

**Федеральное государственное унитарное предприятие
«Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии
им. Д.И. Менделеева»
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»**

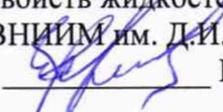
УТВЕРЖДАЮ
И.о. генерального директора
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»
А.Н. Пронин
М.п. «20» июля 2020 г.



Государственная система обеспечения единства измерений

Анализаторы растворенного кислорода промышленные InTar
Методика поверки
МП 2450-005-2020

Руководитель НИЛ госэталонов
в области физико-химических свойств жидкостей (НИЛ 2450)
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»
 А.М. Смирнов

Инженер 2 кат. НИЛ госэталонов
в области физико-химических свойств жидкостей (НИЛ 2450)
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»
 И.Г. Черников

г. Санкт-Петербург
2020 г.

Содержание

	Стр.
1 Операции поверки	3
2 Средства поверки	3
3 Требования безопасности	4
4 Условия поверки	4
5 Подготовка к поверке	4
6 Проведение поверки	4
7 Оформление результатов поверки	6
Приложение А	
9 Методика приготовления растворов массовой концентрацией растворенного в воде кислорода	7
Приложение Б	
11 Значения равновесных концентраций кислорода при насыщении воды атмосферным воздухом при нормальном атмосферном давлении	8
Приложение В	
11 Протокол поверки	10

Настоящая методика распространяется на анализаторы растворенного кислорода промышленные InTap (далее – анализаторы), предназначенные для измерений температуры и массовой концентрации растворенного кислорода в воде и жидких средах и устанавливает объем и порядок проведения их первичной и периодической поверки.

Возможность проведения поверки отдельных измерительных каналов, отдельных автономных блоков, на меньшем количестве измеряемых величин и на меньшем количестве поддиапазонов измерений не предусмотрена

1 Операции поверки

Объем и последовательность операций поверки указаны в таблице 1.

Таблица 1

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Проведение операции при	
		Первичной поверке	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 абсолютной погрешности измерительного канала температуры	п. 6.4.1	Да	Да
4.2. Определение приведенной (к границе поддиапазона) погрешности измерительного канала массовой концентрации растворенного в воде кислорода	п. 6.4.2	Да	Да

При получении отрицательных результатов при проведении той или иной операции дальнейшая поверка прекращается, результат поверки оформляют в соответствии с разделом 7 настоящей методики.

2 Средства поверки

2.1 При проведении поверки применяются рабочие эталоны, средства измерений, стандартные образцы и оборудование, представленное в таблице 2.

Таблица 2

Номер пункта методики	Наименование и тип основного или вспомогательного средства поверки	Метрологические характеристики средства поверки
6.4.1	Рабочий эталон 3 разряда единицы температуры (термометр лабораторный электронный ЛТ-300, рег. № 61806-15)	Диапазон измерений температуры от минус 50 до +199,99 °С, пределы допускаемой абсолютной погрешности ±0,05 °С
6.4.2	СО состава искусственной газовой смеси на основе инертных и постоянных газов состава (состава O ₂ +N ₂)	ГСО 10531-2014
Вспомогательное оборудование, реактивы и материалы		
6.4.1-6.4.2	Термостат жидкостной	Нестабильность поддержания температуры в течение 30 минут ±0,01 °С в диапазоне температур от -5 до 50 °С
6.4.2	Азот газообразный особой чистоты	по ГОСТ 9293-74
6.4.2	Насос перистальтический	–

Номер пункта методики	Наименование и тип основного или вспомогательного средства поверки	Метрологические характеристики средства поверки
6.4.1-6.4.2	Термогигрометр ИВА-6 (рег. № 4643411)	<p>Абсолютная погрешность измерений температуры в диапазоне от 0 до + 60 °С не превышает $\pm 0,3$ °С</p> <p>Абсолютная погрешность измерений относительной влажности в диапа. от 0 до 98 % не превышает ± 2 %;</p> <p>Абсолютная погрешность измерений атмосферного давления в диапазоне от 700 до 1100 гПа не превышает $\pm 2,5$ гПа</p>

2.2 Допускается применять средства измерений, стандартные образцы и оборудование, не приведенные в перечне, но обеспечивающие определение метрологических характеристик с требуемой точностью.

2.3 Все средства поверки должны иметь действующие свидетельства о поверке, все ГСО должны иметь действующие паспорта, испытательное оборудование действующие аттестаты.

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 проводится поверка, 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: 25 ± 5 ;
- относительная влажность воздуха, не более, %: 95;
- атмосферное давление, кПа: от 86 до 106;

5 Подготовка к поверке

Подготовить к работе анализатор в соответствии с руководством по эксплуатации, проверить работоспособность анализатора в режиме измерения, рабочие эталоны и вспомогательные средства измерений согласно эксплуатационной документации на них. На поверку предоставляется предварительно настроенный и откалиброванный анализатор в соответствии с руководством по эксплуатации.

6 Проведение поверки

6.1 Внешний осмотр.

При проведении внешнего осмотра анализатора проверяется на 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 анализатора технической документации;
- исправность органов управления и настройки;

Анализатор считается выдержавшим внешний осмотр, если он соответствует перечисленным выше требованиям. Анализатор с механическими повреждениями к поверке не допускаются.

6.2 Опробование.

При опробовании проверяется функционирование составных частей анализатора согласно технической документации фирмы-изготовителя.

6.3 Подтверждение соответствия программного обеспечения.

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

Просмотр наименования встроенного ПО и номер версии доступны:

- после включения анализатора, анализатор выполняет самодиагностику, отображает версию ПО, а затем переходит в режим измерения;
- в разделе «ISM» → «HW/SW версия».

Анализатор считается прошедшим поверку, если номер версии СИ совпадает с номером версии или имеет номер выше версии, указанной в описании типа.

6.4 Определение метрологических характеристик.

6.4.1. Определение абсолютной погрешности измерительного канала температуры

Определение абсолютной погрешности измерений температуры проводить путем сравнения значений, полученных на анализаторе со значением эталонного термометра. Измерения проводить в трех точках, расположенных на начальном (5-10 %), среднем (40-60 %) и конечном (70-90%) участках диапазона.

Поместить эталонный термометр в термостат, выдержать в рабочем объеме при установившейся температуре не менее 30 минут, после включить насос и прокачивать воду через анализатор. В каждой точке проводить по три измерения с интервалом в 2 минуты.

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

$$\Delta t = t_{\text{изм}} - t_0 \quad (1),$$

где $t_{\text{изм}}$ – температура, измеренная анализатором, °С;

t_0 – температура, измеренная эталонным термометром, °С.

Результаты определения считаются положительными, если значение абсолютной погрешности измерений температуры для каждого измеренного значения не превышает $\pm 0,5$ °С в диапазоне от 0 до 60 °С.

6.4.2. Определение приведенной (к границе поддиапазона) погрешности измерительного канала массовой концентрации растворенного в воде кислорода

Определение приведенной (к границе поддиапазона) погрешности измерений растворенного в воде кислорода проводить путем сравнения значений растворенного в воде кислорода в растворах, приготовленных в соответствии с приложением А, измеренных анализатором с расчетными значениями. В каждой точке проводить не менее трех измерений. Приготовленные растворы прокачивать через анализатор при помощи перистальтического насоса.

Приведенную (к границе поддиапазона) погрешность измерений массовой концентрации растворенного в воде кислорода рассчитать для каждого измеренного значения по формуле:

$$\gamma_{\text{DO}} = \frac{C_{\text{изм}} - C_0}{C_{\text{п}}} \cdot 100\% \quad (2),$$

где $C_{\text{изм}}$ – значение массовой концентрации растворенного в воде кислорода, измеренное анализатором, мкг/дм³;

C_0 – расчетное значение массовой концентрации растворенного в воде кислорода в растворе, мкг/дм³.

$C_{\text{п}}$ – верхний предел поддиапазона измерений, мкг/дм³.

Результаты определения считаются положительными, если значение приведенной (к границе поддиапазона) погрешности измерений массовой концентрации растворенного в воде кислорода не превышает для каждого измеренного значения:

- $\pm 3,0\%$ – в поддиапазоне от 0 до 200 включ. мкг/дм³;
- $\pm 1,5\%$ – в поддиапазоне св. 200 до 2000 мкг/дм³.

7 Оформление результатов поверки

7.1. При проведении поверки составляется протокол результатов измерений по форме Приложения В, в котором указывается о соответствии анализатора предъявляемым требованиям.

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

7.3. Результаты поверки считаются положительными, если анализатор удовлетворяет всем требованиям настоящей методики. Положительные результаты поверки оформляются путем выдачи свидетельства о поверке. Знак поверки наносится на свидетельство о поверке или на анализаторы.

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.

**Методика приготовления растворов
массовой концентрацией растворенного в воде кислорода**

Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы.

- ГСО-ПГС состава (O₂+N₂) ГСО 10531-2014/10706-2015
- Азот газообразный – ГСО 9293-74;
- термометр лабораторный электронный ЛТ-300 (Пер № 61806-15)
- термогигрометр ИВА-6Н-КП-Д (Пер № 46434-11)
- магнитная мешалка
- посуда мерная 2 класса точности ГОСТ 1770-74
- вода дистиллированная, ГОСТ 6709-72;

С помощью ГСО-ПГС готовят растворы с требуемой массовой концентрацией растворенного в воде кислорода. Требуемые ГСО-ПГС указаны в таблице А.1.

Колбу вместимостью 250 см³ промывают и наполняют его примерно на три четверти от объема дистиллированной водой по ГОСТ 6709-72.

При помощи соединительной трубки к барботеру через редуктор подсоединяют баллон с ПГС. Расход газовой смеси визуально устанавливают 2...10 пузырьков в секунду.

В стакан опускают стержень магнитной мешалки, термометр и закрывают стакан крышкой и устанавливают необходимую (так чтобы не образовывалась воронка) скорость перемешивания.

Насыщение воды газовой смесью производят не менее 20 минут.

Расчетное значение концентрацией растворенного кислорода в растворе рассчитывается по формуле А.1. Растворы были термостатированы при температуре 25 °С, после чего проводились измерения растворенного в воде кислорода.

Проверка начала диапазона анализатора осуществляется с помощью инертного газа (N₂). Подключить баллон с инертным газом (N₂) на вход. Продувать азотом через ячейку до установления показаний анализатора. Типовое время установления нулевых показаний датчика анализатора составляет 10-20 минут.

Таблица А.1.

№	Номинальное значение объемной доли O ₂ в азоте, C _n , %	Погрешность аттестованного значения ПГС, %, Δ, не более	Массовая концентрация растворенного кислорода в растворе, С, мкг/дм ³ *
1	не более 0,5	0,01	не более 200
2	не более 2,5	0,05	не более 1000
3	не более 5	0,05	не более 2000

* – при давлении 760 мм рт.ст. (1013 гПа) и температуре раствора 25 °С

Расчетное значение концентрацией растворенного кислорода в растворе рассчитывается по формуле А.1

$$C = \frac{X \cdot P_{\text{атм}}}{X_0 \cdot P_{\text{н}}} \cdot A \quad (\text{А.1}),$$

где P_{атм} – атмосферной давление, кПа;

P_н – нормальное давление, равное 101,3 кПа

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

X₀ – относительное объемное содержание кислорода в атмосфере, равное 20,94 %

A – значения равновесных концентраций кислорода, мг/дм³ (приложение Б).

ПРИЛОЖЕНИЕ Б
(справочное)

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

t °C	0	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	0,6	0,7	0,8	0,9
0	14,62	14,58	14,54	14,50	14,46	14,42	14,38	14,34	14,30	14,26
1	14,22	14,18	14,14	14,10	14,06	14,02	13,98	13,94	13,90	13,87
2	13,83	13,79	13,75	13,72	13,68	13,64	13,60	13,57	13,53	13,49
3	13,46	13,42	13,39	13,35	13,32	13,28	13,24	13,21	13,17	13,14
4	13,11	13,07	13,04	13,00	12,97	12,93	12,90	12,87	12,83	12,80
5	12,77	12,74	12,70	12,67	12,64	12,61	12,57	12,54	12,51	12,48
6	12,45	12,41	12,38	12,35	12,32	12,29	12,26	12,23	12,20	12,17
7	12,14	12,11	12,08	12,05	12,02	11,99	11,96	11,93	11,90	11,87
8	11,84	11,81	11,79	11,76	11,73	11,70	11,67	11,64	11,62	11,59
9	11,56	11,53	11,51	11,48	11,45	11,42	11,40	11,37	11,34	11,32
10	11,29	11,26	11,24	11,21	11,18	11,16	11,13	11,11	11,08	11,06
11	11,03	11,00	10,98	10,95	10,93	10,90	10,88	10,85	10,83	10,81
12	10,78	10,76	10,73	10,71	10,68	10,66	10,64	10,61	10,59	10,56
13	10,54	10,52	10,49	10,47	10,45	10,42	10,40	10,38	10,36	10,33
14	10,31	10,29	10,27	10,24	10,22	10,20	10,18	10,15	10,13	10,11
15	10,08	10,06	10,04	10,02	10,00	9,98	9,96	9,94	9,92	9,90
16	9,87	9,85	9,83	9,81	9,79	9,77	9,75	9,73	9,71	9,69
17	9,66	9,64	9,62	9,60	9,58	9,56	9,54	9,52	9,50	9,49
18	9,47	9,45	9,43	9,41	9,39	9,37	9,36	9,34	9,32	9,30
19	9,28	9,26	9,24	9,22	9,21	9,19	9,17	9,15	9,13	9,11
20	9,09	9,08	9,06	9,04	9,02	9,01	8,99	8,97	8,95	8,93
21	8,91	8,89	8,87	8,86	8,85	8,83	8,81	8,80	8,78	8,76
22	8,74	8,73	8,71	8,69	8,68	8,66	8,64	8,63	8,61	8,60
23	8,58	8,56	8,55	8,53	8,51	8,50	8,48	8,47	8,45	8,43
24	8,42	8,40	8,39	8,37	8,36	8,34	8,32	8,31	8,29	8,28
25	8,26	8,25	8,23	8,22	8,20	8,19	8,17	8,16	8,14	8,13
26	8,11	8,10	8,08	8,07	8,05	8,04	8,02	8,01	7,99	7,98
27	7,97	7,95	7,94	7,92	7,91	7,89	7,88	7,87	7,85	7,84
28	7,83	7,81	7,80	7,78	7,77	7,76	7,74	7,73	7,71	7,70
29	7,69	7,67	7,66	7,65	7,63	7,62	7,61	7,59	7,58	7,57
30	7,56	7,54	7,53	7,52	7,50	7,49	7,48	7,46	7,45	7,44
31	7,44	7,44	7,43	7,42	7,41	7,39	7,38	7,37	7,36	7,35
32	7,33	7,32	7,31	7,30	7,29	7,28	7,26	7,25	7,24	7,23
33	7,22	7,21	7,19	7,18	7,17	7,16	7,15	7,14	7,13	7,11
34	7,10	7,09	7,08	7,07	7,06	7,05	7,04	7,03	7,01	7,00
35	6,99	6,98	6,97	6,96	6,95	6,94	6,93	6,92	6,90	6,89
36	6,82	6,81	6,80	6,78	6,77	6,76	6,75	6,74	6,73	6,72
37	6,71	6,70	6,69	6,68	6,67	6,66	6,65	6,64	6,63	6,62
38	6,61	6,60	6,59	6,58	6,57	6,56	6,55	6,54	6,53	6,52
39	6,51	6,50	6,49	6,48	6,47	6,46	6,45	6,44	6,43	6,42
40	6,41	6,40	6,39	6,38	6,37	6,36	6,35	6,34	6,33	6,32
41	6,31	6,30	6,29	6,28	6,27	6,26	6,25	6,24	6,23	6,22

t °C	0	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	0,6	0,7	0,8	0,9
42	6,21	6,20	6,19	6,19	6,18	6,17	6,16	6,15	6,14	6,13
43	6,12	6,11	6,10	6,09	6,08	6,07	6,06	6,05	6,04	6,04
44	6,03	6,02	6,01	6,00	5,99	5,98	5,97	5,96	5,95	5,94
45	5,93	5,92	5,92	5,91	5,90	5,89	5,88	5,87	5,86	5,85
46	5,84	5,83	5,82	5,82	5,81	5,80	5,79	5,78	5,77	5,76
47	5,75	5,74	5,74	5,73	5,72	5,71	5,70	5,69	5,68	5,67
48	5,66	5,66	5,65	5,64	5,63	5,62	5,61	5,60	5,59	5,59
49	5,58	5,57	5,56	5,55	5,54	5,53	5,52	5,52	5,51	5,50

