**兵工民品行业计量技术规范项目建议书**

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 建议项目名称 | | 盐含量测定仪校准规范 | | | | | | | | |
| 制定或修订 | | ■制定 □修订 | | | | 被修订计量技术规范号 | | |  | |
| 计量技术规范性质 | | □检定规程  ■校准规范 | | | | 计量技术规范类别 | | | □重点  ■基础 | |
| 主要起草单位 | | 黑龙江华安精益计量技术研究院有限公司 | | | | | | | | |
| 联系人 | | 王文英 | | | 联系电话 | | | 0451-82935156 | | |
| 任务年限 | | 2021.01-2021.12 | | | 申请经费 | | | 2万元 | | |
| 参加单位 | | / | | | | | | | | |
| 目的、意义和必要性 | | 库仑法盐含量测定仪主要用于测定原油、凝析油、重油、渣油和石油产品（汽油、煤油、柴油、润滑油）的盐含量。库仑法是选用合适的指示电极和参比电极与被测溶液组成一个工作电池，随着滴定剂的加入，由于发生化学反应，被测离子的浓度不断发生变化，因而指示电极的电位随之变化，引起电极电位的突跃。采用库仑法测量物质的含量具有性能稳定、测量周期短、操作方便、分析数据重复性好的优点。  盐含量分析是油品分析的基本内容，也是脱盐装置运行状况的依据。也可以用于判断用过的汽轮机油和船用燃料油被海水污染的情况。油品中的盐类大部分为水溶性的碱金属或碱土金属无机盐类，主要是钠、镁、钙的氯化物，其中氯化钠的含量最大。这些盐类的存在对石油加工过程有很大危害，表现为：影响加热炉的效率和换热效果，堵塞管路；氯盐水解产生氯化氢，腐蚀设备；盐大多残留在渣油和重馏分中，直接影响产品质量；油品中的部分金属离子会造成催化剂中毒。因此油品中盐含量的测定是非常重要的，为指导电脱盐装置平稳运行及保证装置安全生产，必须保证盐含量测定仪的测量准确度。另外对于抗燃油等人工合成油中的盐含量也要严格控制。合成油是通过化学合成或精炼加工的方法获得的，其工艺复杂，炼制成本高昂，拥有矿物油不可比拟的优势，但在合成过程中加入的添加剂，会增加其盐的含量，在使用过程中会有一些不良反应。如磷酸酯抗燃油中盐含量过高，会对伺服阀等油系统部件产生腐蚀，并可能损坏某些密封材料，从而影响仪器的使用寿命，增加生产成本。  因此准确测量油品中的盐含量关乎到加热炉及换热效率生产工艺的调整，与节约能源相联系；油品中盐含量偏高，会堵塞管路，加快管路和设备的腐蚀，为生产安全埋下隐患；另外严格监控排放水中的盐含量也是环保监测的一部分，若排放水中的盐含量偏高，会对自然界的水体造成污染，长期下去，对人类的影响是巨大的。  目前盐含量的测量方法主要是测定盐中某种离子的浓度，经换算后得到盐含量，测量的原理主要有库仑法、分光光度法和电化学法等。它们根据各自的特点应用于不同的领域。分光光度法主要用于测定能够发生络合显色的某些离子，由于测量过程中干扰因素较多，准确度不高。电化学法主要用于测量具有敏感膜电极的一些离子，它要求电极对某种离子具有很强的选择性，通用性不强；库仑法测定盐含量是基于法拉第电解定律，准确度高，通用性强，是目前用于微含量测量的较好方法。库仑法盐含量测定仪采用的滴定剂是AgCl，当样品由注射器注入滴定池，消耗电解液中的滴定剂，电解液浓度的变化使滴定池中的指示电极对的电位发生变化，然后会在阳极上电解生成新的Ag+，以补充消耗的滴定剂Ag+。在消耗-补充滴定离子Ag+的过程中，测量生成新的Ag+时的电量，依据法拉第定律进行数据处理，则可以计算出盐含量。  目前国家颁布了依据分光光度法测定某些离子含量的计量技术规范，如JJF1565-2016重金属水质在线分析仪校准规范；也颁布了依据电化学法测定某些离子含量的计量技术规范，如JJG757-2018离子计检定规程。这些计量技术规范无论从原理还是校准方法上都不适用于库仑法盐含量测定仪的校准，这些计量技术规范仅适用于以水为基体的离子的测量，与库仑法盐含量测定仪所用标准物质的基体不一致。所以目前库仑法盐含量测定仪没有相应的检定规程或校准规范，导致其量值无法溯源，无法保证其量值的准确性。但我区域内有多台库仑法盐含量测定仪需要校准，如兵器工业集团民用车辆的试车车间，兵器工业集团民用油品检测实验室，滑油检测实验室，试车台等都用到库仑法盐含量测定仪测量油品中的盐含量。本项目根据库仑法盐含量测定仪的计量需求，调研适合库仑法盐含量测定仪校准用的标准物质，为校准库仑法盐含量测定仪提供计量标准；编写库仑法盐含量测定仪的校准方法，实现对其的校准，保障库仑法盐含量测定仪测量数据的准确可靠，为国防军工重点武器型号科研生产及民品中大量使用的库仑法盐含量测定仪提供计量技术支持和保障。  经查新，国家及各行业没有关于库仑法盐含量测定仪的检定规程或校准规范。 | | | | | | | | |
| 范围和主要  计量特性 | | 1适用范围  本规范适用新制造、使用中和修理后的油中盐含量测定仪的校准。  2主要技术指标  2.1示值误差：±10%  2.2测量重复性：≤5%  3 用到的主要计量标准器具  3.1 根据被校准仪器的测量对象，选择合适的油中盐含量标准物质。  3.2盐含量标准物质扩展不确定度应符合以下要求。  盐含量在*x*< 10mgNaCl/L，不确定度不大于0.1mgNaCl/L (*k*=2)；  盐含量在10mgNaCl/L≤*x*< 50mgNaCl/L，不确定度不大于0.3mgNaCl/L (*k*=2)；  盐含量在50mgNaCl/L≤*x*< 100mgNaCl/L，不确定度不大于（1～2）mgNaCl/L (*k*=2)。  4校准点的选择  推荐校准点为仪器使用范围的上下限和中间值，也可以根据客户需求选择校准点。  5 测量方法  校准时，采用直接测量法。示值误差校准时，将样品注入被校准仪器中进行测量，重复测量3次，取3次测量平均值与标准值进行比较；测量重复性校准时，将样品注入被校准仪器中进行测量，重复测量6次，计算6次测量的相对标准偏差。  6计量项目  6.1通用技术要求  6.2示值误差  6.3测量重复性 | | | | | | | | |
| 水平 | | □国际先进 ■国内先进 | | | | | | | | |
| 国内外情况  简要说明 | | 1、在盐含量或盐中离子含量计量中，国家计量检定规程有JJG757-2018离子计检定规程，适用于水中某些具有合适选择性电极的离子的检定和校准，而库仑法盐含量测定仪主要用于分析石油产品中的盐含量，基体不同。JJF1565-2016重金属水质在线分析仪校准规范，适用于采用分光光度法和伏安法原理测量离子的浓度，不适用于库仑法盐含量测定仪的校准，所使用的标准物质的基体物质也不同。这些规范无论从测量原理还是基体上都不适用于库仑法盐含量测定仪，因此目前国内没有库仑法盐含量测定仪的检定校准方法；国外标准ASTM D 6470原油中盐含量的测定 电位滴定法，是使用电位滴定仪，以硝酸银作为滴定剂，滴定样品，通过计算得到样品中的盐含量。测量原理不是库仑法，其中规定了方法的适用范围，所用到的仪器和试剂，测试方法，计算过程等，其侧重点不在于与仪器准确度相关的校准的方法和过程，而是在测试样品过程中怎样处理样品等，仅是一个仪器分析的过程，与仪器的计量校准无关。  2、经查新，目前没有关于库仑法盐含量测定仪校准方法方面的知识产权及专利。 | | | | | | | | |
| 主要  起草  单位 | （签字、盖公章）  月 日 | | 技术委员会 | （签字、盖公章）  月 日 | | | 部委托支撑  单位 | | | （签字、盖公章）  月 日 |