

КИСЛОРОДОМЕР АЖА-101М

РУКОВОДСТВО ПО ЭКСПЛУАТАЦИИ
5М2.840.081-09 РЭ

СОДЕРЖАНИЕ

Введение	3
1 ОПИСАНИЕ И РАБОТА	3
1.1 Назначение	3
1.2 Технические характеристики.....	3
1.3 Принцип измерения концентрации кислорода	5
1.4 Состав прибора	7
1.5 Устройство и работа	7
1.6 Маркировка, пломбирование и упаковка прибора	15
2 ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ПО НАЗНАЧЕНИЮ	15
2.1 Эксплуатационные ограничения	15
2.2 Подготовка прибора к использованию	15
2.3 Настройка прибора.....	18
2.4 Порядок работы	21
3 ТЕХНИЧЕСКОЕ ОБСЛУЖИВАНИЕ	22
4 ХРАНЕНИЕ	22
5 ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ	22
Приложение А - Таблица растворимости кислорода в дистиллированной воде, насыщенной воздухом при атмосферном давлении 101,3 кПа (760 мм рт.ст.)	23
Приложение Б - Таблица растворимости кислорода в морской воде, в зависимости от солевого содержания насыщенной воздухом при атмосферном давлении 101,3 кПа (760 мм рт. ст.)	24
Приложение В - Иодометрический метод Винклера	25

Настоящее руководство по эксплуатации предназначено для изучения устройства, принципа действия, технических характеристик кислородомера АЖА-101М (далее - прибор) и содержит сведения, необходимые для правильной эксплуатации, транспортирования, технического обслуживания и поддержания прибора в постоянной готовности к работе.

В зависимости от типа измерительного устройства прибор выпускается в следующих модификациях:

АЖА-101М - с измерительным устройством погружного типа.

АЖА-101.1М - с измерительным устройством для проведения анализа воды на содержание кислорода в колбе.

АЖА-101.2М - с измерительными устройствами, входящими в комплект приборов АЖА-101М и АЖА101.1М.

1 ОПИСАНИЕ И РАБОТА

1.1 Назначение

Прибор предназначен для оперативного измерения содержания растворенного кислорода и температуры в пробах технологических растворов, природных и сточных вод, а также непосредственно в водоеме.

Портативный прибор с автономным или сетевым питанием может быть применен на очистных сооружениях природных и сточных вод в различных отраслях промышленности, сельского хозяйства и органов охраны окружающей природной среды.

Прибор по устойчивости к климатическим воздействиям соответствует требованиям группы 3 ГОСТ 22261.

Условия эксплуатации прибора:

- а) температура окружающего воздуха от 5 °С до 40 °С;
 - б) атмосферное давление от 84 до 106,7 кПа (от 630 до 800 мм рт. ст.);
 - в) относительная влажность воздуха от 30 % до 90 % при 25 °С;
 - г) механические воздействия должны отсутствовать;
 - д) температура анализируемой среды от 0 до 50 °С в режиме измерения температуры и от 0 до 40 °С - в режиме измерения концентрации растворенного кислорода.
 - е) параметры контролируемой среды:
 - в режиме измерения температуры среды температура от 0 до 50 °С;
 - в режиме измерения концентрации растворенного кислорода температура от 0 до 40 °С.
- Контролируемая среда:
- природные воды (реки, озера, водохранилища);
 - сточные воды промышленных предприятий, представляющие многокомпонентную смесь органических и минеральных соединений.
 - пожаровзрывобезопасная, нерадиоактивная, нетоксичная.

1.2 Технические характеристики

1.2.1 Диапазоны измерения и цены единиц младшего разряда преобразователя соответствуют значениям, указанным в таблице 1.

Таблица 1

Режим измерения		Диапазон измерения прибора	Диапазон показаний преобразователя	Цена единицы младшего разряда (дискретность)
Концентрация растворенного в воде кислорода	% O ₂	от 0,0 до 199,9 от 0 до 320	от 0,0 до 199,9 от 0 до 500	0,1 1
	мг/л	от 0,00 до 19,99 от 0,0 до 30,0	от 0,00 до 19,99 от 0,0 до 50,0	0,01 0,1
Температура анализируемой среды	°С	от 0,0 до 50,0		0,1
Примечание – % O ₂ - концентрация кислорода в воде выраженная в % от концентрации кислорода в той же воде при насыщении ее кислородом воздуха.				

1.2.2 Визуальный отсчет значений измеряемой величины производится в цифровой форме по жидкокристаллическому индикатору преобразователя в соответствующих единицах (%O₂; мг/л; °C).

1.2.3 Питание преобразователя осуществляется от автономного источника напряжением от 5 до 6 В (например четыре встроенных элемента типа "316" или аккумуляторы).

Предусмотрена также возможность питания прибора от сети однофазного переменного тока напряжением (220 ± 22) В, частотой переменного тока (50 ± 1) Гц через блок сетевого питания с выходным напряжением от 6 до 9 В.

Мощность, потребляемая преобразователем при питании от сети переменного тока, не более 8 В·А.

Прибор допускает непрерывную работу от сети переменного тока в течение не менее 8 ч.

Время перерыва до повторного включения - не менее 15 мин.

Время непрерывной работы прибора от автономного источника не более 4 ч в сутки.

В приборе имеется автоматическая сигнализация понижения напряжения питания автономного источника до значений от 4,6 до 4,9 В.

1.2.4 Максимальное значение тока, потребляемого от автономного источника, не более 15 мА.

1.2.5 Диапазон автоматической термокомпенсации преобразователя от 0 до 50 °C.

1.2.6 Поляризирующее напряжение минус (750 ± 75) мВ.

1.2.7 Пределы допускаемой основной абсолютной погрешности преобразователя и прибора соответствуют значениям, приведенным в таблице 2.

Таблица 2

Измеряемая величина	Диапазон измерения	Предел допускаемой основной абсолютной погрешности	
		преобразователя	прибора
Концентрация растворенного в воде кислорода	От 0 до 199,9 %O ₂	± (0,4 + 0,005 A) % O ₂	± (2 + 0,01A) % O ₂
	От 0 до 500 %O ₂	± (2 + 0,005 A) % O ₂	± (4 + 0,01A) % O ₂
	От 0 до 19,99 мг/л	± (0,04 + 0,005 A) мг/л	± (0,2 + 0,01A) мг/л
	От 0 до 50,0 мг/л	± (0,2 + 0,005 A) мг/л	± (0,4 + 0,01A) мг/л
Температура анализируемой среды	от 0 до 50,0 °C	± 0,3 °C	± 0,5 °C
Примечания			
1 А - концентрация растворенного кислорода % O ₂ (мг/л).			
2 В диапазонах концентраций от 30,0 до 50,0 мг/л и от 320 до 500 % O ₂ основная абсолютная погрешность прибора не нормируется.			

1.2.8 Пределы допускаемых дополнительных погрешностей, вызванных изменениями внешних влияющих величин, соответствуют значениям, приведенным в таблице 3.

Таблица 3

Влияющие величины	Значения влияющих величин	Предел допускаемых значений дополнительных погрешностей (в долях предела допускаемой абсолютной основной погрешности на конце диапазона измерения)		
		прибора в режиме измерения концентрации кислорода	преобразователя в режиме измерения	
			концентрации кислорода	температуры
1 Температура окружающего воздуха, на каждые 10 °C	от 5 °C до 40 °C	-	1,5	0,8
2 Относительная влажность окружающего воздуха	до 90 % при 25 °C	-	1,0	-
3 Температура анализируемой среды на каждые 5 °C	от 0 до 40 °C от 0 до 50 °C	1,0 -	- 1,5	-
4 Напряжение питания, на каждые 22 В	от 198 до 242 В	-	1,0	0,6
5 Выходное напряжение блока сетевого питания от нормального значения (7,5 ± 0,1 В)	от 5 до 10 В	-	1,0	0,6

1.2.9 Тепловая инерционность термокомпенсатора не превышает 3 мин.

1.2.10 Динамические характеристики прибора в режиме измерения концентрации кислорода.

Время установления показаний прибора ($t_{0,9}$; t_y) не более: $t_{0,9}$ - 2 мин, t_y - 3 мин.

Время запаздывания результатов измерений ($t_{0,1}$) не более 0,5 мин.

1.2.11 Изменение показаний, нестабильность прибора за время равное продолжительности непрерывной работы не превышает предела допускаемой основной абсолютной погрешности.

1.2.12 Устройство измерительное погружного типа герметично при избыточном давлении анализируемой среды до 50 кПа. Степень защиты от проникновения воды IPX 8 ГОСТ 14254-96.

1.2.13 Время установления рабочего режима прибора не превышает 15 мин.

1.2.14 Габаритные размеры:

- преобразователя не более 245x115x75 мм;
- измерительного устройства погружного типа не более \varnothing 76x270 мм;
- измерительного устройства для измерения в колбе не более \varnothing 58x220 мм.

Масса прибора: АЖА-101М – не более 3,0 кг;

АЖА-101.1М – не более 2,5 кг;

АЖА-101.2М – не более 4,0 кг.

1.2.15 Среднее время восстановления работоспособного состояния не более 1 ч.

Средняя наработка на отказ преобразователя не менее 10000 ч.

1.2.16 Средний срок службы преобразователя 10 лет.

1.3 Принцип измерения концентрации кислорода

В основу принципа определения растворенного в воде кислорода положен полярографический метод анализа. С помощью этого метода измеряется предельный диффузионный ток при напряжении, которое соответствует восстановлению на индикаторном электроде молекулярного кислорода, содержащегося в воде.

В приборах АЖА-101М применен полярографический датчик растворенного кислорода с внешним источником напряжения поляризации индикаторного электрода (катода) по отношению к вспомогательному электроду (аноду).

Катод и анод датчика погружены в электролит, который отделен от анализируемой среды мембраной, проницаемой для кислорода, но непроницаемой для ионов и паров воды. Кислород из анализируемой среды диффундирует через мембрану в тонкий слой раствора между катодом и мембраной и вступает в электрохимическую реакцию на поверхности катода, который поляризуется внешним напряжением E , приложенным между электродами. При этом значение напряжения описывается уравнением:

$$E = E_a - E_k \pm i \cdot R, \quad (1)$$

где E_a - изменение потенциала анода, мВ;

E_k - изменение потенциала катода, мВ;

i - сила тока, мА;

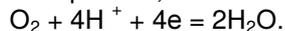
R - сопротивление электролита, Ом.

Вследствие большой площади анода и малых токов анод практически не поляризуется и, следовательно, значения напряжения E можно представить в следующем виде:

$$E = - E_k, \quad (2)$$

Из этого следует, что напряжение поляризации полностью прикладывается к катоду

При определенном потенциале на катоде протекает реакция восстановления кислорода, растворенного в электролите, вызывающая деполяризацию катода.



Возникающий при этом ток определяется количеством кислорода, диффундирующего к катоду, и пропорционален разности концентрации кислорода в анализируемой среде и у катода.

Так как скорость электрохимической реакции у катода обычно значительно больше скорости доставки кислорода и концентрация его на поверхности катода падает до значений, близких к нулю, то силу тока можно представить в виде:

$$I = K \cdot C, \quad (3)$$

где I - сила тока при потенциале восстановления кислорода;

K - коэффициент пропорциональности;

C - концентрация кислорода в анализируемой среде.

В закрытой мембранной электродной системе существуют особенности, связанные с реакцией на присутствие кислорода в анализируемой среде.

Мембрана является диффузионным барьером для кислорода и в ней устанавливается свой определенный градиент концентрации, пропорциональный парциальному давлению кислорода в анализируемой среде.

Ток деполяризации может быть представлен в виде:

$$I_g = K_1 \cdot C, \quad (4)$$

где K_1 - чувствительность электродной системы, которая может быть выражена в мкА/кПа, мкА/мг/л или в мкА/% O_2 ;

C - концентрация кислорода в анализируемой среде, кПа, мг/л, % O_2 .

Значение коэффициента K_1 в общем случае определяется концентрацией кислорода в анализируемой среде и на поверхности катода, диффузионными свойствами анализируемой среды, мембраны и раствора электролита.

Кроме того, коэффициент K_1 зависит также от следующих факторов:

- 1) барометрического давления;
- 2) температуры и состава (рН, солевое содержание) анализируемой среды (приложения А, Б);
- 3) мешающих газов.

1.3.1 Атмосферное давление

При нормальном атмосферном давлении 101,3 кПа (760 мм рт.ст.) парциальное давление кислорода для сухого воздуха составляет 21,2кПа (160 мм рт.ст.), что соответствует его концентрации:

$$\frac{160}{760} \cdot 100 = 21\% .$$

При отклонении атмосферного давления от нормального пропорционально меняется давление кислорода воздуха и ток датчика, процент же содержания кислорода в воздухе остается неизменным.

При измерении растворенного в воде кислорода целесообразно проводить калибровку по воде, насыщенной кислородом воздуха, учитывая, что при 100% насыщении парциальное давление кислорода, растворенного в воде, равно парциальному давлению кислорода в воздухе. При этом следует учитывать, что растворимость кислорода в воде меняется пропорционально изменению парциального давления кислорода в воздухе.

1.3.2 Температура анализируемой воды

При изменении температуры анализируемой воды происходит изменение тока электродной системы за счет изменения скорости диффузии кислорода через мембрану.

При увеличении (уменьшении) температуры анализируемой воды парциальное давление кислорода остается неизменным (без учета давления водяных паров), однако концентрация растворенного в воде кислорода по весу (мг/л) уменьшается (увеличивается).

В приложении А приведена таблица, иллюстрирующая зависимость растворимости кислорода от изменения температуры дистиллированной воды, насыщенной кислородом воздуха при давлении 101,3 кПа (760 мм рт. ст.).

Растворимость кислорода (концентрация кислорода, растворенного в воде) при других давлениях определяется из соотношения:

$$S' = S \cdot \frac{P}{101,3}, \quad (5)$$

где S' - растворимость кислорода при атмосферном давлении P , мг/л;

S - растворимость кислорода при нормальном атмосферном давлении 101,3 кПа, (760 мм. рт. ст.) мг/л;

P - атмосферное давление, кПа.

1.3.3 Мешающие газы

Газы, восстанавливающиеся или окисляющиеся при напряжении поляризации равном 0,750 В, могут вызвать погрешность при отсчете. К таким газам относятся SO_2 , Cl_2 и окислы азота. Малые концентрации сероводорода (H_2S) влияют на растворимость кислорода в воде незначительно, но могут вызвать загрязнение электродной системы.

1.4 Устройство и работа

Прибор представляет собой комплект, включающий преобразователь, измерительное устройство и блок сетевого питания.

1.4.1 Преобразователь

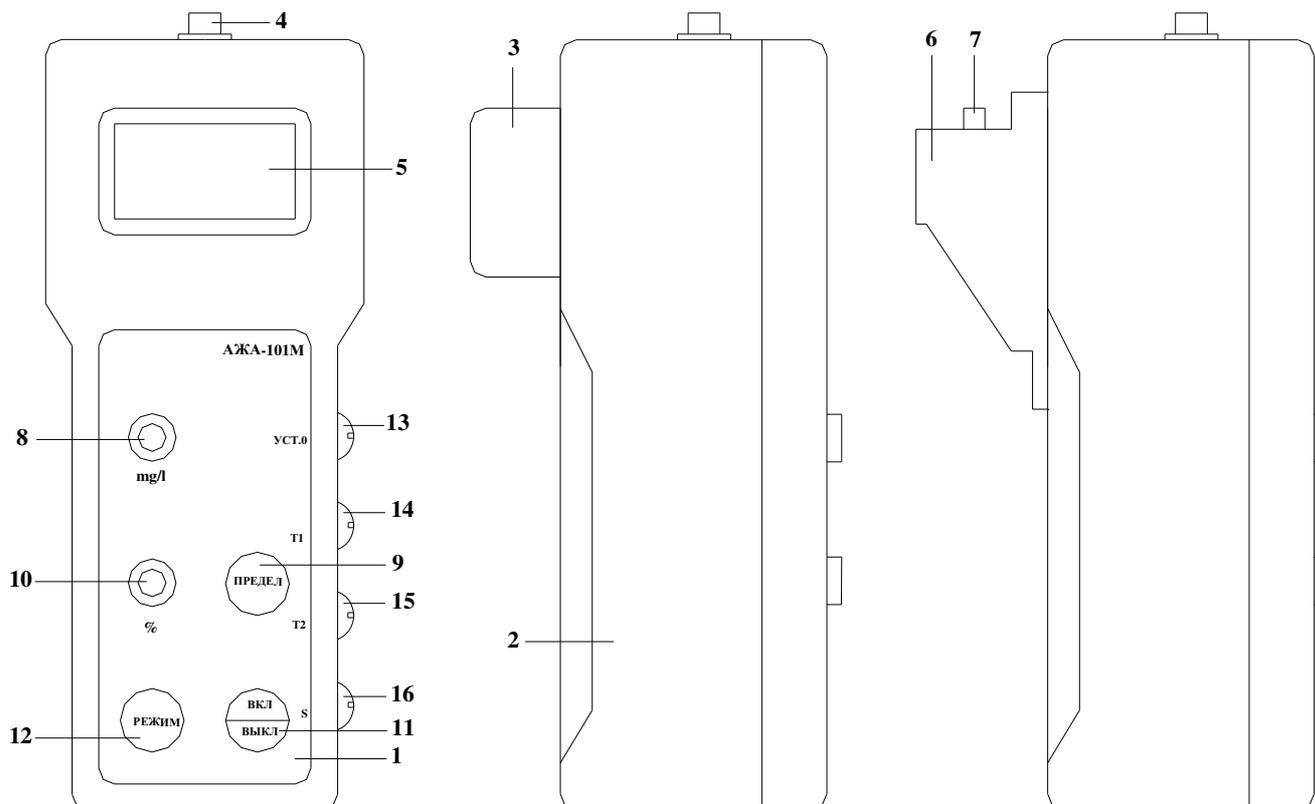
Конструкция преобразователя представлена на рисунке 1.

Преобразователь состоит из соединенных винтами пластмассовой крышки и корпуса, уплотненных резиновой прокладкой. На крышке расположен жидкокристаллический индикатор, органы управления для включения преобразователя, выбора режима и диапазона измерения, органы настройки.

На боковой и задней стенках корпуса размещены вспомогательные органы настройки и разъёмные соединения для подключения вилок кабелей измерительного устройства и блока сетевого питания.

В нижней части корпуса расположен отсек для размещения автономного источника 3 (например, четырех элементов типа "316" или аккумуляторов).

Электрический монтаж выполнен на двух печатных платах, закрепленных внутри корпуса и крышки преобразователя.



1-крышка; 2-корпус; 3-крышка отсеков элементов питания;

4-вилка подключения измерительного устройства; 5-индикатор; 6-блок питания; 7-клемма заземления.

Органы управления: 8-резистор корректировки конечного значения концентрации кислорода в мг/л; 9- кнопка выбора диапазона измерения; 10-резистор корректировки конечного значения концентрации кислорода, %; 11-кнопка включения и выключения преобразователя; 12-кнопка выбора режима измерения; 13-резистор корректировки остаточного диффузионного тока датчика кислорода; 14,15-резисторы корректировки начального (T1) и конечного (T2) значений температуры измерения; 16-резистор согласования крутизны характеристики датчика кислорода и преобразователя.

Рисунок 1 - Конструкция преобразователя

1.4.2 Блок сетевого питания

Блок сетевого питания выполнен в пластмассовом корпусе, подключается непосредственно к разъему в отсеке автономного питания и содержит зажим защитного заземления.

1.4.3 Измерительное устройство погружного типа

Измерительное устройство погружного типа предназначено для измерения растворенного кислорода непосредственно в водоеме.

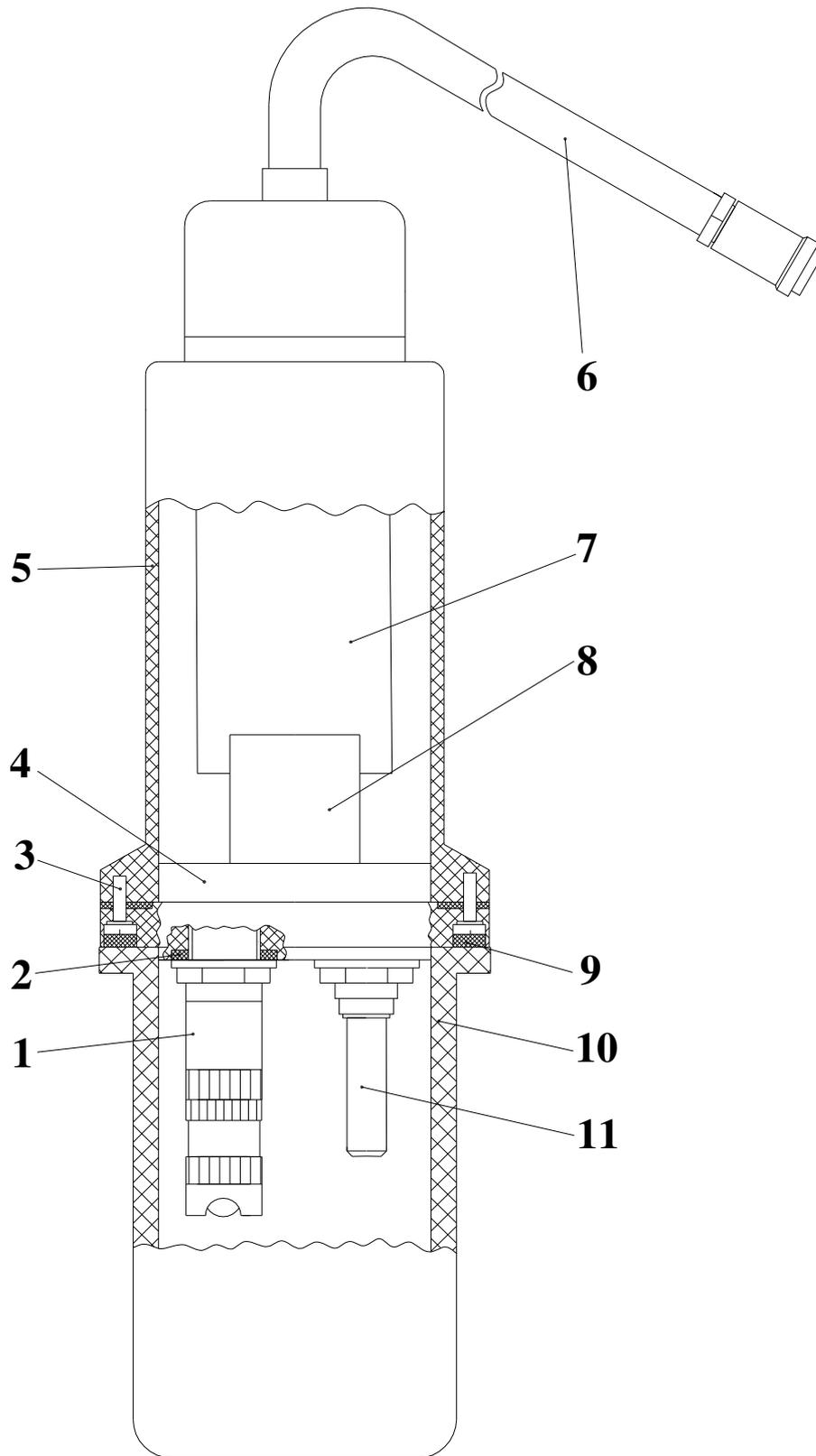
Устройство (рисунок 2) представляет собой корпус 5 с установленным в нижней части основанием 4, на котором расположена печатная плата 7 входных усилителей.

Основание и корпус соединены винтами 3 и уплотнены резиновыми прокладками.

Датчик растворенного кислорода 1 и термокомпенсатор устанавливаются в отверстия с маркировкой "O₂" и "Rt" соответственно, через разъемные соединения и уплотняются резиновыми кольцами 2. Термокомпенсатор поставляется установленным в измерительное устройство.

В верхней части корпуса устройства герметично установлен кабель 6 с вилкой для подключения к преобразователю.

В нижней части измерительного устройства установлен съемный защитный кожух 10.



1 – датчик ДК-02М; 2 – кольцо резиновое; 3 – винт; 4 – основание; 5 – корпус;
6 – кабель; 7 – плата; 8 – кронштейн; 9 – резиновая прокладка; 10 – кожух; 11 – термокомпенсатор

Рисунок 2 – Устройство измерительное погружного типа

1.4.4 Измерительное устройство для измерений растворенного кислорода в колбе или открытых емкостях

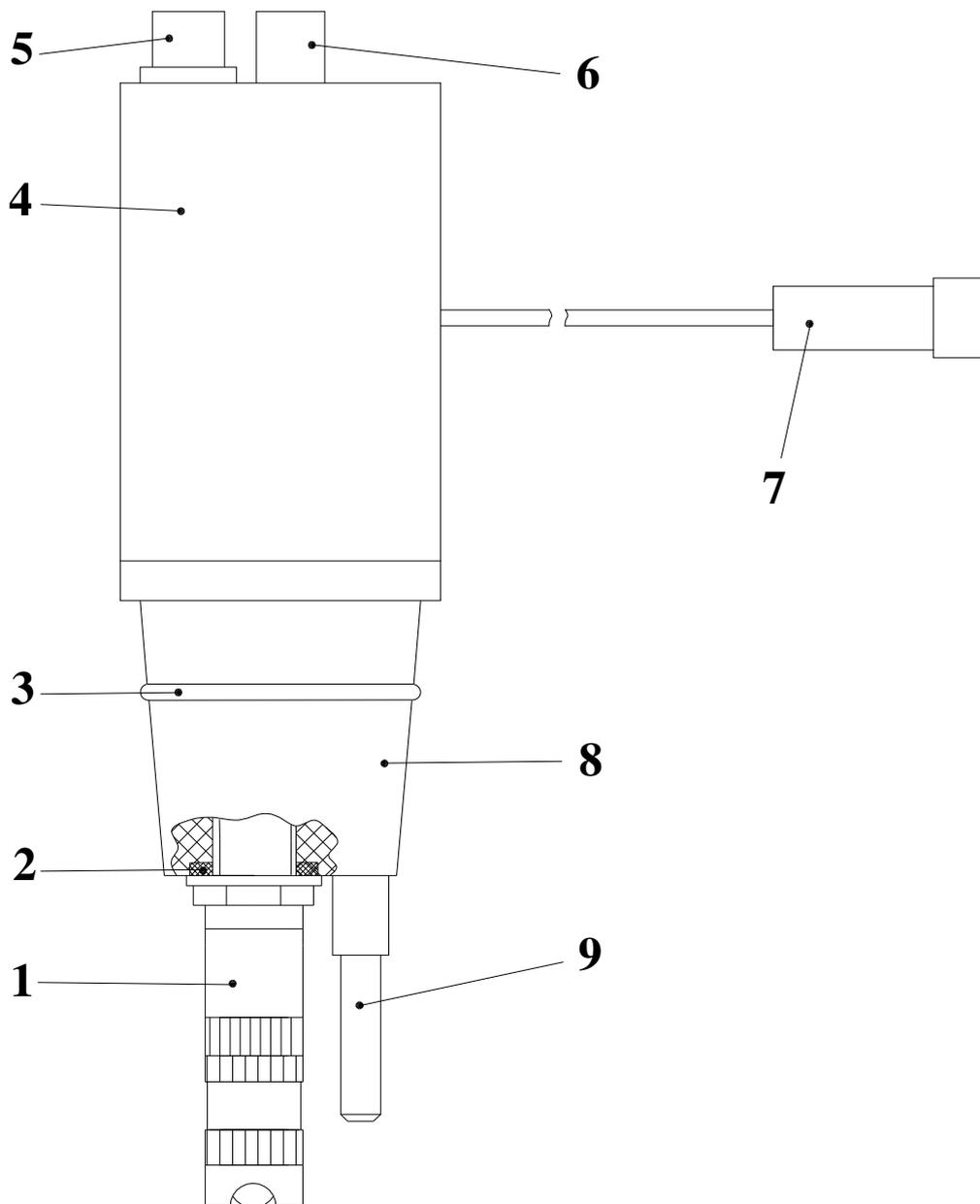
Устройство предназначено для проведения анализа воды на содержание кислорода в колбе со стандартной горловиной по ГОСТ 25336-82 диаметром 45 мм.

Конструкция устройства (рисунок 3) состоит из корпуса 8 и колпака 4.

В корпусе установлен термокомпенсатор 9, являющийся несъемным элементом, а также имеется гнездо «O₂» для установки датчика кислорода 1, уплотненного резиновым кольцом 2.

Внутри колпака расположена печатная плата входного усилителя. На верхней части колпака 4 расположены вилка подключения эквивалентного сопротивления R_{экв} и кнопка 6 переключения с эквивалентного сопротивления R_{экв} на термокомпенсатор Rt.

Подключение измерительного устройства к преобразователю осуществляется кабелем, с разъемом 7.



- 1 – датчик ДК-02М; 2 – кольцо резиновое; 3 – кольцо резиновое; 4 – колпак;
 5 – вилка подключения R_{экв}; 6 – кнопка «Rt/R_{экв}»;
 7 – розетка подключения к преобразователю; 8 – корпус; 9 – термокомпенсатор;

Рисунок 3 - Устройство измерительное для измерения в колбе

1.4.5 Датчики кислорода ДК-02М

Датчик кислорода ДК-02 М (рисунок 4) состоит из корпуса 4 с разъемом 2 и электролитной камеры, состоящей из деталей 5, 7, 8, 10, 11, 12, 13.

В нижней части корпуса, погружаемой в электролит 16, расположена электродная система, состоящая из анода 9 и катода 14.

В качестве ионоселективной мембраны 13 применена фторопластовая пленка.

Разъем 2 датчика защищен колпачком 1.

В нерабочем состоянии мембрана защищена от механических повреждений и высыхания колпачком 15, заполненным дистиллированной водой.

1.4.6 Описание электрической схемы прибора

Структурная схема прибора приведена на рисунке 5.

1.4.6.1 Измерительное устройство включает в себя схему поляризации электродной системы и входные усилители, предназначенные для преобразования в напряжение термокомпенсированного выходного сигнала датчика растворенного кислорода и температурного изменения р-п перехода диодного датчика температуры.

Связь между измерительным устройством и преобразователем по выходным сигналам и питанию осуществляется через кабель и разъемное соединение.

1.4.6.2 Блок измерения выполняет следующие функции:

- согласование характеристик электрода с параметрами преобразователя;
- измерение температуры анализируемого раствора;
- коррекцию показаний прибора при изменении температуры анализируемого раствора.

Управление прибором осуществляется органами, расположенными на лицевой панели и боковой стенке (рисунок 1):

« ВКЛ » - включение и выключение питания преобразователя;
ВЫКЛ

«РЕЖИМ» - выбор режима измерения (мг/л, %, °С);

«ПРЕДЕЛ» - выбор диапазона измерения;

«УСТ. 0» - корректировка остаточного диффузионного тока датчика кислорода;

«Т1» - корректировка начального значения температуры измерения;

«Т2» - корректировка конечного значения температуры измерения;

«S» - согласование крутизны характеристики датчика кислорода и преобразователя (мг/л, %);

«mg/l» - корректировка конечного значения концентрации кислорода при измерении в единицах мг/л;

«%» - корректировка конечного значения концентрации кислорода при измерении в процентах.

Резисторы «mg/l» и «%» имеют две степени регулирования - плавную и грубую:

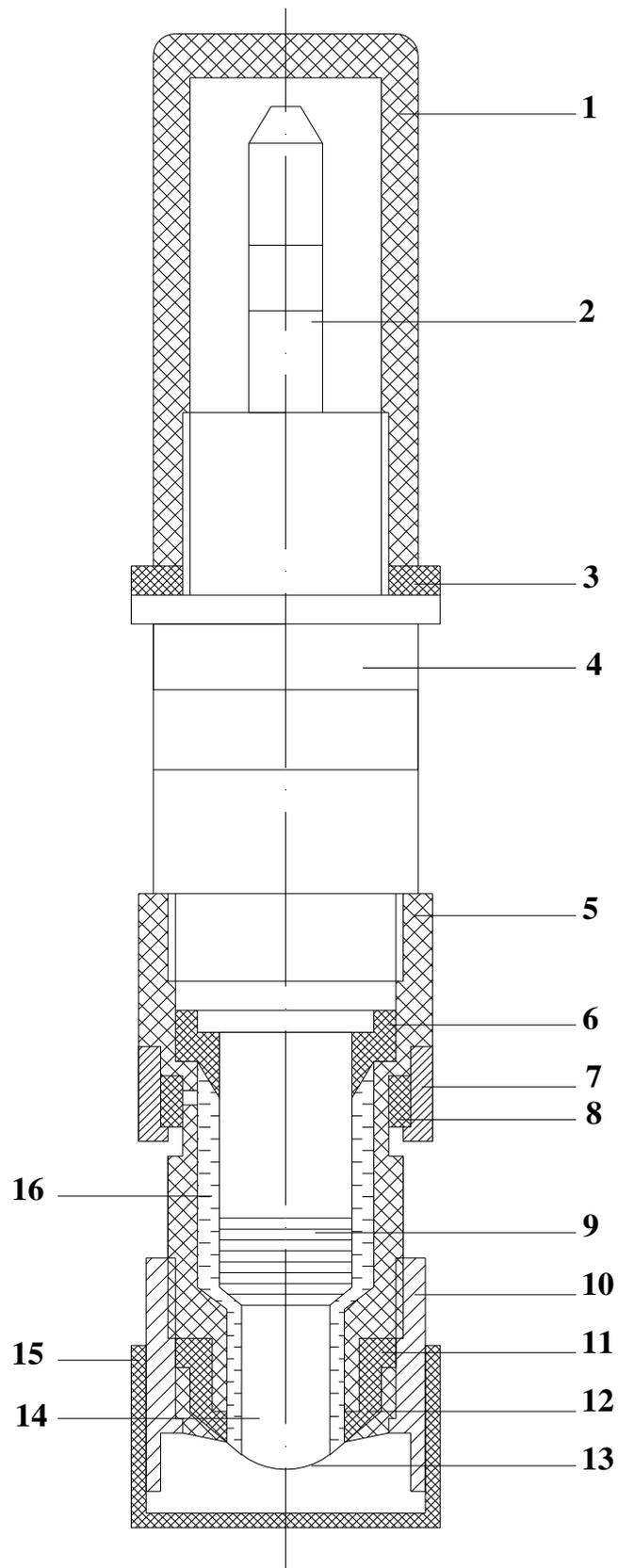
- плавная регулировка – свободное вращение резистора;

- грубая регулировка – при плавной регулировке повернуть ручку до упора (влево или вправо) и небольшим усилием повернуть ручку дальше упора.

1.4.6.3 Блок питания предназначен для питания электронных компонентов схемы.

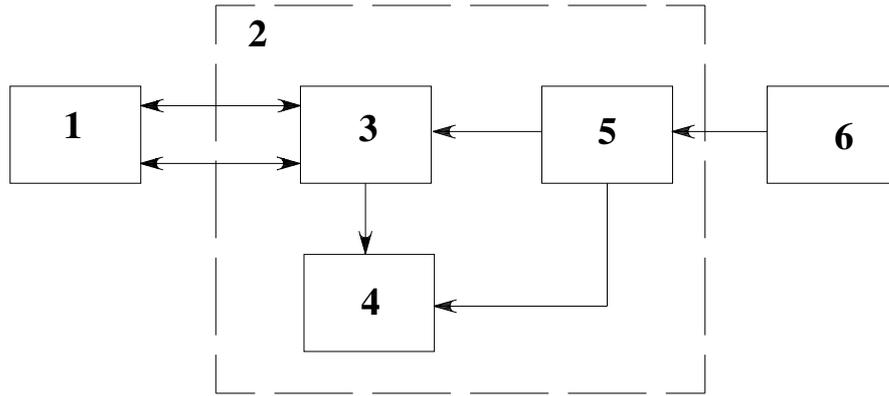
1.4.6.4 Блок индикации показаний предназначен для отображения результатов измерения и фиксации обозначений, характеризующих выбранный режим измерения на цифровом табло индикатора.

1.4.6.5 Блок сетевого питания преобразует напряжение сети переменного тока 220 В в постоянное напряжение 6 В. При подключении к прибору блока сетевого питания автономный источник питания автоматически отключается.



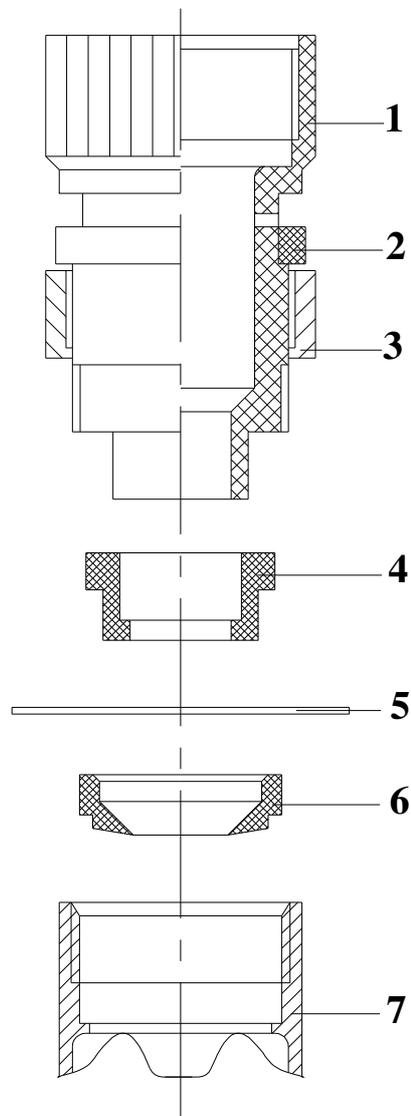
1-колпачок; 2-разъем; 3-кольцо резиновое; 4-корпус; 5-корпус электролитной камеры; 6-прокладка; 7-колпачок; 8-кольцо; 9-анод; 10-гайка; 11-прокладка; 12-кольцо пластмассовое; 13-мембрана; 14-катод; 15-колпачок; 16-электролит.

Рисунок 4 - Датчик кислорода ДК-02М



1- измерительное устройство; 2 - преобразователь; 3 - блок измерения; 4 - блок индикации;
5 - источник питания; 6 - блок сетевого питания.

Рисунок 5 - Структурная схема кислородомера АЖА-101М



1 – корпус электролитной камеры; 2 – кольцо; 3 – колпачок; 4 – прокладка;
5 – мембрана; 6 – кольцо; 7 – гайка.

Рисунок 6 - Сборка электролитной камеры датчика ДК-02М

1.6 Маркировка, пломбирование и упаковка прибора

1.6.1 Маркировка прибора соответствует ГОСТ 22261-94 и чертежам изготовителя.

На каждом преобразователе нанесены:

- товарный знак изготовителя;
- условное обозначение прибора;
- знак Государственного реестра (наносится также на титульный лист формуляра);
- заводской порядковый номер;
- год изготовления.

На блоке сетевого питания нанесены:

- наименование и (или) условное обозначение блока;
- условные обозначения видов и номинальные значения напряжения питающей сети выходного напряжения и выходного тока;
- символ С2 (испытательное напряжение изоляции) по ГОСТ 23217-78;
- знак защитного заземления по ГОСТ 21130-75.

1.6.2 Прибор, принятый ОТК, пломбируется в предусмотренных конструкторской документацией местах. В разделе ФО "Свидетельство о приемке" ставится оттиск клейма ОТК, указывается модификация и заводской номер прибора.

1.6.3 Упаковка прибора, принадлежностей и запасных частей производится по чертежам изготовителя в ящик типа У1 ГОСТ 5959-80. В каждый транспортный ящик вложен упаковочный лист.

1.6.4 Временная противокоррозионная защита прибора должна производиться по варианту защиты ВЗ-10, внутренняя упаковка – по варианту ВУ-5 ГОСТ 9.014-78 в соответствии с чертежами изготовителя.

2 ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ПО НАЗНАЧЕНИЮ

2.1 Эксплуатационные ограничения

К работе с прибором допускается персонал, изучивший настоящее руководство по эксплуатации, действующие правила эксплуатации электроустановок и правила работы с химическими реактивами.

Во время профилактических работ и ремонта прибора необходимо блок сетевого питания отключить от сети.

При работе, профилактических и ремонтных работах необходимо проверять надежность заземления блока сетевого питания.

Клемма заземления не должна быть использована для подключения каких либо проводов.

Заземляющий провод должен быть медным, сечением 2-3 мм² и иметь электрическое сопротивление не более 0,1 Ом.

Электрическое сопротивление заземления в любое время года не должно превышать 4,0 Ом.

Последовательное включение в заземляющий провод нескольких заземляющих элементов запрещается.

Подсоединение заземляющего провода должно производиться до включения прибора в сеть, отсоединение – после его отключения.

При работе с химическими веществами, рекомендуемыми для приготовления и использования контрольных растворов, следует остерегаться попадания сухих веществ и их растворов в органы дыхания, на слизистую оболочку и кожу, соблюдать меры личной гигиены.

В случае попадания растворов химических веществ в глаза, на кожу необходимо промыть загрязненные участки водой.

2.2 Подготовка прибора к использованию

2.2.1 Распаковка

При получении прибора следует вскрыть упаковку, проверить комплектность и убедиться в сохранности упакованных изделий.

Распакованный прибор следует выдержать при температуре (20 ± 5) °С не менее 24 ч.

2.2.2 Подготовка к работе датчиков ДК-02М

Перезарядить датчик ДК-02М необходимо в случае его неисправности или повреждения пленки, а также перед первым применением.

Перезарядка датчика ДК-02 М следует производить в следующем порядке:

- 1) снять электролитную камеру датчика, вращая ее корпус против часовой стрелки;
- 2) снять с электролитной камеры детали 7, 8, 10, 11, 12, 13, 15 (рисунок 4);
- 3) промыть все детали дистиллированной водой и просушить их фильтровальной бумагой;
- 4) произвести сборку электролитной камеры (рисунок 6);
- 5) залить электролитную камеру электролитом (1,0 -1,5 мл 0,8М раствора хлористого калия);
- 6) сдвинуть колпачок 3 вниз, затем сдвинуть вниз резиновое кольцо 2;

7) установить электролитную камеру на датчик, накрутив ее на корпус датчика до упора с наибольшим усилием. При этом излишек электролита вытекает из отверстия в корпусе электролитной камеры;

8) закрыть отверстие, надвинув резиновое кольцо 2 вверх до упора, затем надвинуть на кольцо 2 колпачок 3 до упора.

2.2.3 Подготовка к работе измерительного устройства погружного типа

Для подготовки к работе измерительного устройства (рисунок 2) необходимо выполнить следующее:

- 1) снять защитный кожух 10 (рисунок 2), повернув его против часовой стрелки;
- 2) снять заглушку с гнезда «O₂»;
- 3) ввернуть в гнездо «O₂» датчик кислорода ДК-02 М, используя ключ (поз.13 таблица 4 ФО) уплотнив вход в гнездо кольцом 3 (рисунок 4). Кольцо рекомендуется смазать тонким слоем вазелина;
- 4) установить защитный кожух на корпус измерительного устройства.

2.2.4 Подготовка к работе измерительного устройства для измерений в колбе

Для подготовки к работе измерительного устройства необходимо:

- 1) снять заглушку с гнезда «O₂»;
- 2) ввернуть в гнездо «O₂» датчик кислорода ДК-02 М, используя ключ (поз.13, таблица 4 ФО), уплотнить вход в гнездо кольцом 3 (рисунок 4). Кольцо рекомендуется смазать тонким слоем вазелина.

2.2.5 Подготовка источников питания

Питание прибора осуществляется от четырех элементов 1,5 В или блока сетевого питания.

Для подключения элементов (рисунок 1) необходимо:

- 1) вскрыть крышку 3 отсека на задней панели прибора, для чего отвернуть винт крепления крышки отсека;
- 2) установить элементы в отсек;
- 3) закрыть крышку отсека.

Для работы прибора от блока сетевого питания необходимо:

- 1) заземлить блок сетевого питания, подключить к клемме «» заземляющий провод;
- 2) снять крышку 3 (рисунок 1);
- 3) установить на отсек питания преобразователя блок питания и закрепить его винтом;
- 4) подключить вилку шнура к сетевой розетке ~ 220 В.

2.2.6 Проверка работоспособности прибора

Проверку работоспособности прибора АЖА-101М и АЖА-101.1М проводить следующим образом:

- 1) подключить вилку кабеля измерительного устройства к преобразователю;
- 2) нажать кнопку « $\frac{\text{ВКЛ}}{\text{ВЫКЛ}}$ » и при питании от автономного источника убедиться в его работоспособности.

При снижении напряжения питания ниже установленного уровня на табло индикатора высвечивается символ понижения напряжения питания (символ батареи). В этом случае необходимо заменить элементы согласно 2.2.5;

- 3) освободить гнездо «O₂» измерительного устройства от датчика ДК-02М;
- 4) нажатием кнопки «РЕЖИМ» установить на индикаторе единицы измерения «°С»;
- 5) убедиться в устойчивости показаний. Вращением оси резистора Т1 установить показания прибора соответствующие температуре окружающего воздуха;
- 6) нажатием кнопки «РЕЖИМ» установить на индикаторе единицы измерения «мг/л»;
- 7) вращением оси резистора "УСТ. 0" установить на индикаторе показания (0 ± 0,02) мг/л ((0 ± 0,2) мг/л) (при переключении кнопки «ПРЕДЕЛ» обратить внимание на перемещение запятой);

8) нажатием кнопки «РЕЖИМ» установить на индикаторе единицы измерения «%». Ручкой «УСТ. 0» установить показания индикатора (0 ± 0,2) % O₂ ((0 ± 2) % O₂) (при переключении кнопки «ПРЕДЕЛ» обратить внимание на перемещение запятой);

9) подключить к гнезду «O₂» через уплотнительное кольцо поз.15, кабель поз. 10 (таблица 4 ФО);

10) выводы кабеля соединить между собой, вращая ось резистора «%» установить на индикаторе значение 375 % O₂;

11) нажатием кнопок «РЕЖИМ» и кнопки «ПРЕДЕЛ» установить на индикаторе единицы измерения «мг/л» и дискретность показаний 0,1, вращая ось резистора «mg/l» на лицевой панели прибора установить на индикаторе значение 35,5 мг/л;

12) подключить к гнезду «O₂» через уплотнительное кольцо датчик ДК-02М;

13) проверить работоспособность датчика в условиях окружающего воздуха, для чего нажатием кнопки «РЕЖИМ» установить на индикаторе единицы измерения «мг/л» («%»). После установления устойчивых показаний вращением оси резистора «mg/l» («%») на лицевой панели преобразова

теля установить на индикаторе значение 10 мг/л (100 %). Невозможность установки указанных значений в режиме измерения «мг/л» или «%» свидетельствует о необходимости зарядки (перезарядки) датчика согласно 2.2.2.

При перезарядке датчика необходимо повторить операции по 2.2.6 перечисления 12), 13).

2.3 Настройка прибора

2.3.1 Условия проведения настройки прибора

Настройка прибора должна производиться в следующих условиях:

- | | |
|---|---|
| 1) температура окружающего воздуха | (20 ± 5) °С; |
| 2) относительная влажность | от 30 % до 80 %; |
| 3) атмосферное давление | от 84 до 106,7 кПа,
(от 630 до 800 мм рт.ст.); |
| 4) напряжение питающей сети | (220 ± 4,4) В; |
| 5) частота питающей сети | (50 ± 0,5) Гц; |
| 6) коэффициент несинусоидальности кривой напряжения | не более 5 %; |
| 7) номинальное значение напряжения блока сетевого питания | 6 В; |
| 8) температура анализируемой среды | (20 ± 5) °С; |
| 9) сопротивление автоматического термокомпенсатора | соответствует 20 °С; |
| 10) вибрации, тряски, удары, влияющие на работу прибора | отсутствуют; |
| 11) время установление рабочего режима преобразователя | 15 мин. |

2.3.2 Приборы и реактивы

Для настройки прибора необходимы следующие приборы и реактивы:

- 1) барометр-анероид БАММ-1;
- 2) термометр ртутный с пределами измерения от 0 до 55 °С и ценой деления 0,1 °С (например, ТЛ-4-4-А2);
- 3) вода дистиллированная;
- 4) сульфит натрия безводный, ч.д.а.;
- 5) калий хлористый х.ч.;
- 6) термостат жидкостный, диапазон регулирования температуры от 0 до 100 °С, погрешность ± 0,2 °С;
- 7) магнитная мешалка (например, ММ-02 или ММ-03);
- 8) аэратор (таблица 4, поз. 11 ФО);

П р и м е ч а н и е - Допускается применение приборов и оборудования других типов, имеющих аналогичные метрологические характеристики.

Перед настройкой прибора необходимо, в первую очередь, выбрать тип применяемого измерительного устройства и проверить работоспособность преобразователя совместно с выбранным измерительным устройством по 2.2.6.

2.3.3 Общие указания

Настройку прибора производить в следующих случаях:

- 1) при замене и (или) перезарядке датчика;
- 2) при необходимости изменения рода работы (% O₂, мг/л) или диапазона измерения;
- 3) при получении прибора из ремонта или после длительного хранения;
- 4) при периодическом контроле основных эксплуатационно-технических характеристик, если обнаружится их несоответствие нормирующим значениям;
- 5) в случаях, предусмотренных в ТУ на прибор.

2.3.3.1 Настройку прибора при измерении концентрации кислорода рекомендуется производить для каждого диапазона в отдельности.

2.3.3.2 При настройке прибора концентрацию кислорода, растворенного в дистиллированной воде при данном атмосферном давлении, определять по формулам

$$A = St \frac{P}{P_0}, \quad (6)$$

$$A' = 100 \frac{P}{P_0}, \quad (7)$$

где A (A') - значение концентрации кислорода, растворенного в дистиллированной воде, мг/л (% O₂);

P - атмосферное давление, кПа (мм рт. ст.);

P₀ - нормальное атмосферное давление 101,3 кПа (760 мм рт. ст.);

St - растворимость кислорода в дистиллированной воде при температуре настройки, мг/л (см. приложение А).

2.3.3.3 При анализе воды, содержащей химические соединения, необходимо, при измерениях в режимах мг/л, проводить настройку прибора по результатам химического анализа (приложение В); при измерениях в режимах % O₂ настройка прибора проводится после полного насыщения отобранной пробы кислородом воздуха.

2.3.3.4 Температура проб, отобранных для химического анализа и настройки прибора, не должна отличаться более чем на $\pm 0,5$ °С.

2.3.3.5 При настройке прибора по дистиллированной воде, через которую пропускается азотно-кислородная смесь или воздух, необходимо установить подачу газа, при которой показания прибора не изменяются. С целью экономии подача газа должна быть отрегулирована на минимальный расход для данного объема воды.

Ввиду того, что парциальное давление кислорода зависит от атмосферного давления, необходимо проводить периодический контроль и, если необходимо, подстройку прибора при изменении атмосферного давления.

2.3.3.6 Отсчет показаний необходимо проводить при установившейся температуре анализируемой воды.

2.3.3.7 Для обеспечения стабилизации внутренних электролитических процессов в датчике, необходимо подключить его к работающему прибору и до настройки выдержать в дистиллированной воде не менее 1,0 ч, если датчик был перезаряжен или не менее 0,5 ч после 8 ч перерыва работы прибора.

2.3.3.8 Температурная компенсация действует на всех диапазонах измерения.

2.3.4 Настройка прибора для измерения температуры раствора

Настройку прибора для измерения температуры анализируемого раствора производить следующим образом:

1) в гнезда «O₂» и «Rt» через уплотнительные кольца (таблица 4 поз.15 ФО) установить датчик ДК и термокомпенсатор;

2) установить режим измерения температуры;

3) погрузить измерительное устройство в сосуд с водой с температурой (2 ± 2) °С (температура тающего льда) на глубину не менее 100 мм и выдержать не менее 25 мин; температура воды должна поддерживаться с точностью $\pm 0,2$ °С.

4) с помощью ртутного термометра измерить температуру воды с точностью $\pm 0,1$ °С;

5) установить на индикаторе значение температуры воды, вращая ось резистора «Т1» на боковой стенке преобразователя;

6) погрузить измерительное устройство в воду с температурой (45 ± 5) °С на глубину не менее 100 мм и выдержать не менее 25 мин; точность поддержания $\pm 0,2$ °С.

7) с помощью ртутного термометра измерить температуру воды с точностью $\pm 0,1$ °С;

8) установить на индикаторе значение температуры воды, вращая ось резистора «Т2» на боковой стенке преобразователя.

П р и м е ч а н и е - Настройку резисторами «Т1» и «Т2» произвести в условиях стабильного значения температуры.

2.3.5 Настройку прибора при измерении концентрации растворенного в воде кислорода в % O₂ производить с применением магнитной мешалки следующим образом:

1) установить режим измерения температуры в °С;

2) погрузить измерительное устройство в анализируемую воду на глубину не менее 100 мм и выдержать не менее 5 мин; произвести отсчет показаний по индикатору и термометру. Показания не должны отличаться более чем на $\pm 0,4$ °С, в противном случае прибор следует отградуировать согласно рекомендациям, изложенным в формуляре;

3) поместить датчик на глубину не менее 100 мм в сосуд с заранее приготовленным раствором сульфата натрия с температурой (20 ± 5) °С и концентрацией 80 г/л (раствор необходимо выдержать после приготовления не менее 8 ч);

4) установить режим измерения концентрации кислорода в % O₂ и диапазоне 199,9; вращая ось резистора «УСТ. 0», установить на индикаторе число в диапазоне от «- 0,1» до «0,1»;

5) тщательно, многократной сменой дистиллированной воды, промыть погружную часть датчика и поместить измерительное устройство в сосуд с чистой дистиллированной водой с температурой (20 ± 5) °С, насыщенной предварительно кислородом воздуха. Аэрацию воды проводить многократным (10 - 15 раз) прокачиванием воздуха при помощи груши аэратора (таблица 4 поз. 11 ФО) до установления неизменных показаний;

6) установить ось резистора «S» примерно в среднее положение и, вращая ось резистора «%», установить на индикаторе значение концентрации растворенного в воде кислорода при данном атмосферном давлении, определяемое по формуле (7); при необходимости использовать регулировку «S».

2.3.6 Настройку прибора при измерении концентрации растворенного в воде кислорода в мг/л производить следующим образом:

- 1) произвести операции согласно 2.3.5 перечисления 1) - 6); установить режим измерения O_2 в мг/л;
- 2) вращая ручку «mg/l» на лицевой панели преобразователя, установить на индикаторе значение концентрации растворенного в воде кислорода при данной температуре и атмосферном давлении, определяемой по формуле (7), (приложения А, Б).

Настройка прибора на диапазоне от 0,0 до 50,0 мг/л производится аналогично.

Примечание - При отклонении атмосферного давления от нормального (101,3 кПа) менее, чем на $\pm 1,33$ кПа, коррекцию табличного значения растворимости по формулам (6) и (7) можно не проводить.

2.4 Порядок работы

2.4.1 До начала работы целесообразно внимательно изучить устройство прибора, назначение его органов управления, а также усвоить методику проведения измерений в соответствии с рекомендациями настоящего руководства по эксплуатации. Перед работой с прибором необходимо провести подготовку и настройку прибора.

В таблице 4 указаны цель и периодичность проведения операций по подготовке, настройке и проверке комплекта прибора с применением необходимых в каждом конкретном случае вспомогательных приборов и реактивов из числа перечисленных в 2.3.2.

Таблица 4

Наименование операций по подготовке, настройке и проверке прибора	Метод проведения	Цель и периодичность проведения операции	Используемые вспомогательные приборы и реактивы (2.3.2)								
			1	2	3	4	5	6	7	8	
Проверка работоспособности в условиях окружающего воздуха	2.2.6	При введении в эксплуатацию, после ремонта, длительного хранения, после перезарядки датчиков.	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Настройка прибора для измерения температуры анализируемого раствора	2.3.4	При получении прибора из ремонта или после длительного хранения. Периодически, но не реже одного раза в месяц.	-	+	-	-	-	+	-	-	-
Настройка прибора для измерения концентрации растворенного в воде кислорода	2.3.5, 2.3.6	При получении прибора из ремонта или после длительного хранения. После перезарядки датчиков. Периодически, но не реже одного раза в две недели.	+	+	+	+	-	+	+	+	+
Перезарядка датчиков ДК	2.2.2	При транспортировке с незаполненной электролитной камерой, при повреждении пленки, при неисправностях в процессе проверок по 2.2.5, 2.3.5 и 2.3.6.	-	-	+	-	+	-	-	-	-

Примечание – знак “+” обозначает необходимость применения приборов и реактивов.

2.4.2 Работать с прибором можно только в условиях, соответствующих рабочим условиям эксплуатации.

2.4.3 Перед началом работы блок сетевого питания должен быть надежно заземлен.

2.4.4 Отсчет показаний необходимо производить при установившейся температуре.

2.4.5 Проведение измерений

Для проведения измерений необходимо проделать следующие операции:

- 1) подготовить прибор к работе в соответствии с указаниями в 2.2;
- 2) выбрать необходимый режим и диапазон измерения с помощью кнопок “РЕЖИМ” и «ПРЕДЕЛ».
- 3) произвести настройку прибора в соответствии с 2.3;
- 4) погрузить измерительное устройство в анализируемую среду и, по истечении 5 мин., произвести отсчет показаний прибора.

Примечания

1 При работе на открытом воздухе необходимо предохранять преобразователь от попадания капель и брызг воды.

2 При определении растворенного кислорода в колбе или открытом сосуде необходимо применение магнитной мешалки.

В процессе измерения датчиком погружного типа необходимо легкое его покачивание с помощью кабеля.

3 ТЕХНИЧЕСКОЕ ОБСЛУЖИВАНИЕ

3.1 Техническое обслуживание производить при отключенном от сети приборе.

3.2 Перечень характерных неисправностей и методы их устранения приведен в таблице 5.

Таблица 5

Наименование неисправностей, внешнее проявление и дополнительные признаки	Вероятная причина	Метод устранения
1 При включении преобразователя в сеть не светится индикатор.	Обрыв в шнуре блока сетевого питания.	Проверить и отремонтировать шнур блока сетевого питания.
2 Показания прибора неустойчивы.	Отсутствие контакта в месте подключения датчика или термокомпенсатора.	Проверить и обеспечить надежный контакт.
3 При настройке прибора по контрольным растворам показания почти не изменяются.	Неисправность датчика.	Датчик перезарядить или при необходимости заменить.

4 ХРАНЕНИЕ

4.1 Хранение приборов до ввода в эксплуатацию в упаковке изготовителя должно соответствовать условиям хранения 1 по ГОСТ 15150-69.

Данное требование относится только к хранению в складских помещениях потребителя и поставщика, но не распространяется на хранение в железнодорожных складах.

4.2 Хранение приборов без упаковки следует производить при температуре окружающего воздуха от 10 °С до 35 °С и относительной влажности до 80 % при температуре 25 °С.

В помещениях для хранения приборов не должно быть пыли, паров кислот, щелочей, агрессивных газов и других вредных примесей, вызывающих коррозию.

5 ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ

5.1 Приборы транспортируются в упакованном виде в закрытом транспорте любого вида (в самолетах - в отапливаемых герметизированных отсеках). При железнодорожных перевозках вид отправки - мелкие.

Условия транспортирования приборов в упаковке изготовителя соответствуют условиям хранения 5 по ГОСТ 15150-69.

Не допускается перевозка в транспортных средствах, имеющих следы перевозки активно действующих химикатов, цемента и угля.

Во время погрузочно-разгрузочных работ и транспортирования ящики не должны подвергаться резким ударам и воздействию атмосферных осадков.

Способ укладки ящиков на транспортное средство должен исключать их перемещение в пути следования.

После транспортирования и (или) хранения приборы перед эксплуатацией должны быть выдержаны в распакованном виде в нормальных условиях в течение 24 ч.

ПРИЛОЖЕНИЕ А

(обязательное)

**РАСТВОРИМОСТИ КИСЛОРОДА В ДИСТИЛЛИРОВАННОЙ ВОДЕ,
НАСЫЩЕННОЙ ВОЗДУХОМ ПРИ ДАВЛЕНИИ 101,3 кПа
(760 мм рт. ст.)**

Таблица А.1

°C	мг/л	°C	мг/л	°C	мг/л	°C	мг/л	°C	мг/л	°C	мг/л
0	14,62	8,5	11,73	17,0	9,74	25,5	8,30	34,0	7,20	42,5	6,35
0,5	14,43	9,0	11,59	17,5	9,64	26,0	8,22	34,5	7,15	43,0	6,30
1,0	14,234	9,5	11,56	18,0	9,54	26,5	8,15	35,0	7,10	43,5	6,25
1,5	14,03	10,0	11,33	18,5	9,44	27,0	8,08	35,5	7,05	44,0	6,20
2,0	13,84	10,5	11,21	19,0	9,35	27,5	8,00	36,0	7,00	44,5	6,15
2,5	13,65	11,0	11,08	19,5	9,26	28,0	7,92	36,5	6,95	45,0	6,10
3,0	13,48	11,5	10,96	20,0	9,17	28,5	7,85	37,0	6,90	45,5	6,05
3,5	13,31	12,0	10,83	20,5	9,08	29,0	7,77	37,5	6,85	46,0	6,00
4,0	13,13	12,5	10,72	21,0	8,99	29,5	7,70	38,0	6,80	46,5	5,95
4,5	12,97	13,0	10,60	21,5	8,91	30,0	7,63	38,5	6,75	47,0	5,90
5,0	12,80	13,5	10,49	22,0	8,83	30,5	7,57	39,0	6,70	47,5	5,85
5,5	12,64	14,0	10,37	22,5	8,76	31,0	7,50	39,5	6,65	48,0	5,80
6,0	12,48	14,5	10,26	23,0	8,68	31,5	7,45	40,0	6,60	48,5	5,75
6,5	12,33	15,0	10,15	23,5	8,61	32,0	7,40	40,5	6,55	49,0	5,70
7,0	12,17	15,5	10,05	24,0	8,53	32,5	7,35	41,0	6,50	49,5	5,65
7,5	12,02	16,0	9,95	24,5	8,46	33,0	7,30	41,5	6,45	50,0	5,60
8,0	11,87	16,5	9,84	25,0	8,38	33,5	7,25	42,0	6,40	-	-

ПРИЛОЖЕНИЕ Б

(обязательное)

**РАСТВОРИМОСТИ КИСЛОРОДА В МОРСКОЙ ВОДЕ
В ЗАВИСИМОСТИ ОТ СОЛЕВОГО СОДЕРЖАНИЯ
ПРИ НАСЫЩЕНИИ ВОЗДУХОМ ПРИ АТМОСФЕРНОМ ДАВЛЕНИИ 101,3 кПа
(760 мм рт. ст.)**

Таблица Б.1

t, °C	Содержание солей, мг/л			
	5000	10000	15000	20000
	Концентрация кислорода, мг/л			
0	13,79	12,97	12,14	11,32
1	13,41	12,61	11,82	11,03
2	13,05	12,28	11,52	10,76
3	12,72	11,98	11,24	10,50
4	12,41	11,65	10,97	10,25
5	12,09	11,39	10,70	10,01
6	11,79	11,12	10,45	9,78
7	11,51	10,85	10,21	9,57
8	11,24	10,61	9,98	9,36
9	10,97	10,36	9,76	9,17
10	10,73	10,13	9,55	8,98
11	10,49	9,92	9,35	8,80
12	10,28	9,72	9,17	8,62
13	10,05	9,52	8,98	8,46
14	9,85	9,32	8,80	8,30
15	9,65	9,14	8,63	8,14
16	9,46	8,96	8,47	7,99
17	9,26	8,78	8,30	7,84
18	9,07	8,62	8,15	7,70
19	8,89	8,45	8,00	7,56
20	8,73	8,30	7,86	7,42
21	8,57	8,14	7,71	7,28
22	8,42	7,99	7,57	7,14
23	8,27	7,85	7,43	7,00
24	8,12	7,71	7,30	6,87
25	7,96	7,56	7,15	6,74
26	7,81	7,42	7,02	6,61
27	7,67	7,28	6,88	6,49
28	7,53	7,14	6,75	6,37
29	7,39	7,00	6,62	6,25
30	7,25	6,86	6,49	6,13

ПРИЛОЖЕНИЕ В
(обязательное)

ИОДОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ВИНКЛЕРА

Классический йодометрический метод определения растворенного в воде кислорода заключается в окислении растворенным кислородом ионов марганца, которые окисляют ионы йода. Выделившийся йод оттитровывают раствором тиосульфата натрия в присутствии крахмала. Погрешность определения не хуже $\pm 1\%$.

В.1 ПОСУДА И РЕАКТИВЫ

- 1) Кислородные склянки с притертыми пробками емкостью 100 - 130 мл, нестандартные.
- 2) Пипетки с оттянутыми концами, нестандартные.
- 3) Бюретки, ГОСТ 29251-91.
- 4) Калий йодистый, ГОСТ 4232-74.
(растворяют 40 г KI в 200 мл H₂O).
- 5) Марганец хлористый, ГОСТ 612-75
(растворяют 90 г Mn Cl₂ на 200 мл воды).
- 6) Натрий едкий, ГОСТ 4328-77
(растворяют 20 г NaOH в 100 мл H₂O).
- 7) Натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия ТУ 6.09-2540-72)
(0,01н или 0,0025 н растворы).
- 8) Крахмал растворимый, ГОСТ 10163-76 (0,5 % раствор).
- 9) Кислота серная, ГОСТ 4204-77 (разработанная 1 : 1).

В.2 ПОДГОТОВИТЕЛЬНЫЕ РАБОТЫ

Калибровка кислородных склянок.

Точную емкость кислородных склянок находят взвешиванием: определяют вес тщательно высушенной пустой склянки вместе с пробкой и вес после наполнения дистиллированной водой при 20 °С и закрытой пробкой так, чтобы в ней не осталось пузырьков воздуха. Разница в весе между пустой и заполненной склянкой и есть точный объем склянки.

В.3 ХОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ

В кислородную склянку, заполненной доверху пробой, вводят пипеткой 1 мл раствора соли марганца. Наполненную этим раствором пипетку надо погрузить до самого дна кислородной склянки, открыть верхний ее конец и медленно вынуть пипетку. Затем другой пипеткой добавляют 1 мл едкого натрия, содержащего йодистый калий (1 : 1).

Склянку осторожно закрывают пробкой так, чтобы под пробкой не оставалось пузырьков воздуха и хорошенько перемешивают, переворачивая склянку вверх дном обратно.

О содержании кислорода судят по окраске, чем темнее окраска, тем больше кислорода.

Дают осадку собраться на дне склянке, открывают склянку и добавляют 2 мл серной кислоты. Кислородную склянку снова закрывают пробкой (на выделяющуюся при этом жидкость не обращают внимание) и перемешивают содержимое. Закрытую склянку на 5-10 мин оставляют в темном месте. Выделившийся свободный йод титруют 0,1н или 0,25н раствором серноватистокислового натрия до светло-желтой окраски. Добавляют несколько капель раствора крахмала и продолжают титровать до исчезновения окраски.

Расчет. Содержание растворенного кислорода (x) в мг/л находят по формуле:

$$O_2 = \frac{V_0 KN \cdot 8 \cdot 1000}{V_1 - V_2}, \quad (B.1)$$

где V_0 - объем раствора серноватистокислого натрия, израсходованного на титрование;

K - поправочный коэффициент для приведения концентрации раствора тиосульфата к точной нормальности;

N - нормальность раствора тиосульфата;

V_1 - емкость кислородной склянки, мл;

V_2 - общий объем реактивов, прибавленных в кислородную склянку при фиксации кислорода, мл;

8 - эквивалент кислорода.

Титрование каждой пробы проводят не менее 2 раз, причем результаты отдельных титрований не должны отличаться друг от друга более чем на 0,2 мл. За окончательный результат принимается среднее значение двух титрований.

Йодометрический метод определения растворенного кислорода по Винклеру дает возможность определять кислород при содержании его не менее 0,5 мг/л.

В.4 МЕШАЮЩИЕ ВЕЩЕСТВА

Мешающими веществами являются большинство окислителей и восстановителей, например, растворимые органические вещества (содержание перманганата калия не более 60 мг/л), нитрит-ионы, соединения марганца с высокой валентностью, активный хлор, сульфид-ионы, железо (2) и железо (3).

Влияние органических веществ можно ликвидировать переводом двуокиси марганца в нечувствительные к кислороду карбонаты, что достигается дополнительным добавлением 4 мл раствора гидрокарбоната аммония.

Нитрит-ионы разрушают добавлением ацетата натрия.

Ионы двухвалентного железа определяют количественно и при подсчете содержания кислорода учитывают, что 1 мг (Fe^{2+}) /л соответствует содержанию 0,14 мг (O_2) /л.

Ионы трехвалентного железа нейтрализуют добавлением фосфорной кислоты.

