РЕКОМЕНДАЦИИ ПО МЕТРОЛОГИИ

Государственная система обеспечения единства измерений

АНАЛИЗАТОРЫ РАСТВОРЕННОГО В ВОДЕ КИСЛОРОДА МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

Издание официальное

Москва
2006

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели и принципы обеспечения единства измерений в Российской Федерации установлены законом Российской Федерации «Об обеспечении единства измерений» от 27.02.1993 г. №4871-1.

Сведения о рекомендации

1 РАЗРАБОТАНЫ Федеральным государственным унитарным предприятием Всероссийский научно-исследовательский институт физико-технических и радиотехнических измерений (ФГУП ВНИИФТРИ)

2 ВНЕСЕНЫ Управлением метрологии Ростехрегулирования

3 УТВЕРЖДЕНЫ И ВВЕДЕНЫ В ДЕЙСТВИЕ Приказом Ростехрегулирования от 27.12.2005. № 338-СТ

4 В настоящих рекомендациях учтены основные положения международных стандартов: ИСО 5813:1983 «Качество воды. Определение растворенного кислорода. Иодометрический метод» и ИСО 5814:1090 | Е| «Качество воды. Определение растворенного кислорода. Методика электрохимических проб»

5 ВВЕДЕНЫ ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящим рекомендациям публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячно издаваемых информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящих рекомендаций соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте национального органа Российской Федерации по стандартизации в сети Интернет

© Полиграфучасток ФГУП ВНИИФТРИ, 2006

Настоящие рекомендации не могут быть полностью или частично воспроизведены, тиражированы и распространены в качестве официального издания без разрешения Федерального государственного унитарного предприятия «Всероссийский научно-исследовательский институт физико-технических и радиотехнических измерений»

РЕКОМЕНДАЦИИ ПО МЕТРОЛОГИИ

Государственная система обеспечения единства измерений

Анализаторы растворенного в воде кислорода
Методика поверки

Дата введения в действие 2006-07-01

1 Область применения

Настоящие рекомендации распространяются на анализаторы растворенного в воде кислорода (далее – анализаторы) отечественного и зарубежного производства, предназначенные для измерений массовой концентрации растворенного в воде кислорода в диапазоне от 100 мкг/дм^3 до 20 мг/дм^3, и устанавливают методику их первичной и периодической поверок.

Рекомендуемый межповерочный интервал – один год.

2 Нормативные ссылки

В настоящих рекомендациях использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 8.578-2002 ГСИ. Государственная поверочная схема для средств измерений содержания компонентов в газовых средах.

ГОСТ 12.0.004-79 Система стандартов безопасности труда. Организация обучения безопасности труда. Общие положения.

ГОСТ 12.1.007-76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности.

ГОСТ 12.1.019-79 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты.

ГОСТ 12.2.007.0-75 Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности.

ГОСТ 12.4.021-75 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования.

ГОСТ 195-77 Реактивы. Натрий сернистокислый. Технические условия.

ГОСТ 1277-75 Серебро азотнокислое.

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

ГОСТ 4525-77 Реактивы. Кобальт хлористый 6-водный. Технические условия.

ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия.

ГОСТ 22018-84 Анализаторы растворенного в воде кислорода амперометрические ГСП. Общие технические требования.

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

ГОСТ Р 8.568-97 Государственная система обеспечения единства измерений. Аттестация испытательного оборудования. Основные положения.

П р и м е ч а н и е: При пользовании настоящими рекомендациями целесообразно проверить действие ссылочных нормативных документов в информационной системе общего пользования - на официальном сайте национального органа Российской Федерации по стандартизации в сети Интернет или по ежегодно издаваемому информационному указателю "Национальные стандарты", который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящими рекомендациями следует руководствоваться замененным (измененным) документом. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Операции поверки

3.1.При проведении поверки выполняют операции, указанные в таблице.1.

Таблица 1

Наименование операции	Номер пункта настоящих рекомендаций	Необходимость проведения операции при	
		первичной поверке	Периодической поверке
1 Внешний осмотр	9.1	+	+
2 Опробование	9.2	+	+
3 Проверка нуля анализатора	9.3	+	+
4 Определение абсолютной погрешности измерения концентрации растворенного в воде кислорода	9.4	+	+
Примечания - Знак «+» означает, что операцию проводят.			

4 Средства поверки

4.1 Для проведения поверки применяют средства поверки и вспомогательное оборудование, указанные в таблице 2.

Таблица 2

Наименование и тип основного или вспомогательного средства поверки; обозначение нормативного документа, регламентирующего технические требования и (или) метрологические и основные технические характеристики средства поверки	Номер пункта настоящих рекомендаций
Кислородно-азотные поверочные смеси (ПГС-ГСО) по ТУ 6-16-2956-01. Концентрация кислорода 5 % об., погрешность аттестации не более ± 0.1 %	9.4
Кислородно-азотные поверочные смеси (ПГС-ГСО) по ТУ 6-16-2956-01. Концентрация кислорода 20 % об., погрешность аттестации не более ± 0.1 %	9.4
Кислородно-азотные поверочные смеси (ПГС-ГСО) по ТУ 6-16-2956-01. Концентрация кислорода 35 % об., погрешность аттестации не более ± 0.1 %	9.4
Термометр ртутный по ГОСТ 28498. Диапазон измерений от 0 до 50 °С. Погрешность не более ± 0,1 °С.	9.3, 9.4

Окончание таблицы 2

Наименование и тип основного или вспомогательного средства поверки; обозначение нормативного документа, регламентирующего технические требования и (или) метрологические и основные технические характеристики средства поверки	Номер пункта настоящих рекомендаций
Барометр-анероид БАММ-1 по ТУ 25-04-15-13-79. Диапазон измерений от 80 до 106 кПа. Погрешность не более ± 0,2 кПа.	9.4
Термостат жидкостной. Диапазон регулирования температуры от 10 °С до 50 °С. Погрешность термостатирования не более ± 0,2 °С.	9.3, 9.4
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709 с удельной электрической проводимостью не более 5×10^{-4} См/м.	9.3, 9.4
Натрий сернистокислый по ГОСТ 195, ч.д.а.	9.3
Серебро азотнокислое* по ГОСТ 1277, ч.д.а.	9.3
Стакан по ГОСТ 1770. Вместимость до 250 $см^3$.	9.3.2
Колба мерная на 250 $см^3$ по ГОСТ 1770. Погрешность не более ± 0,1 $см^3$.	9.3
Мешалка магнитная ММ-5 по ТУ 25-11-834-80.	9.3, 9.4

4.1 Допускается использование других средств поверки с метрологическими характеристиками, не уступающими указанным в таблице 2, а вместо азотнокислого серебра использовать кобальт хлористый по ГОСТ 4525

4.2 Средства измерений, используемые для поверки, должны быть исправны, иметь эксплуатационную документацию (ЭД) и свидетельства о поверке по ПР 50.2.006 [1], а оборудование – аттестаты по ГОСТ Р 8.568.

5 Требования к квалификации поверителей

К проведению поверки анализаторов допускаются лица, аттестованные в качестве поверителей в области измерения физико-химического состава и свойств веществ, имеющие высшее или среднетехническое образование, опыт работы в химических лабораториях

не менее 1 года, владеющие техникой потенциометрических и амперометрических измерений и изучившие настоящие рекомендации.

6 Требования безопасности

6.1 При проведении поверки соблюдают требования техники безопасности: при работе с химическими реактивами – по ГОСТ 12.1.007 и ГОСТ 12.4.021, при работе с электроустановками – по ГОСТ 12.1.019 и ГОСТ 12.2.007.0.

6.2 Поверители должны пройти инструктаж по мерам безопасности, которые следует соблюдать при работе с приборами, в соответствии с инструкциями, прилагаемыми к приборам. Обучение поверителей правилам безопасности труда проводят по ГОСТ 12.0.004.

7 Условия поверки

Поверка должна проводиться в следующих условиях:

- температура окружающей среды, °С .....20 ± 5;
- относительная влажность воздуха, % .....от 45 до 80;
- атмосферное давление, кПа .....от 84,0 до 106,7.

8 Подготовка к поверке анализатора

8.1 Собирают установку для поверки анализатора, схема которой приведена на рисунке А1 приложения А.

8.2 Основное и вспомогательное оборудование, указанное в разделе 4, подготавливают к работе в соответствии с требованиями нормативных документов и ЭД. Поверяемый анализатор подготавливают к работе и градуируют в соответствии с требованиями ЭД.

9 Проведение поверки

9.1 Внешний осмотр

При проведении внешнего осмотра проверяют:

- отсутствие механических повреждений, влияющих на точность показаний анализатора;

- чистоту разъемов и гнезд; целостность соединительных проводов;

- состояние лакокрасочных покрытий, правильность и четкость маркировки.

Анализаторы, имеющие дефекты, затрудняющие эксплуатацию, к дальнейшей поверке не допускают.

9.2 Опробование

Анализатор работоспособен, если после включения питания можно установить режим измерений концентраций кислорода.

Анализаторы, режим измерений концентраций кислорода которых установить не удалось, к дальнейшей поверке не допускают.

9.3 Проверка нуля анализатора

9.3.1 В мерной колбе готовят 250 $см^3$ водного раствора натрия сернистокислого с концентрацией 50 г/л при температуре 20 °С и отстаивают его не менее 1 часа. Для ускорения процесса деоксирования раствора рекомендуется добавить в колбу примерно 10 мг кобальта хлористого или серебра азотнокислого.

9.3.2 Включают термостат 3 (рисунок А.1), устанавливают температуру водяной ванны 20 °С. В стакан 1 опускают стержень 12 магнитной мешалки 11. Раствор по 9.3.1 переливают в стакан 1 и закрывают стакан крышкой 2. Опускают в раствор первичный преобразователь 5 поверяемого анализатора и термометр 4, как показано на рисунке А.1. Стакан 1 помещают в термостат 3 и дожидаются, когда показание термометра 4 совпадет с температурой термостата с допустимым отклонением не более ± 0,2 °С.

9.3.3 После установления температуры в стакане 1, равной (20 ± 0,2) С, стакан вынимают из термостата и ставят его на магнитную мешалку 11,

предварительно протерев его салфеткой. Включают магнитную мешалку и дожидаются стабильных показаний анализатора.

Анализатор признают пригодным к дальнейшему проведению поверки, если показание анализатора не превышает значения величины, указанной в ЭД.

Установившееся значение концентрации кислорода в растворе записывают в протокол поверки.

Если показание анализатора не устанавливается в течение 10 минут в пределах (0...10) мкг/дм^3, операции по 9.3.1 - 9.3.3 повторяют. При получении отрицательного результата вторично анализатор бракуют.

9.4 Определение абсолютной погрешности измерения концентрации растворенного в воде кислорода.

9.4.1 Определение абсолютной погрешности измерения концентрации растворенного в воде кислорода в начале диапазона измерения анализатора при температуре воды 20 °С.

9.4.1.1 Стакан промывают и наполняют его примерно на три четверти от объема дистиллированной водой по ГОСТ 6709. В стакан 1 опускают стержень 12 магнитной мешалки 11, закрывают стакан крышкой 2 и помещают его в термостат 3. В стакан с водой опускают первичный преобразователь 5 поверяемого анализатора, термометр 4 и барботер 7, как показано на рисунке А.1.

9.4.1.2 К барботеру 7 через редуктор подсоединяют баллон 8 с ПГС № 1. Расход газовой смеси равен 2...10 пузырьков в секунду и его устанавливают визуально. Насыщение воды газовой поверочной смесью производят не менее 30 минут, наблюдая за стабилизацией показаний концентрации кислорода по индикатору поверяемого анализатора.

9.4.1.3 По достижении устойчивых показаний поверяемого анализатора, стакан вынимают из термостата и ставят его на магнитную мешалку 11, предварительно протерев его салфеткой. Включают магнитную мешалку и дожидаются стабильных показаний анализатора.

9.4.1.4 Установившееся показание анализатора $C_и$ (в мг/дм^3), показание барометра 13 **p** (в кПа), и показание термометра 4 **t** (в °С) записывают в протокол.

9.4.1.5 Рассчитывают значение концентрации **C** растворённого в воде кислорода при давлении **p,** относительном объемном содержании кислорода **x** в поверочной газовой смеси и температуре воды **t** по формуле:

$$C = A \cdot p \cdot x / p_0 \cdot x_0,$$

где **A** – растворимость (равновесная концентрация) кислорода в воде при нормальном давлении и температуре **t**, определённая иодометрическим методом и опубликованная ЮНЕСКО (ИСО 5813) в качестве справочного материала (приложение Б);

p_0 - нормальное давление, равное 101,3 кПа;

x_0 - относительное объемное содержание кислорода в стандартной атмосфере, равное 20, 09 %.

9.4.1.6 Значение абсолютной погрешности измерения концентрации кислорода вычисляют по формуле

$$\Delta = C_и - C.$$

Если абсолютное значение Δ не превышает погрешности, заданной в ЭД, анализатор признают пригодным к применению.

Если абсолютное значение Δ превышает погрешность, заданную в ЭД, операции по 9.4.1.1 - 9.4.1.6 повторяют с новой порцией воды. . При получении отрицательного результата вторично анализатор бракуют.

9.4.2 Определение абсолютной погрешности измерения концентрации растворенного в воде кислорода в средней части диапазона измерения анализатора при температуре воды 20 °С.

9.4.2.1 К барботеру 7 через редуктор подсоединяют баллон 9 с ПГС № 2. Далее выполняют операции по 9.4.1.2 - 9.4.1.6.

9.4.3 Определение абсолютной погрешности измерения концентрации растворенного в воде кислорода в конечной части диапазона измерения анализатора при температуре воды 20 °С.

9.4.3.1 К барботеру через редуктор подсоединяют баллон 10 с ПГС № 3. Далее выполняют операции по 9.4.1.2 - 9.4.1.6.

9.4.4 Определение абсолютной погрешности измерения концентрации растворенного в воде кислорода в конечной части диапазона измерения анализатора при температуре воды 30 °С.

9.4.4.1. Устанавливают температуру термостата 30 °С, помещают стакан 1 в термостат 3 и дожидаются установления показаний анализатора. Далее выполняют операции по 9.1.1.3 - 9.1.1.6.

10 Оформление результатов поверки

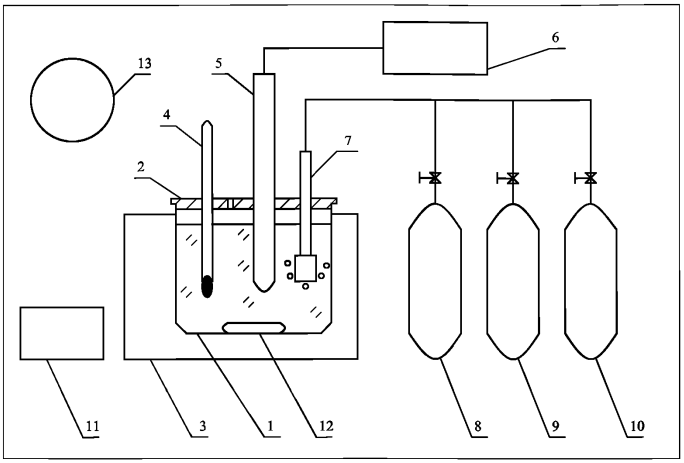
10.1 При проведении поверки ведут протокол произвольной формы.

10.2 Положительные результаты поверки оформляют выдачей свидетельства о поверке в соответствии с требованиями [1] или нанесением оттиска поверительного клейма, удостоверенного подписью поверителя в соответствии с требованиями [2].

10.3 При отрицательных результатах поверки выдают извещение о непригодности с указанием причин в соответствии с требованиями [1], клеймо гасят.

Приложение А
(обязательное)

Установка для поверки анализатора растворенного в воде кислорода



1 - стакан; 2 - крышка; 3 - термостат; 4 - термометр; 5 - первичный преобразователь поверяемого анализатора; 6 - измерительный преобразователь анализатора; 7 - барботер; 8 - баллон с ПГС № 1, содержащей 5 % кислорода; 9 - баллон с ПГС № 2, содержащей 20 % кислорода; 10 - баллон с ПГС № 3, содержащей 35 % кислорода; 11 - магнитная мешалка; 12 - стержень магнитной мешалки; 13 - барометр.

Рисунок А1. Схема подключения анализатора к установке

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/дм^3

t, °С / А	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

Приложение В

(справочное)

Библиография

[1] ПР 50.2.006-94 Государственная система обеспечения единства измерений Порядок проведения поверки средств измерений.

[2] ПР 50.2.007-94 Государственная система обеспечения единства измерений. Поверительные клейма.

УДК 543.272.1.08 ОКС 17.020 Т 88.5 ОКСТУ 0008

Ключевые слова: анализатор кислорода, растворимость кислорода в воде, натрий сернистокислый, вода дистиллированная, методика поверки

gost.e-ecolog.ru