

УТВЕРЖДАЮ

Директор

ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

К.В. Гоголинский

2016 г.



АНАЛИЗАТОРЫ ЖИДКОСТИ
модификаций с-DGM, OGM

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ
МП-209-27-2016

Руководитель лаборатории
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

В.И.Суворов

« _____ » _____ 2016г.

2016 г.

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы жидкости модификаций с-DGM, OGM производства компании «Haffmans B.V.», предназначенные для измерений массовой концентрации растворенного кислорода и температуры жидкости (модификации с-DGM, OGM), парциального давления двуокиси углерода (модификация с-DGM).

Анализаторы подлежат первичной и периодической поверке.
Интервал между поверками – 1 год.

1 Операции поверки

Объем и последовательность операций поверки указаны в таблице 1.

Таблица 1

Наименование операции	Номер пункта, в котором изложена методика поверки	Обязательность проведения операции	
		При первичной поверке	При периодической поверке
1. Внешний осмотр	п. 6.1	Да	Да
2. Опробование	п. 6.2	Да	Да
3. Подтверждение соответствия программного обеспечения	п. 6.3	Да	Да
4. Определение метрологических характеристик:			
4.1. Определение приведенной погрешности при измерении массовой концентрации растворенного в воде кислорода	п. 6.4.1	Да	Да
4.2. Определение абсолютной погрешности измерений парциального давления CO ₂	п. 6.4.2	Да	Да
4.3. Определение абсолютной погрешности измерений температуры	п. 6.4.3	Да	Да

При получении отрицательных результатов при проведении той или иной операции дальнейшая поверка прекращается.

2 Средства поверки

2.1 При проведении поверки применяются средства измерений и оборудование, представленное в таблице 2.

Таблица 2

Наименование	Характеристики оборудования
СО составов искусственных газовых смесей: состава O ₂ +N ₂	ГСО 10531-2014
Калибраторы давления портативные Метран 501-ПКД-Р	диапазон измерений от минус 0,1 до 60 МПа, кл. т. 0,05
Термометр лабораторный электронный ЛТ-300	Диапазон измерений температуры, °С: от минус 50 до плюс 300 Пределы допускаемой основной абсолютной погрешности в диапазоне от минус 50 до плюс 199,99 °С: ± 0,05 °С
Термостат суховоздушный ТВ-80-1	температурный диапазон от + 5 до + 70 °С

2.2 Допускается применять средства, не приведенные в перечне, но обеспечивающие определение метрологических характеристик с требуемой точностью.

2.3 Все средства поверки должны иметь действующие свидетельства о поверке.

3 Требования безопасности

3.1 К работе с приборами, используемые при поверке, допускаются лица, прошедшие инструктаж по технике безопасности при работе с электро- и радиоизмерительными приборами.

3.2 Перед включением должен быть проведен внешний осмотр приборов с целью определения исправности и электрической безопасности включения их в сеть.

3.3 Перед включением в сеть приборов, используемых при поверке, они должны быть заземлены в соответствии с требованиями, указанными в эксплуатационной документации.

3.4 Помещение, в котором проводятся испытания, должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004-91 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009-83.

4 Условия поверки

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С: от 15 до 35;
- относительная влажность воздуха, %: от 30 до 85;
- атмосферное давление, кПа: от 86,0 до 106,7;

5 Подготовка к поверке

5.1 Подготовить анализатор к работе в соответствии с технической документацией фирмы-изготовителя.

При подготовке к поверке необходимо:

- осуществить прогрев анализатора в соответствии с эксплуатационной документацией;
- проверить работоспособность анализатора в режиме измерения.

Подготовить к работе анализатор в соответствии с руководством по эксплуатации, рабочие эталоны и вспомогательные средства измерений согласно эксплуатационной документации на них. Перед проведением поверки анализатор необходимо откалибровать в соответствии с руководством по эксплуатации

6 Проведение поверки

6.1 Внешний осмотр.

При проведении внешнего осмотра анализаторов проверяется соответствие следующим требованиям:

- отсутствие внешних повреждений, влияющих на точность показаний;
- отсутствие отсоединившихся или слабо закреплённых элементов схемы (определяется на слух при наклонах изделия).
- отсутствие механических повреждений;
- соответствие комплектности анализаторов технической документации;
- исправность органов управления и настройки;
- четкость надписей на лицевой панели.

Анализаторы считаются выдержавшими внешний осмотр, если они соответствуют перечисленным выше требованиям.

Анализаторы с механическими повреждениями к поверке не допускаются.

6.2 Опробование.

При опробовании проверяется функционирование составных частей анализаторов согласно технической документации фирмы-изготовителя, а также возможность плавного регулирования показаний с помощью органов управления и настройки.

6.3 Подтверждение соответствия программного обеспечения.

При проведении поверки анализаторов выполняют операцию «Подтверждение соответствия программного обеспечения». Операция «Подтверждение соответствия программного обеспечения» состоит в определении номера версии (идентификационного номера) программного обеспечения.

Анализаторы имеют встроенное программное обеспечение, которое запускается в автоматическом режиме после включения анализатора. Просмотр версии встроенного ПО доступен при запуске прибора.

Анализаторы считаются прошедшими поверку, если номер версии СИ совпадает с номером версии или выше номера версии, указанного в описании типа.

6.4 Определение метрологических характеристик.

6.4.1. Определение приведенной погрешности измерений растворенного в воде кислорода проводить путем сравнения значений растворенного в воде кислорода в контрольных растворах (в рабочей камере анализатора), приготовленных в соответствии с приложением А, измеренных анализатором с расчетными значениями. В каждой точке проводить не менее трех независимых измерений.

Приведенную погрешность измерений массовой концентрации растворенного в воде кислорода рассчитать для каждого измеренного значения по формуле:

$$\gamma_{до} = \frac{X_1 - X_0}{X_n} \cdot 100\% \quad (1) \quad \text{где}$$

X_1 – массовая концентрация растворенного в воде кислорода измеренная анализатором, мг/дм³;

X_0 – расчетное значение массовой концентрации растворенного в воде кислорода в контрольном растворе, мг/дм³;

X_n – верхний предел измерений анализатора, мг/дм³.

Результаты поверки считаются положительными, если в процессе поверки значение приведенной погрешности измерений массовой концентрации растворенного в воде кислорода не превышает $\pm 5\%$.

6.4.2 Определение абсолютной погрешности измерений парциального давления CO₂

Определение абсолютной погрешности измерений парциального давления CO₂ проводить путем сравнения значений, заданных на калибраторе давления, со значениями, измеренными анализатором.

Последовательно задать значения давления, с помощью калибратора давления, равномерно расположенные во всем диапазоне измерений, включая верхнее и нижнее предельное значение давления. В каждой точке регистрировать значение давления, полученное на анализаторе. После достижения верхнего предела измерений, давление постепенно начинать снижать с помощью калибратора давления, сравнивая значения с показаниями анализатора (обратный ход).

Абсолютную погрешность измерений парциального давления рассчитать для каждого измеренного значения по формуле:

$$\Delta_{pi} = P_i - P_d, \quad (2),$$

где P_i – значение давления, измеренное анализатором, кПа;

P_d – действительное значение давления, заданное на калибраторе давления, кПа.

Результат поверки считают положительным, если абсолютная погрешность измерений давления в каждой точке поверки не превышает ± 3 кПа ($\pm 0,03$ бар).

6.4.3 Определение абсолютной погрешности измерений температуры

Определение абсолютной погрешности измерений температуры проводить путем сравнения значений, полученных на анализаторе со значением эталонного термометра. Из-

мерения проводить в трех точках расположенных на начальном (10-30 %), среднем (40-60 %) и конечном (70-90 %) участках диапазона.

4.4.2. Подготовить анализатор к режиму измерения температуры, согласно руководству по эксплуатации. Поместить анализатор эталонный термометр в суховоздушный термостат. Установить температуру суховоздушного термостата (+5°C/+25°C/+40°C), подождать, пока стабилизируется температура (10 минут). Сравнить показание канала измерения температуры анализатора и показание значения температуры эталонного термометра.

4.4.4. Абсолютную погрешность измерений температуры рассчитать для каждого измеренного значения по формуле:

$$\Delta t = t_{\text{изм}} - t_{\text{эт.}} \quad (3), \quad \text{где}$$

$t_{\text{изм}}$ – значение температуры, измеренное анализатором, °C;

$t_{\text{эт.}}$ – значение температуры, измеренное эталонным термометром, °C.

Результаты поверки считаются положительными, если в процессе поверки значение абсолютной погрешности измерений температуры не превышает $\pm 0,2$ °C.

7 Оформление результатов поверки

7.1. При проведении поверки составляется протокол результатов измерений по форме Приложения В, в котором указывается его соответствие предъявляемым требованиям.

7.2. Результаты поверки оформляют в виде свидетельства о поверке или извещения о непригодности.

7.3. Результаты поверки считаются положительными, если анализаторы удовлетворяют всем требованиям настоящей методики. Положительные результаты поверки оформляются путем выдачи свидетельства о поверки. Знак поверки в виде голографической наклейки рекомендуется наносить на свидетельство о поверки, допускается нанесение на анализатор, над дисплеем.

7.4. Результаты считаются отрицательными, если при проведении поверки установлено несоответствие поверяемого анализатора, хотя бы одному из требований настоящей методики. Отрицательные результаты поверки оформляются путем выдачи извещений о непригодности с указанием причин непригодности.

**Инструкция по приготовлению поверочных растворов
растворенного кислорода.**

С помощью ГСО-ПГС приготовить контрольные растворы с требуемой массовой концентрацией растворенного кислорода. Требуемое ГСО-ПГС указано в табл. 1.

Подготовить анализатор к режиму измерений массовой концентрации растворенного в воде кислорода согласно руководству по эксплуатации. Заполнить рабочую камеру анализатора дистиллированной водой. На вход анализатора подать газ из баллона.

Насыщение воды в рабочей камере анализатора газовой поверочной смесью производить не менее 10 минут.

Полученное на дисплее анализатора значение массовой концентрации растворенного в воде кислорода сравниваем с расчетным значением.

Расчетное значение концентрации растворенного кислорода в воде рассчитывается по формуле 1, относительная погрешность массовой концентрации растворенного кислорода в контрольных растворах не превышает 2 %.

Таблица 1.

№	Номер ГСО	Компонентный состав	Номинальное значение доли O ₂ в баллоне *, C _н , %	Погрешность аттестованного значения, %, δ _б , не более	Массовая концентрация растворенного кислорода, С, мг/л
1	10531-2014	O ₂ +N ₂	молярная доля 0,898	0,013	0,35

$$C = \frac{X \cdot P_{\text{атм}}}{X_0 \cdot P_0} \cdot A \quad (4)$$

где:

$P_{\text{атм}}$ – атмосферной давление, кПа;

$P_н$ – нормальное давление, равное 101,3 кПа

X – значение объемной доли O₂ в ГСО-ПГС, %

X_0 – относительное объемное содержание кислорода в стандартной атмосфере, равное 20,94%

A – растворимость (равновесная концентрация) кислорода, опубликованная ЮНЕСКО (ИСО 5813) в качестве справочного материала (приложение Б)

ПРИЛОЖЕНИЕ Б

Значения равновесных концентраций кислорода при насыщении воды
атмосферным воздухом при нормальном атмосферном давлении 101,325
кПа (760 мм рт.ст.) в зависимости от температуры, мг/дм³

A \ t	0,0	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	0,6	0,7	0,8	0,9
0,0	14,62	14,58	14,54	14,50	14,46	14,42	14,38	14,34	14,30	14,26
1,0	14,22	14,18	14,14	14,10	14,06	14,02	13,98	13,94	13,90	13,87
2,0	13,83	13,79	13,75	13,72	13,68	13,64	13,60	13,57	13,53	13,49
3,0	13,46	13,42	13,39	13,35	13,32	13,28	13,24	13,21	13,17	13,14
4,0	13,11	13,07	13,04	13,00	12,97	12,93	12,90	12,87	12,83	12,80
5,0	12,77	12,74	12,70	12,67	12,64	12,61	12,57	12,54	12,51	12,48
6,0	12,45	12,41	12,38	12,35	12,32	12,29	12,26	12,23	12,20	12,17
7,0	12,14	12,11	12,08	12,05	12,02	11,99	11,96	11,93	11,90	11,87
8,0	11,84	11,81	11,79	11,76	11,73	11,70	11,67	11,64	11,62	11,59
9,0	11,56	11,53	11,51	11,48	11,45	11,42	11,40	11,37	11,34	11,32
10,0	11,29	11,26	11,24	11,21	11,18	11,16	11,13	11,11	11,08	11,06
11,0	11,03	11,00	10,98	10,95	10,93	10,90	10,88	10,85	10,83	10,81
12,0	10,78	10,76	10,73	10,71	10,68	10,66	10,64	10,61	10,59	10,56
13,0	10,54	10,52	10,49	10,47	10,45	10,42	10,40	10,38	10,36	10,33
14,0	10,31	10,29	10,27	10,24	10,22	10,20	10,18	10,15	10,13	10,11
15,0	10,08	10,06	10,04	10,02	10,00	9,98	9,96	9,94	9,92	9,90
16,0	9,87	9,85	9,83	9,81	9,79	9,77	9,75	9,73	9,71	9,69
17,0	9,66	9,64	9,62	9,60	9,58	9,56	9,54	9,52	9,50	9,49
18,0	9,47	9,45	9,43	9,41	9,39	9,37	9,36	9,34	9,32	9,30
19,0	9,28	9,26	9,24	9,22	9,21	9,19	9,17	9,15	9,13	9,11
20,0	9,09	9,08	9,06	9,04	9,02	9,01	8,99	8,97	8,95	8,93
21,0	8,91	8,89	8,87	8,86	8,85	8,83	8,81	8,80	8,78	8,76
22,0	8,74	8,73	8,71	8,69	8,68	8,66	8,64	8,63	8,61	8,60
23,0	8,58	8,56	8,55	8,53	8,51	8,50	8,48	8,47	8,45	8,43
24,0	8,42	8,40	8,39	8,37	8,36	8,34	8,32	8,31	8,29	8,28
25,0	8,26	8,25	8,23	8,22	8,20	8,19	8,17	8,16	8,14	8,13
26,0	8,11	8,10	8,08	8,07	8,05	8,04	8,02	8,01	7,99	7,98
27,0	7,97	7,95	7,94	7,92	7,91	7,89	7,88	7,87	7,85	7,84
28,0	7,83	7,81	7,80	7,78	7,77	7,76	7,74	7,73	7,71	7,70
29,0	7,69	7,67	7,66	7,65	7,63	7,62	7,61	7,59	7,58	7,57
30,0	7,56	7,54	7,53	7,52	7,50	7,49	7,48	7,46	7,45	7,44
31,0	7,44	7,44	7,43	7,42	7,41	7,39	7,38	7,37	7,36	7,35
32,0	7,33	7,32	7,31	7,30	7,29	7,28	7,26	7,25	7,24	7,23
33,0	7,22	7,21	7,19	7,18	7,17	7,16	7,15	7,14	7,13	7,11
34,0	7,10	7,09	7,08	7,07	7,06	7,05	7,04	7,03	7,01	7,00
35,0	6,99	6,98	6,97	6,96	6,95	6,94	6,93	6,92	6,90	6,89

Протокол поверки

Анализаторы жидкости модификации с-DGM/OGM

Зав. № _____

Модификация _____

Дата поверки _____

Условия поверки: температура окружающего воздуха _____ °С;
атмосферное давление _____ кПа;
относительная влажность _____ %.

РЕЗУЛЬТАТЫ ПОВЕРКИ

1. Результаты внешнего осмотра _____
2. Результаты опробования _____
3. Подтверждение соответствия ПО _____
4. Результаты определения погрешностей измерения:

Заключение _____

Поверитель _____

Сведения о средствах поверки _____

Сведения о документе МП _____

Дата _____