Рекомендация

Государственная система обеспечения единства измерений

Средства измерений концентрации растворенного в воде кислорода

Методика поверки МИ 3261-2010

Менделеево - 2010

gost.e-ecolog.ru

Российское агентство по техническому регулированию и метрологии
(Ростехрегулирование)

Федеративное государственное унитарное предприятие
«Всероссийский научно-исследовательский институт физико-технических и радиотехнических измерений»
(ФГУП «ВНИИФТРИ»)

Утверждаю
Главный метролог ФГУП «ВНИИФТРИ»
А.С.Дойников
04. 02. 2010

Рекомендация

Государственная система обеспечения единства измерений

Средства измерений концентрации растворенного в воде кислорода

Методика поверки

МИ 3261-2010

Менделеево

2010 г.

Предисловие

1. РАЗРАБОТАНА Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский институт физико-технических и радиотехнических измерений» (ФГУП «ВНИИФТРИ»)
2. ИСПОЛНИТЕЛИ Карпов О. В., Уколов А. А.
3. УТВЕРЖДЕНА ФГУП «ВНИИФТРИ». 04 февраля 2010 г.
4. ЗАРЕГИСТРИРОВАНА ФГУП "ВНИИМС" 16 февраля 2010 г.
5. Введена впервые

Настоящая рекомендация не может быть полностью или частично воспроизведена, тиражирована и (или) распространена без разрешения ФГУП «ВНИИФТРИ».

Т.88.5

Рекомендация

Государственная система обеспечения единства измерений. Средства измерений концентрации растворенного в воде кислорода. Методика поверки	МИ 3261-2010

Дата введения 1 июня 2010 г.

1 Область применения

Настоящая рекомендация распространяется на средства измерений концентрации растворенного в воде кислорода в диапазоне от 10 до 30000 мкг/л при температуре от 5 °С до 50 °С.

Межповерочный интервал – один год.

2 Нормативные ссылки

В настоящей рекомендации использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 195-77 Реактивы. Натрий сернистокислый. Технические условия

ГОСТ 4525-77 Реактивы. Кобальт хлористый шестиводный. Технические условия

ГОСТ 1770-74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ Р 51350-99 Безопасность электрических контрольно-измерительных приборов и лабораторного оборудования. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 28498-90 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний

ГОСТ Р 8.568-97 ГСИ. Аттестация испытательного оборудования. Основные положения

ГОСТ 12.3.019-80 Система стандартов безопасности труда. Испытания и измерения электрические. Общие требования

ГОСТ 22018-84 (СТ СЭВ 6130-87) Анализаторы растворенного в воде кислорода амперометрические ГСП. Общие технические требования

ПР 50.2.006-94 ГСИ. Порядок проведения поверки средств измерений

3 Термины и определения

В настоящей рекомендации использованы следующие термины с соответствующими определениями:

анализатор кислорода (оксиметр): Прибор, предназначенный для измерения концентрации кислорода, растворенного в воде;

поверка средств измерений: по РМГ 29;

«ноль-раствор»: Раствор сульфита натрия по ГОСТ 195 в дистиллированной воде.

4 Поверка

4.1 Операции поверки

При проведении поверки должны быть выполнены операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1

№ п/п	Наименование операции	Номер пункта методики	Проведение операции при поверке:	
			первичной	периодической
	Внешний осмотр	4.6.1	да	да
	Опробование	4.6.2	да	да
	Определение относительной погрешности при измерении концентрации растворенного кислорода	4.6.3	да	да
	Определение погрешности при измерении температуры	4.6.4	да	да

4.2 Средства поверки

4.2.1 Для проведения поверки должны быть применены средства, указанные в таблице 2.

4.2.2 Средства измерений должны быть исправны, иметь эксплуатационную документацию и свидетельства о поверке по ПР 50.2.006, а оборудование – аттестаты по ГОСТ Р 8.568.

4.2.3 Допускается использование других средств измерений, испытательного оборудования с метрологическими характеристиками не хуже приведённых в таблице 2.

Таблица 2

Номер пункта настоящих рекомендаций	Перечень основных и вспомогательных средств поверки
4.6.3	Анализатор кислорода - рабочий эталон*. Погрешность измерений в «ноль-растворе», не более ±1,5 мкг/дм^3. Погрешность измерений в атмосферном воздухе, не более ± 1,5 %.
4.6.3-4.6.4	Термостат жидкостной. Диапазон регулирования температуры от 10 ^{0}С до 50 ^{0}С. Погрешность термостатирования не более ± 0,2 ^{0}С.
4.4	Барометр-анероид БАММ-1. Диапазон измерений от 80 до 106 кПа. Погрешность не более ± 0,2 кПа.

4.6.3	Вода дистиллированная по ГОСТ 6709 с удельной Электрической проводимостью не более $5 \cdot 10^{-4}$ См/м.
4.6.3.2	Натрий сернистокислый по ГОСТ 195
4.6.3.2	Кобальт хлористый по ГОСТ 4525
4.6.3-4.6.4	Мешалка магнитная ММ-5.
4.6.3.2-4.6.3.4	Термостатируемый стакан по ГОСТ 1770. Вместимость до 250 $см^3$.
4.6.3.2	Колба мерная на 250 $см^3$ по ГОСТ 1770. Погрешность не более ± 0,1 $см^3$.
4.6.4	Термометр контрольный ртутный по ГОСТ 28498 Диапазон измерений от 0 ^{0}С до 50 ^{0}С. Погрешность не более ± 0,1 ^{0}С.

*Анализатор кислорода – рабочий эталон поверяется на установке высшей точности по воспроизведению единицы концентрации растворенного в воде кислорода УВТ 108-А-2008.

4.3 Требования безопасности

4.3.1 К монтажу и обслуживанию допускаются лица, изучившие общие правила по технике безопасности при работе с электроустановками до 1000 В.

4.3.2 Подключение входных и выходных сигналов производить согласно маркировке разъёмов при отключенном напряжении питания.

4.3.3 Должны выполняться требования безопасносной работы в соответствии с «Правилами устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением» (ПБ 10-115-96) утвержденными ГОРТЕХНАДЗОРОМ РОССИИ.

4.3.4 При проведении испытаний необходимо соблюдать общие правила техники безопасности и производственной санитарии по ГОСТ 12.3.019.

4.4 Условия проведения поверки

При проведении поверки необходимо соблюдать следующие условия:

- температура окружающего воздуха (20 ± 5) °С;
- относительная влажность воздуха от 30 % до 80 %;
- атмосферное давление от 84 до 106,7 кПа;
- напряжение питания (220 ± 22) В;
- частота питания (50 ± 1) Гц;
- время прогрева не менее 5 мин.

4.5 Подготовка к поверке

4.5.1 Для проведения операций поверки собирают установку, схема которой приведена в приложении А.

4.5.2 Основное и вспомогательное оборудование, указанное в разделе 2, подготавливают к работе в соответствии с требованиями нормативных документов и эксплуатационной документации. Поверяемый анализатор в комплекте с измерительным блоком (ИБ) и датчиком подготавливают к работе в соответствии с требованиями руководства по эксплуатации (РЭ).

4.6 Проведение поверки

4.6.1 Внешний осмотр

При проведении внешнего осмотра проверяют визуально:

- Комплектность поверяемого анализатора (ИБ, датчик, соединительные провода) в соответствии с РЭ;
- целостность корпусов, датчика, соединительных проводов (кабелей), отсутствие механических повреждений, препятствующих нормальному функционированию анализатора кислорода;
- чистоту и целостность соединителей и гнезд;
- чёткость и правильность маркировки в соответствии с РЭ (обозначение анализатора, наименование или товарный знак предприятия-изготовителя, заводской номер, обозначение переключателей, соединителей, гнезд).

Анализаторы, имеющие дефекты, которые затрудняют эксплуатацию, бракуют и к дальнейшей проверке не допускают.

4.6.2 Опробование

Опробование осуществляется путём проверки функционирования анализатора в разных режимах в соответствии с РЭ.

4.6.3 Определение погрешности анализатора кислорода при измерении концентрации растворенного кислорода.

4.6.3.1 Определение погрешности анализатора кислорода проводят на установке, схема которой приведена в приложении А.

4.6.3.2 Определение погрешности анализатора в «ноль-растворе».

В мерной колбе готовят 250 мл водного раствора натрия сернистокислого по ГОСТ 195 с концентрацией 50 г/л при температуре 20 ^{0}С и отстаивают в закрытой колбе не менее 1 часа. Для ускорения процесса деоксирования раствора рекомендуется добавить в колбу 10 мг кобальта хлористого по ГОСТ 4525. Раствор можно использовать в течение суток с момента приготовления.

Приготовленный раствор заливают в термостатируемый стакан 1 (приложение А) и закрывают его крышкой 9, в которую вставлены датчики поверяемого и эталонного анализаторов и контрольный термометр.

Включают термостат 2, магнитную мешалку 3 и устанавливают температуру раствора (20 ± 0,2) ^{0}С. При достижении заданной температуры раствор выдерживают в течение 15 минут.

Определяют абсолютную ли относительную погрешность при измерении концентрации растворенного кислорода в «ноль-растворе»:

$$\Delta cO_2 = cO_{2\,изм} - cO_{2\,эт}, \qquad (1)$$

$$\Delta cO_2 = [(cO_{2\,изм} - cO_{2\,эт})/ cO_{2\,эт}] \cdot 100\ \%, \qquad (2)$$

где $cO_{2\,изм}$ – среднеарифметическое пяти измеренных значений cO_2 контрольного раствора поверяемым кислородомером, мкг/дм^3.

$cO_{2\,эт}$ – среднеарифметическое пяти измеренных значений cO_2 контрольного раствора эталонным анализатором, мкг/дм^3.

Если абсолютная или относительная погрешность Δ превышает указанную в ТУ, операции по 4.6.3.2 повторяют. При получении отрицательного результата вторично анализатор бракуется. При получении положительного результата анализатор признают пригодным.

4.6.3.3 Определение погрешности анализатора кислорода при измерении содержания кислорода в атмосферном воздухе, насыщенном парами воды.

Датчики поверяемого и эталонного анализаторов кислорода достают из «поль-раствора», тщательно промывают их чувствительную часть сначала водопроводной а затем дистиллированной водой и с помощью фильтровальной бумаги или марлевого томпона удаляют оставшиеся капли воды.

В чистый термостатируемый стакан наливают 100 мл дистиллированной воды, помещают датчики поверяемого и эталонного анализаторов так, чтобы они находились на расстоянии 20 ± 10 мм над поверхностью воды.

Включают термостат 2, магнитную мешалку 3 и устанавливают температуру раствора (20 ± 0,2) ^{0}С. Выдерживают в течение 15 минут при заданной температуре.

Определяют погрешность при измерении концентрации растворенного кислорода по п. 4.6.3.2

Результаты поверки анализатора считают удовлетворительными, если пределы допускаемой абсолютной или относительной погрешности измерений концентрации растворенного кислорода для воздуха находятся в соответствии с техническими характеристиками, указанными в ТУ и рассчитанными по формулам (1) и (2).

Если погрешность анализатора кислорода превышает, указанную в ТУ, то операции по п. 4.6.3.2 повторяют. Если и повторные результаты оказываются неудовлетворительными, то анализатор бракуется.

4.6.4 Определение абсолютной погрешности измерений температуры.

4.6.4.1 Погрешность при измерении температуры контролируемых сред определяют на отметках (10; 20; 30; 40 и 50) °С путём сравнения показаний датчика температуры поверяемого анализатора с показаниями контрольного термометра.

4.6.4.2 В соответствии со схемой приложения А собирают установку и проводят следующие операции.

4.6.4.3 Погружают чувствительную часть датчика поверяемого анализатора кислорода и контрольного термометра на глубину 20-30 мм в термостатируемый стакан с интенсивно перемешиваемой дистиллированной водой, имеющей температуру поверяемой отметки шкалы.

4.6.4.4 После выдержки в воде в течение не менее 5 минут снимаются показания датчика температуры поверяемого анализатора и контрольного термометра.

4.6.4.5 Погрешность измерения температуры Δt рассчитывают по формуле

$$\Delta t = t_{изм} - t_{эт}, \qquad (3)$$

где $t_{изм}$ – температура воды, измеренная датчиком температуры поверяемого анализатора, °С;

$t_{эт}$ – температура воды, измеренная контрольным термометром, °С.

4.6.4.6 Если значение Δt, рассчитанное для каждой выбранной отметки шкалы температур поверяемого анализатора, не превышает пределов допускаемой погрешности измерения, указанных в ТУ, результаты проверки признают удовлетворительными. В противном случае анализатор бракуют.

4.7 Оформление результатов поверки.

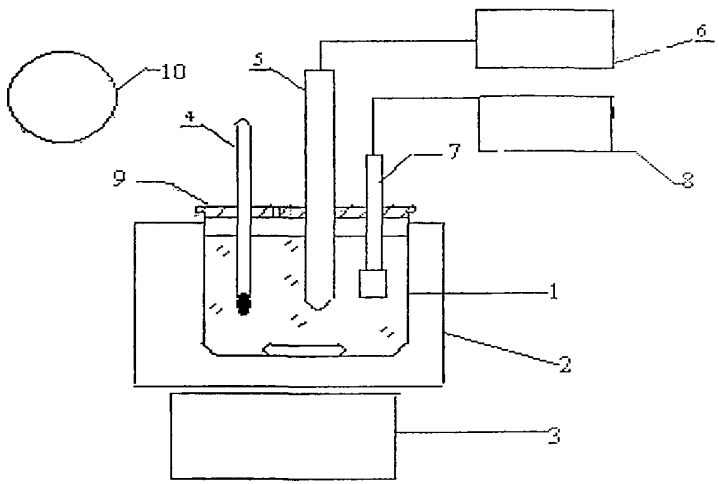
4.7.1 При выпуске из производства при положительных результатах поверки наносят оттиск поверительного клейма в паспорте анализатора кислорода.

4.7.2 При проведении периодических и внеочередных поверок результаты поверки оформляют выдачей свидетельства о поверке в соответствии с ПР 50.2.006.

4.7.3 На анализаторы, не удовлетворяющие требованиям метрологических характеристик, выдают извещение о непригодности по ПР 50.2.006 с указанием причин.

Начальник НИО-6 О.В.Карпов
Ученый хранитель УВТ 108-А-2008 А.А.Уколов

Приложение А
Схема установки для поверки анализатора кислорода



1 – термостатируемый стакан;
2 – водяной термостат;
3 – магнитная мешалка;
4 – контрольный термометр;
5 – датчик эталонного анализатора;
6 – измерительный блок эталонного анализатора;
7 – датчик поверяемого кислородомера;
8 – измерительный блок поверяемого кислородомера ;
9 – крышка стакана;
10 – барометр-анероид.

Полиграфучасток “ФГУП ВНИИФТРИ”
Зак.№61, Тир. 50 экз.

gost.e-ecolog.ru