

附件 3:

石油和化工行业计量技术规范项目建议书

建议项目名称	永停滴定仪校准规范		
制定或修订	<input checked="" type="checkbox"/> 制定 <input type="checkbox"/> 修订	被修订计量技术规范号	/
计量技术规范性质	<input type="checkbox"/> 检定规程 <input checked="" type="checkbox"/> 校准规范	计量技术规范类别	<input type="checkbox"/> 重点 <input checked="" type="checkbox"/> 基础
主要起草单位	甘肃省计量研究院		
联系人	吴振刚	联系电话	18693116915
任务年限	2027 年	申请经费	5 万元
参加单位	湖南津市石油化工仪器有限公司		
目的、意义和必要性	<p><b>1. 指出该计量技术规范项目编制的目的、意义，解决产业的问题和编制必要性、迫切性；</b></p> <p>永停滴定法是根据电池中双铂电极的电流，随滴定液的加入而发生变化来确定滴定终点的电流滴定法，又称双电流滴定法，是容量分析中用来确定终点的一种方法。永停滴定仪是按照中国药典收录的永停滴定法的要求研发生产的一种容量分析中用以确定滴定终点的分析仪器。主要用于药品检验中重氮化法的终点指示。该仪器由中华药典会鉴定，通过卫生部批准作为药典标准的计量仪器。</p> <p>永停滴定仪具有极为广泛的应用，适用于企业化学实验室、药品检验所、医院、制药厂、兽药厂等进行容量分析。经查，目前还没有永停滴定仪的相应的国家标准、国家计量检定规程或国家校准规范，只有中国药品生物制品检定所编制的药品检验仪器检定规程里面提到永停滴定仪的检定方法。调查研究发现，由于没有相应的国家检定规程或校准规范，在用的永停滴定仪几乎都处于未检定或未校准状态。</p>		

	<p><b>2. <u>先进性和亮点、社会效益和推广应用前景；</u></b></p> <p>永停滴定仪校准规范适用于所有石油化工实验室、药品检验所、医院、制药厂、兽药厂等用于进行容量分析的永停滴定仪的校准，应用广泛。规范一旦发布，各省、区、市法定计量检定机构和第三方检定机构以及生产企业相继申请计量标准考核，待考核通过开展相应的计量校准工作，保证了在用的永停滴定仪量值的统一、准确、可靠。可以取得良好的社会效益和可观的经济效益。</p> <p><b>3. <u>查新结果(国家、本行业或其他行业是否有相关技术规范)；</u></b></p> <p>通过查询“国家计量技术规范全文公开系统”等标准库，未发现国家、本行业或其他行业有与永停滴定仪相关及类似的计量技术法规。</p>
产业链应用	<p><b>1. <u>重点产业链方向；</u></b></p> <p>医药工业</p> <p><b>2. <u>对本行业重点产业链的支撑作用。</u></b></p> <p>随着我医药工业的快速发展，在分析化学领域，对酸碱滴定、氧化还原滴定和络合滴定等方面都有了新的要求。与此同时，为保证药物量值的准确和高效，《中国药典》中将重氮化（亚硝酸钠）滴定和卡氏水分测定确定终点的方法明确为采用永停滴定法，永停滴定仪应运而生。</p> <p>在医药工业产业中，永停滴定仪扮演着至关重要的角色，从药物质量控制、生产效率提升、安全性保障，到新药研发和行业标准化发展，都离不开该设备的支持。该仪器通过精确测量化学药品的电压、电流变化，能够准确确定滴定终点，确保药物成分的定量分析结果可靠，这对于药物生产过程中的质量控制至关重要，尤其是在重氮化滴定和卡氏水分测定等关键环节。生物医药生产企业可以利用该仪器快速、准确地测量化学药品的用量，减少了传统滴定方法中人为误差和时间消耗，提高了药物生产的效率；也可以在药物生产、储存和使用全过程中提供实时数据支持，规范标准化操作和精确测量，帮助监控化学药品的稳定性，提高产品的可靠性和一致性，预防潜在的安全隐患，增强市场竞争力。同时，该设备的应用</p>

	<p>有助于优化生产工艺，减少原料浪费，降低生产成本，也可减少有害副产品的生成，支持绿色生产和可持续发展。</p> <p>截至 2024 年底，全国制药企业的数量超过 8400 家，全国生物药品制造企业的数量超过 6200 家，永停滴定仪被这些企业广泛使用，保证期其量值准确性成为必然，相关校准规范的建立，将推动医药工业产业方向的技术进步，促进相关设备的创新和升级。但是目前还没有该设备的校准规范，无法保证不同设备、不同人员测量结果的一致性。</p> <p>建立永停滴定仪校准规范能够很好地规范该类设备的校准过程，保证设备的有效性和检测结果的准确性，同时也为众多生物医药、精细化工生产企业设备的量值溯源提供了标准依据，提高了产品的可靠度和竞争力，对医药相关行业的发展有着良好的促进作用。</p>																		
范围和主要  计量特性	<p><b><u>1. 计量技术规范的适用范围；</u></b></p> <p>本技术规范适用于新制造、使用中和修理后的实验室使用采用重氮化法原理的永停滴定仪的校准。</p> <p><b><u>2. 以典型仪器或试验设备等（注明仪器型号）为依据，提出计量特性的技术指标，包括其名称、测量范围和最大允许误差；</u></b></p> <p>以型号为 ZDY-500 的永停滴定仪为例，参考 JJG 814-2015《自动电位滴定仪检定规程》《中华人民共和国药典(2020 年版)》等文献提出计量特性技术指标：</p> <table><tr><th>序号</th><th>项目</th><th>技术要求</th></tr><tr><td>1</td><td>极化电压示值误差</td><td>±10%</td></tr><tr><td>2</td><td>极化电流引用误差</td><td>±2.5%FS</td></tr><tr><td>3</td><td>滴定终点控制灵敏度</td><td>≤0.02 mL</td></tr><tr><td>4</td><td>仪器示值误差</td><td>2%</td></tr><tr><td>5</td><td>仪器示值重复性</td><td>0.2%</td></tr></table> <p>注：以上计量特性要求仅供参考，不作为判定依据。计量特性指标</p>	序号	项目	技术要求	1	极化电压示值误差	±10%	2	极化电流引用误差	±2.5%FS	3	滴定终点控制灵敏度	≤0.02 mL	4	仪器示值误差	2%	5	仪器示值重复性	0.2%
序号	项目	技术要求																	
1	极化电压示值误差	±10%																	
2	极化电流引用误差	±2.5%FS																	
3	滴定终点控制灵敏度	≤0.02 mL																	
4	仪器示值误差	2%																	
5	仪器示值重复性	0.2%																	

可能随后期实验结果等因素进行调整。

### 3. 主要测量标准的技术指标；

序号	校准项目	设备名称及计量器具
1	极化电压示值误差	直流毫伏表，0.5 级
2	极化电流引用误差	
3	滴定终点控制灵敏度	(1) 亚硝酸钠容量分析用标准物质：标称值 0.1mol/L, $U_{rel}=0.2\%$ ( $k=2$ ) (2) 容量瓶，A 级；滴定管，A 级；量筒，量出式
4	仪器示值误差	(1) 干燥箱，校准 120 °C； (2) 温度计，测量范围 (0~50) °C，分度值 0.1 °C； (3) 电子天平：测量范围 (0~200) g，分度值 0.1mg； (4) 盐酸容量分析用标准物质：标称值 0.1mol/L, $U_{rel}=0.2\%$ ( $k=2$ )；
5	仪器示值重复性	(5) 亚硝酸钠容量分析用标准物质：标称值 0.1mol/L, $U_{rel}=0.2\%$ ( $k=2$ )

以上校准用设备均应经检定或校准，并符合要求。

### 4. 简要描述主要计量项目的技术原理。

1、极化电压示值误差：将永停滴定仪与直流毫伏表接好，输出极化电压, 读取直流电压表示值，使用相对误差计算极化电压示值误差

2、极化电流引用误差：将永停滴定仪与直流毫伏表接好，调整输出电流为 0，缓慢地增加输出电流，使被检永停滴定仪电流计的电流顺序地指示在每个带数字分度线上，直至电流计测量上限，并同时记录每个测量点装置的标准电流值。再缓慢地减小电流，使被检永停滴定仪电流计的电流顺序地指示在每个带数字分度线上，直至电流计测量下限，并同时记录每个测量点装置的标准电流值，根据结果计算极化电流引用误差：

	<p>3、滴定终点控制灵敏度：仪器按规定安装调试好后，将仪器上的极化电压设置为 50 mV, 灵敏度设置为 <math>10^{-9}</math> A, 量取 40 mL 蒸馏水置于烧杯中，加盐酸 15 mL，将烧杯置于电磁搅拌器上，再加溴化钾 2 g，将洗净的铂-铂电极插入，缓慢滴加 0.1mol/L 亚硝酸钠容量分析用标准物质，观察电流计终点指示，当其有响应时，记录所滴定的亚硝酸钠容量分析用标准物质的消耗量为仪器滴定终点控制灵敏度</p> <p>4、仪器示值误差及仪器示值重复性：仪器按规定安装调试好后，将仪器上的极化电压设置为 50 mV, 称取在 120 °C 干燥至恒重的对氨基苯磺酸 0.5 g，准确称量至 0.0001 g，置于 250 mL 烧杯中，加蒸馏水 30 mL 与氨水 3 mL，溶解后加盐酸容量分析用标准物质 20 mL，搅拌同时插入洗净的铂-铂电极，记录滴定前起始位置滴定管中液面读数。在 30℃ 以下用 0.1mol/L 亚硝酸钠容量分析用标准物质滴定，滴定时将滴定管插入液面下约 2/3 处，随滴随搅拌，至近终点时，将滴定管尖端提出液面，用少量蒸馏水洗净，洗液并入溶液中，继续缓慢滴定至终点，记录滴定终点滴定管中液面读数，根据结果计算仪器示值误差；之后将上述过程重复测定 6 次，使用贝塞尔公式计算仪器示值重复性</p>
水平	<input type="checkbox"/> 国际先进 <input checked="" type="checkbox"/> 国内先进
国内外情况 简要说明	<p>1. <u>与国内相关技术规范之间的关系；</u></p> <p>本规范检测范围为（0-100）%，目前尚无该范围的仪器标准、方法标准，制定该规范属于填补计量空白。</p> <p>2. <u>指出是否发现有知识产权的问题，或涉及专利的情况；</u></p> <p>经查阅，未发现有知识产权的问题，或涉及专利的情况。</p>

推荐意见		永停滴定仪适用于石油化工实验室、药品检验所、医院、制药厂、兽药厂等进行容量分析。制定永停滴定仪校准规范可规范同类别设备的校准过程，为检测数据准确可靠提供计量保障，十分有必要。			
主要起草单位	(签字、盖公章)  年 月 日	技术委员会	(盖公章)  年 月 日	部委托支撑单位	(盖公章)  年 月 日

填写说明：1.表中第 2，3，11 行，请在选定的内容上填写 “■” 的符号。  
2.填写制定或修订项目中，若选择修订则必须填写被修订计量技术规范号。