

**УТВЕРЖДАЮ**

**Заместитель директора  
по производственной метрологии  
ФГУП "ВНИИМС"**



**Н.В. Иванникова**

"29" апреля 2019 г.

**Анализаторы жидкости**

**Liquiline CM44x, Liquiline CM44xR, Liquiline CM14**

**Методика поверки**

**МП 56588-14**

**С изменением № 1**

**Москва 2019 г.**

Настоящая методика распространяется на анализаторы жидкости Liquiline CM44x, Liquiline CM44xR, Liquiline CM14 фирмы "Endress+Hauser Conducta GmbH+Co.KG", Германия, (далее – анализаторы) и устанавливает методику их первичной и периодической поверок.

Интервал между поверками – 1 год.

*(Измененная редакция, Изм.№ 1).*

## 1 ОПЕРАЦИИ И СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

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

Таблица 1.

NN п/п	Наименование операции	Номер пункта инструкции
1	Внешний осмотр	6.1
2	Опробование	6.2
3	Определение метрологических характеристик	6.3
	– определение абсолютной погрешности при измерении показателя рН	ГОСТ Р 8.857-2013, п. 9.3
	– определение абсолютной погрешности при измерении ОВП	6.3.1
	– определение <u>приведенной и относительной</u> погрешности при измерении содержания растворенного кислорода	6.3.2
	– определение <u>приведенной и относительной</u> погрешности при измерении удельной электрической проводимости	ГОСТ Р 8.722-2010, эталонные растворы удельной электрической проводимости 2-го разряда по ГОСТ 8.457-2015);
	– определение погрешности измерений массовой концентрации нитратов, ХПК и ООУ	6.3.3
	– определение приведенной и относительной погрешности при измерении массовой концентрации свободного хлора	6.3.4
	– определение приведенной и относительной погрешности измерений массовой концентрации взвешенных частиц и мутности	6.3.5
	– 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)	6.3.6

При поверке анализаторов жидкости Liquiline CM44x, Liquiline CM44xR, Liquiline CM14, имеющих несколько моделей и датчиков, входящих в комплект поставки, допуска-

ется проводить:

- первичную поверку анализаторов и датчиков, входящих в комплект поставки;
- периодическую поверку на основании письменного заявления владельца СИ тех анализаторов и датчиков, и в тех поддиапазонах измерений в которых поверяемый анализатор и датчики эксплуатируются.

*(Измененная редакция, Изм.№ 1).*

## 2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1 При проведении поверки применяют:

- буферные растворы II-ого разряда по ГОСТ 8.120-2014, приготовленные из стандарт-титров по ТУ 2642-001-42218836-96;
- буферные растворы - рабочие эталоны 2-го разряда по ГОСТ 8.639-2014: 298,0 мВ, 605 мВ, приготавливаемые из стандарт-титров СТ-ОВП-01.
- эталонные растворы удельной электрической проводимости 2-ого разряда (ГОСТ Р 8.722-2010) с относительной погрешностью не более  $\pm 1\%$ ;
- ГСО 10531-2014 состава искусственной газовой смеси на основе инертных и постоянных газов (ИП-М-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 № 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 № 7863-2000 массовой концентрации азота в растворе нитрата калия от 0,95 до 1,05 мг/см<sup>3</sup>, границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения  $\pm 1\%$ ;
- ГСО № 7813-2000 состава раствора хлорид-ионов
- ГСО № 7771 -2000 состава раствора ионов калия с содержанием 1 г/дм<sup>3</sup>;
- ГСО № 6696-93 состава водного раствора нитрат-ионов с содержанием NO<sub>3</sub><sup>-</sup> 1 мг/см<sup>3</sup>
- ГСО № 7259-96 состава ионов аммония
- гипохлорит натрия по ГОСТ 11086-76
- термометр ртутный, ГОСТ 28498-90, диапазон измерений (от 0 до 55) °С, цена деления 0,1 °С;
- колбы мерные, вместимостью 100, 1000, 2000 см<sup>3</sup>, ГОСТ 1770-74;
- пипетки мерные с делением, вместимостью 1, 5, 10 см<sup>3</sup>, ГОСТ 29228-91;
- 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 10157-2016;
- стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup> по ГОСТ 1770-74;
- мешалка магнитная ММ-5 по ТУ 25-11.834-80;

– бутылъ вместимостью 0,1–1,0 дм<sup>3</sup> с пенопластовой, корковой или резиновой пробкой с отверстиями;

– вода для лабораторного анализа (бидистиллированная или деионизованная), ГОСТ Р 52501-2005;

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.

*(Измененная редакция, Изм.№ 1).*

### 3 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

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

### 4 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

4.1 При проведении поверки соблюдают следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С	от 15 до 25
- относительная влажность, %	от 20 до 95
- атмосферное давление, кПа	от 85 до 106,7

*(Измененная редакция, Изм.№ 1).*

### 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 4517-2016 (разд. 4.39). При необходимости воду подготавливают в соответствии с инструкцией по применению ГСО или стандарт-титров.

*(Измененная редакция, Изм.№ 1).*

### 6 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре проверяют и устанавливают:

– отсутствие механических повреждений;

- соответствие комплектности анализатора технической документации;
- надежность крепления соединительных элементов;
- исправность органов управления и настройки;
- четкость надписей на лицевой панели.

## 6.2 Опробование

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

*(Измененная редакция, Изм.№ 1).*

## 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 основной 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 8.639-2014 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 сернистокислового в 1000 мл дистиллированной воды при температуре  $20\text{ }^\circ\text{C}$ , бутылку 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 ( $20,0 \pm 0,2$ )  $^\circ\text{C}$ .

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. Плавно открывая вентиль 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 ( $\text{мг/дм}^3$ ), 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  $t$  (°C) и давлении 760 мм рт.ст., мг/дм<sup>3</sup>, (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 погрешности измерений массовой концентрации химического потребления кислорода (ХПК), ООУ и нитратов.

6.3.3.1 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 3.

Таблица 3

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

6.3.3.2 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 4.

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

Таблица 4 Приготовление контрольных растворов нитратного азота

Номер приготовления	Значение массы	Значение массы	Объем отби-	Вместимость
---------------------	----------------	----------------	-------------	-------------

ваемого контрольного раствора	вой концентрации нитратного азота в приготавливаемом растворе, мг/дм <sup>3</sup>	совой концентрации нитратного азота в исходном растворе, мг/дм <sup>3</sup>	раемого исходного раствора, см <sup>3</sup>	мерной колбы, используемой для разбавления, см <sup>3</sup>
1	45	1000 (ГСО7863-2000)	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 4 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 5.

Таблица 5

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>

6.3.4 Определение приведенной и относительной погрешности измерений массовой концентрации свободного хлора

6.3.4.1 Приведенную и относительную погрешность измерений массовой концентрации свободного хлора определяют с использованием контрольных растворов гипохлорита натрия, приготовленных по методике, приведенной в Приложении 3, методом сравнения значения массовой концентрации контрольного раствора по показаниям анализатора и его действительного значения. Измерения выполняют не менее, чем в двух точках, соответствующих началу и концу поддиапазона измерений.

6.3.4.2 Проводят измерение массовой концентрации свободного хлора в контрольных растворах (Приложение 3) в соответствии с инструкцией по эксплуатации анализатора.



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

Приведенную и относительную погрешность рассчитывают по формулам (1) и (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 содержания свободного хлора, %:	
- датчик CCS142D-A	$\pm 10$ в диапазоне от 0,02 до 0,2 мг/дм <sup>3</sup>
- датчик CCS142D-G	$\pm 10$ в диапазоне от 0,05 до 0,5 мг/дм <sup>3</sup>
- датчик CCS51D	$\pm 10$ в диапазоне от 0 до 0,2 мг/дм <sup>3</sup>
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений содержания свободного хлора, %	
- датчик CCS142D-A	$\pm 10$ в диапазоне св. 0,2 до 5 мг/дм <sup>3</sup> включ.
- датчик CCS142D-G	$\pm 10$ в диапазоне св. 0,5 до 5 мг/дм <sup>3</sup> включ. $\pm 5$ в диапазоне св. 5 до 20 мг/дм <sup>3</sup> включ.
- датчик CCS51D-AD	$\pm 10$ в диапазоне св. 0,2 до 5 мг/дм <sup>3</sup> включ.
- датчик CCS51D-BF	$\pm 5$ в диапазоне св. 5 до 20 мг/дм <sup>3</sup> включ.
- датчик CCS51D-CJ	$\pm 5$ в диапазоне св. 5 до 200 мг/дм <sup>3</sup> включ.

6.3.5 Определение приведенной и относительной погрешности измерений мутности по формазину и массовой концентрации взвешенных частиц по каолину

6.3.5.1 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 7. 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.

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 7

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  $\pm 4\%$ .

6.3.5.2 Определение приведенной и относительной 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.

6.3.5.3 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  $\pm 8\%$ .

**6.3.6 Определение приведенной и относительной погрешности измерений массовой концентрации аммонийного азота, нитратного азота, ионов калия и хлорид-ионов (датчиком CAS40D)**

6.3.6.1 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 8 - 10. Объем приготавливаемого раствора не менее 1800 - 2000 см<sup>3</sup>. 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 8 Приготовление контрольных растворов аммонийного и нитратного азота в воде

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>
1	800	1000 ГСО № 7864-2000 (ГСО № 7863-2000)	1600	2000
2	200	1000 ГСО № 7864-2000 (ГСО № 7863-2000)	400	2000
3	40	800 (р-р №1)	100	2000
4	10	800 (р-р №2)	25	2000
5	4	200 (р-р №2)	40	2000
6	0,5	40 (р-р №3)	25	2000

6.3.6.2 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 9.

Таблица 9 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

6.3.6.3 Контрольные растворы хлорид-ионов приготавливают из ГСО № 7813-2000 в соответствии с инструкцией по применению стандартного образца

Таблица 10 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,  $\delta_{np}$ , %, 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 11

Таблица 11

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>

*(Измененная редакция, Изм.№ 1).*

## 7 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1 По результатам поверки оформляют протокол произвольной формы.

7.2 Анализаторы, удовлетворяющие требованиям настоящей методики поверки, признают годными к применению, делают соответствующую отметку в паспорте (при первичной поверке) и/или выдают свидетельство о поверке в соответствии с «Порядком проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке», утвержденном Приказом Минпромторга РФ № 1815 от 02.07.2015 г.

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).

*(Измененная редакция, Изм.№ 1).*

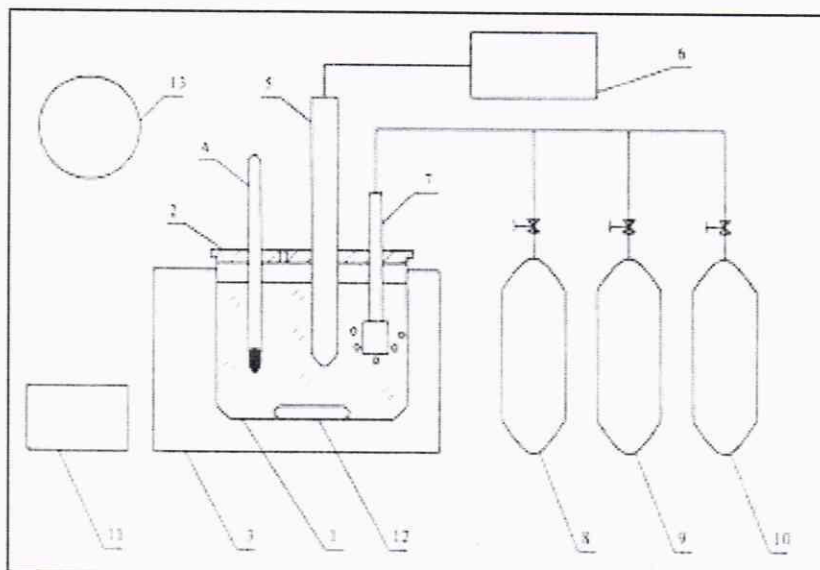
Начальник отдела 205 ФГУП "ВНИИМС"

С.В. Вихрова

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

О.Л. Рутенберг

Приложение 1  
(рекомендуемое)



- 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

*(Измененная редакция, Изм.№ 1).*

## Приложение 2

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

Т, «С	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

(Измененная редакция, Изм.№ 1).

## 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 ряда
- 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 ( $20 \pm 2$ ) °С.

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 ( $3,400 \pm 0,002$ ) 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

$$\text{ХПК} = 1,176 \cdot C_{\text{бифталата}};$$

$$\text{ООУ} = 0,4705 \cdot C_{\text{бифталата}},$$

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).

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

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>,  $V_{2000}=2000\text{см}^3$ ;

$d$  - 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)

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

где  $V_{500}$  - вместимость колбы, см<sup>3</sup>,  $V_{500}=500\text{см}^3$ ;

$V_{1000}$  - вместимость колбы, см<sup>3</sup>,  $V_{1000}=1000\text{см}^3$ .

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)

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

где  $V_{150}$  - вместимость колбы, см<sup>3</sup>.  $V_{150}=150\text{см}^3$ .

3.2.5 Приготовление контрольной суспензии с массовой концентрацией нерастворимых веществ каолина 0,4 г/дм<sup>3</sup>.

Отбирают 100 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. Контрольные растворы готовят непосредственно перед применением, не хранят.

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

где  $V_{100}$  – вместимость колбы, см<sup>3</sup>,  $V_{1000} = 1000 \text{ см}^3$ .

### 3.3.2 Приготовление раствора А гипохлорита натрия

Раствор А гипохлорита натрия готовят и анализируют в соответствии с 3.4.2. ГОСТ 11086-76 "Гипохлорит натрия. Технические условия".

10 см<sup>3</sup> раствора А переносят пипеткой в коническую колбу, прибавляют 10 см<sup>3</sup> раствора иодида калия, перемешивают, добавляют 20 см<sup>3</sup> серной кислоты, вновь перемешивают, закрывают колбу крышкой и помещают в темное место.

Через 5 мин титруют выделившийся йод раствором сернистокислового натрия до получения светло-желтой окраски, затем прибавляют 2-3 см<sup>3</sup> крахмала и продолжают титровать до обесцвечивания раствора.

Массовую концентрацию свободного активного хлора в растворе А гипохлорита натрия ( $X_A$ , г/дм<sup>3</sup>) вычисляют по формуле

$$X_A = \frac{v_{cp} \cdot 0,003546 \cdot 250 \cdot 1000}{10 \cdot 10}, \quad (3-5)$$

где  $v_{cp}$  – среднее значение объемов раствора серноватистокислового натрия концентрации точно 0,1 моль/дм<sup>3</sup>, израсходованных на титрование, см<sup>3</sup>,  
0,003546 – масса свободного хлора, соответствующая 1 см<sup>3</sup> раствора серноватистокислового натрия концентрации точно 0,1 моль/дм<sup>3</sup>.

3.3.3 Контрольные растворы гипохлорита натрия готовят методом последовательного разбавления раствора А деионизированной водой.

Объем раствора А, необходимый для приготовления контрольных растворов в диапазонах массовой концентрации от 0,02 до 0,5 мг/дм<sup>3</sup> и от 0,05 до 20 мг/дм<sup>3</sup>, рассчитывают по формуле

$$V_A = \frac{C_i \cdot 10^{-3} \cdot V_k}{X_A}, \quad (3.6)$$

где  $C_i$  – массовая концентрация свободного активного хлора в  $i$ -том контрольном растворе, мг/дм<sup>3</sup>;

$V_k$  – объем отобранного раствора А, см<sup>3</sup>;

$X_A$  – массовая концентрация свободного активного хлора в растворе А, определенная в соответствии с 2.1, г/дм<sup>3</sup>.

*(Измененная редакция, Изм. № 1).*