

УТВЕРЖДАЮ

Первый заместитель генерального
директора-заместитель по научной
работе ФГУП «ВНИИФТРИ»

А.Н. Щипунов

2020 г.



ГСИ

Анализаторы растворенного кислорода АРК-51

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

АВДП.414332.005.02МП

р.п. Менделеево
2020 г.

СОДЕРЖАНИЕ

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	7
Приложение А	8
Приложение Б	9

Введение

Настоящая методика распространяется на анализаторы растворенного кислорода АРК-51 (далее по тексту – анализаторы), изготавливаемые ЗАО «НПП «Автоматика», г. Владимир, и устанавливает процедуру, методы и средства их первичной и периодической поверок.

Интервал между поверками – 12 месяцев.

1 Операции поверки

1.1 При проведении первичной и периодической поверок выполняют операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 – Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Проведение операции при	
		первичной (после ремонта)	периодической поверке
1 Внешний осмотр	6.1	да	да
2 Опробование	6.2	да	да
3 Идентификация программного обеспечения	6.3	да	да
4 Определение погрешности анализатора в «ноль растворе»	6.4	да	да
5 Определение абсолютной погрешности при измерении концентрации растворенного кислорода (КРК)	6.5	да	да
6 Определение абсолютной погрешности при измерении температуры (только для анализаторов, измеряющих температуру)	6.6	да	да

1.2 Допускается проведение поверки отдельных измерительных каналов и (или) на меньшем числе поддиапазонов измерений, которые используются при эксплуатации по соответствующим пунктам настоящей методики поверки. Соответствующая запись должна быть сделана в эксплуатационных документах и свидетельстве о поверке на основании решения эксплуатирующей организации.

1.3 При получении отрицательных результатов при проведении хотя бы одной операции, поверка прекращается и анализатор бракуется.

2 Средства поверки

2.1 При проведении поверки должны применяться средства измерений и оборудование, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Средства поверки

Номер пункта методики поверки	Наименование и тип (условное обозначение) основного или вспомогательного средства поверки; обозначение нормативного документа, регламентирующего технические требования, и (или) метрологические и основные технические характеристики средства поверки
6.4. 6.5	ГСО состава газовой смеси O_2/N_2 , Госреестр № 10597-2015. Концентрация кислорода (2,5-35,0) % об. ГСО состава газовой смеси O_2/Ar , Госреестр № 10465-2014. Концентрация кислорода (0,21±0,01) % об. ГСО состава газовой смеси O_2/Ar , Госреестр № 10466-2014. Концентрация кислорода (0,060±0,007) % об. Азот ОСЧ (99,995) или аргон.

6.4. 6.5	Термостат циркуляционный жидкостный. Диапазон регулирования температуры от 10 до 50 °С. Погрешность термостатирования не более 0,1 °С
6.4. 6.5	Барометр-анероид М67, диапазон измерения от 650 до 850 мм.рт.ст.
6.4. 6.5	Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72
6.4. 6.5	Натрий сернисто-кислый по ГОСТ 195, ч.д.а.
6.4. 6.5	Кобальт хлористый по ГОСТ 4525, ч.д.а.
6.4. 6.5	Термостатируемый стакан по ГОСТ 1770. Вместимость до 250 см ³
6.4. 6.5	Колба мерная на 250 см ³ по ГОСТ 1770, допускаемая погрешность номинальной вместимости не более $\pm 0,1$ см ³
6.4. 6.5	Термометр ртутный по ГОСТ 28498-90, диапазон измерений от 0 до 50 °С, с ценой деления шкалы 0,1 °С I класса точности.

2.2 Допускается применение других средств поверки, допущенных к применению в РФ, обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемых анализаторов с требуемой точностью.

2.3 Применяемые средства поверки должны быть исправны, поверены и иметь действующие свидетельства о поверке.

3 Требования безопасности

3.1 Требования безопасности при поверке должны соответствовать требованиям, изложенным в настоящей методике поверки, руководстве по эксплуатации (РЭ) на анализаторы, а также в эксплуатационной документации на поверочное оборудование и средства измерений.

3.2 К проведению поверки допускаются лица, изучившие документацию на приборы и средства поверки, прошедшие инструктаж по технике безопасности и аттестованные в качестве поверителей.

4 Условия поверки

4.1 Поверка анализаторов должна проводиться при следующих условиях:

- температура окружающей среды, °С от +15 до +25;
- относительная влажность воздуха, % от 30 до 80;
- атмосферное давление, кПа от 84,0 до 106,7.

5 Подготовка к поверке

5.1 При подготовке к проведению поверки должны быть выполнены операции в соответствии с РЭ анализаторов.

6 Проведение поверки

6.1 Внешний осмотр

6.1.1 При проведении внешнего осмотра должно быть установлено соответствие анализаторов следующим требованиям:

- комплектность должна соответствовать требованиям эксплуатационной документации;
- целостность корпусов, датчика, соединительных проводов (кабелей), отсутствие механических повреждений, препятствующих нормальному функционированию анализатора;
- надписи и обозначения должны быть четкими и соответствовать эксплуатационной документации.

6.1.2 Результаты внешнего осмотра считать положительными, если выполняются требования п. 6.1.1. В противном случае анализаторы бракуют и к дальнейшей проверке не допускают.

6.2 Опробование

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

6.2.2 Результаты опробования считать положительными, если на дисплее не появляется сообщений об ошибках.

6.3 Идентификация соответствия программного обеспечения.

6.3.1 Определение номера версии программного обеспечения.

6.3.2 Результаты поверки считать положительными, если версия программного обеспечения для каждой модификации не ниже приведенной в таблице 3.

Таблица 3 – Идентификационные данные ПО

Идентификационное наименование ПО	Номер версии (идентификационный номер) ПО
АРК-5101	V01.01.01
АРК-5102	V01.01.01
АРК-5103	V01.01.01
	V01.01.02
АРК-5112	V01.01.01
АРК-5122	V01.01.01

6.4 Определение погрешности анализатора в «ноль растворе»

6.4.1 Собирают установку для поверки анализаторов в соответствии со схемой приложения А.

6.4.2 В мерной колбе готовят 250 см³ водного раствора натрия сернисто-кислого с концентрацией 50 г/л при температуре 20 °С и отстаивают в закрытой колбе не менее 1 часа. Для ускорения процесса деоксидирования раствора рекомендуется добавить в колбу 10 мг кобальта хлористого или серебра азотнокислого. Раствор можно использовать в течение суток с момента приготовления. Возможно применение ПГС – особо чистого азота или аргона с расходом 0,5 л/мин.

6.4.3 Приготовленный раствор заливают в термостатируемый стакан 1 (приложение А) и закрывают его крышкой 2, в которую вставлены датчик поверяемого анализатора и эталонный термометр.

6.4.4 Включают термостат 3 и устанавливают температуру раствора 20 ± 0,1 °С. При достижении температуры 20 °С раствор выдерживают в течение 30 минут.

6.4.5 Определяют основную абсолютную погрешность при измерении концентрации

растворенного кислорода в анализируемой жидкости по формуле (1):

$$\Delta \text{КРК} = \text{КРК}_{\text{изм}} - \text{КРК}_{\text{эт}}, \quad (1)$$

где $\text{КРК}_{\text{изм}}$ – измеренное поверяемым анализатором значение КРК, мкг/дм^3 ;

$\text{КРК}_{\text{эт}} = 0 \text{ мкг/дм}^3$.

6.4.6 Результаты поверки считать положительными, если значения абсолютной погрешности анализатора при измерении концентрации растворенного кислорода находятся в пределах, приведенных в таблице 4.

Таблица 4

Диапазон измерения концентрации растворенного кислорода, мкг/дм^3	Пределы допускаемой абсолютной погрешности при измерении концентрации растворенного кислорода, мкг/дм^3
от 0 до 2000	$\pm(2,5 + 0,035 \cdot A)$
от 0 до 20000	$\pm(25 + 0,035 \cdot A)$

где A – действительное значение измеряемой концентрации растворённого кислорода, мкг/дм^3

6.5 Определение основной абсолютной погрешности анализатора при измерении концентрации растворенного кислорода

6.5.1 Датчик поверяемого анализатора достают из «ноль раствора», тщательно промывают его чувствительную часть сначала водопроводной, а затем дистиллированной водой и с помощью фильтровальной бумаги или марлевого тампона удаляют оставшиеся капли воды.

6.5.2 стакан промывают и наполняют его 150 мл дистиллированной воды по ГОСТ 6709-72. В стакан 1 опускают рассеиватель воздуха, барботер 7, закрывают стакан крышкой 2 и помещают его в термостат 3. В стакан с водой опускают датчик 5 поверяемого анализатора и термометр 4, как показано на рисунке приложения А. К барботеру 7 через вентиль точной регулировки 13 подсоединяют линию с баллонами ПГС 8,9,10 и воздушный микрокомпрессор 11. Расход газовой смеси устанавливают при помощи манометра 12 (при давлении $0,05 \text{ кг/см}^2$ обеспечивается $(0,5-1,0) \text{ л/мин}$). Насыщение воды газовой поверочной смесью производят не менее 30 минут, наблюдая за стабилизацией показаний концентрации кислорода по индикатору поверяемого анализатора.

6.5.3 Определяют основную абсолютную погрешность при измерении концентрации растворенного кислорода по формуле (1), где $\text{КРК}_{\text{эт}}$ – расчетное значение концентрации растворённого в воде кислорода при давлении P атм., относительном объемном содержании кислорода A в поверочной газовой смеси и температуре воды t по формуле (2):

$$\text{КРК}_{\text{эт}} = \frac{\text{КРК}_T \cdot P_{\text{атм}} \cdot A}{(P_0 \cdot K_0)}, \quad (2)$$

где КРК_T – растворимость (равновесная концентрация) кислорода в воде при нормальном давлении и температуре t , мг/дм^3 (приложение Б);

P_0 – нормальное давление, равное 101,3 кПа (760 мм.рт.ст.);

K_0 – относительное объемное содержание кислорода в стандартной атмосфере, равное 20, 946 %;

A – объемная доля кислорода в ПГС, %.

6.5.4 Результаты поверки считать положительными, если значения абсолютной погрешности измерений концентрации растворенного кислорода находятся в пределах, указанных в таблице 4.

6.6 Определение абсолютной погрешности измерений температуры

6.6.1 Абсолютную погрешность при измерении температуры анализируемой жидкости определяют на отметках (10, 20, 30, 40 и 50) °С путём сравнения показаний датчика температуры поверяемого анализатора с показаниями эталонного термометра.

Погрешность определяется только для анализаторов, измеряющих температуру.

6.6.2 В соответствии со схемой Приложения А собирают установку и проводят следующие операции.

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

6.6.4 После выдержки в воде в течение не менее 5 минут снимаются показания термометра анализатора и эталонного термометра.

6.6.5 Абсолютную погрешность измерения температуры Δt рассчитывают по формуле (3):

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

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

$t_{\text{эт}}$ – температура воды, измеренная эталонным термометром, °С.

6.6.6 Результаты поверки считать положительными, если значения абсолютной погрешности измерений температуры не превышают значений $\pm 0,6$ °С (кроме моделей АРК-5103 и АРК-5122).

7 Оформление результатов поверки

7.1 При положительных результатах поверки оформляется свидетельство о поверке установленного образца. Знак поверки в виде наклейки наносится на свидетельство о поверке.

7.2 При отрицательных результатах поверки анализатор к применению не допускается и на него выдается извещение о непригодности к применению с указанием причин забракования.

7.3 Протокол записи результатов измерений при поверке допускается вести в произвольной форме.

Начальник НИО-6
ФГУП «ВНИИФТРИ»



В.И. Добровольский

Заместитель начальника лаборатории 680
ФГУП «ВНИИФТРИ»

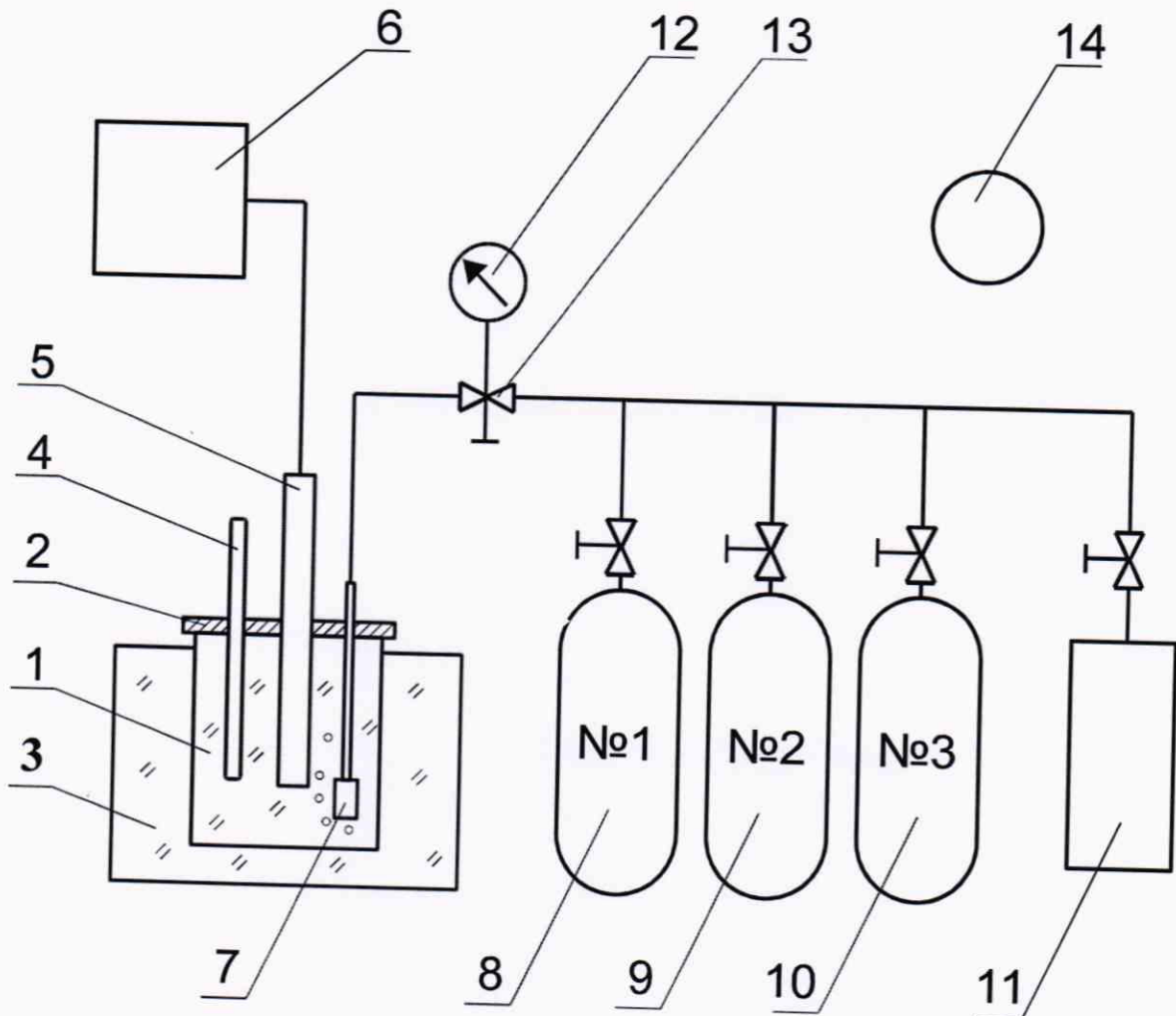


А.А. Стахеев

Приложение А

(обязательное)

Установка для поверки анализатора растворенного в воде кислорода



1 - стакан; 2 - крышка; 3 - термостат; 4 - термометр; 5 – датчик поверяемого анализатора; 6 - измерительный преобразователь анализатора; 7 -барботёр;

8-10 - баллоны ГСО-ПГС; 11 - компрессор; 12 - манометр; 13 - вентиль точной регулировки; 14 - барометр.

Приложение Б

(справочное)

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

°C	мг/л	°C	мг/л	°C	мг/л	°C	мг/л	°C	мг/л	°C	мг/л
0	14,62	8,5	11,73	17,0	9,74	25,5	8,30	34,0	7,20	42,5	6,35
0,5	14,43	9,0	11,59	17,5	9,64	26,0	8,22	34,5	7,15	43,0	6,30
1,0	14,234	9,5	11,56	18,0	9,54	26,5	8,15	35,0	7,10	43,5	6,25
1,5	14,03	10,0	11,33	18,5	9,44	27,0	8,08	35,5	7,05	44,0	6,20
2,0	13,84	10,5	11,21	19,0	9,35	27,5	8,00	36,0	7,00	44,5	6,15
2,5	13,65	11,0	11,08	19,5	9,26	28,0	7,92	36,5	6,95	45,0	6,10
3,0	13,48	11,5	10,96	20,0	9,17	28,5	7,85	37,0	6,90	45,5	6,05
3,5	13,31	12,0	10,83	20,5	9,08	29,0	7,77	37,5	6,85	46,0	6,00
4,0	13,13	12,5	10,72	21,0	8,99	29,5	7,70	38,0	6,80	46,5	5,95
4,5	12,97	13,0	10,60	21,5	8,91	30,0	7,63	38,5	6,75	47,0	5,90
5,0	12,80	13,5	10,49	22,0	8,83	30,5	7,57	39,0	6,70	47,5	5,85
5,5	12,64	14,0	10,37	22,5	8,76	31,0	7,50	39,5	6,65	48,0	5,80
6,0	12,48	14,5	10,26	23,0	8,68	31,5	7,45	40,0	6,60	48,5	5,75
6,5	12,33	15,0	10,15	23,5	8,61	32,0	7,40	40,5	6,55	49,0	5,70
7,0	12,17	15,5	10,05	24,0	8,53	32,5	7,35	41,0	6,50	49,5	5,65
7,5	12,02	16,0	9,95	24,5	8,46	33,0	7,30	41,5	6,45	50,0	5,60
8,0	11,87	16,5	9,84	25,0	8,38	33,5	7,25	42,0	6,40	-	-