



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 26793—2011

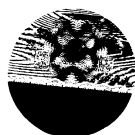
---

## 库仑法微量水分测定仪

Coulometry micro water teller

2011-07-29 发布

2011-12-01 实施



中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局  
中国国家标准化管理委员会

发布

## 前 言

本标准由中国机械工业联合会提出。

本标准由全国工业过程测量和控制标准化技术委员会(SAC/TC 124)归口。

本标准起草单位:山东三泵科森仪器有限公司、江苏江分电分析仪器有限公司、国家分析仪器质量监督检验中心、西安热工研究院有限公司、中石化齐鲁石化公司胜利炼油厂。

本标准主要起草人:王国峰、吴元海、吴荣坤、袁正、孟玉婵、徐力。

## 库仑法微量水分测定仪

### 1 范围

本标准规定了库仑法微量水分测定仪的要求、试验方法、检验规则和标志、包装、运输及贮存等。本标准适用于库仑法微量水分测定仪(以下简称“仪器”)。

### 2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 191—2008 包装储运图示标志(ISO 780:1997,MOD)

GB/T 2829—2002 周期检验计数抽样程序及表(适用于对过程稳定性的检验)

GB 4793.1—2007 测量、控制和实验室用电气设备的安全要求 第1部分:通用要求(IEC 61010-1:2001,IDT)

GB/T 7600—1987 运行中变压器油水分含量测定法(库仑法)

GB/T 11606—2007 分析仪器环境试验方法

GB/T 13384—2008 机电产品包装通用技术条件

### 3 要求

#### 3.1 正常工作条件

仪器正常工作条件应满足:

- a) 环境温度 5℃~30℃;
- b) 相对湿度应不大于 80%;
- c) 无影响仪器使用的振动和电磁干扰;
- d) 室内无腐蚀性气体,有良好的通风装置;
- e) 供电电源:电压 220 V±22 V,频率 50 Hz±1 Hz。

#### 3.2 测量范围

测量范围为 10 μg~10 mg(H<sub>2</sub>O)。

#### 3.3 准确度

仪器准确度为:

- a) 10 μg~1 mg(H<sub>2</sub>O)范围,示值误差不应超过±5 μg;
- b) 1 mg(H<sub>2</sub>O)以上时,相对误差不应超过±0.5%。

#### 3.4 重复性

相对标准偏差(RSD)不应大于 3%。

#### 3.5 灵敏阈

灵敏阈不应大于 1 μg(H<sub>2</sub>O)。

#### 3.6 电解电流

最大电解电流不应小于 200 mA。

#### 3.7 电解平衡稳定时间

电解平衡后的稳定时间应为 60 s±5 s。

### 3.8 磁力搅拌器

磁力搅拌器搅拌速度应可调,搅拌棒应同步转动。

### 3.9 库仑滴定池

库仑滴定池加工材料宜用透明玻璃,由电解电极、测量电极、干燥管、电解池、磁力搅拌棒组成,电解池应有进样口,池瓶底部应平整易于搅拌棒同步转动,池瓶各口均采用磨口。电解电极要保证能通过 200 mA 以上电流,测量电极要保证仪器有足够的灵敏度。

### 3.10 仪器外观

所有电镀表面不应有脱皮现象;喷漆表面色泽应均匀,不应有明显的擦伤、露底、裂纹、起泡等现象;外部零件结合处应整齐,表面无粗糙不平现象;开关按键操作灵活可靠,紧固部位应无松动,转动部位应灵活平稳。

### 3.11 安全性

#### 3.11.1 标志和文件

应符合 GB 4793.1—2007 中第 5 章的规定。

#### 3.11.2 防电击要求

##### 3.11.2.1 接触电流

由交流电网供电的仪器,其接触电流应符合 GB 4793.1—2007 中 6.3 的规定。

##### 3.11.2.2 保护接地

由交流电网供电的仪器,其保护接地应符合 GB 4793.1—2007 中 6.5.1 的规定。

##### 3.11.2.3 介电强度

电源输入端与外壳可触及导电零部件之间施加 1 500 V 交流有效值的试验电压,历时 1 min,不应出现击穿或重复飞弧现象。

### 3.12 仪器成套性

按具体仪器标准规定。

### 3.13 电源适应性

在电源电压  $220\text{ V}\pm 22\text{ V}$ ,频率  $50\text{ Hz}\pm 1\text{ Hz}$  范围内,仪器应符合 3.2、3.3、3.6、3.7、3.8 的要求。

### 3.14 环境适应性

在 GB/T 11606—2007 中 II 组规定的温度、相对湿度范围内,仪器应符合 3.2、3.3、3.6、3.7、3.8 的要求。

### 3.15 运输、运输贮存

仪器在包装状态下,按 GB/T 11606—2007 2.4 试验项目中的交变湿热试验、低温贮存试验,高温贮存试验和跌落试验的项目进行试验。其中高温  $55\text{ }^{\circ}\text{C}$ ;低温  $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$ (液晶显示器类的仪器推荐试验温度  $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ );交变湿热其相对湿度 95%、温度  $40\text{ }^{\circ}\text{C}$ ;倾斜跌落高度 250 mm。试验完成后,将仪器置于正常工作条件下进行检验,应符合 3.2~3.12 要求。

## 4 试验方法

### 4.1 试验条件

4.1.1 本试验方法均应在 3.1 所规定条件下进行。

4.1.2 仪器在试验前应通电预热 10 min。

### 4.2 测量范围、准确度、重复性

#### 4.2.1 试验设备

包括:

- a)  $0.5\text{ }\mu\text{L}$  微量进样器,总容量相对误差小于  $\pm 5\%$ ;
- b)  $5\text{ }\mu\text{L}$  微量进样器,总容量相对误差小于  $\pm 4\%$ ;

- c) 10  $\mu\text{L}$  微量进样器,总容量相对误差小于 $\pm 4\%$ ;
- d) 250  $\mu\text{L}$  微量进样器,总容量相对误差小于 $\pm 2\%$ ;
- e) 1 000  $\mu\text{L}$  微量进样器,总容量相对误差小于 $\pm 2\%$ ;
- f) 平衡稳定的电解池一套,清洗干净、并干燥、装好电量法卡尔费休试剂(见 GB/T 7600—1987 中 3.1、3.2 规定的方法制备);
- g) 含水标液(3.8~4.2)mg/mL;
- h) 纯净水。

#### 4.2.2 试验程序

按仪器说明书规定要求,将电解池两插头分别插入电解、测量插座(两球电极或双铂金电极为测量电极),旋动搅拌速度旋钮,使其液面有旋涡,而溅不到池壁上。此时电解与测量若均指示为零,同时观察电解液呈酱红色时说明电解液里含有过量碘,应向电解液中加入适量纯净水,使其有电解电流指示。这时显示屏有计数显示,直至终点指示灯亮,蜂鸣器响,其空白电流指示和测量电位指示或滴定速度都比较稳定,按启动键回零,直到 1 min 之内数字显示仍为零,即可进行以下操作。

- a) 抽取含水标液,注入到电量法卡尔费休试剂中,进样量能使仪器显示 100  $\mu\text{g}$ ~1 000  $\mu\text{g}$ ,进行 3 次测定,计算 3 次测定平均值与标准物质的标称值之差。

抽取含水标液,注入到电量法卡尔费休试剂中,进样量能使仪器显示大于 1 000  $\mu\text{g}$ ,进行 3 次测定,计算 3 次测定平均值相对误差。

注:在无含水标液的情况下可用 0.5  $\mu\text{L}$ 、5  $\mu\text{L}$  微量进样器分别抽取 0.1  $\mu\text{L}$ 、1  $\mu\text{L}$ 、2  $\mu\text{L}$  纯净水各 3 次,注入到电量法卡尔费休试剂中,计算 3 次测定的各平均值与进样器抽取纯净水量的理论值之差。

- b) 用 10  $\mu\text{L}$  微量进样器,抽取 5  $\mu\text{L}$ ~10  $\mu\text{L}$  纯净水,注入到电量法卡尔费休试剂中,经电解仪器能达到稳定状态。

注:此试验电解时间很长、电量法卡尔费休试剂容易失效。

- c) 抽取含水标液,注入到电量法卡尔费休试剂中,进样量能使仪器显示约 100  $\mu\text{g}$ ,进行 6 次测定,按式(1)计算相对标准偏差(RSD)。

$$RSD = \frac{1}{\bar{X}} \sqrt{\sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X})^2 / (n-1)} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$X_i$ ——第  $i$  次测得微量水分值,单位为微克( $\mu\text{g}$ );

$\bar{X}$ ——六次测量结果的算术平均值,单位为微克( $\mu\text{g}$ );

$i$ ——测量次数序号;

$n$ ——测量总次数(此处  $n=6$ )。

### 4.3 灵敏阈

#### 4.3.1 试验设备

包括:

- a) 0.5  $\mu\text{L}$  微量进样器,总容量相对误差小于 5%;
- b) 无水甲醇(分析纯);
- c) 平衡稳定的电解池一套,清洗干净、并干燥、装好电量法卡尔费休试剂(参照 GB/T 7600—1987 中 3.1、3.2 规定的方法制备)。

#### 4.3.2 试验程序

用 0.5  $\mu\text{L}$  的微量进样器抽取 0.5  $\mu\text{L}$  无水甲醇(抽取前用无水甲醇清洗 3 次~5 次)注入电解池中,记录仪器示值。根据显示值再按比例减少进样量,使其示值最小。

### 4.4 电解电流

#### 4.4.1 试验设备

包括:

- a) 准确度等级不低于 1.5 级,量程 500 mA 的数字万用表或电流表;

b) 与电解插座配套的插头和连线。

#### 4.4.2 试验程序

用与电解插座配套的插头和连线与电流表(或数字万用表)、电解电流插座正确连接后,将仪器电解开关置于“开”的位置,在测量电极处于开路状态下,记录电解电流。

#### 4.5 电解平衡稳定时间

##### 4.5.1 试验设备

最小分度值不大于 0.1 s 的秒表。

##### 4.5.2 试验程序

仪器处于终点状态,按“启动”键同时启动秒表,记录从按“启动”键到终点指示灯亮和蜂鸣器响时的时间间隔。

#### 4.6 磁力搅拌器

将电磁搅拌棒放在搅拌器上,用手动调节和目视检查。

#### 4.7 库仑滴定池

目视和手感检查。

#### 4.8 仪器外观

目视和手感检查。

#### 4.9 安全性试验

##### 4.9.1 标志和文件

按 GB 4793.1—2007 的要求,目测检查。

##### 4.9.2 防电击试验

###### 4.9.2.1 接触电流

按 GB 4793.1—2007 的有关规定进行试验。

###### 4.9.2.2 保护接地

按 GB 4793.1—2007 附录 F 的有关规定进行试验。

###### 4.9.2.3 介电强度

###### 4.9.2.3.1 试验设备

耐电压测试仪;耐电压测试仪产生的试验电压应为正弦波形,其失真系数不大于 5%,频率为 50 Hz。

###### 4.9.2.3.2 试验要求

潮湿预处理按 GB 4793.1—2007 中 6.8.2 规定进行(该项试验仅在需要时进行)。

在正常工作条件下,仪器处于非工作状态,电源开关置于接通位置。

###### 4.9.2.3.3 试验方法

将耐电压测试仪的击穿电流置于 5 mA 档,在一端为连接在一起电源线插头的相线和中线,另一端为连接在一起的外壳和可触及导电零部件之间施加交流试验电压,试验电压应在 5 s 内逐渐上升到 1 500 V,并保持 1 min。

#### 4.10 仪器成套性

按装箱单进行检查。

#### 4.11 电源适应性

按 GB/T 11606—2007 中第 3 章规定进行试验。

#### 4.12 环境适应性

按 GB/T 11606—2007 中第 4 章、第 5 章规定进行试验。

#### 4.13 运输、运输贮存

仪器在包装状态下,按 GB/T 11606—2007 中第 8 章、第 15 章、第 16 章、第 17 章规定进行试验。

## 5 检验规则

### 5.1 检验分类

本标准的检验分为：

- a) 出厂检验；
- b) 型式检验。

### 5.2 出厂检验

规定如下：

- a) 每台仪器应经检验部门检验合格，并附有仪器质量合格证方能出厂；
- b) 仪器出厂检验应按 3.2~3.12 要求进行。

### 5.3 型式检验

5.3.1 产品在下列情况之一时，应按 3.2~3.15 要求进行型式检验。

- a) 新仪器和老仪器转厂生产试制定型鉴定；
- b) 正式生产后，如结构、材料、工艺有较大改变，可能影响仪器性能时；
- c) 正常生产时，定期或积累一定产量后，应 3 年内进行一次检验；
- d) 产品长期停产，恢复生产时；
- e) 出厂检验结果与上次型式检验有较大差异时；
- f) 国家质量监督机构提出进行型式检验要求时。

5.3.2 型式检验的样品应从出厂检验合格的批中随机抽取，数量不少于 3 台。

5.3.3 型式检验应按 GB/T 2829—2002 的规定进行，采用一次抽样方案。仪器的检验项目、不合格分类、不合格质量水平(RQL)、判别水平(DL)按表 1 规定进行。批质量以每百单位仪器不合格数表示。

表 1 型式检验推荐方案

序号	不合格分类	检验项目及章条			不合格质量水平(RQL)	判别水平(DL)	抽样方案	
		项目	要求章条	试验方法章条			样品量 <i>n</i>	判定数组 (Ac, Re)
1	A	安全性	3.11	4.9	30	I	3	(0,1)
2	B	测量范围	3.2	4.2	65			(1,2)
3		准确度	3.3	4.2				
4		重复性	3.4	4.2				
5		灵敏阈	3.5	4.3				
6		电解电流	3.6	4.4				
7		电解平衡稳定时间	3.7	4.5				
8		磁力搅拌器	3.8	4.6				
9		库仑滴定池	3.9	4.7				
10		电源适应性	3.13	4.11				
11		环境适应性	3.14	4.12				
12		运输、运输贮存	3.15	4.13				
13	C	仪器外观	3.10	4.8	100			(2,3)
14		仪器成套性	3.12	4.10				

5.3.4 若型式检验不合格,应分析原因找出问题并落实措施,重新进行型式检验。若再次型式检验不合格,则应停产整顿,仪器停止出厂,待问题解决,型式检验合格后方可恢复出厂检验。

5.3.5 若型式检验合格,经出厂检验合格的批,作为合格品可以出厂或入库。若入库超过 12 个月再出厂,则必须重新进行出厂检验。

## 6 标志、包装、运输、贮存

### 6.1 标志

#### 6.1.1 仪器标志

每台仪器应在明显的部位固定铭牌,铭牌应明确标示下列内容:

- a) 制造厂名称;
- b) 仪器型号、规格;
- c) 仪器名称;
- d) 商标;
- e) 制造日期、仪器编号。

#### 6.1.2 包装标志

仪器的包装标志规定如下:

- a) 制造厂名称及地址;
- b) 仪器型号、规格;
- c) 仪器名称;
- d) 商标;
- e) 仪器质量,单位为 kg;体积:长×宽×高,单位为 mm×mm×mm;
- f) 包装储运图示标志:“易碎物品”、“向上”、“怕雨”等应符合 GB/T 191—2008 规定;
- g) 发货站、到货站;
- h) 发货、收货单位名称及地址。

### 6.2 包装

#### 6.2.1 仪器包装

仪器包装应符合 GB/T 15464—1995 中防潮、防震包装规定。

#### 6.2.2 随机文件

包括:

- a) 装箱单;
- b) 使用说明书;
- c) 合格证;
- d) 附备件清单。

### 6.3 运输

仪器在包装完整的情况下,可用一般交通工具运输。运输过程中应按印刷的运输标志的要求进行运输作业,防止雨淋、翻倒、曝晒及强烈的冲击。

### 6.4 贮存

仪器在运输包装状态下,应贮存在环境温度为 0℃~40℃、相对湿度不应大于 85%,且空气中不应含有腐蚀性气体的室内。



## 7 质量保证期

在用户遵守保管和使用规则的条件下,从制造厂发货之日起 12 个月内,产品因制造质量不良而发生损坏或不能正常工作时,制造厂应无偿为用户修理或更换零部件(不包括易损耗件的调换)。

---