

中华人民共和国国家计量检定规程

JJG 291—2008

覆膜电极溶解氧测定仪

Dissolved Oxygen Meter with
Covered-Membrane-Electrode

2008 - 12 - 23 发布

2009 - 06 - 23 实施

国家质量监督检验检疫总局 发布

JJG 291—2008

覆膜电极溶解氧测定仪检定规程

Verification Regulation of Dissolved Oxygen

Meter with Covered-Membrane-Electrode

JJG 291—2008
代替 JJG 291—1999

本规程经国家质量监督检验检疫总局于 2008 年 12 月 23 日批准，并自 2009 年 6 月 23 日起施行。

归口单位：全国环境化学计量技术委员会

起草单位：浙江省计量科学研究院

本规程委托全国环境化学计量技术委员会负责解释

本规程起草人：

张燕群（浙江省计量科学研究院）

JJG 291—2008

目 录

1	范围	(1)
2	概述	(1)
3	计量性能要求	(1)
3.1	零值误差	(1)
3.2	响应时间	(1)
3.3	溶解氧浓度示值误差	(1)
3.4	重复性	(1)
3.5	温度示值误差	(1)
3.6	盐度补偿误差	(1)
4	通用技术要求	(1)
4.1	外观	(1)
4.2	绝缘电阻	(1)
4.3	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	(3)
5.4	检定结果的处理	(4)
5.5	检定周期	(4)
附录 A	检定用水的制备	(5)
附录 B	制备检定用水装置结构图	(6)
附录 C	氧在不同温度的水中饱和浓度表	(7)
附录 D	不同温度下纯水的饱和蒸汽压力	(8)
附录 E	检定记录	(9)
附录 F	检定证书、检定结果通知书(内页)格式	(11)

覆膜电极溶解氧测定仪检定规程

1 范围

本规程适用于量程范围为(0~20)mg/L的实验室和便携式覆膜电极溶解氧测定仪(以下简称仪器)的首次检定、后续检定和使用中检验。

2 概述

该仪器用于测定水中常量溶解氧浓度(DO)。

仪器一般由覆膜氧电极、电子单元和显示器组成。

3 计量性能要求

3.1 零值误差

仪器的零值误差应不超过0.10 mg/L。

3.2 响应时间

仪器的响应时间应不超过60 s。

3.3 溶解氧浓度示值误差

仪器的溶解氧浓度示值误差首次检定应不超过 ± 0.30 mg/L, 后续检定应不超过 ± 0.50 mg/L。

3.4 重复性

仪器的标准差首次检定应不超过0.15 mg/L, 后续检定应不超过0.20 mg/L。

3.5 温度示值误差

仪器的温度示值误差应不超过 ± 0.5 °C。

3.6 盐度补偿误差

仪器的盐度补偿误差应不超过 $\pm 2\%$ 。

4 通用技术要求

4.1 外观

4.1.1 仪器应标明制造单位名称、型号、出厂编号、制造日期, 国产仪器还应有计量器具制造许可证标志及编号。附件应齐全, 并附有仪器使用说明书。

4.1.2 仪器应外观完好, 显示清晰完整, 电极引线连接可靠, 各紧固件无松动。

4.1.3 电极内腔应有支持电解液, 无气泡, 覆膜完整无损。

4.2 绝缘电阻

仪器电源相、中线对地的绝缘电阻应不小于5 M Ω 。

4.3 绝缘强度

仪器电源相、中线对地, 施加50 Hz, 1 500 V正弦交流电压, 历时1 min, 不应出现击穿和飞弧现象。

JJG 291—2008

5 计量器具控制

5.1 检定条件

5.1.1 环境条件

5.1.1.1 环境温度(15~25)℃, 检定过程温度波动不超过±2℃;

5.1.1.2 应无影响仪器正常工作的电磁干扰;

5.1.1.3 供电电源:(220±22)V, (50±1)Hz;

5.1.1.4 湿度: ≤85%RH。

5.1.2 检定用设备及其要求

5.1.2.1 检定用水: 检定用水的制备见附录 A;

5.1.2.2 精密恒温水浴: 恒温范围(0~50)℃, 温度波动幅度不超过±0.2℃, 搅拌速度稳定, 并附有多孔塑料浮盖, 见附录 B;

5.1.2.3 秒表: 分度值 0.1 s;

5.1.2.4 二等标准水银温度计: 测量范围(0~50)℃, 分度值 0.1℃;

5.1.2.5 气压表: 分度值 10 Pa;

5.1.2.6 鼓泡器: 多孔;

5.1.2.7 亚硫酸钠(Na₂SO₃): 分析纯试剂;

5.1.2.8 二价钴盐: 分析纯试剂;

5.1.2.9 绝缘电阻表: 500 V(DC);

5.1.2.10 绝缘强度测试仪: 电压大于 1.5 kV。

5.2 检定项目

检定项目如表 1 所示。

表 1 检定项目一览表

检定项目	首次检定	后续检定	使用中检验
外观	+	+	+
零值误差	+	+	-
绝缘电阻	+	-	-
绝缘强度	+	-	-
响应时间	+	+	-
溶解氧浓度示值误差	+	+	+
重复性	+	+	-
温度示值误差	+	+	-
盐度补偿误差	+	-	-

注: 1 “+”需检定, “-”不需检定。

2 仪器经维修后对计量性能有较大影响的, 其后续检定项目按首次检定项目进行。

5.3 检定方法

5.3.1 外观

用目视、手感法按 4.1 要求进行。

5.3.2 绝缘电阻的检定

仪器不连接供电电源，接通电源开关。将绝缘电阻表的一端，接到仪器输入端的相、中联线上，另一端接到仪器保护接地端子（或机壳）上。施加 500 V 的试验电压持续 5 s，测量绝缘电阻。

5.3.3 绝缘强度的检定

仪器不连接供电电源，接通电源开关。将绝缘强度测试仪的两根测量线分别接到电源输入端的相、中联线及接地端子（或机壳）上，施加 1 500 V 的试验电压，漏电流设置 5 mA，升降时间为（5~20）s，保持 1 min，然后将电压平稳地下降到 0 V，在试验过程中不应出现击穿和飞弧现象。

5.3.4 零值误差的检定

5.3.4.1 按仪器说明书要求正常校准。

5.3.4.2 将电极由空气中浸入温度为（20±5）℃新配制的无氧水溶液中。无氧水的制备见附录 A 中的 A.1。

5.3.4.3 5 min 后的仪器示值即为零位电流引起的零值误差。

5.3.5 响应时间的检定

5.3.5.1 将恒温水浴温度控制在（20±1）℃，按附录 A 中的 A.2 要求制备检定用饱和溶氧水。

5.3.5.2 电极从恒温水浴中取出，迅速浸入无氧水中，同时开始计时。

5.3.5.3 当仪器显示稳定值的 90% 时停止计时，此时的秒表读数即为响应时间。

5.3.6 溶解氧浓度示值误差的检定

5.3.6.1 重新校准仪器。

5.3.6.2 将恒温水浴的温度分别调节至 10，20，30 ℃ 左右。

5.3.6.3 在每一温度点，将电极由空气中放入恒温水浴并轻轻摆动，稳定后读取示值。重复两次，得仪器示值平均值 \bar{c}_x ，按式（1）计算溶解氧浓度示值误差：

$$\Delta c = \bar{c}_x - c'_s \quad (1)$$

$$c'_s = c_s \frac{p - p_w}{101\,325 - p_w} \quad (2)$$

注：摘自国家标准 GB/T 11913—1989《水质 溶解氧的测定 电化学探头法》中式 A1。

式中： c'_s ——在 p （Pa）大气压力下氧的溶解度，mg/L；

c_s ——在 101 325 Pa 大气压力下氧的饱和溶解浓度，查阅附录 C，mg/L；

p ——大气压力，Pa；

p_w ——在选定温度下和空气接触时，饱和水蒸气压力，查阅附录 D，Pa。取绝对值最大的 Δc 为仪器的溶解氧浓度示值误差。

5.3.7 重复性的检定

5.3.7.1 仪器的重复性检定应在恒温水浴温度与室温较接近的饱和溶氧水中进行。

JJG 291—2008

5.3.7.2 连续重复 6 次测量稳定的饱和溶氧水，分别记录仪器示值，按式 (3) 计算仪器的重复性：

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^6 (c_i - \bar{c})^2}{6-1}} \quad (3)$$

式中： c_i ——第 i 次测量值，mg/L；

\bar{c} ——测量值的算术平均值，mg/L。

5.3.8 温度示值误差的检定

检定溶解氧示值误差的同时进行温度示值误差的检定（三个温度点）。检定时，将电极与精密温度计处于恒温水浴相近位置进行测量，重复两次，得仪器示值平均值 T_i ，按式 (4) 计算仪器的温度示值误差：

$$\Delta T = T_i - T_s \quad (4)$$

式中： T_i ——仪器显示温度值，℃；

T_s ——精密温度计读数，℃。

取绝对值最大的 ΔT 为仪器的温度示值误差。

5.3.9 盐度补偿误差的检定

5.3.9.1 烧杯中盛入 1 L 蒸馏水，放入 (15 ± 0.2) ℃ 恒温水浴中，启动鼓泡 1 h 后停止鼓泡，静止 10 min，测得零盐时的溶解氧浓度 N_0 。含盐量为 n (g/L) 的水中溶解氧浓度标准值 N_{sn} 按式 (5) 求得：

$$N_{sn} = N_0 - 0.0559n \quad (5)$$

式中： n ——盐 (NaCl) 克数， n 可以是 10, 20, 30g。

注：0.0559 为水温 15℃、含盐量 1 g/L 时溶解度的变化量 (Δc_s)。见 GB/T 11913—1989 附录 A。

5.3.9.2 保持纯水温度 15℃，加入盐 10 g，搅拌均匀，调制成含盐量为 10 g/L 的饱和溶氧水，测得 N_{10} (测 2 次，取平均值)。用同样的方法，将水调制成含盐量为 20, 30 g/L 的饱和溶氧水，分别测得 N_{20} , N_{30} 。按式 (6) 计算仪器的盐度补偿误差：

$$\Delta N = \frac{N_n - N_{sn}}{N_{sn}} \times 100\% \quad (6)$$

式中： N_n ——盐水溶解氧浓度，可以是 N_{10} , N_{20} , N_{30} , mg/L。

取绝对值最大的 ΔN 为仪器的盐度补偿误差。

5.4 检定结果的处理

5.4.1 检定过程中如发现电极性能不良，允许更换电极电解液及覆膜，更换后需重新检定。

5.4.2 按本规程检定合格的仪器，发给检定合格证书。不合格的仪器，发给检定结果通知书，注明不合格项目。

5.5 检定周期

仪器的检定周期一般为 1 年。

附录 A

检定用水的制备

A.1 无氧水的制备

500 mL 的烧杯中加入 250 mL 的蒸馏水，然后加入 500 mg 的亚硫酸钠 (Na_2SO_3) 及微量二价钴盐，例如六水合氯化钴 ($\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) 作催化剂。搅拌均匀后使用。

A.2 饱和溶氧水的制备

A.2.1 在恒温水浴内灌入 2/3 容积的新鲜蒸馏水 (约 8 L)，将多孔塑料浮盖浮于水面 (见附录 B)。水温调节到检定时所需的温度，开动搅拌器搅拌水样，同时加鼓泡器 (空气泵) 向水中连续曝气 60 min 以上。

A.2.2 停止曝气，水静止 30 min 后即可用于检定。



附录 B

制备检定用水装置结构图

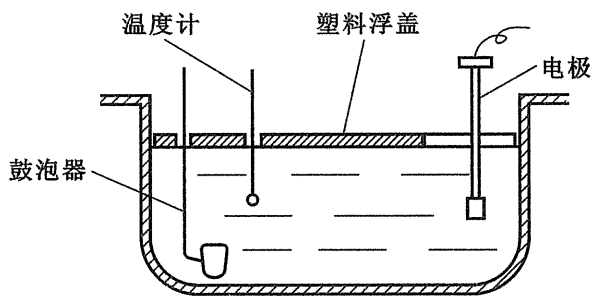


图 B.1 精密恒温水浴

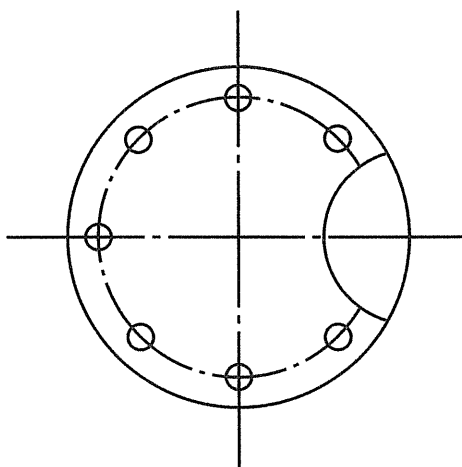


图 B.2 塑料浮盖（材料：轻质塑料薄板，能浮于水面）

附录 C

氧在不同温度的水中饱和浓度表

(大气压力 101 325 Pa、湿度 100%RH、含盐量 0‰时)

温度/℃	溶解氧/(mg/L)	温度/℃	溶解氧/(mg/L)	温度/℃	溶解氧/(mg/L)
0	14.64	14	10.30	28	7.82
1	14.22	15	10.08	29	7.69
2	13.82	16	9.86	30	7.56
3	13.44	17	9.66	31	7.43
4	13.09	18	9.46	32	7.30
5	12.74	19	9.27	33	7.18
6	12.42	20	9.08	34	7.07
7	12.11	21	8.90	35	6.95
8	11.81	22	8.73	36	6.84
9	11.53	23	8.57	37	6.73
10	11.26	24	8.41	38	6.63
11	11.01	25	8.25	39	6.53
12	10.77	26	8.11		
13	10.53	27	7.96		

注：摘自国家标准 GB/T 11913—1989《水质 溶解氧的测定 电化学探头法》中表 A1。

JJG 291—2008

附录 D

不同温度下纯水的饱和蒸汽压力

温度/°C	压力/kPa	温度/°C	压力/kPa
0	0.611 2	20	2.338 8
1	0.567 1	21	2.487 7
2	0.706 0	22	2.644 8
3	0.758 0	23	2.810 4
4	0.813 5	24	2.985 1
5	0.872 5	25	3.169 2
6	0.935 3	26	3.363 1
7	1.002 0	27	3.567 3
8	1.072 8	28	3.782 2
9	1.148 1	29	4.008 3
10	1.228 0	30	4.246 0
11	1.312 7	31	4.495 9
12	1.402 6	32	4.758 5
13	1.497 8	33	5.034 3
14	1.598 7	34	5.323 9
15	1.705 5	35	5.627 8
16	1.818 4	36	5.946 6
17	1.938 0	37	6.281 0
18	2.064 3	38	6.631 5
19	2.197 8	39	6.998 7

注：摘自国际实用温标 (ITS-90)。

附录 E

检 定 记 录

证书编号 _____

仪器名称 _____ 型号 _____ 制造厂 _____ 出厂编号 _____

检定时室温 _____ 气压 _____ 湿度 _____ 送检单位 _____

1 外 观 _____

2 绝缘电阻 _____

3 绝缘强度 _____

4 零值误差 _____

5 响应时间 _____

6 溶解氧浓度示值误差

水浴温度 /°C	仪器示值 / (mg/L)		平均值 / (mg/L)	标准值 / (mg/L)	误差 / (mg/L)

7 重复性

室温 /°C	水温 /°C	仪 器 示 值 / (mg/L)					平均值 / (mg/L)	标准差 / (mg/L)

8 温度示值误差

水浴温度/°C	仪器温度示值/°C		平均值/°C	误差/°C

JJG 291—2008

9 盐度补偿误差 (15℃)

含盐量 / (g/L)	仪器示值 / (mg/L)		平均值 / (mg/L)	溶解氧浓度 标准值/ (mg/L)	误差/%

结论_____

检定员_____ 核验员_____ 检定日期_____

附录 F

检定证书、检定结果通知书（内页）格式

F.1 检定证书（内页）格式

检定项目	技术要求	检定结果
外观		
零值误差		
绝缘电阻		
绝缘强度		
响应时间		
溶解氧浓度示值误差		
重复性		
温度示值误差		
盐度补偿误差		

F.2 检定结果通知书（内页）格式

检定项目	技术要求	检定结果	单项结论
外观			
绝缘电阻			
绝缘强度			
零值误差			
响应时间			
溶解氧示值误差			
重复性			
温度示值误差			
盐度补偿误差			
不合格项目：			

中华人民共和国
国家计量检定规程
覆膜电极溶解氧测定仪
JJG 291—2008
国家质量监督检验检疫总局发布

*

中国计量出版社出版
北京和平里西街甲2号
邮政编码 100013
电话 (010)64275360
<http://www.zgjl.com.cn>
北京市迪鑫印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行
版权所有 不得翻印

*

880 mm×1230 mm 16开本 印张1 字数16千字
2009年3月第1版 2009年3月第1次印刷
印数1—2 000
统一书号 155026—2397