



中华人民共和国国家标准

GB/T 35582—2017

硫氮元素测定仪

Sulfur and nitrogen elemental analyzers

2017-12-29 发布

2018-07-01 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

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

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控制和自动化标准化技术委员会(SAC/TC 124)归口。

本标准起草单位：江苏江分电分析仪器有限公司、苏州埃兰分析仪器有限公司、上海市计量测试技术研究院、山东三聚科森仪器有限公司、江苏省理化测试中心。

本标准主要起草人：吴庆华、吴荣坤、丁敏、王国峰、朱培德、周进、吴蔚鹏。

硫氮元素测定仪

1 范围

本标准规定了硫氮元素测定仪的要求、试验方法、检验规则、标志、使用说明书、包装、运输和贮存。本标准适用于采用化学发光法测氮和紫外荧光法测硫的硫氮元素测定仪(以下简称仪器)。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 191—2008 包装储运图示标志

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、控制和试验室用电气设备的安全要求 第1部分:通用要求

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

NB/SH/T 0704—2010 石油和石油产品中氮含量测定 舟进样化学发光法

SH/T 0657—2007 液态石油烃中痕量氮的测定 氧化燃烧和化学发光法

SH/T 0689—2000 轻质烃及发动机燃料和其他油品的总硫含量测定法(紫外荧光法)

3 要求

3.1 正常工作条件

仪器正常工作条件应满足:

- 环境温度:5℃~35℃;
- 相对湿度:不大于80%;
- 供电电源:交流电压:220 V±22 V;频率:50 Hz±1 Hz;
- 仪器应避免光线的直射;
- 仪器周围除地磁场外应无强电磁场存在;
- 仪器的工作台面应平整、牢固。

3.2 测量范围

仪器根据被测物质不同形态分为如下测量范围:

- 液体样品的测量范围为0.2 mg/L~5 000 mg/L,各量程线性相关系数 $r \geq 0.999$;
- 气体样品的测量范围为0.2 mg/m³~5 000 mg/m³,各量程线性相关系数 $r \geq 0.999$;
- 固体样品的测量范围为1.0 mg/kg~5 000 mg/kg,各量程线性相关系数 $r \geq 0.999$ 。

3.3 外观要求

仪器的外观应满足如下要求:

- 仪器的外观整齐、清洁,表面涂、镀层无明显剥落、擦伤、露底及污垢;

- b) 所有铭牌及标志应耐久和清晰,内容符合相关法规、标准的要求;
- c) 所有紧固件不得松动、各种调节件灵活,功能正常;
- d) 零件表面不得锈蚀;
- e) 仪器可拆部分应能无障碍地拆装。

3.4 性能要求

3.4.1 裂解炉温度控制

3.4.1.1 裂解炉控温范围:室温至 1 100 ℃;

3.4.1.2 控温示值误差:±5 ℃。

3.4.2 气路密封性

气路各接点使用检漏液方法,无气泡产生。

3.4.3 气路流量稳定性

气路出口的气体流量变化量在 30 min 内不大于 2%。

3.4.4 性能指标

仪器的主要性能指标见表 1。

表 1 仪器主要性能指标

样品形态	浓度范围	示值误差	重复性	测量下限
气体	$0.2 \text{ mg/m}^3 \leq \text{样品浓度} \leq 1.0 \text{ mg/m}^3$	$\pm 0.08 \text{ mg/m}^3$	$\leq 10\%$	$\leq 0.2 \text{ mg/m}^3$
	$1.0 \text{ mg/m}^3 < \text{样品浓度} \leq 100 \text{ mg/m}^3$	$\pm 10\%$	$\leq 5\%$	
	$100 \text{ mg/m}^3 < \text{样品浓度} \leq 5\,000 \text{ mg/m}^3$	$\pm 6\%$	$\leq 3\%$	
液体	$0.2 \text{ mg/L} \leq \text{样品浓度} \leq 1.0 \text{ mg/L}$	$\pm 0.08 \text{ mg/L}$	$\leq 10\%$	$\leq 0.2 \text{ mg/L}$
	$1.0 \text{ mg/L} < \text{样品浓度} \leq 100 \text{ mg/L}$	$\pm 10\%$	$\leq 5\%$	
	$100 \text{ mg/L} < \text{样品浓度} \leq 5\,000 \text{ mg/L}$	$\pm 6\%$	$\leq 3\%$	
固体	$1.0 \text{ mg/kg} \leq \text{样品浓度} \leq 10 \text{ mg/kg}$	$\pm 15\%$	$\leq 10\%$	$\leq 1 \text{ mg/kg}$
	$10 \text{ mg/kg} < \text{样品浓度} \leq 100 \text{ mg/kg}$	$\pm 10\%$	$\leq 5\%$	
	$100 \text{ mg/kg} < \text{样品浓度} \leq 5\,000 \text{ mg/kg}$	$\pm 6\%$	$\leq 3\%$	

3.5 安全要求

3.5.1 标志和文件

应符合 GB 4793.1—2007 中第 5 章的有关规定。

3.5.2 防电击要求

3.5.2.1 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 的有关规定。

3.5.2.2 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 的有关规定。

3.5.2.3 介电强度

由交流电网供电的仪器,电源输入端与可触及导电零部件之间施加 1 500 V 试验电压,历时 1 min,不应出现击穿或重复飞弧现象。

3.6 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,仪器性能应符合 3.4.4 要求。

3.7 环境适应性

仪器在 $5\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 35\text{ }^{\circ}\text{C}$ 环境温度范围内,仪器性能应符合 3.4.4 要求。

3.8 仪器的成套性

仪器一般由进样系统、样品裂解系统、气路控制系统、检测系统、数据处理系统及配件等组成。

3.9 运输、运输贮存

仪器在包装状态下,按 GB/T 11606—2007 中 2.4 规定的试验项目进行交变湿热试验、低温贮存试验、高温贮存试验、碰撞和跌落试验。其中高温 $55\text{ }^{\circ}\text{C}$;低温 $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$ (液晶显示类的仪器推荐试验温度 $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$);交变湿热:相对湿度 95%、温度 $40\text{ }^{\circ}\text{C}$;自由跌落高度 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 3.3~3.5 要求。

4 试验方法

4.1 试验条件

4.1.1 试验条件同 3.1。

4.1.2 气源要求:

- a) 氧气:纯度不小于 99.995%;
- b) 氢气:纯度不小于 99.995%。

4.1.3 标准样品:

- a) 标准物质:硫或氮含量的有证标准物质;
- b) 工作样品:按 SH/T 0689—2000、SH/T 0657—2007 和 NB/SH/T 0704—2010 规定方法进行制备。

4.1.4 检漏液:浓度为 1%的十二烷基磺酸钠。

4.1.5 在仪器开机预热不少于 30 min 后进行 4.2~4.6 试验。

4.2 测量范围

4.2.1 分别选取硫、氮液体标准样品,测量浓度为 0.2 mg/L 、 0.5 mg/L 和 1 mg/L 点的响应值,每个点测量三次,用最小二乘法拟合线性方程,计算其相关系数。

4.2.2 分别选取硫、氮液体标准样品,测量浓度为 $1\ 000\text{ mg/L}$ 、 $2\ 000\text{ mg/L}$ 和 $5\ 000\text{ mg/L}$ 点的响应值,每个点测量三次,用最小二乘法拟合线性方程,计算其相关系数。

4.3 裂解炉温度控制

根据待测样品要求设定裂解炉温度,待温度稳定后,用温度检测仪检测裂解炉的温度,按式(1)计算裂解炉温度控制示值误差。

$$\delta_{\text{炉温}} = T_{\text{实测}} - T_{\text{标称}} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$\delta_{\text{炉温}}$ ——裂解炉温度控制示值误差,单位为摄氏度(℃);

$T_{\text{实测}}$ ——裂解炉实测温度,单位为摄氏度(℃);

$T_{\text{标称}}$ ——裂解炉设定温度,单位为摄氏度(℃)。

4.4 气路密封性

设定各路气体流量至工作状态值,采用检漏液均匀涂抹各气路接点,观察是否有气泡产生。

4.5 气体流量稳定性

设定各路气体流量,确保仪器无漏气后,用气体流量计测量气路出口总流量,然后,每隔 5 min 测量 1 次,连续测量 7 次,按式(2)计算气体流量稳定性。

$$W = \frac{F_{\text{max}} - F_{\text{min}}}{\bar{F}} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

W ——稳定性;

F_{max} ——7 次测量流量值的最大值;

F_{min} ——7 次测量流量值的最小值;

$\bar{F}$ ——7 次测量流量值的算术平均值。

4.6 性能指标

4.6.1 示值误差

在仪器校正过的量程范围内,分别选取 3 个浓度的气体、液体和固体标准样品进行示值误差测定。气体标准样品取 0.5 mg/m³、50 mg/m³、2 000 mg/m³ 点;液体标准样品取 0.5 mg/L、50 mg/L、2 000 mg/L 点;固体标准样品取 5 mg/kg、50 mg/kg、2 000 mg/kg 点。每个浓度点测定 7 次,按式(3)、式(4)计算示值误差。

$$E = \bar{X} - T \quad \dots\dots\dots (3)$$

$$L = \frac{E}{T} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

E ——绝对误差;

$\bar{X}$ ——标准样品测量浓度值的平均值;

T ——标准样品标称浓度值;

L ——示值误差。

4.6.2 重复性

在 3.4.4 规定的每组标样浓度范围内,分别选取 3 个浓度点的气体、液体和固体标准样品进行重复性测定。气体标准样品取 0.5 mg/m³、50 mg/m³、2 000 mg/m³ 点;液体标准样品取 0.5 mg/L、50 mg/L、

2 000 mg/L 点;固体标准样品取 5 mg/kg、50 mg/kg、2 000 mg/kg 点。每个浓度点测定 7 次,按式(5)和式(6)进行计算。

$$s = \sqrt{\sum_{i=1}^n \frac{(x_i - \bar{x})^2}{n-1}} \quad \dots\dots\dots (5)$$

$$RSD = \frac{s}{\bar{x}} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中:

s ——标准偏差;

n ——进样次数;

x_i ——第 i 次测量值;

$\bar{x}$ —— n 次测量平均值;

RSD ——相对标准偏差。

4.6.3 测量下限

使用硫或氮标准物质,气体、液体和固体标准样品对应分别取浓度 0.2 mg/m³、0.2 mg/L 和 1 mg/kg 标准样品,重复 7 次试验,按式(7)计算仪器的测量下限。

$$D_D = 10s_o \frac{c}{\bar{X}} \quad \dots\dots\dots (7)$$

式中:

D_D ——测量下限;

s_o ——样品测量响应值的标准偏差;

c ——样品的实际浓度;

$\bar{X}$ ——样品测量响应值的平均值。

4.7 安全要求

4.7.1 标志和文件

按 GB 4793.1—2007 的第 5 章有关规定进行检查。

4.7.2 防电击试验

4.7.2.1 接触电流

4.7.2.1.1 试验豁免条件

在正常工作条件下,当可触及零部件与参考地之间,或在同一台上在 1.8 m(沿表面或通过空气)的距离内的任意两个可触及零部件之间电压值不超过 33 V(交流有效值)或直流 70 V,可以不进行该项试验。

4.7.2.1.2 试验方法

按 GB 4793.1—2007 的第 6 章有关规定进行试验。

4.7.2.2 保护接地

按 GB 4793.1—2007 附录 F 的有关规定进行试验。

4.7.2.3 介电强度

用耐电压测试仪,在一端为连接在一起的电源线插头的相线和中线,另一端为连接在一起的所有可触及导电零部件之间,在 5 s 内升至规定的试验电压值,并保持 1 min。电源线与可接触导电件间的抗干扰电容不应开路;若这些电容不能用于进行试验,则可以用一个数值为交流电压 1.4 倍的直流电压试验。

4.8 电源适应性

按 GB/T 11606—2007 中第 3 章规定进行试验。

4.9 环境适应性

按 GB/T 11606—2007 中第 4 章、第 5 章规定进行试验。

4.10 仪器外观和成套性

用目测和手感的方法检验。

4.11 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、第 18 章的方法进行试验。

5 检验规则

5.1 检验分类

检验分出厂检验和型式检验。

5.2 出厂检验

5.2.1 每台仪器应经质量检验部门检验合格后方能出厂,并附有产品合格证。

5.2.2 每台仪器的检验项目应符合 3.3、3.4、3.5 和 3.8 的规定。

5.3 型式检验

5.3.1 在下列情况之一时进行型式检验:

- a) 试制定型鉴定时;
- b) 正式生产后如结构、材料、工艺有较大改变时;
- c) 生产中断 1 年以上又恢复生产时;
- d) 成批生产时每 3 年不少于一次;
- e) 出厂检验结果与上次型式检验有较大差别时;
- f) 国家质量监督机构提出进行型式检验时。

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 2 规定进行。批质量以每百单位硫氮元素测定仪不合格数表示。

表 2 型式检验

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	要求章条号	试验方法章条号			样品量 (n)	判定数组 (Ac, Re)
1	A	安全要求	3.5	4.7	30	I	3	(0, 1)
2	B	测量范围	3.2	4.2	65			(1, 2)
3		裂解炉温度控制	3.4.1	4.3				
4		气路流量稳定性	3.4.3	4.5				
5		气路密封性	3.4.2	4.4				
6		示值误差	3.4.4	4.6.1				
7		重复性	3.4.4	4.6.2				
8		测量下限	3.4.4	4.6.3				
9		电源适应性	3.6	4.8				
10		环境适应性	3.7	4.9				
11		外观和成套性	3.3、3.8	4.10				
12		运输、运输贮存	3.9	4.11				

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次,作为合格品可以出厂或入库。若入库超过 12 个月再出厂,则应重新进行出厂检验。

6 标志、使用说明书

6.1 标志

每台仪器应在适当醒目的位置固定产品铭牌,并标明以下内容:

- 制造厂名称、地址;
- 仪器名称、型号规格;
- 出厂编号;
- 制造日期;
- 必要的标志和技术参数。

6.2 使用说明书

使用说明书除包括 6.1 中的全部内容外,还应包括以下内容:

- 产品原理、产品性能;
- 安装说明;
- 使用方法、注意事项;
- 维护保养项目及要求;

- e) 售后服务卡。

7 包装、运输、贮存

7.1 包装

7.1.1 产品包装应符合 GB/T 13384—2008 的规定。

7.1.2 在包装箱上标志下列内容：

- a) 制造厂名称、地址；
- b) 仪器名称、型号规格；
- c) 外形尺寸：长×宽×高，单位：mm；毛重和净重，单位：kg；
- d) 出厂编号、包装箱序号、数量及出厂日期；
- e) 包装储运图示标志：“易碎物品”“向上”“怕雨”等标志应符合 GB/T 191—2008 规定。

7.1.3 仪器包装箱应有下列文件：

- a) 装箱单；
- b) 产品合格证；
- c) 产品使用说明书；
- d) 附件清单。

7.3 贮存

仪器应贮存于环境温度 0℃~40℃、相对湿度不大于 85% 的库房中，库房中不得有腐蚀性气体和腐蚀性的化学药品。
