

INTERNATIONAL STANDARD

NORME INTERNATIONALE

**Expression of performance of electrochemical analyzers –
Part 4: Dissolved oxygen in water measured by membrane-covered
amperometric sensors**

**Expression des qualités de fonctionnement des analyseurs électrochimiques –
Partie 4: Oxygène dissous dans l'eau mesuré par des capteurs ampérométriques
recouverts d'une membrane**

INTERNATIONAL
ELECTROTECHNICAL
COMMISSION

COMMISSION
ELECTROTECHNIQUE
INTERNATIONALE

ICS 19.080; 71.040.40

ISBN 978-2-8322-6274-0

**Warning! Make sure that you obtained this publication from an authorized distributor.
Attention! Veuillez vous assurer que vous avez obtenu cette publication via un distributeur agréé.**

CONTENTS

FOREWORD.....	4
1 Scope.....	6
2 Normative references	6
3 Terms and definitions	6
3.1 Oxygen sensor properties	7
3.2 Electronics	7
3.3 Measurement units and solubility of oxygen	8
3.4 Test media.....	9
4 Influence quantities for membrane covered amperometric sensors	9
4.1 Temperature	9
4.2 Pressure	9
4.3 Dissolved substances	9
4.4 Flow.....	9
5 Procedure for specification	9
5.1 Zero and span drift.....	9
5.2 Additional specifications for the sensor unit	10
5.2.1 Electrode and sensor materials.....	10
5.2.2 Dimensions of the sensor	10
5.2.3 Permitted temperature and pressure range	10
5.2.4 Temperature measurement and temperature compensation	10
5.2.5 Pressure compensation	10
5.2.6 Zero current.....	10
5.2.7 Sensor sensitivity	10
5.2.8 Stabilization time	10
5.2.9 Oxygen consumption	10
5.2.10 Flow rate	10
5.2.11 Method and extent of sensor regeneration	10
6 Recommended standard values and ranges of influence quantities affecting the performance of electronic units.....	10
7 Verification of values	11
7.1 General.....	11
7.1.1 General aspects of verification of values.....	11
7.1.2 Testing procedure for linearity of the electronic unit.....	11
7.1.3 Rated reference conditions for testing	11
7.2 Simulator for testing electronic units	11
7.3 Calibration solutions	11
7.4 Testing procedures for complete analyzer (sensor unit connected to electronic unit)	11
7.4.1 Intrinsic uncertainty	11
7.4.2 Linearity uncertainty	11
7.4.3 Repeatability	12
7.4.4 Interference uncertainty (whole analyzer)	12
7.4.5 Zero drift and span drift	12
7.4.6 Output fluctuation of the analyzer	12
7.4.7 Delay times T_{10} and 90 % rise or fall times T_{90}	13
7.4.8 Temperature compensation	13
7.4.9 Operating uncertainty of the whole analyzer	14

- 7.4.10 Determination of the sensor unit residual signal..... 14
- 7.4.11 Oxygen consumption 14
- Annex A (informative) Supplementary general information on amperometric oxygen sensors..... 15
 - A.1 Sensors' performance characteristics..... 15
 - A.2 Precautions..... 16
 - A.3 Sensor calibration techniques 16
- Annex B (informative) Technique for the preparation of batch calibration standards by the saturation approach [10] 18
- Annex C (informative) Calibration solutions for low levels of oxygen in water measurement..... 19
 - C.1 System development [10]..... 19
 - C.2 Description and operation of the system 19
 - C.3 Further developments 19
- Bibliography..... 25

- Figure C.1 – Laboratory rig to produce water with a low level of dissolved oxygen 21
- Figure C.2 – Complete system for laboratory testing dissolved oxygen monitor..... 22
- Figure C.3 – Dimensions of block A 23
- Figure C.4 – Dimensions of block B 24

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

**EXPRESSION OF PERFORMANCE OF
ELECTROCHEMICAL ANALYZERS –****Part 4: Dissolved oxygen in water measured
by membrane-covered amperometric sensors**

FOREWORD

- 1) The International Electrotechnical Commission (IEC) is a worldwide organization for standardization comprising all national electrotechnical committees (IEC National Committees). The object of IEC is to promote international co-operation on all questions concerning standardization in the electrical and electronic fields. To this end and in addition to other activities, IEC publishes International Standards, Technical Specifications, Technical Reports, Publicly Available Specifications (PAS) and Guides (hereafter referred to as "IEC Publication(s)"). Their preparation is entrusted to technical committees; any IEC National Committee interested in the subject dealt with may participate in this preparatory work. International, governmental and non-governmental organizations liaising with the IEC also participate in this preparation. IEC collaborates closely with the International Organization for Standardization (ISO) in accordance with conditions determined by agreement between the two organizations.
- 2) The formal decisions or agreements of IEC on technical matters express, as nearly as possible, an international consensus of opinion on the relevant subjects since each technical committee has representation from all interested IEC National Committees.
- 3) IEC Publications have the form of recommendations for international use and are accepted by IEC National Committees in that sense. While all reasonable efforts are made to ensure that the technical content of IEC Publications is accurate, IEC cannot be held responsible for the way in which they are used or for any misinterpretation by any end user.
- 4) In order to promote international uniformity, IEC National Committees undertake to apply IEC Publications transparently to the maximum extent possible in their national and regional publications. Any divergence between any IEC Publication and the corresponding national or regional publication shall be clearly indicated in the latter.
- 5) IEC itself does not provide any attestation of conformity. Independent certification bodies provide conformity assessment services and, in some areas, access to IEC marks of conformity. IEC is not responsible for any services carried out by independent certification bodies.
- 6) All users should ensure that they have the latest edition of this publication.
- 7) No liability shall attach to IEC or its directors, employees, servants or agents including individual experts and members of its technical committees and IEC National Committees for any personal injury, property damage or other damage of any nature whatsoever, whether direct or indirect, or for costs (including legal fees) and expenses arising out of the publication, use of, or reliance upon, this IEC Publication or any other IEC Publications.
- 8) Attention is drawn to the Normative references cited in this publication. Use of the referenced publications is indispensable for the correct application of this publication.
- 9) Attention is drawn to the possibility that some of the elements of this IEC Publication may be the subject of patent rights. IEC shall not be held responsible for identifying any or all such patent rights.

International Standard IEC 60746-4 has been prepared by subcommittee 65B: Measurement and control devices, of IEC technical committee 65: Industrial-process measurement, control and automation.

This second edition cancels and replaces the first edition published in 1992. This edition constitutes a technical revision.

This edition includes the following significant technical changes with respect to the previous edition:

- a) terms and definitions have been revised to meet the requirements of ISO/IEC Directives Part 2:2016.
- b) ISO 5814:2012 is cited as reference for solubility tables of dissolved oxygen in water with variable salt content at different pressure and temperature.

The text of this International Standard is based on the following documents:

FDIS	Report on voting
65B/1128/FDIS	65B/1138/RVD

Full information on the voting for the approval of this International Standard can be found in the report on voting indicated in the above table.

This document has been drafted in accordance with the ISO/IEC Directives, Part 2.

A list of all parts in the IEC 60746 series, published under the general title *Expression of performance of electrochemical analyzers*, can be found on the IEC website.

The committee has decided that the contents of this document will remain unchanged until the stability date indicated on the IEC website under "<http://webstore.iec.ch>" in the data related to the specific document. At this date, the document will be

- reconfirmed,
- withdrawn,
- replaced by a revised edition, or
- amended.

EXPRESSION OF PERFORMANCE OF ELECTROCHEMICAL ANALYZERS –

Part 4: Dissolved oxygen in water measured by membrane-covered amperometric sensors

1 Scope

This part of IEC 60746 is intended:

- to specify terminology, definitions and requirements for statements by manufacturers for analyzers, sensor units and electronic units used for the determination of dissolved oxygen partial pressure or concentration;
- to establish performance tests for such analyzers, sensor units and electronic units;
- to provide basic documents to support the applications of quality assurance standards [1]¹.

This document applies to analyzers using membrane covered amperometric sensors. It applies to analyzers suitable for use in water containing liquids, ultrapure waters, fresh or potable water, sea water or other aqueous solutions, industrial or municipal waste water from water bodies (e.g. lakes, rivers, estuaries), as well as for industrial process streams and process liquids. Whilst in principle amperometric oxygen-analyzers are applicable in gaseous phases, the expression of performance in the gas phase is outside the scope of this document.

This document is applicable to analyzers specified for permanent installation in any location (indoors or outdoors) using membrane-covered amperometric sensors.

2 Normative references

The following documents are referred to in the text in such a way that some or all of their content constitutes requirements of this document. For dated references, only the edition cited applies. For undated references, the latest edition of the referenced document (including any amendments) applies.

IEC 60746-1:2003, *Expression of performance of electrochemical analyzers – Part 1: General*

¹ Numbers in square brackets refer to the Bibliography.

SOMMAIRE

AVANT-PROPOS	28
1 Domaine d'application	30
2 Références normatives	30
3 Termes et définitions	30
3.1 Propriétés du capteur d'oxygène	31
3.2 Composants électroniques	31
3.3 Unités de mesure et solubilité de l'oxygène	32
3.4 Milieux d'essai	33
4 Grandeurs d'influence pour les capteurs ampérométriques recouverts d'une membrane	33
4.1 Température	33
4.2 Pression	33
4.3 Substances dissoutes	33
4.4 Débit	33
5 Procédure pour la spécification	34
5.1 Dérive du zéro et du gain	34
5.2 Spécifications supplémentaires pour le détecteur	34
5.2.1 Matériaux de l'électrode et du capteur	34
5.2.2 Dimensions du capteur	34
5.2.3 Plage de températures et de pressions admises	34
5.2.4 Mesure de température et compensation en température	34
5.2.5 Compensation en pression	34
5.2.6 Courant nul	34
5.2.7 Sensibilité de capteur	34
5.2.8 Temps de stabilisation	34
5.2.9 Consommation d'oxygène	34
5.2.10 Débit	34
5.2.11 Méthode et étendue de régénération du capteur	35
6 Valeurs et plages normalisées recommandées des grandeurs d'influence affectant la qualité de fonctionnement des unités électroniques	35
7 Vérification des valeurs	35
7.1 Généralités	35
7.1.1 Aspects généraux de la vérification des valeurs	35
7.1.2 Procédure d'essai de la linéarité de l'unité électronique	35
7.1.3 Conditions de référence assignées pour les essais	35
7.2 Simulateur d'essai des unités électroniques	35
7.3 Solutions d'étalonnage	35
7.4 Procédures d'essai de l'analyseur complet (détecteur relié à une unité électronique)	35
7.4.1 Incertitude intrinsèque	35
7.4.2 Incertitude de linéarité	36
7.4.3 Répétabilité	36
7.4.4 Incertitude d'interférence (analyseur complet)	36
7.4.5 Dérive du zéro et du gain	36
7.4.6 Fluctuation en sortie de l'analyseur	37
7.4.7 Temps de retard T_{10} et temps de montée ou de descente à 90 % T_{90}	37
7.4.8 Compensation en température	37

7.4.9	Incertitude de fonctionnement de l'analyseur complet	38
7.4.10	Détermination du signal résiduel du détecteur	38
7.4.11	Consommation d'oxygène	39
Annexe A (informative) Information générale supplémentaire sur les capteurs d'oxygène ampérométriques		40
A.1	Caractéristiques de qualité de fonctionnement des capteurs	40
A.2	Précautions	41
A.3	Techniques d'étalonnage du capteur	42
Annexe B (informative) Technique de préparation des normes d'étalonnage par lot selon l'approche par saturation [10]		44
Annexe C (informative) Solutions d'étalonnage pour la mesure des faibles niveaux d'oxygène dans l'eau		45
C.1	Développement du système [10]	45
C.2	Description et fonctionnement du système	45
C.3	Autres développements	45
Bibliographie		52
Figure C.1 – Montage de laboratoire destiné à produire de l'eau avec un faible niveau d'oxygène dissous		48
Figure C.2 – Système complet d'essai en laboratoire d'un moniteur d'oxygène dissous		49
Figure C.3 – Dimensions du bloc A		50
Figure C.4 – Dimensions du bloc B		51

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

EXPRESSION DES QUALITÉS DE FONCTIONNEMENT DES ANALYSEURS ÉLECTROCHIMIQUES –

Partie 4: Oxygène dissous dans l'eau mesuré par des capteurs ampérométriques recouverts d'une membrane

AVANT-PROPOS

- 1) La Commission Electrotechnique Internationale (IEC) est une organisation mondiale de normalisation composée de l'ensemble des comités électrotechniques nationaux (Comités nationaux de l'IEC). L'IEC a pour objet de favoriser la coopération internationale pour toutes les questions de normalisation dans les domaines de l'électricité et de l'électronique. A cet effet, l'IEC – entre autres activités – publie des Normes internationales, des Spécifications techniques, des Rapports techniques, des Spécifications accessibles au public (PAS) et des Guides (ci-après dénommés "Publication(s) de l'IEC"). Leur élaboration est confiée à des comités d'études, aux travaux desquels tout Comité national intéressé par le sujet traité peut participer. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'IEC, participent également aux travaux. L'IEC collabore étroitement avec l'Organisation Internationale de Normalisation (ISO), selon des conditions fixées par accord entre les deux organisations.
- 2) Les décisions ou accords officiels de l'IEC concernant les questions techniques représentent, dans la mesure du possible, un accord international sur les sujets étudiés, étant donné que les Comités nationaux de l'IEC intéressés sont représentés dans chaque comité d'études.
- 3) Les Publications de l'IEC se présentent sous la forme de recommandations internationales et sont agréées comme telles par les Comités nationaux de l'IEC. Tous les efforts raisonnables sont entrepris afin que l'IEC s'assure de l'exactitude du contenu technique de ses publications; l'IEC ne peut pas être tenue responsable de l'éventuelle mauvaise utilisation ou interprétation qui en est faite par un quelconque utilisateur final.
- 4) Dans le but d'encourager l'uniformité internationale, les Comités nationaux de l'IEC s'engagent, dans toute la mesure possible, à appliquer de façon transparente les Publications de l'IEC dans leurs publications nationales et régionales. Toutes divergences entre toutes Publications de l'IEC et toutes publications nationales ou régionales correspondantes doivent être indiquées en termes clairs dans ces dernières.
- 5) L'IEC elle-même ne fournit aucune attestation de conformité. Des organismes de certification indépendants fournissent des services d'évaluation de conformité et, dans certains secteurs, accèdent aux marques de conformité de l'IEC. L'IEC n'est responsable d'aucun des services effectués par les organismes de certification indépendants.
- 6) Tous les utilisateurs doivent s'assurer qu'ils sont en possession de la dernière édition de cette publication.
- 7) Aucune responsabilité ne doit être imputée à l'IEC, à ses administrateurs, employés, auxiliaires ou mandataires, y compris ses experts particuliers et les membres de ses comités d'études et des Comités nationaux de l'IEC, pour tout préjudice causé en cas de dommages corporels et matériels, ou de tout autre dommage de quelque nature que ce soit, directe ou indirecte, ou pour supporter les coûts (y compris les frais de justice) et les dépenses découlant de la publication ou de l'utilisation de cette Publication de l'IEC ou de toute autre Publication de l'IEC, ou au crédit qui lui est accordé.
- 8) L'attention est attirée sur les références normatives citées dans cette publication. L'utilisation de publications référencées est obligatoire pour une application correcte de la présente publication.
- 9) L'attention est attirée sur le fait que certains des éléments de la présente Publication de l'IEC peuvent faire l'objet de droits de brevet. L'IEC ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de brevets et de ne pas avoir signalé leur existence.

La Norme internationale IEC 60746-4 a été établie par le sous-comité 65B: Équipements de mesure et de contrôle-commande, du comité d'études 65 de l'IEC: Mesure, commande et automatisation dans les processus industriels.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition parue en 1992. Cette édition constitue une révision technique.

Cette édition inclut les modifications techniques majeures suivantes par rapport à l'édition précédente:

- a) les termes et définitions ont été révisés afin de satisfaire aux exigences des Directives ISO/IEC, Partie 2:2016.

- b) la norme ISO 5814:2012 est citée en référence pour les tableaux de solubilité de l'oxygène dissous dans l'eau, avec différentes teneurs en sel à différentes pressions et températures.

Le texte de cette Norme internationale est issu des documents suivants:

FDIS	Rapport de vote
65B/1128/FDIS	65B/1138/RVD

Le rapport de vote indiqué dans le tableau ci-dessus donne toute information sur le vote ayant abouti à l'approbation de cette Norme internationale.

Ce document a été rédigé selon les Directives ISO/IEC, Partie 2.

Une liste de toutes les parties de la série IEC 60746, publiées sous le titre général *Expression des qualités de fonctionnement des analyseurs électrochimiques*, peut être consultée sur le site web de l'IEC.

Le comité a décidé que le contenu de ce document ne sera pas modifié avant la date de stabilité indiquée sur le site web de l'IEC sous "<http://webstore.iec.ch>" dans les données relatives au document recherché. A cette date, le document sera

- reconduit,
- supprimé,
- remplacé par une édition révisée, ou
- amendé.

EXPRESSION DES QUALITÉS DE FONCTIONNEMENT DES ANALYSEURS ÉLECTROCHIMIQUES –

Partie 4: Oxygène dissous dans l'eau mesuré par des capteurs ampérométriques recouverts d'une membrane

1 Domaine d'application

La présente partie de l'IEC 60746 a pour but:

- de spécifier la terminologie, les définitions et les exigences relatives aux indications données par les fabricants d'analyseurs, de détecteurs et d'unités électroniques utilisés pour la détermination de la pression partielle ou de la concentration d'oxygène dissous;
- d'établir des essais de qualité de fonctionnement pour ces analyseurs, détecteurs et unités électroniques;
- de fournir des documents de base dans le cadre de l'application des normes d'assurance qualité [1]¹.

Le présent document s'applique aux analyseurs qui utilisent des capteurs ampérométriques recouverts d'une membrane. Il s'applique aux analyseurs convenant à une utilisation dans les liquides aqueux, l'eau extrapure, l'eau douce ou potable, l'eau de mer ou toute autre solution aqueuse, les eaux usées industrielles ou urbaines provenant de plans d'eau (lacs, rivières, estuaires, par exemple), ainsi que les effluents industriels et les liquides de process. Bien que les analyseurs d'oxygène ampérométriques s'appliquent en principe aux phases gazeuses, l'expression de leurs qualités de fonctionnement dans la phase gazeuse ne relève pas du domaine d'application du présent document.

Le présent document s'applique aux analyseurs spécifiés en vue d'une installation permanente en tout lieu (en intérieur et en extérieur), qui utilisent des capteurs ampérométriques recouverts d'une membrane.

2 Références normatives

Les documents suivants cités dans le texte constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des exigences du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

IEC 60746-1:2003, *Expression des qualités de fonctionnement des analyseurs électrochimiques – Partie 1: Généralités*

¹ Les chiffres entre crochets renvoient à la Bibliographie.