

УТВЕРЖДАЮ
раздел «Методика поверки»

н.р 63266-16

УТВЕРЖДАЮ

АО Государственный научный центр
Российской Федерации
Физико-энергетический институт
имени А.И. Лейпунского «ГНЦ РФ-ФЭИ»

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

Заместитель генерального директора -
директор ОФХТ

[Signature]
А.Н. Щипунов

[Signature]
П.Н. Мартынов



2015 г.

«10» 06 2015 г.

Датчики термодинамической активности кислорода ДАК-03
в свинцовосодержащих металлических расплавах

Руководство по эксплуатации

Э.043.7562 РЭ

СОГАСОВАНО

Главный метролог - начальник отдела 31

[Signature]
В.М. Левченко
«10» 06 2015 г.

Заместитель директора по науке и
технологиям ОФХТ

[Signature]
Р.Ш. Асхадуллин
«10» 06 2015 г.

Главный конструктор - начальник отдела 13

[Signature]
А.Т. Сулим
«10» 06 2015 г.

Начальник лаборатории 100

[Signature]
А.Н. Стороженко
«10» 06 2015 г.

Ивл. № подл.	Подп. и дата
Ивл. № дубл.	Подп. и дата
Взам. инв. №	Подп. и дата



КОПИЯ ВЕРНА
Начальник УДО АО «ГНЦ РФ - ФЭИ»
[Signature]
Ю.В. Фролов
«10» 06 2015 г.

4 Методика поверки

4.1 Операции поверки

4.1.1 Настоящая методика распространяется на датчики ТДА кислорода Э.043.7562 ТУ и устанавливает методы и средства их первичной и периодической поверки. Первичной поверке подлежат все вновь выпускаемые датчики. Периодической поверке подлежат датчики, находящиеся в эксплуатации и подпадающие под сферу Государственного метрологического контроля и надзора.

Методика поверки устанавливает методы первичной и периодической поверок и порядок оформления результатов поверки. Интервал между поверками 1 год.

4.1.2 Операции поверки указаны в таблице 2.

Таблица 1 – Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта методики	Проведение операции при поверке	
		первичной	периодической
Внешний осмотр	4.7.1	да	да
Опробование	4.7.2	да	да
Определение относительной погрешности измерений ЭДС от НСХ	4.7.3	да	да

4.2 Средства поверки

4.2.1 При поверке датчиков используют средства поверки, указанные в таблице 2.

Таблица 2

Номер пункта документа по поверке	Наименование и тип (условное обозначение) основного и вспомогательного средства поверки; обозначение нормативного документа, регламентирующего технические требования, и (или) метрологические и основные технические характеристики средства поверки
4.7.2, 4.7.3	Установка для поверки датчиков термодинамической активности кислорода в свинцовосодержащем металлическом расплаве УП ДАК диапазон температур рабочей среды 250 - 650 °С, давление рабочей среды, не более 0,5 МПа, диапазон воспроизведения относительных значений ТДА кислорода в контролируемой среде от 10^{-6} до 1, пределы допускаемой относительной погрешности воспроизведения значений

Инв. № полл.	Подп. и дата	Взам. инв. №	Инв. № дубл.	Подп. и дата
--------------	--------------	--------------	--------------	--------------

Изм.	Лист	№ докум.	Подп.	Дата
------	------	----------	-------	------

4.2.2 Вместо указанных в таблице средств поверки разрешается применять другие, обеспечивающие измерения соответствующих параметров с требуемой точностью.

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

4.3 Требования безопасности

4.3.1 При работе с датчиками необходимо выполнять общие правила работы с электрическими установками до 1000 В и требования безопасности, предусмотренные ГОСТ 12.1.019-79, ГОСТ 12.3.002-75, ГОСТ 12.1.004-85, ГОСТ 12.1.007-76, ГОСТ 12.1.019-79, ГОСТ 22261-94.

4.3.2 К поверке должны допускаться лица имеющие право на поверку (аттестованные в качестве поверителей), прошедшие инструктаж по правилам эксплуатации датчиков и связанного с ними оборудования. Квалификационная группа лиц должна быть не ниже III по «Правилам техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителей».

4.4 Условия поверки

4.4.1 При проведении поверки соблюдаются следующие условия:

- давление рабочей среды, МПа, не более 0.5
- диапазон изменения температуры рабочей среды, °С от плюс 350 до плюс 650
- скорость течения исследуемой среды, м/с, не более 2
- скорость изменения температуры исследуемой среды, °С/с, не более 10
- температура окружающей среды, °С от плюс 5 до плюс 40
- относительная влажность воздуха при температуре 25 °С, %, не более 80
- атмосферное давление, кПа (мм. рт. ст.) 84.0 - 106.7 (630 - 800)

4.5 Подготовка к поверке

4.5.1 Изучить руководство по эксплуатации УП ДАК, принцип работы и назначение органов управления, а также руководства по эксплуатации на аппаратуру входящую в комплект УП ДАК.

4.5.2 Произвести визуальный осмотр внешнего вида УП ДАК. Убедиться в отсутствии внешних повреждений;

4.5.3 Проверить комплектность УП ДАК.

Инв. № подл.	Подп. и дата	Взам. инв. №	Инв. № дубл.	Подп. и дата

Изм.	Лист	№ докум.	Подп.	Дата

4.6 Требования к квалификации поверителя

4.6.1 К проведению поверки допускают лиц, имеющих высшее или среднетехническое образование, опыт работы в метрологических лабораториях не менее одного года, владеющих техникой электрохимических измерений, изучивших настоящую методику поверки и аттестованных в качестве поверителя.

4.7 Проведение поверки

4.7.1 Внешний осмотр

4.7.1.1 При проведении внешнего осмотра провести операции по 2.1 и 2.2 настоящего РЭ.

4.7.2 Опробование

4.7.2.1 При опробовании провести операции по 2.3 - 2.5 настоящего РЭ.

4.7.3 Проверка пределов допускаемого относительного отклонения ЭДС (E) от НСХ

4.7.3.1 Пределы допускаемой относительной погрешности ЭДС датчика от НСХ определяют в трех точках рабочего диапазона ТДА кислорода, воспроизводимого УП ДАК: при $a = 1$, $a = a_{NiO}$ и $a = a_{Fe_3O_4}$ (10^{-6}), где a - ТДА кислорода.

4.7.4 Проверка пределов относительной погрешности ЭДС от НСХ при $a = 1$.

4.7.4.1 Разместить датчики в установке.

4.7.4.2 Заполнить реакционную камеру Ag до давления 0,5 МПа.

4.7.4.3 Убедиться в герметичности установки по отсутствию падения давления при закрытом вентиле на выходе газа из реакционной емкости.

4.7.4.4 Установить температуру расплава $T = 650$ °С.

4.7.4.5 Осуществить насыщение расплава кислородом до максимальных значений ($a = 1$) с помощью твердофазного массообменного аппарата УП ДАК.

4.7.4.6 Погрузить в расплав источник Рв.

4.7.4.7 Измерить ЭДС датчиков от НСХ при температуре 650 °С.

Относительную погрешность измерений ЭДС от НСХ при $a = 1$ определить по формуле (1):

$$\delta = (E_T - E_{изм})/E_T \cdot 100\%, \quad (1)$$

где E_T – расчетное значение ЭДС от НСХ датчиков определяемое по формулам (2) – (4).

$E_{изм}$ – измеренное значение ЭДС от НСХ датчиков.

Инв. № подл.	Подп. и дата
Взам. инв. №	Инв. № дубл.
Подп. и дата	Подп. и дата

Изм.	Лист	№ докум.	Подп.	Дата	Э.043.7562 РЭ	Лист
						17

Электрод сравнения Bi-Bi₂O₃

$$E_T = 0,131 - 1,5 \times 10^{-5} T [1 + 6,61 \lg(a)] \quad (2)$$

Электрод сравнения Pb-Bi; Fe-Fe₃O₄

$$E_T = -0,29 - 0,95 \times 10^{-4} T [1 + 1,04 \lg(a)] \quad (3)$$

Электрод сравнения In-In₂O₃

$$E_T = -421,9 + 0,015 T - \ln(a) [5,1 + 0,018 T] \quad (4)$$

*Примечание** Расчётное значение ЭДС датчиков получается в результате построения диаграмм зависимости E-a-T, исходя из фундаментальных законов термодинамики.

4.7.4.8 Осуществить ступенчатое снижение температуры с шагом 50 °С до значений 350 °С с выдержкой при каждом значении температуры – 1 ч.

4.7.4.9 Измерить ЭДС датчиков от НСХ при температуре 350 °С.

Относительную погрешность измерений ЭДС от НСХ при $a = 1$ определить по формуле (1):

4.7.5 Проверка пределов относительной погрешности измерений ЭДС от НСХ при $a = a_{NiO} \cdot 10^{-3}$

4.7.5.1 Разместить датчики в установке УП ДАК.

4.7.5.2 Заполнить реакционную камеру Ag до давления 0,5 МПа.

4.7.5.3 Убедиться в герметичности установки по отсутствию падения давления при закрытом вентиле на выходе газа из реакционной емкости.

4.7.5.4 Установить температуру расплава $T = 650$ °С.

4.7.5.5 Осуществить насыщение расплава кислородом до значений ($a = a_{NiO} \cdot 10^{-3}$) с помощью твердофазного массообменного аппарата УП ДАК.

4.7.5.6 Погрузить в расплав источник Ni.

4.7.5.7 Измерить ЭДС датчиков от НСХ при температуре 650 °С.

Осуществить ступенчатое снижение температуры (с шагом 50 °С) до значения температуры 350°С, с выдержкой при каждом значении температуры – 1 ч

4.7.5.8 Измерить ЭДС датчиков от НСХ при температуре 350 °С.

Относительную погрешность при $a = a_{NiO}$ определить по формуле (1).

4.7.6. Проверка пределов относительной погрешности измерений ЭДС от НСХ при $a = a_{Fe_3O_4} (10^{-6})$

4.7.6.1 Разместить датчики в установке УП ДАК.

4.7.6.2 Заполнить реакционную камеру Ag до давления 0,5 МПа.

Инв. № полл.	Подп. и дата
Взам. инв. №	Инв. № дубл.
Подп. и дата	Подп. и дата

Изм.	Лист	№ докум.	Подп.	Дата	Э.043.7562 РЭ	Лист
						18

4.7.6.3 Убедиться в герметичности установки по отсутствию падения давления при закрытом вентиле на выходе газа из реакционной емкости.

4.7.6.4 Установить температуру расплава $T = 650\text{ }^{\circ}\text{C}$.

4.7.6.5 Провести водородную очистку расплава, установив расход H_2 через УП ДАК 3 л/ч. Окончание очистки определяется достижением показаний УП ДАК на уровне 500 ± 50 мВ.

4.7.6.6 Погрузить в расплав источник Fe.

4.7.6.7 Измерить ЭДС датчиков от НСХ при температуре $650\text{ }^{\circ}\text{C}$.

4.7.6.8 Осуществить ступенчатое снижение температуры (с шагом $50\text{ }^{\circ}\text{C}$) до значения температуры $350\text{ }^{\circ}\text{C}$, с выдержкой при каждом значении температуры – 1 ч

4.7.6.9 Измерить ЭДС датчиков от НСХ при температуре $350\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Относительную погрешность при $a = a_{\text{Fe}_3\text{O}_4}$ определить по формуле (1).

Провести 3 измерения в каждой температурной точке каждой ТДА (a) и рассчитать среднее значение.

4.7.7.5 Предельное значение ЭДС от НСХ не должно превышать $\pm 10\%$.

4.8. Оформление результатов поверки

4.8.1 При проведении операций поверки вести протокол результатов измерений произвольной формы.

4.8.2 Положительные результаты поверки датчиков оформить свидетельством о поверке.

4.8.3 При отрицательных результатах поверки датчиков выдать извещение о непригодности с указанием причин непригодности.

4.8.4 Знак поверки представляет собой наклейку и наносится на свидетельство о поверке.

Разработал:

Начальник НИО-6 ФГУП «ВНИИФТРИ»

В.И. Добровольский

Инв. № подл.	Подл. и дата
Взам. инв. №	Инв. № дубл.
Подл. и дата	Подл. и дата

Изм.	Лист	№ докум.	Подп.	Дата	Э.043.7562 РЭ	Лист
						19