

тел./факс: +7 (499) 600-23-45  
ionomer@ionomer.ru, ionomer@kbpauk.ru  
www.ionomer.ru,

ОКП 42 1522

УТВЕРЖДАЮ  
Раздел 8 «Методика поверки»  
Директор Центрального отделения  
ФБУ «ЦСМ Московской области»  
С.Г. Рубайлов  
2015 г.



Утверждаю

Генеральный директор  
ООО «ЭКОНИКС-ЭКСПЕРТ»  
Н.К. Зайцев  
2015 г.



**АНАЛИЗАТОР РАСТВОРЕННОГО КИСЛОРОДА  
ЭКСПЕРТ-009**

**Руководство по эксплуатации**

**КТЖГ.414318.009 РЭ**



и.р. 63403-16

## 8 МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

Настоящая методика поверки (далее МП) распространяется на анализаторы жидкости ЭКСПЕРТ-009, в том числе исполнения:

ЭКСПЕРТ-009-1, ЭКСПЕРТ-009-2.

Все исполнения анализатора предназначены для измерения массовой концентрации растворённого кислорода ( $cO_2$ ), температуры (Т) в воде и водных средах, а также биохимического потребления кислорода (БПК) по методикам измерения.

Интервал между поверками – 1 год.

Допускается проводить выборочную первичную поверку до ввода в эксплуатацию в соответствии с ГОСТ Р ИСО 2859-1-2007.

### 8.1 Операции поверки

При поверке выполняют операции, указанные в таблице 8.1.

Таблица 8.1 - Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта МП
1 Внешний осмотр	8.6.1
2 Опробование	8.6.2
3 Определение погрешности измерений массовой концентрации растворенного кислорода при температуре анализируемого раствора $(25 \pm 1) ^\circ C$	8.6.3
4 Определение погрешности измерений массовой концентрации растворенного кислорода при температуре анализируемого раствора от $5 ^\circ C$ до $50 ^\circ C$ кроме температуры $(25 \pm 1) ^\circ C$	8.6.4
5 Определение абсолютной погрешности анализатора при измерении температуры в режиме «Термооксиметр»	8.6.5

### 8.2 Средства поверки

При поверке анализаторов применяют средства поверки, реактивы и вспомогательное оборудование, указанные в таблице 8.2.

Таблица 8.2 - Средства поверки анализаторов, реактивы и вспомогательное оборудование

Номер пункта МП	Наименование средства поверки, реактивов и вспомогательного оборудования, основные метрологические характеристики
8.6.3, 8.6.4, 8.6.5	Термометр ТЛ-4, диапазон измерения от $0 ^\circ C$ до $55 ^\circ C$ , с ценой деления $0,1 ^\circ C$ , КТ 1
8.6.3, 8.6.4, 8.6.5	Термостат жидкостной типа ТЖ модификации ТС-01 (100), пределы регулирования температуры от $0 ^\circ C$ до $80 ^\circ C$ с точностью поддержания температуры $\pm 0,1 ^\circ C$
8.6.3, 8.6.4	Секундомер механический СОСпр-2б-2-000, диапазон измерений от 1 с до 60 мин, погрешность $\pm 0,2$ с
8.6.3, 8.6.4, 8.6.5	Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72
8.6.3	Натрий сернистокислый безводный, квалификация «ч.д.а» ГОСТ 195-77
8.6.3, 8.6.4	Барометр-анероид контрольный М-67, диапазон измерений от 80 до 106,67 кПа, погрешность $\pm 0,11$ кПа
8.6.3, 8.6.4	Микрокомпрессор, производительность не менее $20 \text{ дм}^3/\text{ч}$

## Окончание таблицы 8.2

Номер пункта МП	Наименование средства поверки, реактивов и вспомогательного оборудования, основные метрологические характеристики
8.6.3	Кислородно-азотные поверочные газовые смеси (ПГС) ГСО 10253-2013, концентрация кислорода в азоте (4,0-9,5) % об. и (35-70,0) % об., погрешность аттестации не более $\pm 0,15\%$
8.6.3	Аргон по ГОСТ 10157-79
Примечание – Допускается использование других средств поверки, реактивов и вспомогательного оборудования с метрологическими характеристиками, не уступающими указанным в таблице 8.2.	

### 8.3 Требования безопасности

8.3.1 При проведении поверки соблюдают «Правила эксплуатации электроустановок потребителей», «Правила техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителей», требования ГОСТ Р 12.1.019-2009 и ГОСТ 12.2.007.0-75 и требования, предусмотренные «Основными правилами безопасной работы в химической лаборатории», М; Химия, 1979.

8.3.2 К проведению поверки допускаются лица, имеющие соответствующую техническую квалификацию и подготовку, проинструктированные о мерах безопасности при работе с приборами, обученные правилам безопасности труда по ГОСТ 12.0.004-90, ежегодно проходящие проверку знаний по технике безопасности и аттестованные в качестве поверителей.

### 8.4 Условия поверки

При проведении поверки соблюдают следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С .....  $20 \pm 5$ ;
- относительная влажность воздуха, % ..... от 30 до 80;
- атмосферное давление, кПа ..... от 84 до 106,7;  
(мм рт. ст.) ..... (630...800).

### 8.5 Подготовка к поверке

8.5.1 Подготавливают анализатор согласно п. 2.2 следующим образом:

- анализаторы подсоединяют к однофазной сети переменного напряжения через внешний блок питания, входящий в комплект поставки, обеспечивающий на выходе напряжение 12 В и максимальную мощность не менее 500 мА;
- подготавливают к работе первичные преобразователи согласно паспортам и присоединяют их к измерительному преобразователю (далее по тексту - ИП);

- включают анализатор нажатием кнопки .

8.5.2 Подготавливают свободную от кислорода водную среду одним из следующих способов:

- приготавливают раствор сульфита натрия ( $\text{Na}_2\text{SO}_3$ ) в дистиллированной воде концентрацией  $80 \text{ г/дм}^3$ . Раствор после приготовления выдерживают не менее 8 часов;
- насыщают дистиллированную воду аргоном с содержанием  $\text{O}_2$  менее  $0,02 \text{ мг/дм}^3$ .

### 8.6 Проведение поверки

#### 8.6.1 Внешний осмотр

При проведении внешнего осмотра проверяют:

- комплектность анализатора согласно п. 1.3;
- отсутствие механических повреждений корпуса ИП, первичных преобразователей и соединительных кабелей;
- чистоту разъёмов и гнезд;
- правильность и четкость маркировки в соответствии с п. 1.5.

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

## 8.6.2 Опробование

8.6.2.1 Подтверждение идентификации ПО утвержденному типу анализаторов проводят следующим образом

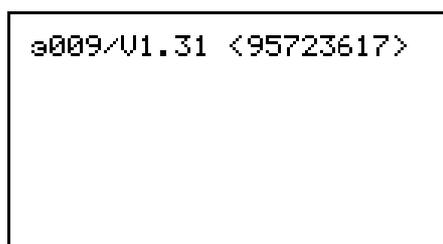
Нажмите кнопку , затем, удерживая ее, нажмите и удерживайте нажатой в течение двух секунд кнопку . Прибор подаст короткий звуковой сигнал и на дисплее появится заставка:



На дисплее отобразятся логотип и наименование фирмы-изготовителя «Эконикс-Эксперт», наименование прибора «Эксперт-009» и шифр версии программного обеспечения (например, «100EaV9.24-05.10.2015»), не являющегося метрологически значимым. Примерно через 3 - 5 секунд на дисплее отобразится информация о степени заряда аккумулятора:



Далее на дисплее отобразится идентификационная информация метрологически значимой части ПО:



Результаты поверки считаются положительными, если на экране дисплея идентификационные данные (признаки) соответствуют:

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	э009
Номер версии (идентификационный номер) ПО	1.3X где X≥0 – изменяемая часть идентификационного номера, не влияющая на метрологические характеристики
Цифровой идентификатор ПО	95723617

Для начала работы нажмите любую клавишу. Отобразится меню выбора режимов:



В левом верхнем углу дисплея отобразится символ состояния аккумулятора. В нижней строке отобразится название текущего режима «Термооксиметр».

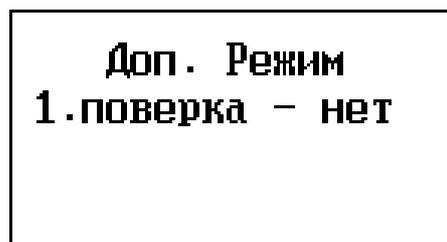
8.6.2.2 При опробовании проверяют режимы работы согласно п. 3.3.

Анализаторы, у которых не удается установить режимы работы согласно п. 3.3, бракуют и к дальнейшей поверке не допускают.

### 8.6.3 Определение погрешности измерений массовой концентрации растворенного кислорода при температуре анализируемой среды ( $25,0 \pm 1$ ) °C

8.6.3.1 Перед проведением измерений необходимо провести следующие операции:

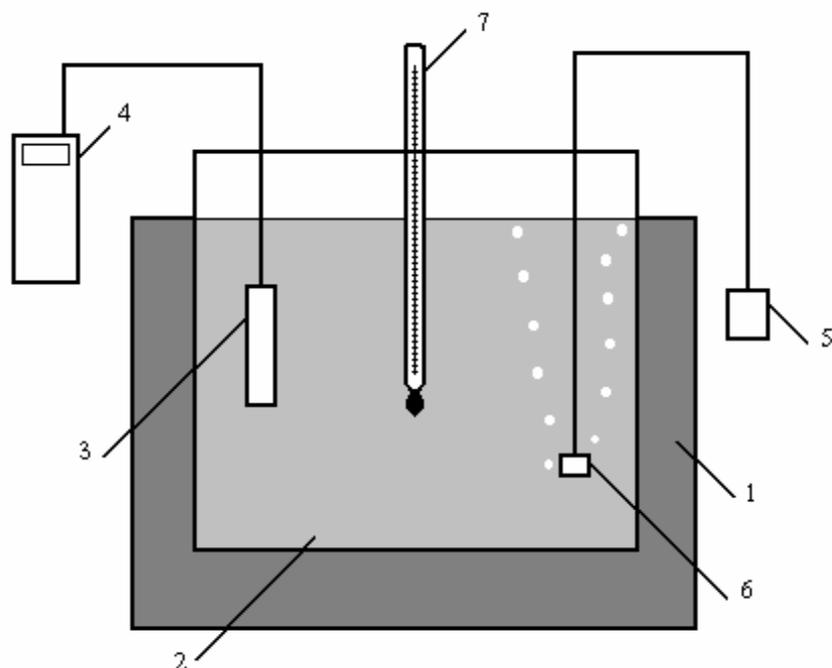
- выберите режим «Доп. режим», нажмите кнопку  и далее нажмите кнопку , чтобы отобразилась надпись «1.поверка – нет»:



- кнопкой  выйдете в основное меню и кнопками  и  выберите режим «Термооксиметр».

8.6.3.2 Определение погрешности анализатора при измерении концентрации кислорода в режиме работы «Термооксиметр» проводят при температуре ( $25,0 \pm 1$ ) °C в дистиллированной воде, насыщенной кислородом воздуха и поверочными газовыми смесями (ПГС).

8.6.3.3 Схема установки для определения погрешности анализатора при измерении концентрации кислорода приведена на рисунке 1.



- 1 - термостат жидкостной;
- 2 - сосуд с дистиллированной водой;
- 3 - датчик кислорода (ДКТП-02 или ДКТП-03);
- 4 - измерительный преобразователь ЭКСПЕРТ-009;
- 5 - микрокомпрессор (баллон с ПГС);
- 6 - распылитель микрокомпрессора;
- 7 - термометр.

Рисунок 1 – Схема установки для определения погрешности анализатора при измерении концентрации растворённого кислорода

8.6.3.4 Подключите амперметрический (ДКТП-02) или оптический (ДКТП-03) датчик кислорода к разъёму «Датчик» ИП.

8.6.3.5 Проведите градуировку анализатора по п. 3.4.3 РЭ.

8.6.3.6 Переведите анализатор в автоматический режим ввода температуры. Для этого,

находясь в основном меню, кнопками  и  выберите режим «Термооксиметр», нажмите кнопку , кнопками  и  установите режим «Автомат» и нажмите кнопку  для возврата в основное меню.

8.6.3.7 Осуществите проверку анализатора по нулевому значению кислорода. Для этого поместите кислородный датчик в раствор сульфита натрия с температурой  $(25 \pm 1)$  °С или в дистиллированную воду насыщенную аргоном. После выдерживания кислородного датчика в свободной от кислорода водной среде в течение 15 мин проведите

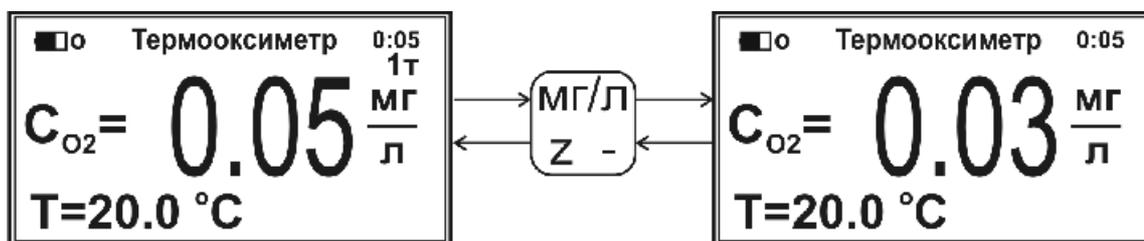
измерение концентрации кислорода в режиме «Термооксиметр» нажатием кнопки .

При этом в центре дисплея крупным шрифтом отобразится значение концентрации кислорода, а в нижней строке – значение температуры:



**ВНИМАНИЕ!** В процессе измерения концентрации кислорода функция коррекции градуировочного графика должна быть отключена. Если в правом верхнем углу дисплея

отображается символ «1т», нажмите кнопку  для его удаления. Измерения должны выполняться в отсутствие символа «1т»:



Измеренное значение концентрации кислорода не должно превышать 0,2 мг/дм<sup>3</sup> (фоновое значение).

После окончания измерения нажмите кнопку , извлеките датчик кислорода из раствора сульфита натрия и тщательно промойте дистиллированной водой.

8.6.3.8 Определение погрешности измерений массовой концентрации растворенного кислорода проводят следующим образом.

1) В стеклянную емкость вместимостью от 0,5 л налейте дистиллированную воду, поместите в нее термометр и датчик ДКТП-02(03).

Воду необходимо насытить кислородом воздуха с помощью микрокомпрессора до 100 % насыщения, либо поверочными газовыми смесями (ПГС-ГСО) не менее 30 минут. Поддержание температуры в диапазоне (24,0-26,0) °C с погрешностью ±0,2 °C осуществляется с помощью термостата.

2) Проведите поочередно измерение массовой концентрации растворенного кислорода ( $C_{ni}$ ) в дистиллированной воде, насыщенной кислородом воздуха 20,9 % об и поверочными газовыми смесями (ПГС-ГСО) в порядке возрастания концентрации. Состав газовых смесей: (4,0-9,5) % об. и (35-70,0) % об. кислорода в азоте. Измерения каждой концентрации проведите 3 раза.

Рассчитайте среднее значение из трех измерений каждой концентрации  $C_{ni}$ :

$$C_n = \frac{\sum C_{ni}}{3} \quad (1)$$

3) Рассчитайте значение концентрации кислорода, растворённого в дистиллированной воде, насыщенной кислородом воздуха, по формуле (2):

$$C = C_r \frac{P}{P_0} \quad (2)$$

Рассчитайте значение концентрации кислорода, растворённого в дистиллированной воде, насыщенной данной ПГС, по формуле (3):

$$C = C_r \frac{C_0 P}{20,9 P_0} \quad (3)$$

где  $C$  - значение концентрации кислорода, растворённого в дистиллированной воде, насыщенной кислородом воздуха или ПГС-ГСО, мг/дм<sup>3</sup>;

$C_t$  – значение равновесной концентрации кислорода при насыщении воды атмосферным воздухом при нормальном атмосферном давлении и температуре анализируемой среды (таблица А.1 Приложение А), мг/дм<sup>3</sup>;

$C_0$  – объёмная доля кислорода в ПГС-ГСО, % (указывается в паспорте ПГС-ГСО);

$P$  – значение атмосферного давления, кПа (мм рт.ст.), измеренное барометром;

$P_0$  – нормальное значение атмосферного давления, 101,325 кПа (760 мм рт.ст.).

20,9 - процентное содержание кислорода в атмосферном воздухе, %.

4) Значение относительной погрешности измерения массовой концентрации растворённого кислорода вычислите по формуле:

$$\delta = (C_{и} - C) / C \quad (4)$$

где  $C_{и}$  - значение концентрации растворённого кислорода, измеренное прибором, мг/дм<sup>3</sup>;

$C$  - значение концентрации растворённого кислорода, рассчитанное по формулам (1,2), мг/дм<sup>3</sup>.

Результаты поверки считаются положительными, если относительная погрешность анализаторов при измерении массовой концентрации растворённого кислорода при температуре  $(25 \pm 1)^\circ\text{C}$  находится в пределах  $\pm 5\%$ .

#### **8.6.4 Определение погрешности измерений массовой концентрации растворённого кислорода при температуре анализируемого раствора от $5^\circ\text{C}$ до $50^\circ\text{C}$ (кроме температуры $(25 \pm 1)^\circ\text{C}$ )**

8.6.4.1 Проведите поочередно измерения равновесной концентрации кислорода при насыщении воды атмосферным воздухом при температуре  $(10 \pm 0,2)^\circ\text{C}$  и  $(45 \pm 0,2)^\circ\text{C}$ .



Для этого после установления температуры воды в термостате нажмите кнопку и отметьте установившиеся показания анализатора.

Проведите по 3 измерения при каждой температуре ( $C_{иi}$ ) и рассчитайте среднее значение массовой концентрации растворённого кислорода ( $C_{и}$ ) по формуле (1).

Рассчитайте действительное значение концентрации кислорода  $C$  при температуре  $(10 \pm 0,2)^\circ\text{C}$  и  $(45 \pm 0,2)^\circ\text{C}$  по формуле (3).

Значение относительной погрешности измерения массовой концентрации растворённого кислорода при температуре  $(10 \pm 0,2)^\circ\text{C}$  и  $(45 \pm 0,2)^\circ\text{C}$  вычислите по формуле (4).

Результаты поверки считаются положительными, если относительная погрешность анализаторов при измерении массовой концентрации кислорода при температуре анализируемой среды от  $5^\circ\text{C}$  до  $50^\circ\text{C}$  кроме температуры  $(25 \pm 1)^\circ\text{C}$  находится в пределах  $\pm 10\%$ .

#### **8.6.5 Проверка диапазона измерений температуры и определение абсолютной погрешности анализатора при измерении температуры**

8.6.5.1 Определение основной абсолютной погрешности анализатора при измерении температуры в режиме «Термооксиметр» проводят методом непосредственного сличения результатов измерения температуры воды термометром и термоэлектрическим преобразователем кислородного датчика (ДКТП-02, ДКТП-03) в трех точках диапазона температурной компенсации, расположенных на начальном ( $5 - 10$ )  $^\circ\text{C}$ , среднем ( $25 - 30$ )  $^\circ\text{C}$  и конечном ( $45 - 50$ )  $^\circ\text{C}$  участках диапазона.

8.6.5.2 Измерения проводят в следующей последовательности:

а) собирают установку и подключают необходимые средства измерений в соответствии со схемой, приведенной на рисунке 2;

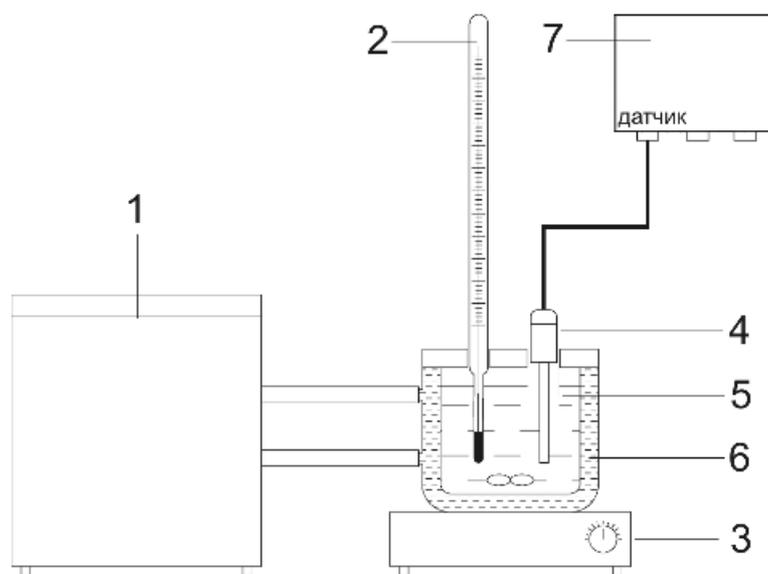
б) погружают чувствительные части датчика температуры кислородомера (ДТ) и эталонного термометра (ТЛ-4) на глубину 25-30 мм в термостатированный при температуре  $T_{01} = (5 - 10) \text{ } ^\circ\text{C}$  стакан с дистиллированной водой (далее – водой).

в) после выдержки в воде в течение 3 – 5 минут (воду интенсивно перемешивают)

проводят измерение температуры в режиме «Термооксиметр» нажатием кнопки ИЗМ  
4;

г) отмечают установившиеся показания температуры, измеренной кислородомером и термометром ТЛ-4.

д) повторяют операции б) и в) при температуре воды  $(25 - 30) \text{ } ^\circ\text{C}$  и  $(45 - 50) \text{ } ^\circ\text{C}$ .



1. Термостат жидкостный.
2. Эталонный термометр.
3. Магнитная мешалка.
4. Датчик температуры.
5. Вода.
6. Термостатируемый стакан.
7. ИП «Эксперт-009»

Рисунок 2 – Схема установки для определения абсолютной погрешности измерений температуры.

8.6.5.3 Значение абсолютной погрешности при измерении температуры вычисляют по формуле (5):

$$D = T_i - T_o, \quad (6)$$

где  $T_i$  - значение температуры, измеренное анализатором,  $^\circ\text{C}$ ;

$T_o$  - значение температуры, измеренное эталонным термометром,  $^\circ\text{C}$ .

Результаты поверки считаются положительными, если абсолютная погрешность измерения температуры не превышает  $\pm 0,5 \text{ } ^\circ\text{C}$ .

## **8.7 Оформление результатов поверки**

8.7.1 Положительные результаты поверки оформляют путем выдачи «Свидетельства о поверке» в соответствии с Порядком проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке, утвержденному приказом Минпромторга России от 02 июля 2015 г. № 1815.

8.7.2 При отрицательных результатах поверки выдают «Извещение о непригодности» с указанием причин или делают соответствующую запись в технической документации. Анализатор к применению не допускают.

## Приложение А

Значения равновесных концентраций кислорода при насыщении воды атмосферным воздухом при нормальном атмосферном давлении 101,325 кПа (760 мм рт.ст.) в зависимости от температуры, мг/дм<sup>3</sup>

t, °C	0	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	0,6	0,7	0,8	0,9
0	14,62	14,58	14,54	14,50	14,46	14,42	14,38	14,34	14,30	14,26
1	14,22	14,18	14,14	14,10	14,06	14,02	13,98	13,94	13,90	13,87
2	13,83	13,79	13,75	13,72	13,68	13,64	13,60	13,57	13,53	13,49
3	13,46	13,42	13,39	13,35	13,32	13,28	13,24	13,21	13,17	13,14
4	13,11	13,07	13,04	13,00	12,97	12,93	12,90	12,87	12,83	12,80
5	12,77	12,74	12,70	12,67	12,64	12,61	12,57	12,54	12,51	12,48
6	12,45	12,41	12,38	12,35	12,32	12,29	12,26	12,23	12,20	12,17
7	12,14	12,11	12,08	12,05	12,02	11,99	11,96	11,93	11,90	11,87
8	11,84	11,81	11,79	11,76	11,73	11,70	11,67	11,64	11,62	11,59
9	11,56	11,53	11,51	11,48	11,45	11,42	11,40	11,37	11,34	11,32
10	11,29	11,26	11,24	11,21	11,18	11,16	11,13	11,11	11,08	11,06
11	11,03	11,00	10,98	10,95	10,93	10,90	10,88	10,85	10,83	10,81
12	10,78	10,76	10,73	10,71	10,68	10,66	10,64	10,61	10,59	10,56
13	10,54	10,52	10,49	10,47	10,45	10,42	10,40	10,38	10,36	10,33
14	10,31	10,29	10,27	10,24	10,22	10,20	10,18	10,15	10,13	10,11
15	10,08	10,06	10,04	10,02	10,00	9,98	9,96	9,94	9,92	9,90
16	9,87	9,85	9,83	9,81	9,79	9,77	9,75	9,73	9,71	9,69
17	9,66	9,64	9,62	9,60	9,58	9,56	9,54	9,52	9,50	9,49
18	9,47	9,45	9,43	9,41	9,39	9,37	9,36	9,34	9,32	9,30
19	9,28	9,26	9,24	9,22	9,21	9,19	9,17	9,15	9,13	9,11
20	9,09	9,08	9,06	9,04	9,02	9,01	8,99	8,97	8,95	8,93
21	8,91	8,89	8,87	8,86	8,85	8,83	8,81	8,80	8,78	8,76
22	8,74	8,73	8,71	8,69	8,68	8,66	8,64	8,63	8,61	8,60
23	8,58	8,56	8,55	8,53	8,51	8,50	8,48	8,47	8,45	8,43
24	8,42	8,40	8,39	8,37	8,36	8,34	8,32	8,31	8,29	8,28
25	8,26	8,25	8,23	8,22	8,20	8,19	8,17	8,16	8,14	8,13
26	8,11	8,10	8,08	8,07	8,05	8,04	8,02	8,01	7,99	7,98
27	7,97	7,95	7,94	7,92	7,91	7,89	7,88	7,87	7,85	7,84
28	7,83	7,81	7,80	7,78	7,77	7,76	7,74	7,73	7,71	7,70
29	7,69	7,67	7,66	7,65	7,63	7,62	7,61	7,59	7,58	7,57
30	7,56	7,54	7,53	7,52	7,50	7,49	7,48	7,46	7,45	7,44
31	7,44	7,44	7,43	7,42	7,41	7,39	7,38	7,37	7,36	7,35
32	7,33	7,32	7,31	7,30	7,29	7,28	7,26	7,25	7,24	7,23
33	7,22	7,21	7,19	7,18	7,17	7,16	7,15	7,14	7,13	7,11
34	7,10	7,09	7,08	7,07	7,06	7,05	7,04	7,03	7,01	7,00
35	6,99	6,98	6,97	6,96	6,95	6,94	6,93	6,92	6,90	6,89
36	6,87	6,85	6,84	6,82	6,80	6,78	6,76	6,74	6,73	6,72
37	6,71	6,70	6,69	6,68	6,67	6,66	6,65	6,64	6,63	6,62
38	6,61	6,60	6,59	6,58	6,57	6,56	6,55	6,54	6,53	6,52
39	6,51	6,50	6,49	6,48	6,47	6,46	6,45	6,44	6,43	6,42
40	6,41	6,40	6,39	6,38	6,37	6,36	6,35	6,34	6,33	6,32
41	6,31	6,30	6,29	6,28	6,27	6,26	6,25	6,24	6,23	6,22
42	6,21	6,20	6,19	6,18	6,17	6,17	6,16	6,15	6,14	6,13
43	6,12	6,11	6,10	6,09	6,08	6,07	6,06	6,05	6,05	6,04
44	6,03	6,02	6,01	6,00	5,99	5,98	5,97	5,96	5,95	5,94
45	5,93	5,92	5,91	5,90	5,89	5,89	5,88	5,87	5,86	5,85
46	5,84	5,83	5,82	5,81	5,80	5,80	5,79	5,78	5,77	5,76
47	5,75	5,74	5,73	5,72	5,71	5,71	5,70	5,69	5,68	5,67
48	5,66	5,66	5,65	5,64	5,63	5,62	5,61	5,60	5,59	5,58
49	5,58	5,57	5,56	5,55	5,54	5,53	5,52	5,51	5,50	5,49
50	5,49	5,48	5,47	5,46	5,45	5,44	5,43	5,42	5,41	5,40