

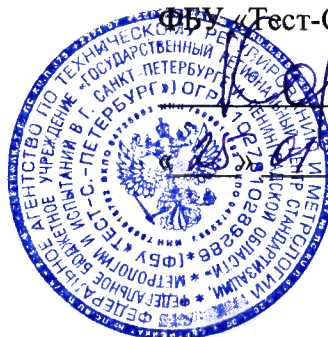
УТВЕРЖДАЮ

Заместитель генерального директора

ФБУ «Тест-С.-Петербург»

Т.М. Козлякова

2018 г.



АНАЛИЗАТОРЫ РАСТВОРЕННОГО КИСЛОРОДА

«ОКСИКОН – 02»

Методика поверки

436-146-2018 МП

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы растворенного кислорода «Оксикон-02» модификаций «ОКСИКОН-02П» и «ОКСИКОН-02С» (в дальнейшем – анализаторы), предназначенные для измерения массовой концентрации растворенного кислорода в воде при контроле качества воды на тепловых и атомных электростанциях, в системах водоподготовки нефтяной, газовой, химической промышленности, металлургии и других отраслях хозяйства, а также при контроле природных и сбросных вод, и устанавливает методы их первичной поверки при выпуске из производства, после ремонта и периодической поверки в процессе эксплуатации.

Интервал между поверками – 1 год.

1. ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

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

Таблица 1

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Проведение операции при	
		первичной поверке	периодической поверке
1. Внешний осмотр	7.1	Да	Да
2. Опробование	7.2	Да	Да
3. Проверка идентификационных данных ПО	7.3	Да	Да
4. Определение метрологических характеристик	7.4	Да	Да
4.1 Определение основной относительной погрешности измерения массовой концентрации растворенного кислорода в воде	7.4.1	Да	Да
4.2 Определение абсолютной погрешности измерения температуры анализируемой среды	7.4.2	Да	Да

1.2 При получении отрицательного результата при проведении какой-либо из операций поверка прекращается.

2. СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

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

Таблица 2

Номер пункта	Наименование и тип основного или вспомогательного средства поверки; обозначение нормативного документа, регламентирующего технические требования, и (или) метрологические и основные характеристики средства поверки
7.4	Прибор комбинированный Testo 622: от минус 10 до 60°C ПГ ±0,4 °C, от 10 до 98 % ПГ ±3 %, от 30 до 120 кПа, ПГ ±0,5 кПа (рег. №53505-13)
	Термометр лабораторный ТЛ-4: от 0 до 55 °C, ЦД ±0,1 °C (рег. №303-91)
	ГСО-ПГС, выпускаемые в баллонах под давлением по ТУ 6-12-2956-92 с изменениями 1 – 9 (см. приложение Г) (рег. №10532-2014)
	Криотермостат жидкостный FT-311-25: от 5 до 95 °C, погрешность поддержания температуры ±0,2 °C
	Стакан ГОСТ 1770: 250 см ³
	Вода дистиллированная ГОСТ 6709

2.2 Перечисленное оборудование могут быть заменены другими, обеспечивающими требуемую точность измерений.

3. ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЕЙ

3.1 Поверку анализаторов имеет право осуществить лицо, имеющее высшее образование, практический опыт работы с приборами данного класса и аттестованное в качестве поверителя.

3.2 Перед началом поверки поверитель должен ознакомиться с Руководство по эксплуатации анализаторов.

4. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

4.1 При проведении поверки должны соблюдаться требования безопасности, изложенные:

- в требованиях техники безопасности для защиты персонала от поражения электрическим током согласно ГОСТ 12.2.007.0-75;
- в Руководстве по эксплуатации анализаторов;
- в эксплуатационных документах средств измерений, используемых при поверке.

4.2 При обслуживании анализаторов должны соблюдаться «Правила эксплуатации электроустановок», «Правила технической эксплуатации электроустановок потребителей», «Правила техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителей», утвержденные Госэнергонадзором России.

4.3 При работе с баллонами под давлением, необходимо соблюдать требования техники безопасности согласно «Правилам устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением», утвержденным Госгортехнадзором России.

5. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

При проведении поверки должны соблюдаться следующие условия:

- | | |
|-----------------------------------|-----------------------|
| – температура окружающего воздуха | (20 ± 5) °С; |
| – относительная влажность воздуха | до 80 %; |
| – атмосферное давление | от 84,0 до 106,7 кПа; |
| – температура анализируемой среды | (20 ± 5) °С; |
| – расход анализируемой среды | от 6 до 10 л/ч. |

6. ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

Перед проведением поверки следует выполнить следующие подготовительные работы:

- а) подготовить анализаторы к работе в соответствии с п.2.2 и п.2.3 Руководства по эксплуатации;
- б) подготовить к работе средства поверки в соответствии с требованиями эксплуатационной документации на них;
- в) выдержать анализаторы в помещении, в котором проводится поверка, в течение не менее 6 ч;
- г) выдержать баллоны с кислородом в помещении, в котором проводится поверка, не менее 24 часов;
- д) проверить наличие свидетельств о поверке и паспортов на средства измерения.

7. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

7.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре проверить:

а) отсутствие механических повреждений корпусов блоков, влияющих на их работу анализатора;

б) соответствие комплектности анализатора технической документации;

в) правильность маркировки;

г) отсутствие утечки жидкости из внутренних полостей датчика.

Результат внешнего осмотра считается положительным, если выполнены все перечисленные выше требования.

7.2 Опробование

7.2.1 Приготовить контрольный раствор для проверки «нулевого» показания анализатора приготовить следующим образом: растворить в 500 мл дистиллированной воды 0,5 г едкого натра и 0,5 г гидрохинона.

Примечание: Раствор можно хранить в сосуде с притертой пробкой в течении не более 1 суток.

7.2.2 Выполнить калибровку и проверку нуля анализатора в соответствии п.2.3 и 2.4 РЭ. Показание прибора не должно превышать значений 3 мкг/дм^3 растворенного кислорода.

7.2.3 Результат считать положительным, если после калибровки и проверки «нулевого» значения показание прибора не превышает 3 мкг/дм^3 растворенного кислорода.

7.3 Проверка идентификационных данных ПО

7.3.1 После включения анализатора на индикаторе в течении 3 секунд должен отразиться идентификационный номер ПО (номер версии).

7.3.2 Результат проверки считать положительным, если номер версии ПО портативных анализаторов – «9.х», а номер версии ПО стационарных анализаторов – «6.х».

7.4 Определение метрологических характеристик

7.4.1 Определение основной относительной погрешности измерения массовой концентрации растворенного кислорода в воде и автоматического переключения диапазонов

7.4.1.1 Собрать схему установки для проведения поверки в соответствии с рисунком А1 Приложения А.

7.4.1.2 Определить действительные массовые концентрации растворенного кислорода в приготовленных стандартных образцах при продувке ГСО-ПГС №№1, 2 и 3 по формуле:

$$C = \frac{Pa}{Pn} \cdot \frac{Cb}{100} \cdot G, \text{ мкг/дм}^3 \quad (1)$$

где: P_a - атмосферное давление на момент испытаний, мм. рт. ст;

P_n - нормальное значение атмосферного давления 760 мм.рт.ст.;

C_b - объемная концентрация кислорода в баллоне, % (об.);

G - значение растворимости кислорода в воде при данной температуре (см. Приложение В), мкг/дм^3 – для диапазона 1, мг/дм^3 – для диапазона 2.

7.4.1.3 Подать на вход датчика газовые смеси (ПГС) в последовательности №№ 1 – 2 – 3 (приложение Г) с расходом 2 – 10 пузырьков в секунду. Насыщение воды газовой смесью проводить не менее 30 минут.

7.4.1.4 Записать показания анализатора.

7.4.1.5 Вычислить основную относительную погрешность каждого измерения по формуле (2).

$$\delta = \frac{X - C}{X} \times 100, \% \quad (2)$$

где: X – измеренное значение концентрации кислорода в мкг/дм^3 – для диапазона 1, в мг/дм^3 – для диапазона 2.

7.4.1.6 Результат поверки считать положительным, если основная относительная погрешность измерения концентрации растворенного кислорода находится в пределах

$$\pm \left[5 + 0,3 \cdot \left(\frac{D}{X} - 1 \right) \right], \% \quad (3)$$

где: D – верхнее значение поддиапазона измерения кислородомера в мкг/дм³ – для поддиапазона 1, в мг/дм³ – для поддиапазона 2
X – измеренное значение концентрации кислорода в мкг/дм³ – для поддиапазона 1, в мг/дм³ – для поддиапазона 2.

Примечание: При проведении поверки допускается продувать ПГС непосредственно через датчик с расходом от 1 до 2 дм³ в минуту, подсоединяя баллон с помощью шланга к выходному штуцеру датчика

Вместо ГСО-ПГС №3 допускается использовать атмосферный воздух, считая объемную концентрацию кислорода в нем равной 20,94% (об.).

7.4.2 Определение абсолютной погрешности измерения температуры анализируемой среды

7.4.2.1 Собрать установку в соответствии с приложением Б.

7.4.2.2 Измерить температуру анализируемой среды в термостате при нормальных условиях при помощи термометра анализатора и лабораторного термометра.

7.4.2.3 Включить термостат, установить температуру 10° С.

7.4.2.4 Измерить температуру анализируемой среды в термостате при помощи термометра анализатора и лабораторного термометра.

7.4.2.5 Повторить п.7.4.2.4 при температуре анализируемой среды 50° С.

7.4.2.6 Вычислить абсолютную погрешность измерения температуры анализируемой среды по формуле

$$\Delta_t = t_{анал} - t_{терм} \quad (4)$$

где $t_{анал}$ - температура, измеренная анализатором, °С,

$t_{терм}$ - температура, измеренная лабораторным термометром, °С.

7.4.2.7 Результат поверки считать положительным, если абсолютная погрешность измерения температуры анализируемой среды находится в пределах $\pm 1^\circ\text{C}$.

8. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

8.1 В процессе проведения поверки оформляется протокол (приложение Д).

8.2 Положительные результаты первичной поверки при выпуске из производства оформляются нанесением поверительного клейма в разделе «Свидетельство о приемке» Паспорта.

8.3 Положительные результаты первичной поверки после ремонта и положительные результаты периодической поверки оформляются свидетельством о поверке установленной формы и нанесением знака поверки в виде наклейки. Знак поверки наклеивается на боковую сторону измерительного преобразователя стационарного анализатора или заднюю сторону измерительного преобразователя переносного анализатора.

8.4 Отрицательные результаты поверки оформляют извещением о непригодности.

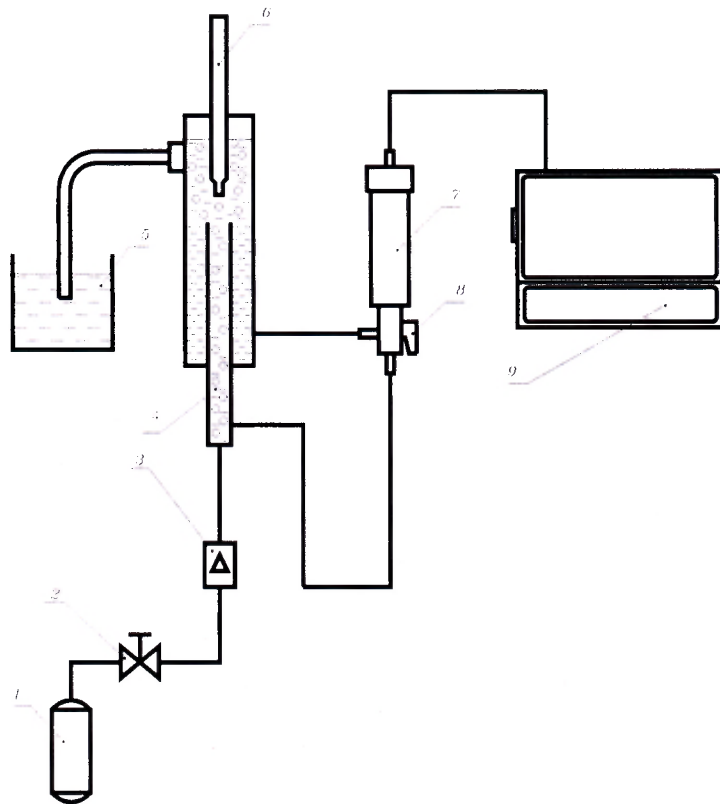
Главный специалист отдела 436



Н.В. Захаров

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(обязательное)

Схема установки для поверки анализаторов.

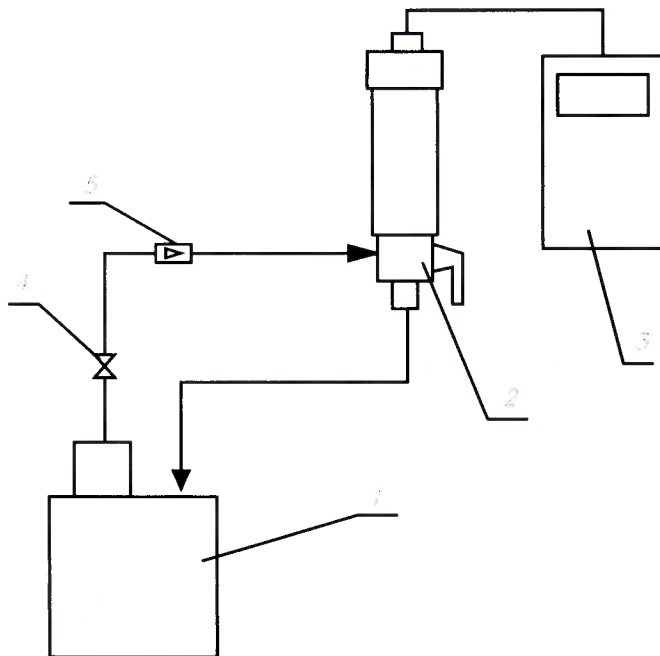


- | | |
|----------------------|----------------------------------------------|
| 1. Баллон с ГСО-ПГС. | 6. Запорный кран первичного преобразователя. |
| 2. Вентиль. | 7. Первичный преобразователь. |
| 3. Газовый ротаметр. | 8. Термометр. |
| 4. Сосуд-барботер. | 9. Измерительный преобразователь |
| 5. Гидрозатвор | |

Рисунок А1 - Схема установки для поверки анализаторов

ПРИЛОЖЕНИЕ Б
(обязательное)

Схема установки для испытаний при определении абсолютной погрешности измерения температуры анализируемой среды



1. Термостат
2. Первичный преобразователь.
3. Измерительный преобразователь.
4. Регулирующий вентиль.
5. Ротаметр.

Рисунок Б1 - Схема установки для испытаний при определении дополнительной погрешности при изменении температуры анализируемой среды

ПРИЛОЖЕНИЕ В
(обязательное)

Растворимость кислорода в воде (мг/дм³) при атмосферном давлении 760 мм.рт.ст. по ГСО-ПГС

Таблица В1

Температура воды, °С	0,0	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	0,6	0,7	0,8	0,9
9,0	55.57	55.44	55.31	55.18	55.05	54.92	54.79	54.67	54.54	54.41
10,0	54.29	54.15	54.02	53.88	53.75	53.62	53.49	53.36	53.24	53.11
11,0	52.99	52.87	52.74	52.62	52.50	52.39	52.27	52.15	52.04	52.92
12,0	51.81	51.69	51.58	51.47	51.36	51.25	51.14	51.03	50.93	50.82
13,0	50.72	50.61	50.51	50.40	50.30	50.20	50.09	49.99	49.89	49.79
14,0	49.69	49.59	49.49	49.39	49.29	49.20	49.10	49.90	48.91	48.81
15,0	48.71	48.62	48.52	48.43	48.34	48.24	48.15	48.05	47.96	47.87
16,0	47.78	47.68	47.59	47.50	47.31	47.32	47.23	47.14	47.05	46.96
17,0	46.87	46.78	46.69	46.60	46.51	46.43	46.34	46.25	46.16	46.07
18,0	45.99	45.90	45.81	45.73	45.64	45.55	45.47	45.38	45.30	45.21
19,0	45.13	45.04	44.96	44.87	44.79	44.70	44.62	44.54	44.45	44.37
20,0	44.29	44.20	44.12	44.04	43.96	43.87	43.79	43.71	43.63	43.55
21,0	43.47	43.39	43.31	43.23	43.15	43.07	42.99	42.91	42.83	42.75
22,0	42.67	42.59	42.51	42.44	42.36	42.28	42.20	42.13	42.05	41.97
23,0	41.90	41.82	41.74	41.67	41.59	41.52	41.44	41.37	41.30	41.22
24,0	41.15	41.08	41.00	40.93	40.86	40.79	40.71	40.64	40.57	40.50
25,0	40.43	40.36	40.29	40.22	40.15	40.08	40.01	39.94	39.87	39.81
26,0	39.74	39.67	39.60	39.54	39.47	39.40	39.34	39.27	39.21	39.14
27,0	39.08	39.01	38.95	38.89	38.82	38.76	38.70	38.63	38.57	38.51
28,0	38.45	38.39	38.33	38.27	38.21	38.15	38.09	38.03	37.99	37.91
29,0	37.85	37.79	37.74	37.68	37.62	37.56	37.51	37.45	37.40	37.34
30,0	37.29	37.23	37.18	37.12	37.07	37.01	36.96	36.91	36.86	36.80
31,0	36.75	36.70	36.65	36.60	36.55	36.49	36.44	36.39	36.34	36.29
32,0	36.25	36.20	36.15	36.10	36.05	36.00	35.96	35.91	35.86	36.81
33,0	35.77	35.72	35.68	35.63	35.58	35.54	35.49	35.45	35.40	35.36
34,0	35.32	35.27	35.23	35.19	35.14	35.10	35.06	35.01	34.97	34.93
35,0	34.89	34.85	34.80	34.76	34.72	34.68	34.64	34.60	34.56	34.52
36,0	34.48	34.44	34.40	34.36	34.32	34.28	34.24	34.20	34.17	34.13
37,0	34.09	34.05	34.01	33.98	33.94	33.90	33.86	33.83	33.79	33.75
38,0	33.71	33.68	33.64	33.60	33.57	33.53	33.50	33.46	33.42	33.39
39,0	33.35	33.32	33.28	33.25	33.21	33.18	33.14	33.11	33.07	33.04
40,0	33.00	32.97	32.93	32.90	32.86	32.83	32.79	32.76	32.73	32.69
41,0	32.66	32.62	32.59	32.56	32.52	32.49	32.46	32.42	32.39	32.35
42,0	32.32	32.29	32.25	32.22	32.19	32.16	32.12	32.09	32.06	32.02
43,0	31.99	31.96	31.93	31.89	31.86	31.83	31.79	31.76	31.73	31.70
44,0	31.67	31.63	31.60	31.57	31.54	31.50	31.47	31.44	31.41	31.38
45,0	31.35	31.31	31.28	31.25	31.22	31.19	31.16	31.13	31.09	31.06
46,0	31.03	31.00	30.97	30.94	30.91	30.88	30.85	30.82	30.79	30.76
47,0	30.73	30.69	30.66	30.63	30.60	30.57	30.55	30.52	30.49	30.46
48,0	30.43	30.40	30.37	30.34	30.31	30.28	30.25	30.23	30.20	30.17
49,0	30.14	30.11	30.08	30.06	30.03	30.00	29.97	29.95	29.92	29.89
50,0	29.87	29.84	29.81	29.79	29.76	29.73	29.71	29.68	29.66	29.63
51,0	29.61	29.58	29.56	29.53	29.51	29.48	29.46	29.44	29.41	29.39

ПРИЛОЖЕНИЕ Г
(обязательное)

Поверочные газовые смеси, используемые при поверке

Таблица Г1

Номер ГСО-ПГС	Компонентный состав ГСО-ПГС	Содержание измеряемого компонента, % (об)	Пределы допускаемой погрешности, %	Регистрационный номер ГСО-ПГС
№1	Кислород в азоте	от 0,8 до 1,0	$\pm 0,03$	ГСО 10532-2014
№2	Кислород в азоте	от 6,0 до 9,5	$\pm 0,03$	ГСО 10532-2014
№3	Кислород в азоте	от 15,0 до 24,0	$\pm 0,2$	ГСО 10532-2014

ПРИЛОЖЕНИЕ Д
(рекомендуемое)

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ

Наименование прибора _____ модель _____
 Производитель _____ зав. № _____
 Дата выпуска _____
 Дата поверки _____

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

РЕЗУЛЬТАТЫ ПОВЕРКИ

1 Результаты внешнего осмотра

2 Результаты опробования

3 Результаты идентификации ПО

4 Результаты определения метрологических характеристик

4.1 Определение основной относительной погрешности измерения массовой концентрации растворенного кислорода в воде

Содержание измеряемого компонента (кислорода)		Температура анализируемой среды, °С	Атмосферное давление, кПа	Действительное значение концентрации растворенного кислорода, мг/дм ³ или мкг/дм ³	Показания прибора, мг/дм ³ или мкг/дм ³	Основная относительная погрешность, %	Предел допускаемой основной относительной погрешности, %
№№ ПГС	% об.						

4.2 Определение абсолютной погрешности измерения температуры анализируемой среды

Показание анализатора температуры анализируемой среды _____

Абсолютная погрешность измерения температуры анализируемой среды _____

Заключение _____

Поверитель _____

подпись

инициалы, фамилия

« _____ » _____ 20__ г