

**ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ
"ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ
МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ СЛУЖБЫ"
(ФГБУ "ВНИИМС")**

СОГЛАСОВАНО

**Заместитель директора
по производственной метрологии
ФГБУ "ВНИИМС"**

_____ **А.Е. Коломин**

" ____ " _____ **2022 г.**

Государственная система обеспечения единства измерений

Анализаторы растворенного в воде кислорода

Методика поверки

МП 205-____-2022

г. Москва
2022 г.

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы растворенного в воде кислорода (далее - анализаторы), изготовленные фирмой Hamilton Bonaduz AG, Швейцария и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок при выпуске, после ремонта и в процессе эксплуатации.

Методика обеспечивает прослеживаемость СИ к Государственному первичному эталону ГПЭ единицы массовой концентрации кислорода и водорода в жидких средах ГЭТ 212-2014 в соответствии с Государственной поверочной схемой (ГПС) для средств измерений ГОСТ 8.652-2016 «Государственная система обеспечения единства измерений. Государственная поверочная схема для средств измерений массовой концентрации растворенных в воде газов (кислорода, водорода)», утвержденному Приказом Росстандарта от № 130 от 29.01.2015 и к Государственному первичному эталону единиц молярной доли, массовой доли и массовой концентрации компонентов в газовых и газоконденсатных средах ГЭТ 154-2019 в соответствии с Государственной поверочной схемой (ГПС) для средств измерений содержания компонентов в газовых и газоконденсатных средах, утвержденной Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 31 декабря 2020 г. № 2315 методом прямых измерений поверяемым СИ величины, воспроизводимой с помощью эталонных растворов кислорода, прослеживаемых к первичному эталону.

Интервал между поверками –1 год.

1 ПЕРЕЧЕНЬ ОПЕРАЦИЙ ПОВЕРКИ

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

Таблица 1 – Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта методики	Обязательность проведения операции	
		Первичная поверка при выпуске из производства и после ремонта	Периодическая поверка при эксплуатации
1 Внешний осмотр	5.1	Да	Да
2 Опробование	5.2		
- проверка общего функционирования	5.2.1	Да	Да
- подтверждение соответствия программного обеспечения	5.2.2	Да	Да
3 Определение метрологических характеристик	5.3.		
- определение основной приведенной к диапазону и относительной погрешности измерений	5.3.1	да	да

1.2 Если при проведении той или иной операции поверки получают отрицательный результат, дальнейшую проверку прекращают.

1.3 Предусмотрена возможность проведения периодической поверки по меньшему числу поддиапазонов измерений на основании письменного заявления владельца СИ в соответствии с пунктом 18 Приказа Министерства промышленности и торговли РФ от 31.07.2020 г. № 2510 «Об утверждении порядка проведения поверки средств измерений, требований к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке»

1.4 На поверку анализаторы предоставляются в комплектации, обеспечивающей возможность управления датчиками и отображения результатов измерений: датчики в комплекте с соединительными коммуникациями, необходимыми адаптерами/конверторами для подключения к ПК или беспроводным каналам связи. В последнем случае на поверку должно быть предоставлено мобильное устройство с установленным ПО, применяемым для управления датчиками и получения результатов измерений. Также в комплект, предоставляемый на поверку, должны входить эксплуатационные документы. При невыполнении указанных требований к комплектации поверитель вправе отказать в проведении поверки.

2 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2.1 При проведении поверки соблюдают следующие требования безопасности:

2.1.1 Правила безопасности, при работе с анализаторами и средствами поверки в соответствии с соответствующими разделами РЭ или инструкциями по применению (включая требования к заземлению).

2.1.2 Правила безопасности, действующие на месте поверки (на территории промышленного объекта (при поверке на месте эксплуатации) или в лаборатории).

2.1.3 Помещение, в котором проводят поверку, должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией.

2.1.4 Концентрации вредных веществ в воздухе рабочей зоны должны соответствовать требованиям ГОСТ 12.1.005-88.

2.1.5 Должны быть соблюдены правила техники безопасности при эксплуатации электроустановок, ГОСТ Р 12.1.019-2009; правила пожарной безопасности, ГОСТ 12.1.004-91; «Правила промышленной безопасности при использовании оборудования, работающего под избыточным давлением», утвержденные приказом Федеральной службы по экологическому, технологическому и атомному надзору от 15.02.2020 г.

2.2 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

К проведению операций поверки допускаются поверители – сотрудники юридического лица и индивидуальные предприниматели, аккредитованные в соответствии с Федеральным Законом РФ № 412-ФЗ на проведение поверки средств измерений

Поверитель должен изучить настоящую методику поверки, ознакомиться с эксплуатационной документацией (далее – ЭД) наверяемое средство измерений.

Допускается выполнение при поверке технических операций персоналом, обслуживающим средство измерений или сервис-инженером под контролем поверителя.

3 МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ И ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ К СРЕДСТВАМ ПОВЕРКИ

3.1 При проведении поверки применяют следующие средства, указанные в таблице 2.

Таблица 2 - Средства поверки

Номер пункта поверки	Наименование средств поверки, номер документа, регламентирующего требования к средствам поверки, метрологические и технические характеристики ¹⁾
4, 5.2.1 - 5.3	Прибор комбинированный Testo 622, (рег. № 53505-13) Барометр-анероид БАММ-1, (рег. № 5738-76)
5.3	Стандартные образцы состава газовых смесей O ₂ /N ₂ ГСО 10531-2014
	Термометр лабораторный электронный ЛТ-300 (рег. № 61806-15) диапазон измерений от минус 50 до плюс 199,99 °С, абс. погрешность ±0,05 °С
	Весы электронные с наибольшим пределом взвешивания 220 г, не ниже среднего класса точности по ГОСТ OIML R 76-1-2011
	Колба мерная 2-250-2 по ГОСТ 1770-74
	Стаканы стеклянные для растворов ²⁾ В-1 или В-2 ТХС вместимостью 250 см ³ ГОСТ 25336-82
	Водяной термостат с диапазоном регулирования температуры от 10 до 50 °С, допускаемое отклонение температуры контролируемой среды в пределах ± 0,2 °С
	Мешалка магнитная, скорость вращения от 400 до 1200 об./мин
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72 ²⁾ Натрий сернистокислый по ГОСТ 195-77 ²⁾ Кобальт хлористый по ГОСТ 4525-77 ²⁾	

Примечания:

¹⁾ Метрологические характеристики применяемых СИ приведены в их описаниях типа.

²⁾ Может применяться аналогичная посуда, изготовленная из химически стойких материалов и

вмещающая необходимое количество эталонного раствора для погружения чувствительной части датчика, чистые вещества иностранного производства, а также очищенная вода с проводимостью не выше $5 \cdot 10^{-4}$ См/м.

3.2 Допускается применение аналогичных средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемых СИ с требуемой точностью (в т.ч. ГСО состава газовых смесей других типов не ниже 1 разряда, термометры лабораторные, обеспечивающие измерения температуры в диапазоне от 0 °С до плюс 50 °С и абсолютной погрешностью $\pm 0,1$ °С).

3.3 Все средства измерений, применяемые при поверке должны иметь действующие свидетельства о поверке, стандартные образцы - действующие паспорта.

4 ТРЕБОВАНИЯ К УСЛОВИЯМ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ И ПОДГОТОВКА К НЕЙ

4.1 При проведении поверки соблюдают следующие условия:

- | | |
|---------------------------------------|----------------|
| - температура окружающего воздуха, °С | 20±5 |
| - относительная влажность, % | от 30 до 80 |
| - атмосферное давление, кПа | от 84 до 106,7 |

4.2 Перед проведением поверки выполняют следующие работы.

4.2.1 Анализатор подготавливают к работе в соответствии с руководством по его эксплуатации, при необходимости устанавливают на ПК ПО с сайта изготовителя (настройку, калибровку и регламентные работы должны быть выполнены до начала поверки).

4.2.2 Устанавливают и подготавливают к работе средства поверки в соответствии с их технической документацией.

4.2.3 Приготавливают раствор натрия сернокислого с массовой концентрацией 50 г/дм³ («нулевой» раствор). Навеску (12,5±1) г натрия сернокислого переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, добавляют дистиллированную воду до растворения, доводят раствор до метки и тщательно перемешивают. Отстаивают раствор не менее 1 часа при комнатной температуре. Для ускорения процесса деоксирования рекомендуется добавить к навеске натрия сернокислого примерно 10 мг кобальта хлористого. Раствор хранят в герметично закрытой емкости из стекла или полиэтилена не более 24 часов.

4.2.4 Собирают установку по схеме в приложении 1.

4.2.5 Устанавливают температуру термостата, выдерживают его до достижения установленной температуры, контролируя с помощью термометра.

5 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

5.1 Внешний осмотр

5.1.1 При внешнем осмотре проверяют и устанавливают:

- отсутствие механических повреждений;
- соответствие комплектности и маркировки анализатора технической документации;
- надежность крепления соединительных элементов;
- серийные номера.

5.1.2 . Анализаторы считают выдержавшими внешний осмотр, если они соответствуют требованиям, перечисленным в п. 5.1.1.

5.2 Опробование

5.2.1 При опробовании включают анализатор в соответствии с инструкцией по эксплуатации, проверяют отсутствие сообщений об ошибках и отказах при прохождении процедуры диагностики состояния прибора, проверяют отображаемую информацию (серийный номер, тип датчика). Выполняют пробное измерение в воздухе.

Результаты опробования считают положительными, если анализатор распознается устройством отображения, отображаемые тип и серийный номер анализатора соответствуют маркировке, при диагностике сообщения об отказах и неисправностях отсутствуют; при выполнении пробных измерений результат измерений наблюдается на экране устройства отображения.

5.2.2 Проверка идентификационных данных ПО.

Проверку идентификационных данных выполняют, проверяя соответствие версии ПО версии, указанной в описании типа (2.x - для ПО трансмиттера N100 рН и не ниже 3.5.0 для ПО ArcAir, установленное на ПК или мобильное устройство).

5.3 Определение метрологических характеристик. Определение основной относительной и приведенной к диапазону погрешности измерений массовой концентрации растворенного кислорода.

5.3.1 Измерения для «нулевого раствора, приготовленного по п. 4.2.3 проводят следующим образом. В чистый стакан наливают раствор, опускают стержень магнитной мешалки, опускают в раствор термометр и датчик и закрывают крышкой (Приложение 1). Помещают стакан в термостат, где задают температуру плюс 25 °С. (допускается задавать температуру термостатирования более близкую к температуре окружающей среды от 20 до 25 °С) Температуру раствора контролируют по термометру. После установления температуры (отклонение от температуры термостата не более ±0,2 °С) стакан с раствором достают из термостата и помещают на магнитную мешалку, предварительно протерев его салфеткой. Включают магнитную мешалку и, после установления показаний, записывают результаты измерений и температуру раствора. Показания должны установиться в течение 10 минут на уровне не более 3 % от первого поддиапазона измерений (0, 75 мкг/дм³ для поддиапазона от 0 до 25 мкг/дм³ и 0,06 мг/дм³ для поддиапазона от 0 до 2 мг/дм³). В случае, если показания не устанавливаются в течение 10 минут или превышают указанные значения, повторяют указанную операцию с вновь приготовленным раствором.

5.3.2 Измерения для контрольных (поверочных) растворов кислорода в воде выполняют следующим образом. Чистый стакан наполняют на 3/4 дистиллированной водой. В стакан 1 опускают стержень магнитной мешалки 11, закрывают крышкой 2 и помещают в термостат 3. В стакан с водой опускают датчик анализатора 5, термометр 4 и барботер 7, как показано на рисунке в приложении 1.

К барботеру через редуктор или вентиль тонкой регулировки присоединяют соответствующий баллон с ПГС (приложение 2), устанавливают примерный расход от 2 до 10 пузырьков в минуту (контролируют визуально). Проводят насыщение воды газовой смесью в течение не менее 30 минут до стабилизации показаний поверяемого анализатора.

После достижения устойчивых показаний стакан вынимают из термостата и ставят на магнитную мешалку, предварительно протерев его салфеткой. Включают магнитную мешалку и, после установления стабильных показаний, записывают показания массовой концентрации кислорода анализатора, температуру воды и атмосферное давление по барометру.

Поверочные растворы приготавливают непосредственно перед измерениями, начиная с меньшей концентрации

5.4 Обработка результатов поверки

5.4.1 Рассчитывают действительное значение массовой концентрации кислорода в контрольных (поверочных) растворах по формуле (1)

$$C_d = A \cdot X_{\text{ПГС}} \cdot \frac{P}{P_0 \cdot X_0}, \quad (1)$$

где А - растворимость (равновесная концентрация) кислорода в воде при нормальном давлении ($P_0=101,3$ кПа) и температуре t , определенная иодометрическим методом и опубликованная ISO (ИСО 5813) - таблица в приложении 3, мг/дм³;

$X_{\text{ПГС}}$ - значение объемной доли кислорода в ГСО состава газовой смеси (по паспорту), %;

P - атмосферное давление при проведении поверки, кПа;

P_0 - нормальное давление, $P_0=101,3$ кПа;

X_0 - объемная доля кислорода в стандартной атмосфере, $X_0 = 20,94$ %.

5.4.2 Основную погрешность анализатора определяют сравнением измеренного анализатором значения массовой концентрации, мг/дм³, кислорода в контрольном (поверочном) растворе и его действительным значением по формуле (2) - для основной приведенной к диапазону погрешности $\gamma_0, \%$, и по формуле (3) - для относительной погрешности $\delta_0, \%$.

$$\gamma_0 = \frac{C - C_D}{C_{\max}} \cdot 100, \quad (2)$$

$$\delta_0 = \frac{C - C_D}{C_D} \cdot 100, \quad (3)$$

где C - результат измерений массовой концентрации растворенного в воде кислорода анализатором, мг/дм³ или мкг/дм³;

C_D - действительное значение массовой концентрации растворенного кислорода в растворе, мг/дм³, определенное по формуле (1) (если единицы измерений - мкг/дм³; производят соответствующий пересчет);

C_{\max} - верхняя граница поддиапазона, в котором нормирована приведенная погрешность, мг/дм³ или мкг/дм³.

5.4.3 Результаты определения метрологических характеристик считают положительными, если значения основной приведенной к диапазону и относительной погрешности измерений соответствуют требованиям, приведенным в приложении 4 и в документации анализатора. В случае, если для какого-либо контрольного раствора получен отрицательный результат, допускается выполнить повторное измерение для вновь приготовленного раствора. При повторном отрицательном результате считают, что метрологические характеристики поверяемого анализатора на соответствует приведенным выше требованиям.

5.5 Результаты поверки считают положительными, если все операции поверки выполнены с положительным результатом. При получении отрицательного результата на каком-либо этапе поверки, поверку прекращают, прибор считают не прошедшим поверку.

6 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

6.1 Результаты поверки заносят в протокол произвольной формы

6.2 Положительные результаты поверки оформляют записью в ФГИС «Аршин» (с выдачей свидетельства по запросу заказчика) в соответствии с Порядком проведения поверки средств измерений, требований к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке (утв. приказом Минпромторга России № 2510 от 31.07.2020 г.).

6.3 На анализаторы, не удовлетворяющие требованиям настоящей методики, выдают извещение о непригодности с указанием причин в соответствии с Порядком проведения поверки средств измерений, требований к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке (утв. приказом Минпромторга России № 2510 от 31.07.2020 г.).

Начальник отдела
ФГБУ «ВНИИМС»



С.В. Вихрова

Схема установки для поверки (Р 50.2.045-2005)

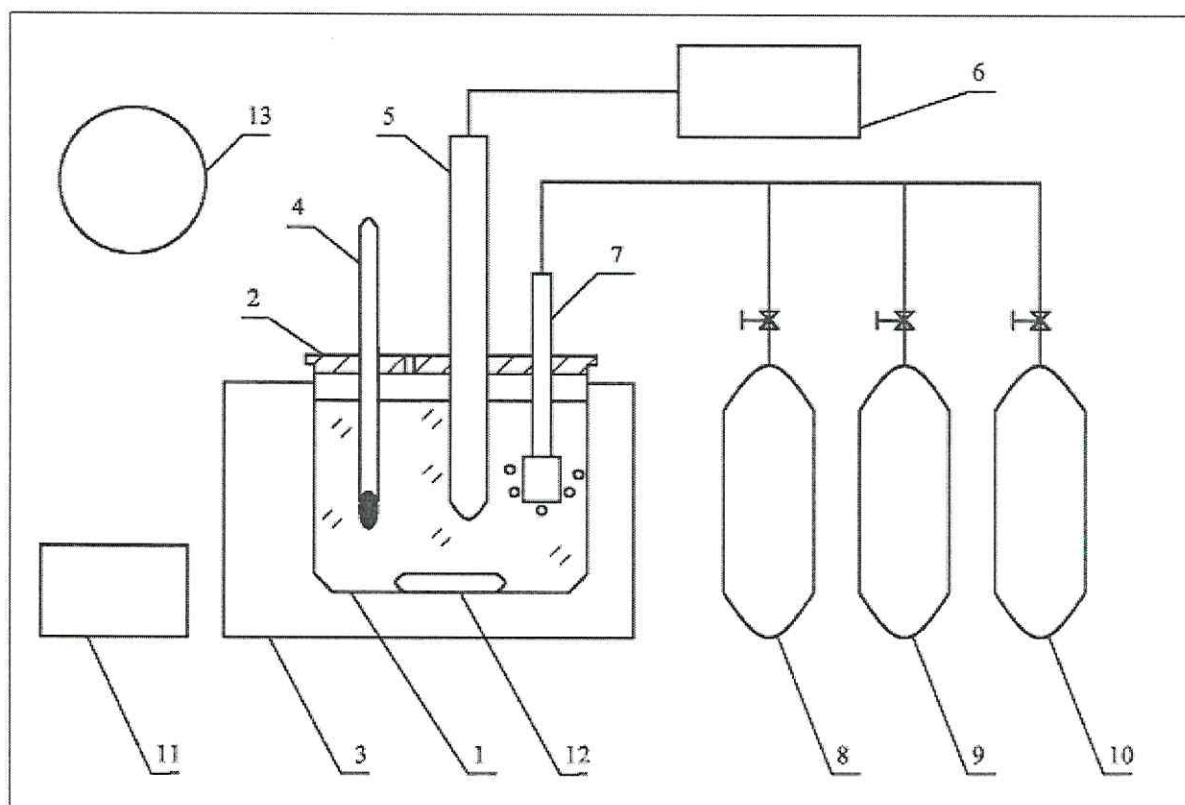


Рисунок 1-1 - Установка для поверки анализатора растворенного кислорода:
 1 - стакан; 2 - крышка; 3 - термостат; 4 - термометр; 5 - датчик; 6 - показывающее устройство
 (трансмиситтер, ПК или мобильное устройство) 7 - барботер; 8, 9, 10 - баллоны с ГСО газовых
 смесей; 11 - магнитная мешалка; 12 - стержень магнитной мешалки; 13 - СИ для измерений
 давления.

Таблица 3 - Приготовление контрольных растворов для поверки

Диапазон измерений массовой доли кислорода	Содержание кислорода в ПГС и контрольных растворах					Примечания
	"Нулевой" раствор	Раствор № 1	Раствор № 2	Раствор № 3	Раствор № 4	
от 0 до 20 мг/дм ³	-	(0,0968 ± 0,025)	(4,76 ± 0,05) %	(12,42 ± 0,07) %	(48,8 ± 0,1) %	ПГС (ГСО № 10531-2014)
	раствор по п. 4.4.2	(0,037 ± 0,0096) мг/дм ³	(1,80 ± 0,02) мг/дм ³	(4,80 ± 0,03) мг/дм ³	(18,80 ± 0,04) мг/дм ³	масс. конц-я O ₂ в воде (рассчитанная для +25 °С и 101,3 кПа)

Примечания:

1 Для поверки применяют ГСО состава газовых смесей не ниже 1-го разряда. Для поверки анализаторов с общим диапазоном измерений от 0 до 2000 мкг/дм³ могут применяться генераторы газовых смесей разбавительного типа (например, ГГС-03-03) в комплекте с ГСО газовых смесей, обеспечивающие приготовление поверочной газовой смеси с пределами относительной погрешности не более ±2,5 %.

2. Значение объемной доли кислорода может незначительно выходить за рамки указанного диапазона при условии, что значение массовой концентрации, определенное по формуле (1), находится в указанном диапазоне массовой концентрации для выбранного контрольного раствора.

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

$t, ^\circ\text{C}$ A	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

Таблица 4-1 - Метрологические характеристики

Модель	Диапазон показаний массовой концентрации растворенного O ₂	Поддиапазон измерений	Пределы допускаемой основной погрешности	
			приведенной к поддиапазону, %	относительной, %
VisiTrace	от 0 до 2000 мкг/дм ³	от 0 до 25 мкг/дм ³ включ.	±5	-
		св. 25 до 2000 мкг/дм ³ включ.	-	±5