 检定条件	(3)
(一) 检定设备	(3)
(二) 检定环境条件	(3)
四 检定项目和检定方法	(3)
五 检定结果处理和检定周期	(7)
附录 1 检定证书和检定结果通知书背面内容	(8)
附录 2 检定记录格式	
附录 3 渗透管的使用和贮存	

二氧化硫分析仪检定规程

本规程适用于新制造、使用中和修理后的三电极库仑法二氧化硫分析仪（以下简称仪器）的检定。

一 概 述

该仪器基于三电极型动态库仑滴定原理来检测二氧化硫的浓度。其结构通常由过滤器单元、气路系统、库仑池、采样泵和电子测量单元组成。工作原理如图1所示。

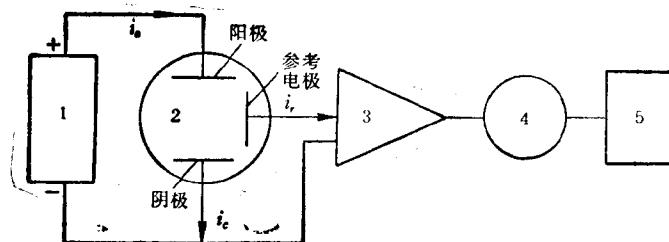


图1 三电极库仑法二氧化硫分析仪工作原理示意图

1—恒流电源，2—库仑池，3—放大器，4—电表，5—记录仪。
 i_a —阳极电流， i_c —阴极电流， i_r —参考电极电流

二 技术要求

1 仪器的测量范围(一般可分为四档) $0\sim 0.5, 0\sim 1.0, 0\sim 2.0, 0\sim 4.0(\text{mg}/\text{m}^3)$ 。

2 流量的示值误差

不大于 $\pm 2\%$ 。

3 浓度示值引用误差

每档量程不大于 $\pm 5\%$ 。

4 重复性

每档量程不大于2%。

5 响应时间

每档量程不大于4 min(到达最终响应值90%的时间)。

6 稳定度

6.1 零点漂移不大于 $\pm 2\%$ 满度值/24 h;

6.2 跨度漂移不大于 $\pm 3\%$ 满度值/8 h。

7 噪声

不大于2%满度值。

8 抗干扰性能

仪器对 $0.75 \text{ mg}/\text{m}^3(0^\circ\text{C})$ 硫化氢、 $1.02 \text{ mg}/\text{m}^3(0^\circ\text{C})$ 二氧化氮两种干扰气体分别与 $1.43 \text{ mg}/\text{m}^3(0^\circ\text{C})$ 二氧化硫标准气引起的干扰不大于无干扰时测量值的 $\pm 10\%$ 。

9 绝缘电阻

仪器的电源引入线与机壳之间的绝缘电阻应不小于 $20 \text{ M}\Omega$ 。

10 电压试验

仪器的电源引入线与机壳之间应能承受1500 V交流正弦波高压,历时1 min不被击穿。

注:9、10两条是仪器的绝缘要求,应由生产厂根据中华人民共和国国家标准GB 4793—84《电子测量仪器安全要求》第9条电击危险加以保证,必要时计量部门进行抽检。

11 外观要求

11.1 仪器应标明生产厂名、型号和仪器出厂编号。

11.2 新生产的仪器,镀层和涂层应无明显擦伤和锈蚀现象;仪器外表应无明显露底、裂纹及起泡现象;面板字迹清晰,紧固件坚固可靠;仪器完整无损。

11.3 使用中和修理后的仪器,其外观缺陷应不影响仪器正常工作。

三 检定条件

(一) 检定设备

12 检定仪器时应具备下列设备

12.1 皂膜流量计 200 ml (示值误差 $\pm 0.5\%$) 一支。

12.2 电子秒表 ± 0.02 s (1 h) 一块, 参考型号 J 9-1 型。

12.3 电子交流稳压器 1 kW 0.2 级一台, 参考型号 614-A 型。

12.4 恒温装置 $25 \pm 0.1^\circ\text{C}$ 或 $30 \pm 0.1^\circ\text{C}$ 一套(包括 $0 \sim 50^\circ\text{C}$, $1/10$ 分度的二等标准水银温度计一支)。

12.5 交流耐压试验台 (1 级) 一台, 参考型号 MY II -A 型。

12.6 兆欧表 (500 V 1 级) 一台。

12.7 电子自动平衡记录仪 ($0 \sim 10 \text{ mV}$ 0.5 级) 一台。

12.8 二氧化硫标准气体渗透管, 其渗透率为: 0.1, 0.2, 0.4, 0.8, 0.9, 1.8($\mu\text{g}/\text{min}$) 左右 6 支。

12.9 二氧化氮标准气体渗透管, 其渗透率为: 0.3, 0.5($\mu\text{g}/\text{min}$) 左右两支。

12.10 硫化氢标准气体渗透管, 其渗透率为 0.2, 0.4($\mu\text{g}/\text{min}$) 左右两支。

注: 应使用经国家计量行政部门批准的渗透管标准物质, 其不确定度: 二氧化硫优于 $\pm 1\%$, 二氧化氮和硫化氢优于 $\pm 2\%$ 。

(二) 检定环境条件

13 环境温度 $20 \sim 30^\circ\text{C}$ (按渗透管使用温度而定)。

14 相对湿度不大于 85%。

15 电源

交流电压 $220 \pm 22 \text{ V}$,

频率 $50 \pm 0.5 \text{ Hz}$ 。

四 检定项目和检定方法

16 流量示值误差检定

16.1 接通仪器气路, 并把 200 ml 皂膜流量计串接在仪器的进气

口处，接通电源，开机 10 min 后调节针型阀，使流量指示到规定值（按仪器的规定而定）。

16.2 用皂膜流量计和秒表测定进气口气体的流量，连续测定 3 次。根据测得的体积 (l) 和时间 (s)，计算流量，并取 3 次的平均值作为标准值。

16.3 流量示值误差 d_f 按式 (1) 计算：

$$d_f = \frac{\text{示值} - \text{标准值}}{\text{标准值}} \times 100\% \quad (1)$$

d_f 应符合本规程第 2 条要求。

17 仪器的浓度示值引用误差检定

17.1 在每档量程选取一点（约 80% 量程），把相应浓度的二氧化硫标准气体渗透管置于 $25 \pm 0.1^\circ\text{C}$ （或 $30 \pm 0.1^\circ\text{C}$ ）的恒温装置中恒温 24 h。

17.2 仪器开机 30 min 后，开启记录仪，待仪器零气线稳定后，通入二氧化硫标准气，待记录仪记录曲线稳定后，切断二氧化硫气源，再回到零气。记录通入二氧化硫标准气浓度 C_s 和仪器测得的二氧化硫浓度值，连续重复测量 7 次。取 7 次测量值中 $|C_T - C_s|$ 最大的测量值为 C_T 。

注：7 次测量值中，异常值最多只能出现 1 次，并以格拉布斯 (Grubbs) 准则用概率为 99% 进行删除。

17.3 浓度示值引用误差 d_R 按式 (2) 计算：

$$d_R = \frac{C_T - C_s}{C_m} \times 100\% \quad (2)$$

式中： C_m ——每档测量所用满度值。

d_R 应符合本规程第 3 条要求。

18 重复性检定

重复性用相对标准偏差 S_a 表示。

检定方法同 17 条，用 7 次测量的数值 a_i 按式 (3) 计算：

$$S_a = \frac{1}{\bar{a}} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (a_i - \bar{a})^2}{n-1}} \times 100\% \quad (3)$$

式中：
 a_i ——各次的测量值；
 \bar{a} ——测量值的平均值；
 n ——测量次数。

S_a 应符合本规程第 4 条要求。

19 响应时间检定

检定方法同 17 条，在记录纸的各档测量所得曲线上，找出从零气位开始上升点 A 与 90% 峰高处 B 点，测量 B 点在零气位上的垂足 C 与 A 点间距离 d（如图 2）。以 7 次测量曲线上所得距离取其中最

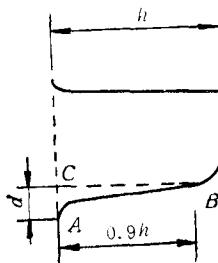


图 2 响应时间取值示意图

大值为 d (mm)，根据设定的记录纸速度 v (mm/min) (经秒表校准)，按式 (4) 计算仪器的响应时间 t (min)。

$$t = \frac{d}{v} (\text{min}) \quad (4)$$

t 应符合本规程第 5 条要求。

20 稳定度检定

20.1 零点漂移

将仪器接通电源，量程开关置于 $0.5 \text{ mg}/\text{m}^3$ 档，三通阀置于“零

气”位置，预热30 min后，调节“调零”旋钮，将电表读数调至 0.05 mg/m^3 处，稳定30 min后，以这时的读数平均值为基准值。连续记录24 h，测量经24 h后零气位偏离基准值的最大漂移量 ΔC_0 （格），并以 ΔC_0 （格）与记录仪满度值C（100格）之比的相对量为零点漂移 ΔZ ，按式（5）计算：

$$\Delta Z = \frac{\Delta C_0}{100} \times 100\% \quad (5)$$

ΔZ 应符合本规程第6条要求。

20.2 跨度漂移

将仪器接通电源，量程开关置于 0.5 mg/m^3 档，三通阀置于“零气”位置，预热30 min后，再将三通阀置于“测量”位置，通入浓度为 $0.35 \pm 0.05 \text{ mg/m}^3$ 二氧化硫标准气，经30 min稳定后，以这时的读数平均值为基准值，连续通气8 h。测量曲线偏离基准值的最大漂移量 ΔC （格），并以此最大漂移量 ΔC （格）与记录仪满度值（100格）之比的相对量为跨度漂移 ΔG ，按式（6）计算：

$$\Delta G = \frac{\Delta C}{100} \times 100\% \quad (6)$$

ΔG 应符合本规程第6条要求。

注：二氧化硫标准气工作条件同17条。

21 噪声检定

用20.1款的记录曲线，测量该曲线抖动的峰-峰的最大振幅f（剔除意外干扰），以记录纸的格为单位。 f （格）与满度（100格）之比的相对量为仪器的噪声N，N应符合本规程第7条要求。

注：意外干扰是指受外界偶然因素所引起的干扰而产生的峰，此干扰峰应再回到原来线上，若不能，则属非意外干扰。

22 抗干扰性能检定

抗干扰性能是指有 NO_2 、 H_2S 等干扰气体存在的情况下，对 SO_2 测量值的影响。

抗干扰性能定义为：

$$S = \frac{C_x - C_s}{C_s} \times 100\% \quad (7)$$

式中： C_x ——有干扰气时的测量值 (mg/m^3)；

C_s —— SO_2 标准气的测量值 (mg/m^3)。

22.1 开启仪器后预热 30 min，量程开关置于 $2.0 \text{ mg}/\text{m}^3$ 档。三通阀置于“测量”位置。通入浓度为 $1.43 \text{ mg}/\text{m}^3$ (0°C) SO_2 标准气，得到稳定读数后，记录 SO_2 标准气的测量值 C_s 。

22.2 在 SO_2 标准气中分别混入 NO_2 [浓度为 $1.02 \text{ mg}/\text{m}^3$ (0°C)] 或 H_2S [浓度为 $0.75 \text{ mg}/\text{m}^3$ (0°C)] 干扰气体，逐个得到稳定读数后，记录有干扰气时得到的测量值 C_x ，按式(7)计算抗干扰性能 S 。 S 应符合本规程第 8 条要求。

23 绝缘电阻检定

仪器在不通电的情况下，用 500 V 兆欧表测量电源引入线与外壳之间的绝缘电阻，应符合本规程第 9 条要求。

24 电压试验检定

仪器在不通电的情况下，用交流耐压试验台对电源引入线与外壳之间施加试验电压，使电压逐渐上升到 1500 V ，保持 $1500 \text{ V} 1 \text{ min}$ ，然后平稳地下降到零。该项检定应符合本规程第 10 条要求。

25 外观要求

该项检定用目测和手动进行，仪器的外观应符合本规程第 11 条要求。

五 检定结果处理和检定周期

26 经检定符合本规程规定的仪器，发给检定证书。不符合本规程规定的，发给检定结果通知书，并注明不合格项目。

27 仪器的检定周期不得超过一年。

附录

附录 1

检定证书和检定结果通知书背面内容

检定项目		结 果
外 观 要 求		
流 量 示 值 误 差 (%)		
浓度示值引用误差 (%)		
重 复 性 (%)		
响 应 时 间 (min)		
噪 声 (%)		
稳 定 度	零点漂移(%满度值/24 h)	
	跨度漂移(%满度值/8 h)	
抗干扰性能 S (%)		
绝 缘 电 阻 (MΩ)		
电 压 试 验		
检定日期		年 月 日

附录 2

检定记录格式

送检单位 _____

仪器型号 _____

出厂编号 _____

检定环境条件：温度 _____ 湿度 _____

电压 _____ 频率 _____

检定人员 _____

检定日期 _____ 年 _____ 月 _____ 日

表 1

项 目	检 定 结 果	结 论
外 观 要 求		
噪 声 (%)		
绝 缘 电 阻 (MΩ)		
电 压 试 验		

表 2

浓度示值引用误差和重复性检定记录

测量值(格)	量程 (mg/m ³)			
	0~0.5	0~1.0	0~2.0	0~4.0
测量次数				
1				
2				
3				
4				
5				
6				
7				
测量值的平均值				
SO ₂ 渗透管渗透率 (μg/min)				
二氧化硫	(mg/m ³)			
标准气浓度	格(浓度 100格)			
浓度示值	d _R (%)			
引用误差	结 论			
重 复 性	S _a (%)			
	结 论			

表 3 响应时间检定记录

量 程 (mg/m^3)		0~0.5	0~1.0	0~2.0	0~4.0
SO_2 渗透管渗透率($\mu\text{g}/\text{min}$)					
记录纸速度 v (mm/min)					
七 次 测 量 值 (mm)	1 2 3 4 5 6 7				
7次测量最大值 d (mm)					
响 应 时 间 t (min)					
结 论					

表 4 稳定度检定记录

零 点 漂 移	零点起始基准值(格)	24 h 内漂移量(格)	零点漂移(%)满度值/24h	结 论
跨 度 漂 移	跨度起始基准值(格)	8 h 内漂移量(格)	跨度漂移(%)满度值/8 h	结 论

表 5 抗干扰性能检定记录

SO_2 标准气体		有 干 扰 气 体			抗干扰性 能 S (%)	结 论
浓 度(格)	测 量 值 C_s (格)	名 称	浓 度(格)	测 量 值 C_x (格)		
		H_2S				
		NO_x				

表 6

流量示值误差检定记录

测 量 次 数	体 积(l)	时 间(s)	流 量 (l/min) $= \frac{\text{体积(l)}}{\text{时间(s)}} \times 60$	平 均 值 (l/min)	流 量 示 值 (l/min)	流 量 示 值 误 差 $d_f (\%)$	结 论