

**УТВЕРЖДАЮ**

**Первый заместитель директора  
по науке ФГУП "ВНИИМС"**



**Ф.В. Булыгин**

**2017 г.**

**Анализаторы жидкости**

**Liquiline System CA80XX, Liquistation CSF48, Liquiport 2010 CSP44**

**Методика поверки**

**МП 205-08-2017**

**Москва**

**2017 г.**

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы жидкости Liquiline System CA80XX, Liquistation CSF48, Liquiport 2010 CSP44 фирмы Endress+Hauser Conducta GmbH+Co.KG, Германия, фирмы Endress+Hauser Analytical Instruments (Suzhou) Co., Ltd, Китай, (далее – анализаторы) и устанавливает методику их первичной и периодической поверок.

Интервал между поверками – 1 год.

## 1 ОПЕРАЦИИ И СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

1.1. При проведении поверки выполняют операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1.

Наименование операции	Номер пункта инструкции
1 Внешний осмотр	6.1
3 Опробование	6.2
3 Определение метрологических характеристик	6.3
- определение абсолютной погрешности измерений pH	ГОСТ Р 8.857-2013, п. 9.3
- определение абсолютной погрешности измерений ОВП	6.3.1
- определение приведенной и относительной погрешности измерений содержания растворенного кислорода	6.3.2
- определение приведенной и относительной погрешности измерений УЭП	ГОСТ Р 8.722-2010, эталонные растворы удельной электрической проводимости 2-го разряда по ГОСТ 8.457-2015);
- определение приведенной и относительной погрешности измерений массовой концентрации, ионов калия (K <sup>+</sup> ), хлорид-ионов (Cl <sup>-</sup> ), аммония (NH <sub>4</sub> -N) и нитратов (NO <sub>3</sub> -N)	6.3.3
- определение относительной погрешности измерений массовой концентрации ХПК	6.3.4
- определение приведенной погрешности измерений массовой концентрации ХПК, ООУ и нитратов	6.3.5
- определение погрешности измерений массовой концентрации хрома Cr(VI)	6.3.6
- определение приведенной погрешности измерений массовой концентрации железа III	6.3.7
- определение погрешности измерений массовой концентрации общего фосфора	6.3.8
- определение относительной погрешности измерений массовой концентрации фосфатов в пересчете на фосфор (PO <sub>4</sub> -P)	6.3.9
- определение погрешности измерений мутности по формазину	6.3.10
- определение погрешности измерений массовой концентрации взвешенных частиц по каолину	
- определение приведенной погрешности измерений массовой концентрации нитритов в пересчете на азот (NO <sub>2</sub> -N), мг/дм <sup>3</sup> :	6.3.11

При поверке анализаторов жидкости Liquiline System CA80XX, Liquistation CSF48, Liquiport 2010 CSP44, имеющих несколько моделей и датчиков, входящих в комплект поставки, допускается проводить

- первичную поверку моделей и датчиков, входящих в комплект поставки;
- периодическую поверку тех моделей и датчиков, с которыми анализатор эксплуатируется, на основании письменного заявления владельца СИ

## 2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1 При проведении поверки применяют:

- буферные растворы – рабочие эталоны pH 2-го разряда по ГОСТ 8.120-99 (готовят из стандарт-титров по ТУ 2642-001-42218836-96);
- буферные растворы - рабочие эталоны 2-го разряда по ГОСТ 8.702-2010: 298,0 мВ, 605 мВ, приготавливаемые из стандарт-титров СТ-ОВП-01 (регистрационный г№ 61364-15);
- ГСО 10253-2014 состава газовых смесей кислорода в азоте;
- ГСО 7374-97 - ГСО 7378-97 (удельная электрическая проводимость 11,2 См/м, 0,47 См/м, 1,291 См/м, 0,1414 См/м, 0,02917 См/м), относительная погрешность аттестованного значения  $\pm 0,25$  % при  $P=0,95$ );
- ГСО 7864-2000 массовой концентрации азота в растворе хлорида аммония (0,95 - 1,05) мг/см<sup>3</sup>, границы относительной погрешности аттестованного значения ( $P=0,95$ )  $\pm 1$  %;
- ГСО 7863-2000 массовой концентрации азота в растворе нитрата калия (0,95 - 1,05) мг/см<sup>3</sup>, границы относительной погрешности аттестованного значения ( $P=0,95$ )  $\pm 1$ %;
- ГСО 7813-2000 состава раствора хлорид-ионов (9,5 - 10,5) мг/см<sup>3</sup>, границы относительной погрешности аттестованного значения при ( $P=0,95$ )  $\pm 1$  %;
- ГСО 7771-2000 состава раствора ионов калия (0,95 - 1,05) мг/дм<sup>3</sup>, границы относительной погрешности аттестованного значения ( $P=0,95$ )  $\pm 1$  %;
- ГСО 2216-81 состава калия фталевокислого кислого (бифталата калия), массовая доля бифталата калия от 99,95 % до 100,00 %. границы абсолютной погрешности ( $P=0,95$ ) аттестованного значения не более  $\pm 0,03$  %;
- ГСО 7257-96 состава раствора ионов хрома (VI), аттестованное значение (0,95 - 1,05) мг/дм<sup>3</sup>, границы относительной погрешности аттестованного значения ( $P=0,95$ )  $\pm 1$ %;
- ГСО 7765-2000 состава раствора ионов железа (III) аттестованное значение (0,95 - 1,05) мг/дм<sup>3</sup>, границы относительной погрешности аттестованного значения ( $P=0,95$ )  $\pm 1$ %
- ГСО 7241-96/7242-96 состава общего фосфора в водных средах, аттестованное значение от 0,475 до 0,525 г/дм<sup>3</sup>, границы относительной погрешности  $\pm 2$  % ( $P=0,95$ );
- ГСО 7260-96 состава раствора фосфат-ионов (III), аттестованное значение от 0,475 до 0,525 мг/см<sup>3</sup>, границы относительной погрешности аттестованного значения ( $P=0,95$ )  $\pm 1$  %;
- ГСО 7271-96 мутности (формазиновая суспензия), значение мутности от 3800 до 4200 ЕМФ, границы относительной погрешности  $\pm 2$  % ( $P=0,95$ );
- ГСО 6541-92 массовой доли нерастворимых веществ каолина в твердой основе МНВ-20, аттестованное значение от 3,4 до 4,5 %, границы относительной погрешности  $\pm 4$  % ( $P=0,95$ );
- ГСО 7862-2000 массовой концентрации азота в растворе нитрита натрия (0,95 - 1,05) мг/см<sup>3</sup>, границы относительной погрешности аттестованного значения ( $P=0,95$ )  $\pm 1$ %
- колбы мерные 2-2000-2, 2-1000-2, 2-500-2, 2-300-2 2-250-2, 2-200-2, 2-100-2, 2-50-2, ГОСТ 1770-74;
- пипетки градуированные 1-1-2-1, 1-1-2-2, 1-1-2-5, 1-2-2-10 1-2-2-20, 1-2-2-25, ГОСТ 29227-91;
- термометр ртутный стеклянный лабораторный типа ТЛ-4, класс 1, ТУ 25-2021.003-88;
- барометр-анероид БАММ-1, диапазон измерений от 80 до 160 кПа, пределы допускаемой основной абсолютной погрешности  $\pm 0,2$  кПа;

- водяной термостат с диапазоном регулирования температуры от 0 до 100 °С, допускаемая погрешность установления температуры контролируемой среды в пределах  $\pm 0,2$  °С;
- вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72;
- натрий сернистокислый, квалификация "ч.д.а." по ГОСТ 195-77;
- аргон, сорт высший по ГОСТ 10157-79;
- стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup> по ГОСТ 1770-74;
- мешалка магнитная ММ-5 по ТУ 25-11.834-80;
- бутылка вместимостью 1,0–2,0 л с пенопластовой, корковой или резиновой пробкой с отверстиями.

2.2 Допускается применение других средств измерений и оборудования с техническими и метрологическими характеристиками не хуже указанных.

Все используемые средства измерений должны иметь действующие свидетельства о поверке, стандартные образцы – действующие паспорта.

### 3 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

3.1 Требования безопасности должны соответствовать рекомендациям, изложенным в технической документации на анализаторы.

### 4 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

4.1 При проведении поверки соблюдают следующие условия:

- |                                       |                |
|---------------------------------------|----------------|
| - температура окружающего воздуха, °С | 20 ± 5         |
| - относительная влажность, %          | от 20 до 95    |
| - атмосферное давление, кПа           | от 85 до 106,7 |

### 5 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

5.1 Перед проведением поверки выполняют следующие подготовительные работы:

- 1) анализаторы подготавливают к работе в соответствии с руководством по эксплуатации;
- 2) подготавливают к работе средства поверки в соответствии с их технической документацией;
- 3) ГСО-ПГС в баллонах выдерживают в помещении, где проводят поверку, в течение 24 часов;
- 4) пригодность газовых смесей в баллонах под давлением и стандартных образцов состава растворов подтверждают паспортами на них;
- 5) посуду перед приготовлением растворов промывают хромовой смесью, дистиллированной водой и высушивают.
- 6) приготавливают контрольные растворы в соответствии с Приложением и соответствующими разделами настоящей методики.
- 7) для приготовления контрольных растворов используют свежeproкипяченную охлажденную дистиллированную воду или бидистиллированную воду по ГОСТ 4517-87 (разд. 2.39). При необходимости воду подготавливают в соответствии с инструкцией по применению ГСО или стандарт-титров.

## 6 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

### 6.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре устанавливают:

- отсутствие механических повреждений;
- соответствие комплектности анализатора технической документации;
- надежность крепления соединительных элементов;
- четкость надписей на лицевой панели.

### 6.2 Опробование

6.2.1 При опробовании проверяют возможность задания режимных параметров анализатора в соответствии с инструкцией по его эксплуатации и прохождение процедуры диагностики состояния прибора.

### 6.3 Определение метрологических характеристик

Приведенную  $\delta_{np}$ , относительную  $\delta$  и абсолютную  $\Delta$  погрешности измерений массовой концентрации анализируемых веществ в контрольных растворах рассчитывают по следующим формулам:

$$\delta_{np} = \frac{C - C_0}{C_n - C_e} \cdot 100, \quad (1)$$

или

$$\delta_{np} = \frac{C - C_0}{C_e} \cdot 100 \quad (2)$$

$$\delta = \frac{C - C_0}{C_0} \cdot 100, \quad (3)$$

$$\Delta = C - C_0 \quad (4)$$

где  $C, C_0$  – показание анализатора и действительное значение массовой концентрации, анализируемого вещества, соответственно, мг/дм<sup>3</sup>;

$C_n, C_e$  – значения массовой концентрации анализируемого вещества, соответствующие началу и концу диапазона (поддиапазона измерений), мг/дм<sup>3</sup>.

#### 6.3.1 Определение абсолютной погрешности при измерении ОВП;

6.3.1.1 Абсолютную погрешность измерений ОВП определяют в 2-х точках диапазона измерений. Для измерений используют буферные растворы - рабочие эталоны 2-го разряда по ГОСТ 8.702-2010 с номинальным значением 298,0 мВ, 605 мВ. Буферные растворы готовят по инструкции, входящей в комплект документации на стандарт-титры ОВП.

Помещают чувствительную часть сенсора поочередно в буферные растворы, приготовленные на основе стандарт-титров. Перед каждым погружением сенсор промывают в дистиллированной воде и высушивают. Измерения повторяют не менее трех раз для каждого буферного раствора.

6.3.1.2 Рассчитывают значения абсолютной погрешности ( $\Delta Eh$ , мВ) по формуле

$$\Delta Eh = Eh_{изм.} - Eh,$$

где  $Eh_{изм.}$  – среднее арифметическое измеренных значений ОВП  $i$ -того буферного раствора, мВ;

$Eh$  – номинальное значение ОВП буферного раствора, мВ.

Полученные значения абсолютной погрешности не должны превышать  $\pm 5$  мВ.

6.3.2 Определение приведенной и относительной погрешности измерений массовой концентрации растворенного кислорода.

6.3.2.1 Погрешность анализатора определяют сравнением измеренного значения массовой концентрации ( $\text{мг/дм}^3$ ) кислорода в поверочном растворе и её действительного значения.

6.3.2.2 Готовят раствор с "нулевым" содержанием кислорода барботированием аргона через дистиллированную воду в течение 30 минут или растворением 125 мг натрия сернистокислого в 1000 мл дистиллированной воды при температуре 20 °С, бутыль с приготовленным раствором закрывают пробкой и выдерживают не менее 1 часа.

6.3.2.3 Извлекают осторожно датчик из проточной камеры или другого внутреннего устройства анализатора, помещают его в раствор с нулевым содержанием кислорода и выдерживают 20 мин. Регистрируют показания. Сенсор оставляют в "нулевом" растворе до следующей операции поверки.

6.3.2.4 Проводят измерения массовой концентрации ( $\text{мг/дм}^3$ ) кислорода в поверочных растворах. Схема установки приведена в приложении 1.

Поверочные растворы приготавливают непосредственно перед измерениями, начиная с меньшей концентрации. Перечень ГСО-ПГС кислорода в азоте, используемых для приготовления поверочных растворов, приведен в таблице 2.

Таблица 2

Диапазон измерений массовой концентрации кислорода, $\text{мг/дм}^3$	Номинальное значение и допускаемое отклонение от номинального значения объёмной доли кислорода в ГСО-ПГС, применяемых для приготовления поверочных растворов, %				№ ГСО
	"Нулевой" раствор	Раствор № 1	Раствор № 2	Раствор № 3	
0 – 20	раствор $\text{Na}_2\text{SO}_3$ или аргон	$5,0 \pm 0,25$	$20,0 \pm 2,0$	$40,0 \pm 2,0$	10253-2013 ГОСТ-10157-79

Сосуд вместимостью не менее 1 л, заполненный дистиллированной водой, помещают в термостат с установленной температурой ( $20,0 \pm 0,2$ ) °С.

Электрохимический датчик помещают в сосуд с термостатированной дистиллированной водой, туда же помещают капиллярную трубку, соединенную с редуктором баллона с ГСО-ПГС. Открывают вентиль баллона с ГСО-ПГС при закрытом редукторе. Плавное открывание вентиля редуктора, подают ПГС при помощи капилляра к мембране датчика. Барботируют ГСО-ПГС не менее 30 мин. Насыщение раствора контролируют по стабилизации показаний анализатора в процессе измерений. Приготавливают не менее трех поверочных растворов с различным содержанием растворенного кислорода.

6.3.2.5 Действительное содержание кислорода ( $C_0$ ) в дистиллированной воде, насыщенной ГСО-ПГС при температуре  $t$  ( $^{\circ}\text{C}$ ), в ( $\text{мг}/\text{дм}^3$ ), рассчитывают по формуле

$$C_0 = S_t \cdot C_n \cdot \frac{P}{20,90 \cdot 760},$$

где  $S_t$  – массовая концентрация кислорода в дистиллированной воде, насыщенной атмосферным воздухом при температуре  $t$  ( $^{\circ}\text{C}$ ) и давлении 760 мм рт.ст.,  $\text{мг}/\text{дм}^3$ , (Приложение 2);

$C_n$  – объемная доля кислорода в ГСО-ПГС, %;

$P$  – атмосферное давление, мм рт.ст.

6.3.2.6 Приведенную погрешность анализатора,  $\delta_{пр}$  %, рассчитывают по формуле (1).

6.3.2.7 Относительную погрешность измерений анализатора,  $\delta$  %, рассчитывают по формуле (3).

6.3.2.8 Анализаторы считаются выдержавшими испытания, если полученные значения приведенной и относительной погрешности не превышают  $\pm 3$  %.

6.3.3 Определение приведенной и относительной погрешности измерений массовой концентрации аммонийного азота, нитратного азота, ионов калия и хлорид-ионов (**анализаторы жидкости Liquiline System CA80XX, Liquistation CSF48, Liquiport 2010 CSP44 с датчиком CAS40D**)

6.3.3.1 Приведенную и относительную погрешность измерений массовой концентрации аммонийного азота, нитратного азота, ионов калия и хлорид-ионов определяют, анализируя контрольные растворы, приготовленные в соответствии с таблицами 3-5. Объем приготавливаемого раствора не менее 1800 - 2000  $\text{см}^3$ . Измерения выполняют в соответствии с инструкцией по эксплуатации анализаторов.

Контрольные растворы аммонийного азота приготавливают из ГСО 7864-2000 в соответствии с инструкцией по применению стандартного образца, нитратного азота – из ГСО 7863-2000.

Для приготовления растворов нитратов применяют деминерализованную воду или воду, приготовленную по ГОСТ Р 52501-2005, контролируя, остаточное содержание нитратов.

Таблица 3 - Приготовление контрольных растворов аммонийного и нитратного азота в воде

Номер приготавливаемого контрольного раствора	Значение массовой концентрации аммонийного (нитратного) азота в приготавливаемом растворе, $\text{мг}/\text{дм}^3$	Значение массовой концентрации аммонийного (нитратного) азота в исходном растворе, $\text{мг}/\text{дм}^3$	Объем отбираемого исходного раствора, $\text{см}^3$	Вместимость мерной колбы, используемой для разбавления, $\text{см}^3$
1	800	1000 ГСО7864-2000 (ГСО7863-2000)	1600	2000
2	200	1000 ГСО7864-2000 (ГСО7863-2000)	400	2000
3	40	800 (р-р № 1)	100	2000
4	10	800 (р-р № 2)	25	2000

Номер приготавливаемого контрольного раствора	Значение массовой концентрации аммонийного (нитратного) азота в приготавливаемом растворе, мг/дм <sup>3</sup>	Значение массовой концентрации аммонийного (нитратного) азота в исходном растворе, мг/дм <sup>3</sup>	Объем отбираемого исходного раствора, см <sup>3</sup>	Вместимость мерной колбы, используемой для разбавления, см <sup>3</sup>
5	4	200 (р-р № 2)	40	2000
6	0,5	40 (р-р № 3)	25	2000

6.3.3.2 Для приготовления контрольных растворов ионов калия используют ГСО 7771-2000 состава раствора ионов калия в соответствии с инструкцией по его применению.

Процедура приготовления контрольных растворов приведена в таблице 4.

Таблица 4 Приготовление контрольных растворов ионов калия в воде

Номер приготавливаемого контрольного раствора	Значение массовой концентрации ионов калия в приготавливаемом растворе, мг/дм <sup>3</sup>	Значение массовой концентрации ионов калия в исходном растворе, мг/дм <sup>3</sup>	Объем отбираемого исходного раствора, см <sup>3</sup>	Вместимость мерной колбы, используемой для разбавления, см <sup>3</sup>
1	800	1000 (ГСО 7771-2000)	1600	2000
2	200	1000 (ГСО 7771-2000)	400	2000
3	40	800 (р-р № 1)	100	2000
4	10	800 (р-р № 1)	25	2000
5	4	200 (р-р № 2)	40	2000
6	1,5	200 (р-р № 2)	15	2000

6.3.3.3 Контрольные растворы хлорид-ионов приготавливают из ГСО 7813-2000 в соответствии с инструкцией по применению стандартного образца

Таблица 5 - Приготовление контрольных растворов хлорид-ионов в воде

Номер приготавливаемого контрольного раствора	Значение массовой концентрации хлорид-ионов в приготавливаемом растворе, мг/дм <sup>3</sup>	Значение массовой концентрации хлорид-ионов в исходном растворе, мг/дм <sup>3</sup>	Объем отбираемого исходного раствора, см <sup>3</sup>	Вместимость мерной колбы, используемой для разбавления, см <sup>3</sup>
1	800	10000 (ГСО 7813-2000)	160	2000
2	200	10000 (ГСО 7813-2000)	40	2000
3	40	800 (р-р № 1)	100	2000
4	10	800 (р-р № 1)	25	2000
5	4	200 (р-р № 2)	40	2000
6	1,5	200 (р-р № 2)	15	2000

Измерения выполняют в соответствии с руководством по эксплуатации анализаторов.

Приведенную погрешность,  $\delta_{пр}$ , %, рассчитывают по формуле (1)

Относительную погрешность измерений анализатора,  $\delta$ , %, вычисляют по формуле (3).



Анализаторы считаются выдержавшими испытания, если полученные значения приведенной и относительной погрешности не превышают значений, приведенных в таблице 6.

Таблица 6

Наименование характеристики	Значение
Пределы допускаемой приведенной погрешности измерений массовой концентрации ионов калия ( $K^+$ ) и хлорид-ионов ( $Cl^-$ ), %	$\pm 5$ в диапазоне от 1 до 4 мг/дм <sup>3</sup>
Пределы допускаемой приведенной погрешности измерений массовой концентрации аммония ( $NH_4-N$ ) и нитратов ( $NO_3-N$ ), %	$\pm 5$ в диапазоне от 0,1 до 4 мг/дм <sup>3</sup>
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой концентрации ионов $K^+$ , хлорид-ионов ( $Cl^-$ ), аммония ( $NH_4-N$ ) и нитратов ( $NO_3-N$ ), %	$\pm 5$ в диапазоне от 4 до 1000 мг/дм <sup>3</sup>

#### 6.3.4 Определение относительной погрешности измерений массовой концентрации ХПК (анализаторы жидкости **Liquiline System CA80COD**)

Относительную погрешность измерений массовой концентрации ХПК определяют с использованием контрольных растворов бифталата калия, приготовленных по методике, приведенной в Приложении 4. Объем каждого контрольного раствора, используемого при проверке, должен быть не менее 100 см<sup>3</sup>.

Измерения выполняют в соответствии с инструкцией по эксплуатации анализатора.

Относительную погрешность измерений анализатора,  $\delta$ , %, вычисляют по формуле (3).

Анализаторы считаются выдержавшими испытания, если полученные значения относительной погрешности измерений ХПК в диапазонах от 10 до 5000 мг  $O_2$ /дм<sup>3</sup> и от 40 до 20000 мг  $O_2$ /дм<sup>3</sup> не превышают  $\pm 10$  %.

#### 6.3.5 Определение погрешности измерений массовой концентрации химического потребления кислорода (ХПК), ООУ и нитратов (анализаторы жидкости **Liquiline System CA80XX, Liquistation CSF48, Liquiport 2010 CSP44 с датчиком CAS51D**)

6.3.5.1 Приведенную погрешность измерений массовой концентрации химического потребления кислорода (ХПК) и общего органического углерода (ООУ) определяют с использованием контрольных растворов бифталата калия, приготовленных по методике, приведенной в Приложении 4.

В ёмкость с контрольным раствором погружают датчик. Измерения выполняют в соответствии с руководством по эксплуатации анализатора.

Приведенную погрешность рассчитывают по формуле (1).

Анализаторы считаются выдержавшими испытания, если полученные значения приведенной погрешности не превышают  $\pm 2$  %, в диапазонах, приведенных в таблице 7.

Таблица 7

Датчики	Массовая концентрация ООУ, мг/дм <sup>3</sup>	Массовая концентрация ХПК, мг/дм <sup>3</sup>
CAS51D-**C1, размер кюветы 40 мм	от 0,6 до 30	от 1,5 до 75
CAS51D-**C2, размер кюветы 8 мм	от 3 до 150	от 7,5 до 370
CAS51D-**C3, размер кюветы 2 мм	от 8 до 410	от 20 до 1000

6.3.5.2 Определение абсолютной и приведенной погрешности измерений массовой концентрации нитратного азота.

Абсолютную и приведенную погрешность определяют, анализируя контрольные растворы нитрат-ионов в пересчете на азот, приготовленные в соответствии с таблицей 8.

Для приготовления растворов применяют деминерализованную воду или воду, приготовленную по ГОСТ Р 52501-2005, контролируя, остаточное содержание нитратов.

Анализаторы считаются выдержавшими испытания, если полученные значения приведенной и относительной погрешности не превышают значений, приведенных в таблице 6.

Таблица 6

Наименование характеристики	Значение
Пределы допускаемой приведенной погрешности измерений массовой концентрации ионов калия ( $K^+$ ) и хлорид-ионов ( $Cl^-$ ), %	$\pm 5$ в диапазоне от 1 до 4 мг/дм <sup>3</sup>
Пределы допускаемой приведенной погрешности измерений массовой концентрации аммония ( $NH_4-N$ ) и нитратов ( $NO_3-N$ ), %	$\pm 5$ в диапазоне от 0,1 до 4 мг/дм <sup>3</sup>
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой концентрации ионов $K^+$ , хлорид-ионов ( $Cl^-$ ), аммония ( $NH_4-N$ ) и нитратов ( $NO_3-N$ ), %	$\pm 5$ в диапазоне от 4 до 1000 мг/дм <sup>3</sup>

#### 6.3.4 Определение относительной погрешности измерений массовой концентрации ХПК (анализаторы жидкости **Liquiline System CA80COD**)

Относительную погрешность измерений массовой концентрации ХПК определяют с использованием контрольных растворов бифталата калия, приготовленных по методике, приведенной в Приложении 4. Объем каждого контрольного раствора, используемого при поверке, должен быть не менее 100 см<sup>3</sup>.

Измерения выполняют в соответствии с инструкцией по эксплуатации анализатора.

Относительную погрешность измерений анализатора,  $\delta$ , %, вычисляют по формуле (3).

Анализаторы считаются выдержавшими испытания, если полученные значения относительной погрешности измерений ХПК в диапазонах от 10 до 5000 мг  $O_2$ /дм<sup>3</sup> и от 40 до 20000 мг  $O_2$ /дм<sup>3</sup> не превышают  $\pm 10$  %.

#### 6.3.5 Определение погрешности измерений массовой концентрации химического потребления кислорода (ХПК), ООУ и нитратов (анализаторы жидкости **Liquiline System CA80XX, Liquistation CSF48, Liquiport 2010 CSP44 с датчиком CAS51D**)

6.3.5.1 Приведенную погрешность измерений массовой концентрации химического потребления кислорода (ХПК) и общего органического углерода (ООУ) определяют с использованием контрольных растворов бифталата калия, приготовленных по методике, приведенной в Приложении 4.

В ёмкость с контрольным раствором погружают датчик. Измерения выполняют в соответствии с руководством по эксплуатации анализатора.

Приведенную погрешность рассчитывают по формуле (1).

Анализаторы считаются выдержавшими испытания, если полученные значения приведенной погрешности не превышают  $\pm 2$  %, в диапазонах, приведенных в таблице 7.

Таблица 7

Датчики	Массовая концентрация ООУ, мг/дм <sup>3</sup>	Массовая концентрация ХПК, мг/дм <sup>3</sup>
CAS51D-**C1, размер кюветы 40 мм	от 0,6 до 30	от 1,5 до 75
CAS51D-**C2, размер кюветы 8 мм	от 3 до 150	от 7,5 до 370
CAS51D-**C3, размер кюветы 2 мм	от 8 до 410	от 20 до 1000

6.3.5.2 Определение абсолютной и приведенной погрешности измерений массовой концентрации нитратного азота.

Абсолютную и приведенную погрешность определяют, анализируя контрольные растворы нитрат-ионов в пересчете на азот, приготовленные в соответствии с таблицей 8.

Для приготовления растворов применяют деминерализованную воду или воду, приготовленную по ГОСТ Р 52501-2005, контролируя, остаточное содержание нитратов.

Таблица 8 - Приготовление контрольных растворов нитратного азота

Номер приготавливаемого контрольного раствора	Значение массовой концентрации нитратного азота в приготавливаемом растворе, мг/дм <sup>3</sup>	Значение массовой концентрации нитратного азота в исходном растворе, мг/дм <sup>3</sup>	Объем отбираемого исходного раствора, см <sup>3</sup>	Вместимость мерной колбы, используемой для разбавления, см <sup>3</sup>
1	45	1000 (ГСО 7863-2000)	90	2000
2	18	45 (р-р № 1)	800	2000
3	4,5	18 (р-р № 2)	500	2000
4	0,9	4,5 (р-р № 3)	200	2000
5	0,45	4,5 (р-р № 2)	200	2000

В мерную колбу в соответствии с таблицей 8 переносят необходимый объем исходного раствора, доводят до метки очищенной водой, тщательно перемешивают.

Измерения выполняют в соответствии с руководством по эксплуатации.

Абсолютную погрешность анализатора,  $\Delta$ , мг/дм<sup>3</sup>, рассчитывают по формуле (4).

Приведенную погрешность измерений,  $\delta$ , %, рассчитывают по формуле (1).

Анализаторы считаются выдержавшими испытания, если полученные значения абсолютной и приведенной погрешности не превышают значений, приведенных в таблице 9.

Таблица 9

Наименование характеристики	Значение
Пределы допускаемой погрешности измерений массовой концентрации нитратного азота: - абсолютной, мг/дм <sup>3</sup> датчик CAS51D-A2	$\pm 0,2$ в диапазоне от 0,1 до 10,0 мг/дм <sup>3</sup>
датчик CAS51D-A1	$\pm 0,04$ в диапазоне от 0,01 до 2,00 мг/дм <sup>3</sup>
- приведенной, %: датчик CAS51D-A2	$\pm 2$ в диапазоне св.10 до 50 мг/дм <sup>3</sup>
датчик CAS51D-A1	$\pm 2$ в диапазоне св.2,0 до 20,0 мг/дм <sup>3</sup>

### 6.3.6. Определение приведенной погрешности измерений массовой концентрации хрома (анализаторы жидкости Liquiline System CA80CR)

Приведенную погрешность измерений массовой концентрации ионов хрома (VI) определяют, анализируя контрольные растворы, приготовленные в соответствии с таблицей 10.

Растворы готовят разбавлением ГСО 7257-96 в соответствии с инструкцией по его применению.

Таблица 10 - Приготовление контрольных растворов ионов хрома (VI)

Номер приготавливаемого контрольного раствора	Значение массовой концентрации ионов хрома (VI) в приготавливаемом растворе, мг/дм <sup>3</sup>	Значение массовой концентрации ионов хрома (VI) в исходном растворе, мг/дм <sup>3</sup>	Объем отбираемого исходного раствора, см <sup>3</sup>	Вместимость мерной колбы, используемой для разбавления, см <sup>3</sup>
1	4	1000 (ГСО 7257-96)	1	250

Номер приготавливаемого контрольного раствора	Значение массовой концентрации ионов хрома (VI) в приготавливаемом растворе, мг/дм <sup>3</sup>	Значение массовой концентрации ионов хрома (VI) в исходном растворе, мг/дм <sup>3</sup>	Объем отбираемого исходного раствора, см <sup>3</sup>	Вместимость мерной колбы, используемой для разбавления, см <sup>3</sup>
2	2	4 (р-р № 1)	50	100
3	1	4 (р-р № 1)	25	100
4	0,5	2 (р-р № 2)	25	100
5	0,1	0,5 (р-р № 4)	20	100

Измерения выполняют в соответствии с руководством по эксплуатации анализатора.

Значение приведенной погрешности ( $\delta_{пр}$ , %) измерений массовой концентрации хрома рассчитывают по формуле (1).

Анализаторы считаются выдержавшими испытания, если полученные значения приведенной погрешности не превышают  $\pm 2$  %.

### 6.3.7 Определение приведенной погрешности измерений массовой концентрации ионов железа (III) (анализаторы жидкости Liquiline System CA80FE)

Приведенную погрешность измерений массовой концентрации ионов железа (III) определяют, анализируя контрольные растворы, приготовленные в соответствии с таблицей 11.

Растворы готовят разбавлением ГСО7765-2000 состава ионов железа III в соответствии с инструкцией по его применению.

Таблица 11 - Приготовление контрольных растворов железа (III)

Номер приготавливаемого контрольного раствора	Значение массовой концентрации ионов железа (III) в приготавливаемом растворе мг/дм <sup>3</sup>	Значение массовой концентрации ионов железа (III) в исходном растворе, мг/дм <sup>3</sup>	Объем отбираемого исходного раствора, см <sup>3</sup>	Вместимость мерной колбы, используемой для разбавления, см <sup>3</sup>
1	4	100 (ГСО 7765-2000)	10	250
2	2	4 (р-р № 1)	50	100
3	1	4 (р-р № 1)	25	100
4	0,5	2 (р-р № 2)	25	100
5	0,1	0,5 (р-р № 4)	20	100

Измерения выполняют в соответствии с руководством по эксплуатации анализатора.

Значение приведенной погрешности ( $\delta_{пр}$ , %) измерений массовой концентрации железа рассчитывают по формуле (1).

Анализаторы считаются выдержавшими испытания, если полученные значения приведенной погрешности в диапазонах от 0,05 до 2,5 мг/дм<sup>3</sup> и от 0,1 до 5 мг/дм<sup>3</sup> не превышают  $\pm 2$  %.

### 6.3.8 Определение приведенной и относительной погрешности измерений массовой концентрации общего фосфора (анализаторы жидкости Liquiline System CA80TP)

Приведенную и относительную погрешность измерений массовой концентрации общего фосфора определяют, анализируя контрольные растворы, приготовленные в соответствии с таблицей 12.

Растворы готовят разбавлением ГСО7241-96 состава общего фосфора в соответствии с инструкцией по его применению.

Таблица 12 - Приготовление контрольных растворов общего фосфора

Номер приготавливаемого контрольного раствора	Значение массовой концентрации $P_{общ.}$ в приготавливаемом растворе, мг/дм <sup>3</sup>	Значение массовой концентрации $P_{общ.}$ в исходном растворе, мг/дм <sup>3</sup>	Объем отбираемого исходного раствора, см <sup>3</sup> .	Вместимость мерной колбы, используемой для разбавления, см <sup>3</sup>
1	50	500 (ГСО 7241-96)	20	200
2	25	50 (р-р № 1)	50	100
3	10	50 (р-р № 1)	20	100
4	5	25 (р-р № 2)	20	100
5	2,5	10 (р-р № 3)	25	100
6	1	5 (р-р № 4)	20	100

Измерения выполняют в соответствии с руководством по эксплуатации анализатора.

Значение приведенной погрешности ( $\delta_{пр}$ , %) измерений массовой концентрации общего фосфора рассчитывают по формуле (1).

Относительную погрешность измерений анализатора ( $\delta$ , %), вычисляют по формуле (3).

Анализаторы считаются выдержавшими испытания, если полученные значения погрешности не превышают значений, приведенных в таблице 13.

Таблица 13

Наименование характеристики	Значение
Пределы допускаемой приведенной погрешности, %:	$\pm 3$ в диапазоне от 0,05 до 2 мг/дм <sup>3</sup>
	$\pm 4$ в диапазоне от 0,5 до 10 мг/дм <sup>3</sup>
Пределы допускаемой относительной погрешности, %:	$\pm 3$ в диапазоне от 2 до 10 мг/дм <sup>3</sup>
	$\pm 4$ в диапазоне от 10 до 50 мг/дм <sup>3</sup>

### 6.3.9 Определение относительной погрешности измерений массовой концентрации фосфат-ионов в пересчете на фосфор (анализаторы жидкости Liquiline System CA80PH)

Относительную погрешность измерений массовой концентрации фосфат-ионов определяют, анализируя контрольные растворы, приготовленные в соответствии с таблицей 14.

Растворы готовят разбавлением ГСО7260-96 состава фосфат – ионов (III) в соответствии с инструкцией по его применению.

Таблица 14

Номер приготавливаемого контрольного раствора	Значение массовой концентрации фосфат-ионов в приготавливаемом растворе*, мг/дм <sup>3</sup>	Значение массовой концентрации фосфат-ионов в исходном растворе, мг/дм <sup>3</sup>	Объем отбираемого исходного раствора, см <sup>3</sup>	Вместимость мерной колбы, используемой для разбавления, см <sup>3</sup>
1	150	500 (ГСО 7260-96),	60	200
2	90	150 (р-р № 1)	60	100
3	45	150 (р-р № 1)	30	100
4	18	90 (р-р № 2)	20	100

Номер приготавливаемого контрольного раствора	Значение массовой концентрации фосфат-ионов в приготавливаемом растворе <sup>*)</sup> , мг/дм <sup>3</sup>	Значение массовой концентрации фосфат-ионов в исходном растворе, мг/дм <sup>3</sup>	Объем отбираемого исходного раствора, см <sup>3</sup>	Вместимость мерной колбы, используемой для разбавления, см <sup>3</sup>
5	4,5	45 (р-р № 3)	10	100
6	1,8	45 (р-р № 3)	4	100
7	0.5	4,5 (р-р № 5)	10	100
7	0.18	1,8 (р-р № 6)	10	100

<sup>\*)</sup> Для пересчета массовой концентрации фосфат-ионов в массовую концентрацию фосфора необходимо значения, приведенные в таблице, умножить на коэффициент 0,326.

Значение относительной погрешности ( $\delta_i$ ) вычисляют по формуле (3).

Анализаторы считаются выдержавшими испытания, если полученные значения относительной погрешности не превышают  $\pm 2\%$ .

6.3.10 Определение погрешности измерений мутности по формазину и массовой концентрации взвешенных частиц по каолину (**анализаторы жидкости Liquiline System CA80XX, Liquistation CSF48 и Liquiport 2010 CSP44 с датчиками CUS52D, CUS51D**)

6.3.10.1 Готовят контрольные формазинные суспензии из ГСО мутности № 7271-96 и дистиллированной воды в соответствии с инструкцией по применению ГСО мутности. Рекомендуется дистиллированную воду дополнительно очищать с помощью системы очистки воды.

Процедура приготовления формазинных суспензий приведена в таблице 15. Отбирают необходимый объем исходной суспензии, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и доводят до метки дистиллированной водой. Объем каждой контрольной суспензии должен быть не менее 900 - 1000 см<sup>3</sup>. Перед измерениями раствор суспензии необходимо взболтать. Измерения выполняют, начиная с меньших значений мутности.

6.3.10.1.2 Датчики последовательно погружают в контрольные суспензии формазина в порядке возрастания значения мутности. После стабилизации показаний для каждого раствора выполняют по три измерения в соответствии с руководством по эксплуатации. Показания регистрируют.

Таблица 15

Номер приготавливаемой суспензии	Значение мутности приготавливаемой суспензии, ЕМФ	Значение мутности исходной суспензии, ЕМФ	Объем отбираемой исходной суспензии, см <sup>3</sup>	Вместимость мерной колбы, используемой для разбавления, см <sup>3</sup>
1	3000	4000 (ГСО)	750	1000
2	1000	4000 (ГСО)	250	1000
3	300	3000 (р-р № 1)	100	1000
4	100	1000 (р-р № 2)	100	1000
5	30	300 (р-р № 3)	100	1000
6	10	1000 (р-р № 2)	10	1000
7	5	1000 (р-р № 2)	5	1000

Значение приведенной погрешности ( $\delta_n$ ) измерений мутности рассчитывают по формуле (5)

$$\delta_n = \frac{N - N_o}{N_n} \cdot 100 \quad (5)$$

Значение относительной погрешности ( $\delta_i$ ) измерений мутности вычисляют по формуле (6)

$$\delta_i = \frac{N - N_o}{N_o} \cdot 100. \quad (6)$$

где  $N_o, N$  – значение мутности раствора формазинной суспензии действительное и измеренное, соответственно, ЕМФ;

$N_n$  – верхний предел диапазона измерений мутности, ЕМФ.

Анализаторы считаются выдержавшими испытания, если полученные значения приведенной и относительной погрешности не превышают  $\pm 4\%$ .

6.3.10.2 Определение погрешности измерений массовой концентрации взвешенных частиц по каолину.

Готовят контрольные суспензии каолина из ГСО № 6541-92 и дистиллированной воды в соответствии с инструкцией по применению ГСО. Методика приготовления контрольных суспензий приведена в Приложении.

Перед проверкой очищают оптические компоненты (окошки) датчика с помощью воды и щетки. Помещают датчик в резервуар с контрольной суспензией под углом. В этом случае предотвращается образование пузырьков воздуха вокруг окон. Светодиоды датчика должны быть направлены к центру резервуара. Минимальное расстояние между датчиком и стенкой резервуара составляет 10 мм. Расстояние до пола резервуара должно быть максимально большим. Одновременно с этим, датчик необходимо погрузить на глубину не менее 10 мм Датчик закрепляют в этом положении с помощью штатива. Для обеспечения однородности суспензии раствор непрерывно перемешивается при помощи магнитной мешалки.

Измерения выполняют в соответствии с инструкцией по эксплуатации анализаторов.

6.3.10.3 Значение приведенной погрешности ( $\delta_n$ ) измерений массовой концентрации взвешенных частиц рассчитывают по формуле (2).

Значение относительной погрешности ( $\delta_i$ ) вычисляют по формуле (3).

Анализаторы считаются выдержавшими испытания, если полученные значения приведенной и относительной погрешности не превышают  $\pm 8\%$ .

6.3.11 Определение приведенной погрешности измерений массовой концентрации нитритного азота (**анализаторы жидкости Liquiline System CA80NO**)

Приведенную погрешность измерений массовой концентрации нитритного азота определяют, анализируя контрольные растворы, приготовленные в соответствии с таблицей 16.

Растворы готовят разбавлением ГСО7862-2000 массовой концентрации азота в растворе нитрита натрия в соответствии с инструкцией по его применению.

Таблица 16 - Приготовление контрольных растворов нитритного азота

Номер приготавливаемого контрольного раствора	Значение массовой концентрации нитритного азота в приготавливаемом растворе, мг/ дм <sup>3</sup>	Значение массовой концентрации нитритного азота в исходном растворе, мг/ дм <sup>3</sup>	Объем отбираемого исходного раствора, см <sup>3</sup>	Вместимость мерной колбы, используемой для разбавления, см <sup>3</sup>
1	3	1000 (ГСО7862-2000)	3	1000
2	1	3 (р-р № 1)	100	300
3	0,5	3 (р-р № 1)	50	300
4	0,3	1 (р-р № 2)	60	200
5	0,1	1 (р-р № 2)	20	200

Измерения выполняют в соответствии с руководством по эксплуатации анализатора.

Значение приведенной погрешности ( $\delta_{пр}, \%$ ) измерений массовой концентрации нитритного азота рассчитывают по формуле (1).

Анализаторы считаются выдержавшими испытания, если полученные значения приведенной погрешности не превышают  $\pm 2 \%$ .

## 7 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1 Результаты поверки анализаторов заносят в протокол произвольной формы.

7.2 Положительные результаты поверки анализаторов оформляют выдачей Свидетельства о поверке в соответствии с Порядком проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке (утв. приказом Министерства промышленности и торговли РФ от 2 июля 2015 г. № 1815).

7.3 На анализаторы, не удовлетворяющие требованиям настоящей методики, выдают извещение о непригодности с указанием причин в соответствии с Порядком проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке (утв. приказом Министерства промышленности и торговли РФ от 2 июля 2015 г. № 1815).

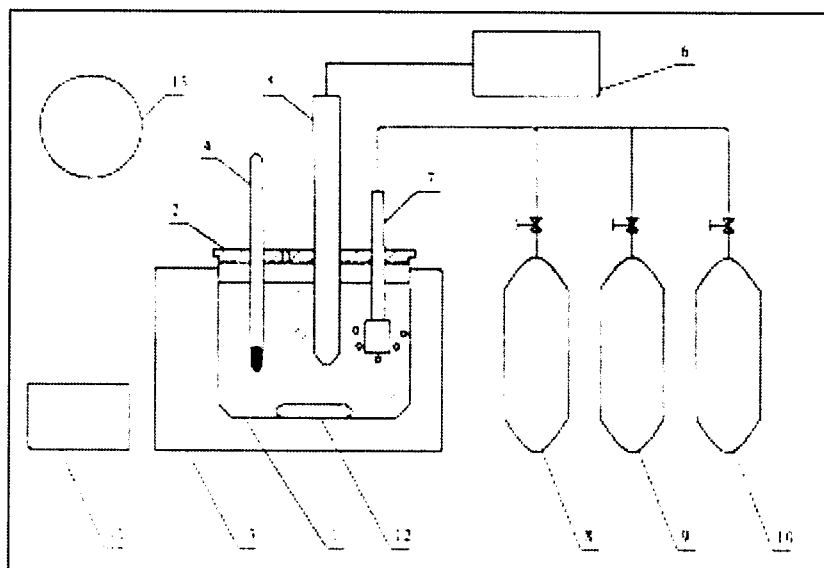
Заместитель начальника отдела ФГУП "ВНИИМС"

Ш.Р. Фаткудинова

Начальник сектора ФГУП "ВНИИМС", к.х.н.

О.Л. Рутенберг





- 1 - стакан;
- 2 - крышка;
- 3 - термостат;
- 4 - термометр;
- 5 - первичный преобразователь поверяемого анализатора;
- 6 - измерительный преобразователь анализатора;
- 7 - барботер;
- 8, 9, 10 - баллоны с ГСО-ПГС,
- 11 - магнитная мешалка;
- 12 - стержень магнитной мешалки; 13 барометр.

Рисунок 1. Схема подключения анализатора к установке

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

Таблица 2.1

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

## МЕТОДИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ КОНТРОЛЬНЫХ РАСТВОРОВ

### 3.1 Приготовление контрольных растворов бифталата калия

#### 3.1.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование и материалы:

- ГСО 2216-81 состава калия фталевокислого кислого (бифталата калия) 1-го разряда
- весы аналитические, специального класса точности, с наибольшим пределом взвешивания 210 г по ГОСТ OIML R 76-1-2011;
- колбы мерные 2-500-2, 2-300-2, 2-250-2, 2-200-2, 2-100-2 по ГОСТ 1770-74;
- вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

#### 3.1.2 Общие указания

Готовят воду, очищенную с помощью системы очистки воды. Измеряют остаточное содержание общего углерода.

Перед приготовлением контрольных растворов используемые реактивы, растворители, химическую посуду выдерживают в помещении, где будут готовить раствор, не менее 2 часов, посуду тщательно промывают с применением хромовой смеси, тщательно ополаскивают очищенной водой и высушивают.

Температура окружающего воздуха при приготовлении аттестованных смесей  $(20 \pm 2) ^\circ\text{C}$ .

3.1.3 Приготовление растворов бифталата калия для поверки анализатора СА80 COD в диапазонах ХПК от 10 до 5000 мг  $\text{O}_2/\text{дм}^3$  и от 40 до 20000 мг  $\text{O}_2/\text{дм}^3$ .

##### 3.1.3.1 Приготовление раствора № 1 с массовой концентрацией 20000 мг $\text{O}_2/\text{дм}^3$ .

В бюксе взвешивают  $(8,5 \pm 0,01)$  г ГСО состава калия фталевокислого кислого (бифталата калия) и количественно переносят его в мерную колбу вместимостью 500  $\text{см}^3$ . Добавляют до  $\frac{1}{4}$  колбы очищенной воды комнатной температуры, перемешивают до полного растворения, доводят объем раствора до метки, тщательно перемешивают.

Хранят в емкостях с притертой пробкой в защищенном от света месте, длительность хранения не более 15 дней.

##### 3.1.3.2 Приготовление контрольных растворов

Контрольные растворы готовят в день применения в соответствии с таблицей 3.1.

Таблица 3.1

Номер приготавливаемого контрольного раствора	Массовая концентрация ХПК приготавливаемом растворе, мг $\text{O}_2/\text{дм}^3$	Исходный раствор	Объем исх. раствора, $\text{см}^3$	Объем готового раствора, $\text{см}^3$
Раствор № 2	12000	раствор № 1	300	500
Раствор № 3	4800	раствор № 2	200	500
Раствор № 4	2400	раствор № 3	250	500
Раствор № 5	960	раствор № 4	200	500
Раствор № 6	480	раствор № 5	250	500
Раствор № 7	96	раствор № 6	100	500
Раствор № 8	48	раствор № 7	250	500
Раствор № 9	24	раствор № 8	250	500

В мерную колбу в соответствии с таблицей 2 переносят необходимый объем исходного раствора, доводят до метки очищенной водой, тщательно перемешивают.

3.1.4 Приготовление растворов бифталата калия для поверки анализатора Liquiline System CA80XX, Liquistation CSF48, Liquiport 2010 CSP44 с датчиком CAS51D для измерений массовой концентрации общего углерода и ХПК.

3.1.4.1 Приготовление раствора № 1 с массовой концентрацией углерода 800 мг/дм<sup>3</sup> и ХПК 2000 мг О<sub>2</sub>/дм<sup>3</sup>.

3.1.4.2 В бюксе взвешивают (3,400 ± 0,002) г ГСО состава калия фталевокислого кислого (бифталата калия) и количественно переносят его в мерную колбу вместимостью 2000 см<sup>3</sup>. Добавляют до ¼ колбы очищенной воды комнатной температуры, перемешивают до полного растворения, доводят объем раствора до метки, тщательно перемешивают.

Хранят в емкостях с притертой пробкой в защищенном от света месте, длительность хранения не более 15 дней.

Массовую концентрацию ХПК и ООУ в растворе бифталата калия рассчитывают по формулам

$$\begin{aligned} \text{ХПК} &= 1.176 \cdot C_{\text{бифталата}}; \\ \text{ООУ} &= 0,4705 \cdot C_{\text{бифталата}}, \end{aligned}$$

где  $C_{\text{бифталата}}$  - массовая концентрация бифталата калия.

#### 3.1.4.3 Приготовление контрольных растворов

Контрольные растворы готовят в день применения в соответствии с таблицей 3.2.

Таблица 3.2 Приготовление контрольных растворов

Контрольный раствор	Массовая концентрация		Исходный раствор	Объем исх. раствора, см <sup>3</sup>	Объем готового раствора, см <sup>3</sup>
	ООУ, мг/дм <sup>3</sup>	ХПК, мг О <sub>2</sub> /дм <sup>3</sup>			
Раствор 2	400	1000	раствор 1	1000	2000
Раствор 3	200	500	раствор 1	500	2000
Раствор 4	120	300	раствор 1	300	2000
Раствор 5	40	100	Раствор 2	200	2000
Раствор 6	28	70	Раствор 1	70	2000
Раствор 7	12	30	Раствор 4	200	2000
Раствор 8	1,2	3	Раствор 7	200	2000

В мерную колбу в соответствии с таблицей 3.2 с помощью мерных колб и пипетки помещают исходный раствор, доводят до метки очищенной водой, тщательно перемешивают. Объем контрольного раствора, используемого для поверки, должен быть не менее 1 литра.

#### 3.2 Приготовление контрольных суспензий каолина

Контрольные суспензии каолина готовят из ГСО 6541-92 и дистиллированной воды в соответствии с инструкцией по применению ГСО.

3.2.1 Приготовление контрольной суспензии с массовой концентрацией нерастворимых веществ каолина 4 г/дм<sup>3</sup>.

Помещают около 200 г. ГСО 6541-92 в колбу вместимостью 2000 мл, добавляют воду, размешивают до полного растворения таблеток, аккуратно доводят объем суспензии дистиллированной водой до метки, перемешивают с помощью магнитной мешалки до получения однородной суспензии.

3.2.2 Значение массовой концентрации взвешенных частиц каолина в полученной суспензии рассчитывают по формуле (3-1)

$$N_0 = \frac{d \cdot m_0}{100 \cdot V_{2000}}, \quad (3-1)$$

где  $N_0$  – значение массовой концентрации нерастворимых веществ каолина в суспензии, г/дм<sup>3</sup>;

$m_0$  – действительное значение массы ГСО № 6541-92, г;

$V_{2000}$  – вместимость колбы, см<sup>3</sup>,  $V_{2000} = 2000$  см<sup>3</sup>;

$d$  – аттестованное значение массовой доли каолина в ГСО № 6541-92 по паспорту, %.

3.2.3 Приготовление контрольной суспензии с массовой концентрацией нерастворимых веществ каолина 2 г/дм<sup>3</sup>.

Отбирают 500 мл суспензии, приготовленной по 3.2.1, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доводят до метки дистиллированной водой, перемешивают с помощью магнитной мешалки до получения однородной суспензии.

Значение массовой концентрации взвешенных частиц каолина в полученной суспензии рассчитывают по формуле (3-2)

$$N_0 = \frac{N_0 \cdot V_{500}}{V_{1000}}, \quad (3-2)$$

где  $V_{500}$  – вместимость колбы, см<sup>3</sup>,  $V_{500} = 500$  см<sup>3</sup>;

$V_{1000}$  – вместимость колбы, см<sup>3</sup>,  $V_{1000} = 1000$  см<sup>3</sup>.

3.2.4 Приготовление контрольной суспензии с массовой концентрацией нерастворимых веществ каолина 0,6 г/дм<sup>3</sup>.

Отбирают 150 см<sup>3</sup> суспензии, приготовленной по 3.2.1, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доводят до метки дистиллированной водой, перемешивают с помощью магнитной мешалки до получения однородной суспензии.

Значение массовой концентрации взвешенных частиц каолина в полученной суспензии рассчитывают по формуле (3-3)

$$N_0 = \frac{N_0 \cdot V_{150}}{V_{1000}} \quad (3-3)$$

где  $V_{150}$  – вместимость колбы, см<sup>3</sup>,  $V_{150} = 150$  см<sup>3</sup>.

3.2.5 Приготовление контрольной суспензии с массовой концентрацией нерастворимых веществ каолина  $0,4 \text{ г/дм}^3$ .

Отбирают  $100 \text{ см}^3$  суспензии, приготовленной по 3.2.1, помещают в мерную колбу вместимостью  $1000 \text{ см}^3$ , доводят до метки дистиллированной водой, перемешивают.

Контрольные растворы готовят непосредственно перед применением, не хранят.

$$N_d = \frac{N_0 \cdot V_{100}}{V_{1000}}, \quad (3-4)$$

где  $V_{100}$  – вместимость колбы,  $\text{см}^3$ ,  $V_{100} = 100 \text{ см}^3$ .