



НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

ДСТУ _____:20__

Метрологія

Методика повірки

АНАЛІЗАТОРИ РОЗЧИНЕНИХ ГАЗІВ ЕЛЕКТРОХІМІЧНІ

(Проект, перша редакція)

Київ

20__

прДСТУ _____:20__

ПЕРЕДМОВА

1 РОЗРОБЛЕНО: ДЕРЖАВНЕ ПІДПРИЄМСТВО „ВСЕУКРАЇНСЬКИЙ ДЕРЖАВНИЙ НАУКОВО-ВИРОБНИЧИЙ ЦЕНТР СТАНДАРТИЗАЦІЇ, МЕТРОЛОГІЇ, СЕРТИФІКАЦІЇ ТА ЗАХИСТУ ПРАВ СПОЖИВАЧІВ” (ДП „УКРМЕТРТЕСТСТАНДАРТ”)

2 ПРИЙНЯТО ТА НАДАНО ЧИННОСТІ: наказ ДП «УкрНДНЦ» від _____ 20__ р. № _____ з 20__ - ____ - ____

3 Цей стандарт розроблено згідно з правилами, установленими в національній стандартизації України

4 УВЕДЕНО ВПЕРШЕ

Право власності на цей документ належить державі.

Заборонено повністю чи частково видавати, відтворювати задля розповсюдження і розповсюджувати як офіційне видання цей національний стандарт або його частини на будь-яких носіях інформації без дозволу ДП «УкрНДНЦ» чи уповноваженої ним особи

ДП «УкрНДНЦ», 20__

ЗМІСТ

	С.
Вступ	
1 Сфера застосування.....	1
2 Нормативні посилання.....	2
3 Терміни та визначення понять.....	3
4 Позначки та скорочення.....	3
5 Операції повірки	4
6 Засоби повірки	5
7 Вимоги до кваліфікації персоналу	8
8 Умови проведення повірки	8
9 Вимоги щодо безпеки	9
10 Підготовка до проведення повірки	10
11 Проведення повірки	11
12 Обробка результатів вимірювання	17
13 Оформлення результатів повірки	21
Додаток А (обов'язковий) Форма протоколу повірки	22
Додаток Б (обов'язковий) Установка для визначення абсолютної похибки аналізаторів.....	23
Додаток В (довідковий) Залежність масової концентрації кисню розчиненого у воді від температури.....	24
Додаток Д (довідковий) Залежність масової концентрації водню розчиненого у воді від температури.....	25
Додаток Ж (довідковий) Бібліографія.....	26

ВСТУП

Цей стандарт застосовують для повірки законодавчо регульованих засобів вимірювальної техніки – аналізаторів розчинених газів електрохімічних, що перебувають в експлуатації.

Аналізатори розчинених газів електрохімічні, призначенні для вимірювання масової концентрації розчинених у воді газів (кисню, водню) згідно з експлуатаційними документами на ці прилади, чинними нормативними документами або методиками вимірювання, стандартизованими (атестованими) у встановленому порядку.

У цьому стандарті для повірки аналізаторів розчинених газів електрохімічних використано метод прямих вимірювань значень масової концентрації розчинених у воді газів із застосуванням еталонних газових сумішей.

НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ**МЕТРОЛОГІЯ****Методика повірки****АНАЛІЗАТОРИ РОЗЧИНЕНИХ ГАЗІВ ЕЛЕКТРОХІМІЧНІ****METROLOGY****Verification procedure****ELECTROCHEMICAL ANALYZERS OF DISSOLVED GASES**

Чинний від _____

1 СФЕРА ЗАСТОСУВАННЯ

1.1 Цей стандарт поширюється на аналізатори розчинених газів електрохімічні (далі – аналізатори) та встановлює методику їх повірки.

1.2 Цей стандарт застосовують для проведення періодичної повірки, повірки після ремонту (що не змінює тип засобів вимірювальної техніки), а також можуть застосовувати для проведення позачергової, інспекційної та експертної повірки відповідно до вимог [2].

1.3 Стандарт призначено для застосування науковими метрологічними центрами, метрологічними центрами та повірочними лабораторіями, які відповідно до [1] здійснюють повірку законодавчо регульованих засобів вимірювальної техніки.

1.4 Під час повірки аналізаторів необхідно додатково керуватись експлуатаційними документами на аналізатори та засоби повірки, які зазначені в розділі 6 цього стандарту.

1.5 Міжповірочний інтервал аналізаторів – 1 рік відповідно до [5].

1.6 Повірка аналізаторів, які не застосовують у сфері законодавчо регульованої метрології, може здійснюватися згідно із цим стандартом на добровільних засадах.

1.7 Вимоги щодо безпеки повірки аналізаторів викладено в розділі 9 цього стандарту.

2 НОРМАТИВНІ ПОСИЛАННЯ

У цьому стандарті наведено посилання на такі національні стандарти:

ДСТУ 7230:2011 Метрологія. Секундоміри механічні. Методика повірки (калібрування)

ДСТУ 7239:2011 ССБП. Засоби індивідуального захисту. Загальні вимоги та класифікація

ДСТУ Б А.3.2-12:2009 ССБП. Системи вентиляційні. Загальні вимоги

ДСТУ ГОСТ ИСО 5725-1:2005 Точність (правильність і прецизійність) методів та результатів вимірювання. Частина 1. Основні положення

ДСТУ EN 45501:2016 Метрологічні аспекти неавтоматичних зважувальних приладів (EN 45501:2015, IDT)

ДСТУ ISO 3696:2003 Вода для застосування в лабораторіях. Вимоги та методи перевіряння (ISO 36:1987, IDT)

ДСТУ ISO 6141:2017 Аналіз газів. Уміст сертифікатів на калібрувальні газові суміші (ISO 6141:2015, IDT)

ДСТУ ISO 80000-9:2016 Величини та одиниці. Частина 9. Фізична хімія і молекулярна фізика (ISO 80000-9: 2009; ISO 80000-9: 2009/Amd1:2011, IDT)

ДСТУ-Н ISO Guide 31:2008 Метрологія. Стандартні зразки. Зміст сертифікатів і етикеток (ISO Guide 31:2000, IDT)

ДСТУ-Н ISO/IEC Guide 35:2006 Атестація стандартних зразків. Загальні та статистичні принципи (ISO Guide 35:1989, IDT)

ДСТУ OIML D 8:2008 Метрологія. Еталони. Вибір, визнання, застосування, зберігання та документація (OIML D 8:2004, IDT)

ДСТУ OIML D 23:2008 Метрологія. Принципи метрологічного контролю обладнання для повірки (OIML D 23:1993, IDT)

Примітка 1. Чинність стандартів, на які є посилання в цьому стандарті, перевіряють згідно з офіційними виданнями національного органу стандартизації – каталогом національних нормативних документів і щомісячними інформаційними покажчиками національних стандартів.

Якщо стандарт, на який є посилання, замінено новим або до нього внесено зміни, треба застосовувати новий стандарт, охоплюючи всі внесені зміни до нього.

3 ТЕРМІНИ ТА ВИЗНАЧЕННЯ ПОНЯТЬ

У цьому стандарті використано терміни, наведені в Законі України [1].

Нижче подано терміни, додатково вжиті у цьому стандарті, та визначення позначених ними понять.

3.1 розчин з нульовим вмістом розчиненого кисню

Розчин натрію гідроокису в дистильованій воді з додаванням гідрохінону, приготований за 10.8 цього стандарту.

4 ПОЗНАКИ ТА СКОРОЧЕННЯ

У цьому стандарті використовують наступні скорочення:

ЕД – експлуатаційні документи;

ЗВТ – засоби вимірювальної техніки;

МХ – метрологічна характеристика;

ПГС – повірочні газові суміші;

ПЗ – програмне забезпечення;

J – позначка кількості ПГС ;

j – позначка, яку використовують в якості підрядкового індексу, як ідентифікатор конкретного ПГС;

У цьому стандарті вжито позначення одиниць фізичних величин згідно з [3] та ДСТУ ISO 80000-9.

5 ОПЕРАЦІЇ ПОВІРКИ

5.1 Під час проведення повірки аналізаторів (далі – повірка) виконують операції, наведені в таблиці 1.

Таблиця 1

Ч.ч.	Найменування операції повірки	Номер пункту стандарту	Проведення операції під час повірки після ремонту	Проведення операції під час періодичної (позачергової) повірки
1	2	3	4	5
1	Зовнішній огляд	11.1	Так	Так
2	Перевірка працездатності	11.2	Так	Так
2.1	Перевірка електричного опору ізоляції*	11.2.2	Так	Так
2.2	Перевірка функціонування	11.2.3	Так	Так
2.3	Перевірка «нуля» аналізатора	11.2.4	Так	Так
3	Визначення МХ аналізатора	11.3	Так	Так

Кінець таблиці 1

1	2	3	4	5
3.1	Перевірка основної абсолютної похибки аналізатора	11.3.1, 11.3.2	Так	Так
3.2	Перевірка основної абсолютної похибки аналізатора при вимірюванні температури	11.3.3	Так	Так
*Проводять, якщо ЕД на аналізатори містить вимоги до електричного опору ізоляції.				

5.2 У випадку отримання негативних результатів будь-якої з операцій повірка припиняється, аналізатор визнається не придатним до застосування.

Примітка 2. У випадку проведення експертної повірки перелік операцій повірки може бути скорочений згідно з [2].

6 ЗАСОБИ ПОВІРКИ

6.1 Перелік еталонів, засобів повірки та допоміжного обладнання, а також операції повірки (пункти цього стандарту), під час яких їх застосовано, зазначено в таблиці 2 та таблиці 3.

Таблиця 2 – Еталони, необхідні для проведення повірки

Пункт(и) стандарту	Назва еталона (стандартні зразки), метрологічні характеристики
1	2
10.4, 11.3	Газові суміші еталонні згідно з ДСТУ ISO 6141 (далі – ПГС): – об’ємна частка кисню у азоті від 0,5 % до 20,0 %, розширена невизначеність U , з якою встановлено значення вмісту кисню у ПГС, не перевищує (0,02 - 0,1) % за довірчої ймовірності $P = 0,95$; - об’ємна частка водню у азоті від 10,0 % до 90,0 %, розширена невизначеність U , з якою встановлено значення вмісту водню у ПГС, не перевищує 0,3 % за довірчої ймовірності $P = 0,95$

Кінець таблиці 2

1	2
11.3.3	Термометр еталонний ртутний лабораторний ТЛ-4 згідно з [29] діапазон вимірювань від 0 °С до 50 °С, розширена невизначеність U вимірювання дорівнює 0,2 °С, ціна поділки 0,1 °С

Таблиця 3 – Засоби повірки, допоміжне обладнання, необхідні для проведення повірки

Пункт (и) стандарту	Засоби повірки, допоміжне обладнання, метрологічні або основні технічні характеристики
1	2
Розділ 8	Вимірювач параметрів атмосфери Атмосфера-1: – діапазон вимірювань температури від 0 °С до 40 °С, границі допустимої абсолютної похибки $\pm 0,5$ °С; – діапазон вимірювання відносної вологості повітря від 10 % до 90 %, границі допустимої абсолютної похибки ± 2 %; – діапазон вимірювання атмосферного тиску від 650 гПа до 1080 гПа, границі допустимої абсолютної похибки – ± 1 гПа
11.2.2	Мегаомметр М 4100/3 згідно з [27], з діапазоном вимірювання від 0 МОм до 100 МОм та вихідною напругою (500 ± 50) В
11.3	Термостат рідинний 1ТЖ-0-03 згідно з [30], у діапазоні регулювання температури від 0 °С до 90 °С, допустиме відхилення від сталої температури $\pm 0,1$ °С, або інший, допустиме відхилення від сталої температури якого не більше ніж $\pm 0,1$ °С, (наприклад U-10)
11.2.2	Секундомір 3 класу точності згідно з ДСТУ 7230 максимальна відносна похибка – $\pm (0,17/T + 0,00075)$ %, Т – виміряний інтервалу часу, у секундах
Додаток Б	Вольтметр-амперметр Щ 300, класу точності 0,05, згідно з [23]
11.3	Стакани циліндричні СЦ згідно з [25] місткістю 250 см ³ , 400 см ³ , 1000 см ³
10.8	Циліндр 1-1000-2 згідно з [20], ціна поділки 10 см ³

Кінець таблиці 3

1	2
10.8	Вага 1 класу точності, найбільша границя зважування 220 г згідно з ДСТУ EN 45501
Додаток Б	Трубки гумові згідно з [21], внутрішній діаметр – (3-5) мм
Додаток Б	Ротаметр повітряний РМ-ДО, 0631 43 згідно з [22]
Додаток Б	Редуктор ДКП-1-65
Додаток Б	Вентиль тонкого регулювання ВТР
10.3	Колба конічна КН-100-19/26 згідно з [25]
11.3.2	Мішалка магнітна ММ5 згідно з [28]
10.7	Трубка скляна згідно з з [26]
10.8	Натрію гідроксид (NaOH), «ч.д.а.» (чистий для аналізу)
10.8	Гідрохінон, «х.ч.» згідно з [24]
10.8	Вода дистильована згідно з ДСТУ ISO 3696

Можна застосувати інші еталони та засоби повірки, що забезпечують повірку з необхідною точністю.

Примітка 3. Співвідношення між розширеною невизначеністю вимірювань за довірчої ймовірності 0,95, що забезпечує еталон та максимально допустимою похибкою аналізаторів, що підлягають повірці, становить не менше ніж 1:3.

Застосування еталонів повинно відповідати вимогам, встановленим у розділі 5 ДСТУ OIML D 8, ДСТУ OIML D 23

Примітка 4. Засоби повірки повинні мати чинні свідоцтва про повірку або сертифікати/свідоцтва про калібрування.

Примітка 5. ПГС, повинні мати встановлені значення властивостей з відповідними невизначеностями та простежуваністю відповідно до ДСТУ-Н ISO Guide 35, супроводжуючи їх документами відповідно до ДСТУ-Н ISO Guide 31, з чинними строками застосування.

Примітка 6. Метрологічні та технічні характеристики допоміжного обладнання, необхідного для проведення повірки, повинні бути документально засвідчені. Вимоги до допоміжного обладнання встановлено в ДСТУ OIML D 23.

7 ВИМОГИ ДО КВАЛІФІКАЦІЇ ПЕРСОНАЛУ

7.1 Персонал, відповідальний за виконання робіт з повірки аналізаторів, повинен відповідати вимогам [4].

7.2 Персонал, відповідальний за виконання робіт з повірки аналізаторів, повинен вивчити порядок роботи з аналізаторами, ЕД на аналізатори, і ЕД на засоби повірки та правила техніки безпеки на робочому місці.

8 УМОВИ ПРОВЕДЕННЯ ПОВІРКИ

8.1 Повірку проводять за таких умов:

- температура навколишнього повітря – від (15 ± 1) °С до $(25, \pm 1)$ °С;
- відносна вологість повітря – від 30 % до 80 %;
- атмосферний тиск – від 86 кПа до 104 кПа;
- живлення від мережі змінного струму: частота 50 Гц, напруга від 187 В до 242 В або через адаптер (живлення від постійного струму – напруга від 11 В до 13,5 В);
- механічні впливи на аналізатор повинні бути відсутні;
- вміст агресивних і токсичних компонентів у повітрі робочої зони – в межах санітарних норм згідно з [14].

8.2 Дозволяється проведення повірки промислових аналізаторів на місці експлуатації в умовах згідно з п 8.1 цього стандарту.

Умови проведення повірки документують у протоколі повірки, форму якого наведено у додатку Б цього стандарту.

9 ВИМОГИ ЩОДО БЕЗПЕКИ

9.1 Під час проведення повірки необхідно дотримувати вимог щодо безпеки умов праці, охорони навколишнього середовища, а також вказівок щодо техніки безпеки, наведених в ЕД на аналізатори та засоби повірки.

9.2 Приміщення, в яких виконують повірку, повинні бути обладнанні пожежною сигналізацією відповідно до [7] та забезпечені первинними засобами пожежогасіння згідно з [11] і [16].

9.3 Обладнання у лабораторних приміщеннях повинно бути заземлене та захищене від статичної електрики згідно з вимогами [12], [17], [18] та [19].

9.4 Приміщення, де виконують роботи з повірки, повинно бути обладнане припливно-витяжною вентиляцією згідно з [9] та ДСТУ БА.3.2-12, водопровідною системою та каналізацією згідно з [8].

9.5 Балони з ПГС, що застосовують під час повірки, потребують обережного поводження під час використання та зберігання згідно з [10].

9.6 Під час повірки треба використовувати засоби індивідуального захисту згідно з ДСТУ 7239 та дотримуватись вимог [12] і [14].

9.7 До повірки допускаються фахівці, що вивчили інструкцію з техніки безпеки на робочому місці, принцип дії аналізаторів і пройшли інструктаж з охорони праці в установленому порядку.

9.8 Процес проведення повірки належить до робіт зі шкідливими умовами праці.

10 ПІДГОТОВКА ДО ПРОВЕДЕННЯ ПОВІРКИ

10.1 Перед проведенням повірки необхідно:

– пересвідчитись у наявності метрологічного маркування за результатами оцінки відповідності для тих аналізаторів, що введені в обіг після набуття чинності технічного регламенту [6] або свідоцтва про попередню повірку, відбитка повірочного тавра тощо;

– перевірити наявність ЕД;

– аналізатори, балони з ПГС та засоби повірки витримати в приміщенні, в якому проводиться повірка, до вирівнювання їх температури з температурою приміщення, але не менше, ніж дві години.

10.2 Проводять підготовку аналізаторів до роботи згідно з ЕД.

10.3 Виконують градування аналізаторів згідно з ЕД.

10.4 Вибирають до роботи ПГС з атестованою об'ємною часткою кисню (водню) у азоті так, щоби відтворені за їх використання значення масової концентрації розчиненого у воді кисню (водню) відповідали першій, другій та третій третинам діапазону вимірювання аналізатору.

10.5 Проводять підготовку ПГС та допоміжного обладнання до роботи згідно з ЕД.

10.6 Для перевірки МХ аналізаторів збирають установку, схему якої наведено на рисунку Б.1 додатка Б цього стандарту.

10.7 Як барботер можна використовувати скляну трубку зі скляним пористим фільтром, пористу насадку, наприклад, від акваріумного компресора або пористу губку, насаджену на скляну трубку.

10.8 Якщо повірці піддають аналізатор розчиненого кисню, готують безкисневий («нульовий») розчин, наступним чином:

– в стакан циліндричний СЦ ємністю 1000 см³ наливають 300 см³ дистильованої води за температури (20 ± 5) °С за використання мірного циліндру;

- додають 5 г лугу (NaOH) і перемішують (розчиняють);
- додають 2,2 г гідрокінону і перемішують;
- доводять об'єм води до 1000 см³.

Термін придатності «нульового» розчину у щільно закритій посудині до одного місяця.

Заливають в стакан циліндричний СЦ ємністю 400 см³ таку кількість розчину, щоб висота стовпа рідини у стакані була в діапазоні від 50 до 70 мм.

11 ПРОВЕДЕННЯ ПОВІРКИ

11.1 Зовнішній огляд

11.1.1 Зовнішній огляд проводять візуально.

11.1.2 Результати вважаються задовільними, якщо під час зовнішнього огляду встановлено:

- відсутність бульбашок газу у рідині між мембраною і електродом датчика кисню (водню)
- відсутність зовнішніх пошкоджень датчика кисню (водню) та блоку перетворювача, які заважають нормальному функціонуванню аналізаторів, або призводять до порушень вимог безпеки праці, виробничої санітарії і охорони навколишнього середовища;
- цілісність мембрани вимірювального датчика кисню (водню);
- комплектність аналізаторів забезпечує можливість проведення повірки;

– аналізатор розміщено на робочій поверхні у відповідності до вимог ЕД та, за потреби, підключено до комп'ютера;

– відповідність версії ПЗ (за наявності) аналізатора з даними, встановленими під час оцінки відповідності;

11.1.3 Результати зовнішнього огляду документують в протоколі повірки, форму якого наведено у додатку А цього стандарту.

11.2 Перевірка працездатності

11.2.1 Перед проведенням повірки перевіряють заземлення для всіх засобів повірки згідно з ЕД на них.

Примітка 7. Всі процедури, пов'язані з перевіркою працездатності та під час визначення МХ аналізаторів, виконують згідно з ЕД.

Для перевірки працездатності здійснюють такі операції:

- перевірка електричного опору ізоляції;
- перевірка функціонування;
- перевірка «нуля» аналізатора.

11.2.2 Перевірку електричного опору ізоляції виконують таким чином.

Підключають мегаомметр до клеми “Земля” та до закорочених контактів кабелю живлення аналізатора, що повіряють. Вимикач живлення аналізатора при цьому повинен знаходитись у положенні «Увімкнено». Через одну хвилину після прикладення випробувальної напруги фіксують покази мегаомметра.

Покази мегаомметра повинні становити не менше, ніж 20 МОм (або іншого значення, нормованого в ЕД на аналізатори).

Примітка 7. Перевірка проводиться за умов наявності в ЕД на аналізатори відповідних вимог та порядку перевірки електричного опору ізоляції і може бути уточнена відповідно до ЕД на аналізатори конкретного типу.

11.2.3 Перевірка функціонування аналізаторів

11.2.3.1 Ввімкнути аналізатор відповідно до ЕД. При цьому повинна з'явитися світлова індикація про вмикання.

11.2.3.2 Перевіряють функціонування аналізаторів у різних режимах згідно з ЕД (режим вимірювання, режим контролю і зміни параметрів тощо).

11.2.4 *Перевірка «нуля» аналізатора.*

11.2.4.1 Перевірка «нуля» аналізатора розчиненого у воді кисню

Для перевірки «нуля» аналізатора використовують безкисневий (нульовий) розчин, приготований за 10.8 цього стандарту.

Вмикають аналізатор в режим вимірювання концентрації розчиненого кисню. Занурюють датчик в «нульовий» розчин, одночасно включають секундомір. Через час, зазначений у ЕД на конкретний тип аналізатора,

фіксують покази аналізатора ρ_{O_2} (значення концентрації розчиненого кисню, у мікрограмах на кубічний дециметр), наприклад 10 хв після занурення датчика у «нульовий» розчин, або – 30 хв;

Одержані покази концентрації розчиненого кисню у «нульовому» розчині повинні знаходитися в межах, зазначених у ЕД на конкретний тип аналізатора.

11.2.4.2 Перевірка «нуля» аналізатора розчиненого у воді водню

Для перевірки «нуля» аналізатора використовують атмосферне повітря з нульовим вмістом водню.

Датчик аналізатора розчиненого у воді водню видаляють з посудини з водою, в яку його було попередньо вміщено, і поміщають на повітрі під кутом 15-30 градусів до горизонталі. Включають секундомір. Через 40 хвилин фіксують значення концентрації розчиненого водню ρ_{H_2} , у мікрограмах на кубічний дециметр, при знаходженні датчика на повітрі. Якщо у комплект аналізатора входить другий датчик, проводять аналогічні вимірювання для другого каналу.

Одержані покази концентрації розчиненого кисню у «нульовому» розчині повинні знаходитися в межах, зазначених у ЕД на конкретний ти аналізатора.

Результати перевірки працездатності документують в протоколі повірки, форму якого наведено у додатку А цього стандарту.

Примітка 9. Порядок перевірки працездатності може бути скорегований відповідно до ЕД на конкретний аналізатор.

11.3 Визначення метрологічних характеристик аналізатора

Визначення метрологічних характеристик аналізаторів проводять за фіксованими вихідними сигналами та показами аналізаторів.

Обчислення значень величин, що вимірюються, за значеннями вихідних сигналів – відповідно до номінальних характеристик перетворення аналізаторів.

Параметри спряження вимірювачів вихідних сигналів з аналізаторами – згідно з ЕД на аналізатори.

11.3.1 *Перевірка основної абсолютної похибки аналізатора розчиненого у воді кисню*

11.3.1.1 Використовують установку згідно з рисунком Б.1, який наведено у додатку Б цього стандарту.

Перевірку основної абсолютної похибки аналізатора розчиненого у воді кисню проводять за використанням J ПГС з атестованою об'ємною часткою кисню φ_{O_2j} , підготованих за 10.4 (вибирають послідовно ПГС від меншої концентрації об'ємної частки кисню до більшої) таким чином:

- промивають датчик аналізатора дистильованою водою;
- заповнюють стакан дистильованою водою і встановлюють його в термостаті;

- занурюють в стакан датчик аналізаторів;
- включають магнітну мішалку і встановлюють швидкість обертання мішалки (1...2) об/с;
- включають термостат і встановлюють температуру термостатування $(20 \pm 0,1)$ °С;
- при закритому редукторі відкривають вентиль балона з ПГС. Плавно відкривають вентиль редуктора, встановлюють за допомогою ротаметра мінімальну швидкість потоку j -го ПГС – $(0,5 \pm 0,2)$ дм³/хв;
- проводять насичення води киснем при пропусканні ПГС протягом не менше ніж 15 хв;
- фіксують сталі покази (вихідний сигнал) аналізаторів при вимірюванні масової концентрації кисню C_{kj} , у мікрограмах на кубічний дециметр;
- фіксують атмосферний тиск, кПа.

Вимірювання виконують для усіх, підготовлених за 10.4 ПГС з атестованою об'ємною часткою кисню.

Покази (вихідний сигнал) аналізаторів при вимірюванні масової концентрації кисню ρ_{o_2j} у мікрограмах на кубічний дециметр для усіх, підготовлених за 10.4, ПГС документують в протоколі повірки, форму якого наведено у додатку А цього стандарту.

11.3.2 *Перевірка основної абсолютної похибки аналізатора розчиненого у воді водню*

11.3.2.1 Під час визначення МХ аналізаторів водню використовують ПГС, наведені у таблиці 4 з відповідною об'ємною часткою водню, які забезпечують відтворення масової концентрації розчиненого водню відповідно до вимог 10.4 цього стандарту

Таблиця 4

Ч.ч.	Параметри воднево-азотної ПГС	Масова концентрація розчиненого у воді водню, мг/дм ³ , за температури 20 °С	Межа діапазону вимірювання
1	ПГС № 1 з об'ємною часткою водню від 10,0 % до 19,0 %	160-304	Перша третина
2	ПГС № 2 з об'ємною часткою водню від 58,0 % до 69,0 %	927-1103	Друга третина
3	ПГС № 3 з об'ємною часткою водню від 97,0% до 99,0 %	1551-1583	Третя третина

Вибирають до роботи ПГС у послідовності – №3, №2, №1.

Повторюють процедури згідно з 11.3.1 з використанням ПГС, що наведені у таблиці 4.

Покази (вихідний сигнал) аналізаторів при вимірюванні масової концентрації водню ρ_{H_2} , у мікрограмах на кубічний дециметр для усіх, підготовлених за таблицею 1 ПГС документують в протоколі повірки, форму якого наведено у додатку А цього стандарту.

11.3.2.2 Якщо аналізатор розчиненого водню має режим вимірювання об'ємної частки водню допускається перевірку основної абсолютної похибки аналізатора проводити за використання ПГС, наведених у таблиці 1 наступним чином:

- в датчик водню безперервно подають через регулятор і фільтр продувочний газ (з об'ємною часткою азоту, що дорівнює 99,8 %);

- відкривають балон з ПГС і за ротаметром встановлюють витрати газової суміші $3,75 \times 10^{-6} \pm 0,45 \times 10^{-6}$ м³/с ($13,5 \pm 1,5$ дм³/год) (або інші витрати згідно з ЕД на аналізатори);

– фіксують сталі покази (вихідний сигнал) аналізаторів в режимі вимірювання вмісту водню φ_{Hj} , у відсотках, та документують в протоколі повірки, форму якого наведено у додатку А цього стандарту;

11.3.3 Перевірка абсолютної похибки аналізатора при вимірюванні температури

Розміщують в термостат стакан з дистильованою водою та занурюють в нього датчик аналізаторів і еталонний термометр.

Послідовно встановлюють в термостаті температуру термостатування в границях (10...15) °С, (20...25) °С і (35...40) °С та фіксують сталі покази еталонного термометра t_{Ej} , у градусах Цельсію, і каналу температури аналізаторів t_j , у градусах Цельсію, при вимірюванні послідовно заданих температур;

Покази t_{Ej} , та t_j , у градусах Цельсію, документують в протоколі повірки, форму якого наведено у додатку А цього стандарту;

12 ОБРОБКА РЕЗУЛЬТАТІВ ВИМІРЮВАННЯ

12.1 За результатами визначень, отриманими за 11.3.1 під час повірки аналізаторів розчиненого у воді кисню, абсолютну похибку аналізатора Δ_j , у міліграмах на кубічний дециметр, для j -го ПГС обчислюють наступним чином:

– розраховують значення масової концентрації розчиненого у воді кисню $\rho_{O_2jрах.}$, у міліграмах на кубічний дециметр, за тиску p , у кілопаскалях, для об'ємної частки кисню j -го ПГС φ_{O_2j} , у відсотках, та температурі T , у градусах Цельсію, за формулою:

$$\rho_{O_2 jmax.} = \frac{\varphi_{O_2 j}}{20,94} \cdot \frac{\rho_{O_2 табл} \cdot p}{101,3}, \quad (1)$$

де $\varphi_{O_2 j}$ – об'ємна частка кисню j -го ПГС згідно з паспортом, %;

$\rho_{O_2 табл}$ – табличне значення масової концентрації кисню у воді, насиченої повітрям при атмосферному тиску 101,3 кПа і відповідній температурі води, згідно з додатком В цього стандарту, мг/дм³;

p – атмосферний тиску під час вимірювань, кПа;

20,94 – об'ємна частка кисню в повітрі, %;

101,3 – атмосферний тиск за нормальних умов, кПа;

– абсолютну похибку аналізатора $\Delta_{O_2 j}$, у міліграмах на кубічний дециметр, обчислюють за формулою:

$$\Delta_{O_2 j} = \rho_{O_2 j} - \rho_{O_2 jmax.}, \quad (2)$$

де $\rho_{O_2 j}$ – масова концентрація за показами (вихідними сигналами) аналізаторів, (мг/дм³);

Результати визначення абсолютної похибки аналізатора для всіх обраних точок діапазону вимірювання вважають позитивними, якщо отримані значення за модулем не перевищують максимально допустимі значення, встановлені під час оцінки відповідності за технічним регламентом [6] або національними стандартами, що надають презумпцію відповідності технічному регламенту [6].

Примітка 10. Для аналізаторів, введених в обіг до набуття чинності [6], результати перевірки вважають позитивними, якщо отримані значення відносної похибки аналізатора для всіх обраних точок діапазону вимірювання не перевищують за модулем максимально

допустимі значення, встановлені під час затвердження типу, або за результатами метрологічної атестації аналізаторів.

12.2 За результатами визначень, отриманими за 11.3.2 під час повірки аналізаторів розчиненого у воді водню, абсолютну похибку аналізатора Δ_{Hj} , у мікрограмах на кубічний дециметр, для j -го ПГС обчислюють за формулою:

$$\Delta_{Hj} = \rho_{Hj} - \frac{p}{101,3} \cdot \frac{\varphi_{Hj} \cdot \rho_{Hj\text{табл}}}{100}, \quad (3)$$

де $\varphi_{Hj\text{табл}}$ – табличне значення масової концентрації водню у воді, насиченої повітрям при атмосферному тиску 101,3 кПа і відповідній температурі води згідно з додатком Д цього стандарту, мкг/дм³

φ_{Hj} – об'ємна частка водню j -го ПГС згідно з паспортом, %;

p – атмосферний тиску під час вимірювань, кПа;

101,3 – атмосферний тиск за нормальних умов, кПа;

ρ_{Hj} – масова концентрація розчиненого водню за показами

(вихідними сигналами) аналізаторів, мкг/дм³.

12.3 За результатами визначень, отриманими за 11.3.2.2, під час повірки аналізаторів розчиненого у воді водню, абсолютну похибку аналізатора Δ_{Hj} , у відсотках, для j -го ПГС обчислюють за формулою (2), де

$\rho_{j\text{прах}}$ – значення вмісту водню, вказане в паспорті на ПГС, %.

Результати визначення абсолютної похибки аналізатора для всіх обраних точок діапазону вимірювання вважають позитивними, якщо отримані значення за модулем не перевищують максимально допустимі значення, встановлені під час оцінки відповідності за технічним регламентом [6] або національними стандартами, що надають презумпцію відповідності технічному регламенту [6].

Примітка 11 Для аналізаторів, введених в обіг до набуття чинності [6], результати повірки вважають позитивними, якщо отримані значення відносної похибки аналізатора для всіх обраних точок діапазону вимірювання не перевищують за модулем максимально допустимі значення, встановлені під час затвердження типу, або за результатами метрологічної атестації аналізаторів.

12.4 За результатами визначень отриманими за 11.3.3, під час перевірки абсолютної похибки аналізатора при вимірюванні температури абсолютну похибку аналізатора Δ_{jt} , у градусах Цельсія, для j -го інтервала температур, розраховують за формулою:

$$\Delta_{jt} = t_j - t_{Ej} \quad , \quad (4)$$

де t_j – температура за показами каналу температури аналізаторів, °С;

t_{Ej} – температура за показами еталонного термометра, °С.

Результати визначення абсолютної похибки аналізатора при вимірюванні температури для кожного значення температури води вважають позитивними, якщо отримані значення за модулем не перевищують максимально допустимі значення, встановлені під час оцінки відповідності за технічним регламентом [6] або національними стандартами, що надають презумпцію відповідності технічному регламенту [6].

Примітка 12. Для аналізаторів, введених в обіг до набуття чинності [6], результати повірки вважають позитивними, якщо отримані значення при вимірюванні температури для кожного значення температури води не перевищують за модулем максимально допустимі значення, встановлені під час затвердження типу, або за результатами метрологічної атестації аналізаторів.

Результати вимірювань та розрахунків документують у протоколі повірки.

13 ОФОРМЛЕННЯ РЕЗУЛЬТАТІВ ПОВІРКИ

13.1 Результати повірки аналізаторів вважають позитивними, якщо їх метрологічні і технічні характеристики відповідають вимогам, встановленим під час оцінки відповідності за технічним регламентом [6] або національними стандартами, що надають презумпцію відповідності технічному регламенту [6].

Примітка 13. Для аналізаторів, введених в обіг до набуття чинності [6], результати повірки вважають позитивними, якщо їх МХ не перевищують границі допустимих значень, встановлені під час затвердження типу, або за результатами метрологічної атестації аналізаторів.

13.2 Позитивні результати повірки аналізаторів засвідчують оформленням свідоцтва про повірку аналізаторів за формою згідно з додатком 2 до [2].

13.3 У разі негативних результатів анулюють свідоцтво про повірку та оформляють довідку про непридатність аналізатора за формою згідно з додатком 4 до [2].

13.4 За результатами експертної повірки персонал, що проводив повірку, складає висновок у довільній формі, який затверджує керівник організації виконавця.

У висновку зазначаються результати повірки аналізаторів в обсязі, визначеному в заяві на проведення експертної повірки.

13.5 За результатами інспекційної повірки складають довідку згідно з додатком 5 до [2], яку підписує персонал, що проводив повірку, та керівник організації виконавця.

ДОДАТОК А
(обов'язковий)

ФОРМА ПРОТОКОЛУ ПОВІРКИ

<i>Підприємство, яке проводить повірку</i>	ПРОТОКОЛ ПОВІРКИ № від " " _____ 20__ р.	<i>Робоче місце</i>
<i>Адреса</i>		
<i>(Відділ, лабораторія)</i>		Сторінки 1/1

Загальні відомості

Тип аналізатора		Зав. №	
Виробник			
Належить			
Діапазон вимірювання масової концентрації кисню(водню), мг/дм ³ (мкг/дм ³), або масової частки водню, %			
Границі допустимої основної абсолютної похибки аналізатора			
Повірка проводилась відповідно до	ДСТУ ____ :20__		
Еталони, ПГС, що застосовувались під час повірки:сертифікат			
Умови повірки			
<i>T, °C</i>		<i>φ, %</i>	<i>P, кПа</i>

Результати повірки

1 Зовнішній огляд	<i>відповідає/не відповідає</i>
2 Перевірка працездатності	<i>відповідає/не відповідає</i>
3 Визначення метрологічних характеристик	

3.1 Визначення основної абсолютної похибки аналізатора

ПГС кисню (водню), $\varphi_{O_2(H)_j}, \%$	$\rho_{O_2(H)jрах}$ мкг/дм ³ (мг/дм ³)	Покази аналізатора $\rho_{O_2(H)_j}(\varphi_{Hj}),$ мкг/дм ³ (мг/дм ³ , %)	Покази температури, °C		Значення абс. похибки $\Delta_{O_2(H)_j},$ мкг/дм ³ (мг/дм ³ , %)	Значення абс.похибки $\Delta_{tj}, °C$
			t_{Ej}	t_j		

Висновок за результатами повірки:

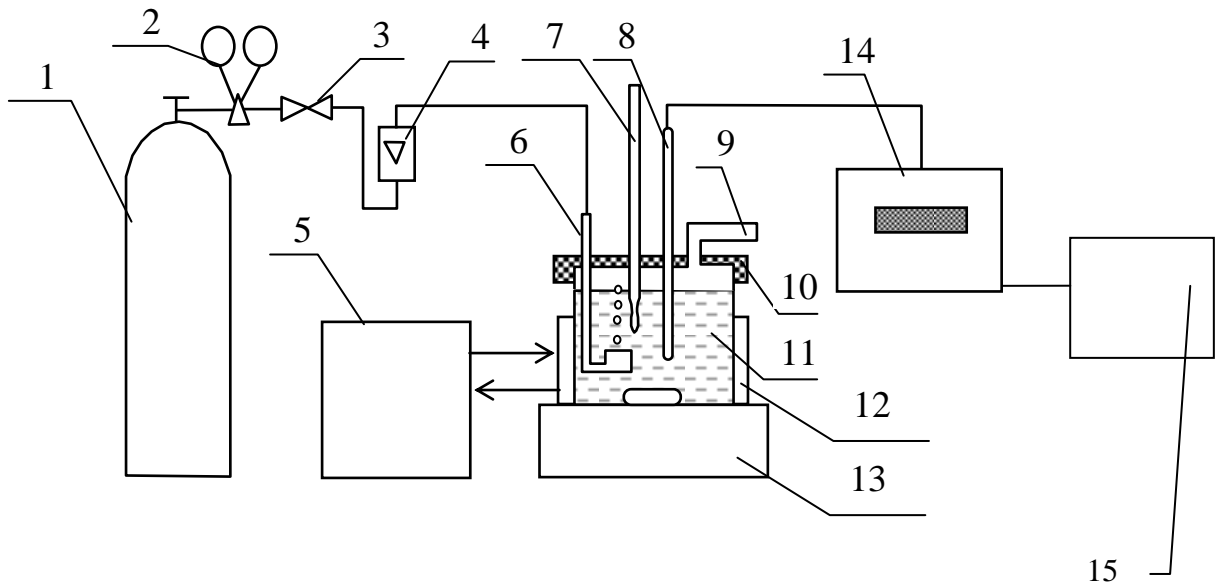
Визнається *придатним/непридатним* та *допускається/не допускається* до застосування

Особа, яка виконала повірку

Підпис

П.І.Б.

ДОДАТОК Б
(обов'язковий)
УСТАНОВКА ДЛЯ ВИЗНАЧЕННЯ АБСОЛЮТНОЇ ПОХИБКИ
АНАЛІЗАТОРІВ КИСНЮ (ВОДНЮ)



Умовні позначки:

1 – балон з ПГС; 2 – редуктор; 3 – вентиль тонкого регулювання; 4 – ротаметр; 5 – термостат; 6 – барботер; 7 – термометр; 8 – датчик аналізатора; 9 – скид газу; 10 – кришка; 11 – ємність з дистильованою водою; 12 – ємність з рідиною, яка термостатується; 13 – магнітна мішалка; 14 – аналізатор; 15 – вольтметр-амперметр.

Рисунок Б.1 – Схема установки для визначення абсолютної похибки аналізаторів кисню (водню)

ДОДАТОК В

(довідковий)

**ЗАЛЕЖНІСТЬ МАСОВОЇ КОНЦЕНТРАЦІЇ КИСНЮ,
РОЗЧИНЕНОГО У ВОДІ ВІД ТЕМПЕРАТУРИ**

Таблиця В.1 – Значення масової концентрації кисню, розчиненого у воді, в стані рівноваги з повітрям при атмосферному тиску 101,3 кПа в залежності від температури

Температура води, °С	Масова концентрація кисню у воді, мг/дм ³	Температура води, °С	Масова концентрація кисню у воді, мг/дм ³
0	14,62	23	8,58
1	14,22	24	8,42
2	13,83	25	8,26
3	13,46	26	8,11
4	13,11	27	7,97
5	12,77	28	7,83
6	12,45	29	7,69
7	12,14	30	7,56
8	11,84	31	7,43
9	11,56	32	7,30
10	11,29	33	7,18
11	11,03	34	7,06
12	10,78	35	6,94
13	10,54	36	6,84
14	10,31	37	6,72
15	10,08	38	6,62
16	9,87	39	6,51
17	9,66	40	6,41
18	9,47	41	6,31
19	9,28	42	6,21
20	9,09	43	6,11
21	8,91	44	6,02
22	8,74	45	6,93

Примітка 14. Значення у таблиці В.1 наведено згідно з [31].

ДОДАТОК Д

(ДОВІДКОВИЙ)

**ЗАЛЕЖНІСТЬ МАСОВОЇ КОНЦЕНТРАЦІЇ ВОДНЮ,
РОЗЧИНЕНОГО У ВОДІ ВІД ТЕМПЕРАТУРИ**

Таблиця Д.1 – Значення масової концентрації, у мікрограмах на кубічний дециметр, водню, розчиненого у воді, в стані рівноваги з повітрям при атмосферному тиску 101,3 кПа в залежності від температури t, у градусах Цельсія

t, °C	0	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	0,6	0,7	0,8	0,9
15	1671	1669	1668	1666	1665	1663	1662	1660	1659	1657
16	1656	1654	1653	1651	1650	1659	1647	1646	1644	1643
17	1641	1640	1638	1637	1635	1634	1633	1631	1630	1628
18	1627	1625	1624	1623	1621	1620	1618	1617	1615	1614
19	1613	1611	1610	1608	1607	1606	1604	1603	1601	1600
20	1599	1597	1596	1594	1593	1591	1590	1588	1587	1585
21	1584	1582	1581	1579	1578	1576	1575	1573	1572	1571
22	1569	1568	1566	1565	1563	1562	1561	1559	1558	1556
23	1555	1554	1552	1551	1550	1548	1547	1545	1544	1543
24	1541	1540	1539	1537	1536	1535	1533	1532	1531	1530
25	1528	1527	1526	1524	1523	1522	1521	1519	1518	1517
26	1515	1514	1513	1512	1511	1509	1508	1507	1506	1504
27	1503	1502	1501	1500	1498	1497	1496	1495	1494	1492
28	1491	1490	1489	1488	1486	1485	1484	1483	1482	1481
29	1480	1478	1477	1476	1475	1474	1473	1472	1470	1469
30	1468	1467	1466	1465	1464	1463	1462	1460	1459	1458
31	1457	1456	1455	1454	1453	1452	1451	1450	1449	1448
32	1446	1445	1444	1443	1442	1441	1440	1439	1438	1437
33	1436	1435	1434	1433	1432	1421	1420	1419	1418	1417
34	1426	1425	1424	1423	1421	1420	1419	1418	1417	1417
35	1416	1415	1414	1413	1412	1411	1410	1409	1408	1407
36	1406	1405	1404	1403	1402	1401	1400	1399	1398	1397
37	1396	1395	1394	1393	1392	1391	1390	1389	1388	1387
38	1386	1385	1384	1383	1382	1382	1381	1380	1379	1378
39	1377	1376	1375	1374	1373	1372	1371	1370	1369	1368

ДОДАТОК Ж
(довідковий)
БІБЛІОГРАФІЯ

1 Закон України «Про метрологію та метрологічну діяльність» від 05 червня 2014 № 1314-VII

2 Порядок проведення повірки законодавчо регульованих засобів вимірювальної техніки, що перебувають в експлуатації, та оформлення її результатів, затверджено наказом Міністерства економічного розвитку і торгівлі України від 08 лютого 2016 року N 193, зареєстрованим у Міністерстві юстиції України 24 лютого 2016 року за N 278/28408

3 Про затвердження визначень основних одиниць SI, назв та визначень похідних одиниць SI, десяткових кратних і частинних від одиниць SI, дозволених позасистемних одиниць, а також їх позначень та Правил застосування одиниць вимірювання і написання назв та позначень одиниць вимірювання і символів величин. затверджено наказом Міністерства економічного розвитку і торгівлі України від 04 серпня 2015 року N 914, зареєстрованим у Міністерстві юстиції України 25 серпня 2015 року за N 1022/27467

4 Критерії, яким повинні відповідати наукові метрологічні центри, державні підприємства, які належать до сфери управління Міністерства економічного розвитку і торгівлі України та провадять метрологічну діяльність, та повірочні лабораторії, які уповноважуються або уповноважені на проведення повірки законодавчо регульованих засобів вимірювальної техніки, що перебувають в експлуатації, затверджено наказом Міністерства економічного розвитку і торгівлі України 23.09.2015 № 1192, зареєстрованим в Міністерстві юстиції України 7 жовтня 2015 р. за № 1213/27658

5 Міжповірочні інтервали законодавчо регульованих засобів вимірювальної техніки, що перебувають в експлуатації, за категоріями, затверджено наказом Міністерства економічного розвитку і торгівлі України 13.10.2016 № 1747, зареєстровано в Міністерстві юстиції України 01 листопада 2016 р. за № 1417/29547

6 Технічний регламент законодавчо регульованих засобів вимірювальної техніки, затверджений постановою Кабінету Міністрів України від 13 січня 2016 р. № 94

7 ДБН В.2.5-56-2014 Системи протипожежного захисту

8 ДБН В.2.5-64:2012 Внутрішній водопровід та каналізація

9 ДБН В.2.5-67:2013 Опалення, вентиляція та кондиціонування

10 ДНАОП 0.00-1.07-94 Правила будови та безпечної експлуатації посудин, що працюють під тиском, затверджені наказом Комітету по нагляду за охороною праці України від 18.10.94 N 104

11 НАПБ А.01.001-2014 Правила пожежної безпеки в Україні, затверджено наказом Міністерства внутрішніх справ України від 30.12.2014 № 1417, зареєстровано в Міністерстві юстиції України 05.03.2015 за № 252/26697

12 НПАОП 40.1-1.01-97 Правила безпечної експлуатації електроустановок

13 НПАОП 73.1-1.11-12 Правила охорони праці під час роботи в хімічних лабораторіях

14 ГОСТ 12.1.005-88 (2001) Система стандартів безпеки праці. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

15 ГОСТ 12.2.007.0-75 Система стандартів безпеки праці. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности.

16 ГОСТ 12.4.009-83 Система стандартів безпеки праці. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

прДСТУ____: 20__

17 ГОСТ 12.1.018-93 Система стандартов безопасности труда. Пожаровзрывобезопасность статического электричества. Общие требования

18 ГОСТ 12.1.030-81 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Защитное заземление. Зануление

19 ГОСТ 12.4.124-83 Система стандартов безопасности труда. Средства защиты от статического электричества. Общие технические требования

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

21 ГОСТ 5496-78 Трубки резиновые технические. Технические условия

22 ГОСТ 13045-81 Ротаметры. Общие технические условия

23 ГОСТ 14014-82 Приборы и преобразователи измерительные напряжения, тока, сопротивления цифровые. Общие технические условия

24 ГОСТ 19627-74 Гидрохинон (парадиоксибензол). Технические условия

25 ГОСТ 25336-82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

26 ГОСТ 27460-87 Трубки, капилляры и палочки из боросиликатного стекла. Общие технические условия

27 ТУ 25-04-2131-78 Мегаомметр М 4100/3. Технические условия

28 ТУ 25-11-834-80 Мешалка магнитная. Технические условия

29 ТУ 25-2021.003-88 Термометры лабораторные. Технические условия.

30 ТУ 64-1-3229-80 Термостат водяной 1ТЖ-0-03 (2Т2.998.038 ТУ)

31 ISO 5814:1990(E). Water quality-Determination of dissolved oxygen Electrochemical probe method.

Код УКНД 17.020

Ключові слова: методика повірки, аналізатори розчиненого кисню, аналізатори розчиненого водню, абсолютна похибка, повірочні газові суміші (ПГС).
