

**ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ
"ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ
МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ СЛУЖБЫ"
(ФГБУ "ВНИИМС")**

СОГЛАСОВАНО



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

А.Е. Коломин

"30" мая 2024 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

Анализаторы жидкости ФОТОНИК-П

**Методика поверки
МП 205-14-2024**

**г. Москва
2024 г.**

1 ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

Настоящая методика распространяется на анализаторы жидкости ФОТОНИК-II (далее – анализаторы), изготовленные ООО «ТОС Технологии», г. Москва, и устанавливает методы и средства их первичной поверки после выпуска из производства и после ремонта и периодической поверки в процессе эксплуатации.

Прослеживаемость поверяемого СИ обеспечивается посредством применения ГСО:

- к единице массовой концентрации ($\text{мг}/\text{дм}^3$) в соответствии с государственной поверочной схемой для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах, утвержденной Приказом Росстандарта от 19.02.2021 г. № 148, подтверждающей прослеживаемость к государственному первичному эталону ГЭТ 176-2019;

- к единице массы (кг) в соответствии с государственной поверочной схемой для средств измерений массы, утвержденной Приказом Росстандарта от 04.07.2022 г. № 1622, подтверждающей прослеживаемость к государственному первичному эталону ГЭТ 3-2020;

- к единице объема (м^3) в соответствии с государственной поверочной схемой для средств измерений массы и объема жидкости в потоке, объема жидкости и вместимости при статических измерениях, массового и объемного расходов жидкости, утвержденной Приказом Росстандарта от 26.09.2022 г. № 2356, подтверждающей прослеживаемость к государственному первичному эталону ГЭТ 216-2018.

При определении метрологических характеристик поверяемого средства измерений используется метод прямых измерений.

2 ПЕРЕЧЕНЬ ОПЕРАЦИЙ ПОВЕРКИ

2.1 При проведении поверки выполняют операции, приведенные в таблице 1.

Таблица 1 - Операции поверки

Наименование операции поверки	Обязательность выполнения операций поверки при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверки	периодической поверки	
Внешний осмотр	Да	Да	7
Подготовка к поверке и опробование средства измерений	Да	Да	8
Проверка программного обеспечения средства измерений	Да	Да	9
Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия метрологическим требованиям	Да	Да	10
Оформление результатов поверки	Да	Да	11

2.2 Если при проведении той или иной операции поверки получен отрицательный результат, дальнейшее выполнение поверки прекращают.

2.3 Поверка отдельных измерительных каналов (с меньшим числом датчиков) в соответствии с порядком проведения поверки средств измерений, утвержденным приказом Министерства промышленности и торговли РФ от 31.07.2020 г. № 2510 «Об утверждении порядка проведения поверки средств измерений, требований к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке», проводится на основании письменного заявления владельца средства измерений или лица, предоставившего его на поверку.

Информация об объеме проведенной поверки передается в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений (ФИФОЕИ).

3 ТРЕБОВАНИЯ К УСЛОВИЯМ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

3.1 При проведении поверки соблюдают следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С от +15 до +30
 - относительная влажность воздуха, % до 85
 - атмосферное давление, кПа от 84 до 106

4 ТРЕБОВАНИЯ К СПЕЦИАЛИСТАМ, ОСУЩЕСТВЛЯЮЩИМ ПОВЕРКУ

4.1 К проведению поверки допускаются поверители средств измерений в соответствии с областью аккредитации организации, аккредитованной в национальной системе аккредитации на проведение поверки средств измерений согласно законодательству Российской Федерации об аккредитации, прошедшие инструктаж по технике безопасности и ознакомленные с эксплуатационными документами.

5 МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ И ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ К СРЕДСТВАМ ПОВЕРКИ

5.1 При проведении поверки применяют средства, приведенные в таблице 2.

Таблица 2 - Средства поверки

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
8, 10	<p>Средства измерений температуры окружающей среды в диапазоне измерений от +10 °C до +30 °C с абсолютной погрешностью не более ±1 °C</p> <p>Средства измерений относительной влажности воздуха в диапазоне от 15 % до 85 % с абсолютной погрешностью не более ±3 %</p> <p>Средства измерений атмосферного давления в диапазоне измерений от 84,0 до 106,7 кПа с абсолютной погрешностью не более ±3 кПа</p>	<p>Прибор комбинированный Testo мод. 608-H1 (рег. № 53505-13)</p> <p>Барометр-анероид метеорологический БАММ-1 (рег. № 5738-76)</p>
Стандартные образцы, средства измерений, мерная посуда, вспомогательные средства, реактивы и материалы для приготовления контрольных растворов и проведения измерений		
10	<p>Контрольные растворы:</p> <ul style="list-style-type: none"> - калия фталевокислого кислого - химического потребления кислорода - взвешенных веществ - нитрат-ионов - нитрит-ионов - формазиновой суспензии 	<p>Контрольные растворы, приготовленные из</p> <ul style="list-style-type: none"> - ГСО 2216-81 - ГСО 7552-99 - ГСО 7425-97 - ГСО 6541-92 - ГСО 6696-93/6698-93 - ГСО 7021-93/7022-93 - ГСО 7271-96 - калия азотнокислого квалификации «х.ч.» по методике, приведенной в приложении А.
	<p>Колбы мерные наливные 2-2000-2, 2-1000-2, 2-500-2, 2-300-2, 2-250-2, 2-100-2, 2-50-2, ГОСТ 1770-74</p> <p>Пипетки градуированные 1-2-2-0,5; 1-2-2-1; 1-2-2-2; 1.2-2-5, 1-2-2-10, 1-2-2-25, ГОСТ 29227-91</p> <p>Весы аналитические, специального класса точности, с наибольшим пределом взвешивания 210 г по ГОСТ OIML R 76-1-2011.</p> <p>Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144-2018</p>	

5.2 Допускается применение других средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемых СИ с требуемой точностью.

5.3 Все средства измерений, применяемые для поверки, должны быть утвержденного типа, поверены и соответствовать требованиям методики поверки. Стандартные образцы, используемые при поверке, должны быть утвержденного типа, соответствовать требованиям методики поверки и иметь действующие паспорта.

6. ТРЕБОВАНИЯ (УСЛОВИЯ) ПО ОБЕСПЕЧЕНИЮ БЕЗОПАСНОСТИ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

6.1 При проведении поверки выполняют требования безопасности, изложенные в Руководстве по эксплуатации контроллера и датчиков (далее РЭ).

7 ВНЕШНИЙ ОСМОТР СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

7.1 При внешнем осмотре устанавливают

- соответствие комплектности поверяемого анализатора эксплуатационной документации;
- четкость маркировки;
- исправность механизмов и крепежных деталей;
- отсутствие видимых механических повреждений, влияющих на работоспособность анализатора;
- проверяют условия проведения поверки, измеряя температуру, влажность, атмосферное давление.

8 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ И ОПРОБОВАНИЕ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

8.1 Перед проведением поверки выполняют следующие подготовительные работы.

8.1.1 Готовят контрольные растворы в соответствии с методикой, приведенной в приложении А к данной методике поверки.

8.1.2 Анализатор готовят к работе в соответствии с РЭ.

8.1.3 Опробование анализаторов проводится в автоматическом режиме посредством прохождения инициализации: необходимо включить анализатор и убедиться, что анализатор функционирует и результаты измерения выводятся на дисплей контроллера. Результаты опробования считают положительными, если пройдены все пункты инициализации.

9 ПРОВЕРКА ПРОГРАММНОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

9.1 Для определения идентификационных данных программного обеспечения (далее – ПО) включают анализатор, нажимают кнопку «...», после чего на дисплее контроллера высвечивается номер версии ПО. Идентификационные данные ПО должны соответствовать приведенным в таблице 3.

Таблица 3 - Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	-
Номер версии (идентификационный номер) ПО, не ниже	V03B3
Цифровой идентификатор ПО	-

9.2 Результаты операции поверки считают положительными, если идентификационные данные ПО соответствуют приведенным в таблице 3.

10 ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК И ПОДТВЕРЖДЕНИЕ СООТВЕТСТВИЯ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ МЕТРОЛОГИЧЕСКИМ ТРЕБОВАНИЯМ

10.1 Определение приведенной и относительной погрешности измерений массовой концентрации ХПК, ООУ, мутности, взвешенных веществ, нитратов анализаторами с использованием датчика ФОТОНИК-ПД-Ф1

10.1.1 Приготавливают в соответствии с методикой, приведенной в Приложении А, контрольные растворы ХПК (№№ 1 пункт А.2.2; 7, 4, 3, 2 таблица А2), формазиновой суспензии (№№ 1, 2, 3, 4, 5 таблица А5), взвешенных веществ (№№ 6, 5, 4 раздел А4), нитратов (№№ 7, 6, 5, 4, таблица А6), ООУ(№№ 9, 6, 4, 3 табл. А3), нитратов, расширенный диапазон (№№ 4, 3, 2, 1 таблицы А6 и А6.1).

10.1.2 Производят очистку датчика в соответствии с разделом 6.2 РЭ датчика ФОТОНИК-ПД-Ф1.

10.1.3 Датчик ФОТОНИК-ПД-Ф1 подключают к контроллеру и подготавливают к работе в соответствии с разделами 2.3; 3.1, 7.2 РЭ.

10.1.4 Подготовленный датчик последовательно погружают в соответствующий контрольный раствор в порядке возрастания массовой концентрации контрольного компонента. После стабилизации показаний для каждого раствора выполняют по три измерения с интервалом 2 минуты. Результаты измерений массовой концентрации контрольного вещества высвечиваются на дисплее контроллера.

Приведенную (δ_{np}) и относительную (δ) погрешности измерений массовой концентрации анализируемых веществ в контрольных растворах рассчитывают по следующим формулам (1 - 3)

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

или

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

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

где C, C_0 – среднее значение показаний анализатора и действительное значение массовой концентрации (мутности) анализируемого вещества, соответственно, $\text{мг}/\text{дм}^3$ (ЕМФ);

C_n – значение массовой концентрации (мутности) анализируемого вещества, соответствующее нижнему значению диапазона (поддиапазона) измерений, $\text{мг}/\text{дм}^3$ (ЕМФ);

C_e – значение массовой концентрации (мутности) анализируемого вещества, соответствующее верхнему значению диапазона (поддиапазона) измерений, $\text{мг}/\text{дм}^3$ (ЕМФ).

Полученные значения приведенной и относительной погрешности не должны превышать значений, приведенных в таблице 4.

Таблица 4 - Метрологические характеристики датчика ФОТОНИК-ПД-Ф1

Наименование измеряемого вещества (показателя)	Длина оптического пути, мм	Диапазон измерений	Пределы допускаемой погрешности измерений, %	
			приведенной к максимальному значению поддиапазона измерений, $\pm \delta_{np}$	относительной, $\pm \delta$
ХПК	2	от 0 до 100 мг/дм ³ включ. св. 100 до 1000 мг/дм ³	3 -	- 3
	5	от 0 до 100 мг/дм ³ включ. св. 100 до 500 мг/дм ³	3 -	- 3
	15	от 0 до 100 мг/дм ³ включ. св. 100 до 150 мг/дм ³	3 -	- 3
Мутность	2	от 0 до 200 ЕМФ включ. св. 200 до 1000 ЕМФ	5 -	- 5
Взвешенные вещества	2	от 0 до 15 мг/дм ³	8	-
Нитраты	2	от 0 до 50 мг/дм ³	2	-
ООУ	2	от 0 до 200 мг/дм ³ включ. св. 200 до 300 мг/дм ³	2 -	- 2
Нитраты (расширенный диапазон)	2	от 30 до 130 мг/дм ³ включ. св. 130 до 2000 мг/дм ³	3* -	- 3

* Пределы допускаемой погрешности измерений, приведенной к разности между максимальным и минимальным значениями поддиапазона измерений

10.2 Определение приведенной и относительной погрешности измерений массовой концентрации ХПК, ООУ, взвешенных веществ, нитратов и нитритов анализаторами с использованием датчика ФОТОНИК-ПД-Ф2

10.2.1 Приготавливают в соответствии с методикой, приведенной в Приложении А, контрольные растворы ХПК (№№ 7, 6, 5 таблица А2), ООУ (№№ 8, 9 таблица А3) нитратов (№№ 7, 8 таблица А6), нитритов (№№ 5, 6 таблица А7), взвешенных веществ (№№ 1, 2, 3, 4, 5 раздел А4). Массовая концентрация контрольных компонентов должна соответствовать диапазонам измерений, приведенным в таблице 5.

10.2.2 Производят очистку датчика в соответствии с разделом 6.2 РЭ датчика ФОТОНИК-ПД-Ф2

10.2.3 Датчик подключают к контроллеру и подготавливают к работе в соответствии с разделами 2.3; 3.1; 8.1.2 РЭ.

10.2.4 Подготовленный датчик последовательно погружают в соответствующий контрольный раствор в порядке возрастания массовой концентрации контрольного компонента. После стабилизации показаний для каждого раствора выполняют по три измерения. Результаты измерений массовой концентрации контрольного вещества высвечиваются на дисплее контроллера.

Приведенную (δ_{np}) и относительную (δ) погрешности измерений массовой концентрации анализируемых веществ в контрольных растворах рассчитывают по формулам 1 - 3.

Полученные значения приведенной и относительной погрешности не должны превышать значений, приведенных в таблице 5.

Таблица 5 - Метрологические характеристики датчика ФОТОНИК-ПД-Ф2

Наименование измеряемого вещества (показателя)	Длина оптического пути, мм	Диапазон измерений, мг/дм ³	Пределы допускаемой погрешности измерений, %	
			приведенной к максимальному значению поддиапазона измерений, $\pm \delta_{np}$	относительной, $\pm \delta$
ХПК	60	от 0 до 15	4	-
ООУ	60	от 0 до 6	5	-
Взвешенные вещества	4	от 0 до 100 включ. св.100 до 1000	8 -	- 8
Нитраты	60	от 0 до 0,5	10	-
Нитриты	60	от 0 до 0,5	10	-

10.3 Определение приведенной и относительной погрешности измерений массовой концентрации ХПК, ООУ и мутности анализаторами с использованием датчика ФОТОНИК-ПД-М1

10.3.1 Приготавливают в соответствии с методикой, приведенной в Приложении А, контрольные растворы ХПК (№№ 7, 6, 5, 4, 3, 2 таблица А2), ООУ (№№ 4, 5, 6, 7, 8, 9 таблица А3), формазиновой супензии (№№ 5, 4, 3, 2 таблица А5).

10.3.2 Производят очистку датчика в соответствии с разделом 5.2 РЭ датчика ФОТОНИК-ПД-М1.

10.3.3 Датчик подключают к контроллеру и подготавливают к работе в соответствии с разделами 2.3, 3, 6.2 РЭ.

10.3.4 Подготовленный датчик последовательно погружают в соответствующий контрольный раствор в порядке возрастания массовой концентрации контрольного компонента. После стабилизации показаний для каждого раствора выполняют по три измерения. Результаты измерений массовой концентрации контрольного вещества высвечиваются на дисплее контроллера.

Приведенную (δ_{np}) и относительную (δ) погрешности измерений массовой концентрации анализируемых веществ в контрольных растворах рассчитывают по формулам 1 и 3.

Полученные значения погрешности не должны превышать значений, приведенных в таблице 6.

Таблица 6 - Метрологические характеристики датчика ФОТОНИК-ПД-М1

Наименование измеряемого вещества (показателя)	Длина оптического пути, мм	Диапазон измерений	Пределы допускаемой погрешности измерений, %	
			приведенной к максимальному значению поддиапазона измерений, $\pm \delta_{np}$	относительной, $\pm \delta$
ХПК	10	от 0 до 100 мг/дм ³ включ. св.100 до 500 мг/дм ³	3 -	- 3
ООУ	10	от 0 до 200 мг/дм ³	2	-
Мутность	10	от 0 до 100 ЕМФ включ. св. 100 до 500 ЕМФ	5 -	- 5

10.4 Определение приведенной и относительной погрешности измерений массовой концентрации ХПК, ООУ и мутности с использованием датчика ФОТОНИК-ПД-М2

10.4.1 Приготавливают в соответствии с методикой, приведенной в Приложении А, контрольные растворы ХПК (№№ 7, 6, 5, 4 таблица А2), контрольные растворы ООУ (№№ 7, 8, 9 таблица А3) и контрольные растворы формазиновой суспензии (№№ 3, 4, 5 таблица А5).

10.4.2 Производят очистку датчика в соответствии с разделом 5 РЭ датчика ФОТОНИК-ПД-М2.

10.4.3 Датчик подключают к контроллеру и подготавливают к работе в соответствии с разделами 2.3; 3; 6.1.2 РЭ.

10.4.4 Подготовленный датчик последовательно заполняют соответствующим контрольным раствором (как показано на рисунке 6.2 РЭ) в порядке возрастания массовой концентрации контрольного компонента. После стабилизации показаний для каждого раствора выполняют по три измерения. Результаты измерений массовой концентрации контрольного вещества высвечиваются на дисплее контроллера.

Приведенную и относительную погрешности анализатора рассчитывают по формулам 1 и 3.

Полученные значения относительной и приведенной погрешности не должны превышать значений, приведенных в таблице 7.

Таблица 7 - Метрологические характеристики датчика ФОТОНИК-ПД-М2

Наименование измеряемого вещества (показателя)	Длина оптического пути, мм	Диапазон измерений	Пределы допускаемой погрешности измерений, %	
			приведенной к максимальному значению поддиапазона измерений, $\pm \delta_{np}$	относительной, $\pm \delta$
ХПК	20	от 0 до 50 мг/дм ³	6	-
ООУ	20	от 0 до 20 мг/дм ³	10	-
Мутность	20	от 0 до 10 ЕМФ включ. св. 10 до 1000 ЕМФ	5	-
			-	5

10.5 Определение приведенной и относительной погрешности измерений массовой концентрации ХПК с использованием датчика ФОТОНИК-ПД-Д

10.5.1 Приготавливают в соответствии с методикой, приведенной в Приложении А, контрольные растворы ХПК (№№ 6, 5, 4, 3, 2 таблица А2).

10.5.2 Выполняют очистку датчика в соответствии с разделом 5.2 РЭ датчика ФОТОНИК-ПД-Д.

10.5.3 Датчик подключают к контроллеру и подготавливают к работе в соответствии с разделами 2.2; 3.1, 6.2 РЭ датчика ФОТОНИК-ПД-Д.

10.5.4 Подготовленный датчик последовательно погружают в соответствующий контрольный раствор в порядке возрастания массовой концентрации контрольного компонента. После стабилизации показаний для каждого раствора выполняют по три измерения. Результаты измерений массовой концентрации контрольного вещества высвечиваются на дисплее контроллера.

Приведенную (δ_{np}) и относительную (δ) погрешности измерений массовой концентрации анализируемых веществ в контрольных растворах рассчитывают по формулам 1 и 3. Полученные значения погрешности не должны превышать значений, приведенных в таблице 8.

Таблица 8 - Метрологические характеристики датчика ФОТОНИК-ПД-Д

Наименование измеряемого вещества (показателя)	Длина оптического пути, мм	Диапазон измерений, мг/дм ³	Пределы допускаемой погрешности измерений, %	
			приведенной к максимальному значению поддиапазона измерений, $\pm \delta_{np}$	относительной, $\pm \delta$
ХПК	10	от 0 до 100 включ. св.100 до 500	3 -	- 3
	5	от 0 до 100 включ. св. 100 до 1000	3 -	- 3

11 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

11.1 Результаты поверки анализатора заносят в протокол произвольной формы.

11.2 Сведения о результатах поверки передаются в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений и оформляются результаты поверки в соответствии с действующим законодательством в области обеспечения единства измерений.

При положительных результатах поверки допускается оформление свидетельства о поверке в случаях, предусмотренных действующим законодательством в области обеспечения единства измерений.

11.3 На анализатор, не удовлетворяющий требованиям настоящей методики поверки, в соответствии с действующим законодательством в области обеспечения единства измерений оформляется извещение о непригодности с указанием причин непригодности по письменному заявлению владельца или лица, представившего средство измерений на поверку.

11.4 Знак поверки наносится на свидетельство о поверке (при его оформлении).

Начальник отдела ФГБУ "ВНИИМС"

С.В. Вихрова

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

О.Л. Рутенберг

Приготовление контрольных растворов

A1 Средства измерений, вспомогательное оборудование и материалы

ГСО 7552-99 химического потребления кислорода.

ГСО 2216-81 состава калия фталевокислого кислого (бифталата калия) 1 разряда.

ГСО 7271-96 мутности (формазиновая супензия).

ГСО 6541-92 массовой доли нерастворимых веществ каолина в твердой основе МНВ-20.

ГСО 7021-93/7022-93 состава водных растворов нитрит-ионов (комплект № 7А).

ГСО 6696-93/6698-93 состава водных растворов нитрат-ионов (комплект № 5А).

Весы аналитические, специального класса точности, с наибольшим пределом взвешивания 210 г по ГОСТ OIML R 76-1-2011.

Колбы мерные 2-2000-2, 2-1000-2, 2-500-2, 2-300-2, 2-250-2, 2-100-2, 2-50-2 по ГОСТ 1770-74.

Пипетки 2-го класса точности по ГОСТ 29228-91, ГОСТ 29169-91.

Фильтр мембранный с диаметром пор 0,1-0,45 мкм.

Прибор для фильтрования через мембранные фильтры.

Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144-2018.

A2 Методика приготовления контрольных растворов ХПК

A2.1 Общие указания

Контрольные растворы ХПК готовят из ГСО 7552-99 и дистиллированной воды.

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

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

A2.2 Приготовление раствора № 1 с массовой концентрацией ХПК 1000 мг/дм³

В мерную колбу вместимостью 2000 см³ помещают аликвоту ГСО 7552-99 и доводят объем до метки дистиллированной водой, тщательно перемешивают.

Раствор стабилен в течение 1 месяца при хранении в колбе с притертой пробкой при температуре от 2 °C до 8 °C.

Аликвоту стандартного образца бихроматной окисляемости воды рассчитывают по формуле

$$V_{CO} = \frac{C \cdot V_k}{C_{CO}}, \quad (\text{A1})$$

где C – значение ХПК в исходном растворе, мг/дм³;

C_{CO} – аттестованное значение ХПК в соответствии с паспортом ГСО, мг/дм³;

V_k – вместимость мерной колбы, см³.

A2.3 Приготовление контрольных растворов

Контрольные растворы готовят в день применения в соответствии с таблицей А2.

Таблица А2 – Приготовление контрольных растворов

Контрольный раствор	Массовая концентрация ХПК, мг/дм ³	Исходный раствор	Объем исходного раствора, см ³	Объем готового раствора, см ³
Раствор 2	500	Раствор 1	1000	2000
Раствор 3	150	Раствор 1	300	2000
Раствор 4	50	Раствор 2	200	2000
Раствор 5	15	Раствор 3	200	2000
Раствор 6	5	Раствор 4	200	2000
Раствор 7	1	Раствор 6	500	2000

A3 Методика приготовления контрольных растворов общего органического углерода (ООУ)

A3.1 Общие указания

Контрольные растворы калия фталевокислого кислого готовят из ГСО 2216-81 и дистиллированной воды.

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 дистиллированной водой и высушивают.

Температура окружающего воздуха при приготовлении контрольных растворов (20±2) °C.

A3.2. Приготовление раствора № 1 с массовой концентрацией углерода 800 мг/дм³:

В бюксе взвешивают (3,400±0,002) г ГСО состава калия фталевокислого кислого (бифталата калия) и количественно переносят его в мерную колбу вместимостью 2000 см³. Добавляют до $\frac{1}{4}$ колбы дистиллированной 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 ООУ в растворе бифталата калия рассчитывают по формуле

$$C_{OOY} = 0,4705 \cdot C_{бифталата} \quad (A2)$$

A3.3 Приготовление контрольных растворов

Контрольные растворы готовят в день применения в соответствии с таблицей А3.

Таблица А3 – Приготовление контрольных растворов

Контрольный раствор	Массовая концентрация ООУ, мг/дм ³	Исходный раствор	Объем исходного раствора, см ³	Объем готового раствора, см ³
Раствор 2	400	Раствор 1	1000	2000
Раствор 3	300	Раствор 1	750	2000
Раствор 4	200	Раствор 1	500	2000
Раствор 5	120	Раствор 1	300	2000
Раствор 6	40	Раствор 2	200	2000
Раствор 7	20	Раствор 1	50	2000
Раствор 8	6	Раствор 7	600	2000
Раствор 9	3	Раствор 8	1000	2000

A4 Методика приготовление контрольных суспензий каолина

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

A4.1 Приготовление контрольной суспензии № 1 с массовой концентрацией нерастворимых веществ каолина около 960 мг/дм³.

Взвешивают около 48 г ГСО 6541-92 и помещают в колбу вместимостью 2000 см³, добавляют воду, размешивают до полного растворения таблеток, аккуратно доводят объем суспензии дистиллированной водой до метки, перемешивают с помощью магнитной мешалки до получения однородной суспензии.

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

$$N_0 = \frac{d \cdot n \cdot m_0}{100 \cdot V_{2000}} \quad N_0 = \frac{d \cdot n \cdot m_0 \cdot 10000}{V_{2000}} \quad (A3)$$

где N_0 – значение массовой концентрации нерастворимых веществ каолина в суспензии, мг/дм³;

m_0 – действительное значение массы одной таблетки, определенное путем взвешивания, г;

n – количество растворенных таблеток;

V_{2000} – вместимость колбы, см³, V_{2000} см³=2000 см³;

d – аттестованное значение массовой доли каолина в соответствии с паспортом ГСО 6541-92, %;

10000 – коэффициент пересчета.

A4.2 Приготовление контрольной суспензии № 2 с массовой концентрацией нерастворимых веществ каолина около 480 мг/дм³.

Отбирают 500 см³ суспензии, приготовленной по А4.1, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, 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 (4)

$$N_1 = \frac{N_0 \cdot V_{500}}{V_{1000}}, \quad (A4)$$

где V_{500} – вместимость колбы, см³, $V_{500} = 500$ см³;

V_{1000} – вместимость колбы, см³, $V_{1000} = 1000$ см³.

A4.3 Приготовление контрольной суспензии №3 с массовой концентрацией нерастворимых веществ каолина 96 мг/дм³.

Отбирают 100 см³ суспензии, приготовленной по А4.1, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, 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 (5)

$$N_2 = \frac{N_0 \cdot V_{100}}{V_{1000}}, \quad (A5)$$

где V_{100} – вместимость колбы, см³, $V_{100} = 100$ см³.

A4.4 Приготовление контрольной суспензии №4 с массовой концентрацией нерастворимых веществ каолина около 14,4 мг/дм³.

Отбирают пипеткой 15 см³ суспензии, приготовленной по А4.1, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят до метки дистиллированной водой, перемешивают.

Контрольные растворы готовят непосредственно перед применением, не хранят.

$$N_3 = \frac{N_0 \cdot V_{15}}{V_{1000}}, \quad (A6)$$

где V_{15} – вместимость пипетки, см³, $V_{15} = 15$ см³.

A4.5 Приготовление контрольной суспензии №5 с массовой концентрацией нерастворимых веществ каолина около 9,6 мг/дм³.

Отбирают пипеткой 10 см³ суспензии, приготовленной по А4.1, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят до метки дистиллированной водой, перемешивают.

Контрольные растворы готовят непосредственно перед применением, не хранят.

$$N_4 = \frac{N_0 \cdot V_{10}}{V_{1000}}, \quad (A7)$$

где V_{10} – вместимость пипетки, см³, $V_{10} = 10$ см³.

A4.6 Приготовление контрольной суспензии № 6 с массовой концентрацией нерастворимых веществ каолина около 1,5 мг/дм³.

Отбирают пипеткой 1,5 см³ суспензии, приготовленной по А4.1, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят до метки дистиллированной водой, перемешивают.

Контрольные растворы готовят непосредственно перед применением, не хранят.

$$N_5 = \frac{N_0 \cdot V_{1,5}}{V_{1000}}, \quad (A8)$$

где $V_{1,5}$ – вместимость пипетки, см³, $V_{1,5} = 1,5$ см³.

A5 Приготовление контрольных суспензий формазина

Готовят контрольные формазиновые суспензии из ГСО 7271-96 мутности и дистиллированной воды в соответствии с инструкцией по применению ГСО мутности. Рекомендуется дистиллированную воду дополнительно очищать следующим образом: через подготовленный мембранный фильтр фильтруют 250 см³ дистиллированной воды и воду отбрасывают. Затем через мембрану дважды пропускают два литра дистиллированной воды, которую хранят для приготовления градуировочных растворов суспензий формазина.

Процедура приготовления формазиновых супензий приведена в таблице А5. Отбирают необходимый объём исходной супензии, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доводят до метки дистиллированной водой. Объем каждой контрольной супензии должен быть не менее 900 - 1000 см³. Перед измерениями растворов супензии необходимо взболтать.

Таблица А5

Номер приготавливаемой супензии	Значение мутности приготавливаемой супензии, ЕМФ	Значение мутности исходной супензии, ЕМФ	Объем отбираемой исходной супензии, см ³	Вместимость мерной колбы, используемой для разбавления, см ³
1	1000	4000 (ГСО)	250	1000
2	500	4000 (ГСО)	125	1000
3	100	1000 (р-р № 1)	100	1000
4	20	400 (р-р № 2)	50	1000
5	5	1000 (р-р № 1)	5	1000

A6 Приготовление контрольных растворов нитрат-ионов

Контрольные супензии нитратного азота для диапазона измерений анализатора от 1000 до 2000 мг/дм³ готовят из азотнокислого калия квалификации «х.ч.» и дистиллированной воды; контрольные растворы нитрат-ионов для диапазона измерений анализатора от 0,001 до 1000 мг/дм³ готовят из ГСО 6696-93 и дистиллированной воды в соответствии с инструкцией по применению ГСО.

А6.1 Приготовление контрольной супензии азотнокислого калия массовой концентрации 2000 мг/дм³:

В мерную колбу вместимостью 1000 см³, наполовину заполненную дистиллированной водой, вносят 14,436 г азотнокислого калия, высущенного при температуре (105 ± 2) °C, добавляют 1 см³ хлороформа и доводят до метки дистиллированной водой.

Срок хранения раствора – не более 3 месяцев.

А6.2 Приготовление контрольного раствора из ГСО 6696-93 производится в соответствии с инструкцией по применению стандартного образца.

Процедура приготовления контрольных растворов приведена в таблице А6.

Таблица А6

Номер приготавливаемого раствора	Значение массовой концентрации нитрат-ионов в приготавливаемом растворе, мг/дм ³	Значение массовой концентрации нитрат-ионов в исходном растворе, мг/дм ³	Объем отбираемого исходного раствора, см ³	Вместимость мерной колбы, используемой для разбавления, см ³
1	1000	1000 (ГСО)	-	1000
2	500	1000 (р-р № 1)	500	1000
3	125	500 (р-р № 2)	500	1000
4	50	500 (р-р № 2)	100	1000
5	25	50 (р-р № 4)	500	1000
6	5	50 (р-р № 4)	100	1000
7	0,5	5 (р-р № 6)	100	1000
8	0,1	0,5 (р-р № 7)	200	1000

A7 Приготовление контрольных растворов нитрит-ионов

Контрольные растворы нитрит-ионов готовят из ГСО 7021-93 и дистиллированной воды в соответствии с инструкцией по применению ГСО.

A7.1 Приготовление контрольного раствора из ГСО 7021-93 производится в соответствии с инструкцией по применению стандартного образца.

Процедура приготовления контрольных растворов приведена в таблице А7.

Таблица А7

Номер приготавливаемого раствора	Значение массовой концентрации нитрит-ионов в приготавливаемом растворе, мг/дм ³	Значение массовой концентрации нитрит-ионов в исходном растворе, мг/дм ³	Объем отбираемого исходного раствора, см ³	Вместимость мерной колбы, используемой для разбавления, см ³
1	1000	1000 (ГСО)	-	100
2	100	1000 (р-р № 1)	100	1000
3	10	100 (р-р № 2)	100	1000
4	1	10 (р-р № 3)	100	1000
5	0,5	1 (р-р № 4)	500	1000
6	0,1	1 (р-р № 4)	100	1000