

**Федеральное государственное унитарное предприятие  
«Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии  
им. Д.И. Менделеева»  
ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»**

**УТВЕРЖДАЮ**

**И.о. директора  
ФГУП «ВНИИМ**

**им. Д.И. Менделеева»**

**А.Н. Пронин**

**М.п. 07 сентября 2018 г.**



**Государственная система обеспечения единства измерений**

**Системы для определения БПК  
BD 600**

**МЕТОДИКА ПОВЕРКИ**

**МП 231-0049-2018**

Руководитель отдела

 **Р.А. Тетерук**

Руководитель лаборатории

 **И.Б. Максакова**

Санкт-Петербург  
2018 г.

## 1 ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на системы для определения БПК ВД 600 (далее по тексту – приборы) и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок.

1.2 Допускается проведение периодической поверки измерительных головок прибора (далее по тексту – датчиков) в ограниченном диапазоне измерений БПК в соответствии с заявлением заказчика, с обязательным указанием в свидетельстве о поверке информации об объеме проведенной поверки.

1.3 Интервал между поверками – 1 год.

## 2 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

2.1 При проведении поверки должны быть выполнены операции, указанные в таблице 2.1.

Таблица 2.1

Наименование операций	Номер пункта методики	Проведение операции при	
		первичной поверке	периодической поверке
Внешний осмотр	8.1	+	+
Опробование	8.2	+	+
Подтверждение соответствия ПО	8.3	+	+
Определение метрологических характеристик	8.4	+	+
Определение относительной погрешности измерений БПК	8.4.1		
Метод 1. Биохимический метод	8.4.1.1		
Метод 2. Манометрический метод	8.4.1.2		
Обработка результатов измерений	9	+	+

2.2 Поверка прекращается при получении отрицательного результата по п.8.1, п.8.2, п.8.3 настоящей методики.

2.3 Допускается проведение поверки по любому из методов – биохимическим или манометрическим, в соответствии с заявлением заказчика.

## 3 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

3.1 При проведении поверки должны применяться средства поверки, указанные в таблице 3.1

Таблица 3.1

№ п/п	Номер пункта МП	Наименование и тип основного или вспомогательного средства поверки, номер документа, регламентирующего технические требования к средству, метрологические и основные технические характеристики
1	5.1	Термогигрометр ИВА-6Н-Д, диапазон измерений относительной влажности от 0 до 90 %, абсолютная погрешность $\pm 1,5$ %; диапазон измерений температуры от 0 до 60 °С, абсолютная погрешность $\pm 0,1$ °С; диапазон измерений атмосферного давления от 70 до 110 кПа, абсолютная погрешность $\pm 0,2$ кПа, регистрационный номер 46434-11
2	8.4.1.1	1 Стандартный образец биохимического потребления кислорода ГСО 8048-94, (аттестованное значение БПК не менее 90 мг/дм <sup>3</sup> , погрешность аттестованного значения $\pm 5$ %). 2 Упаковка с ингибитором. 3 Упаковка с гидроксидом калия (раствором КОН).

		4 Колбы 1(2)-1000-2 по ГОСТ 1770. 5 Цилиндры 1(3)-100-2, 1(3)-500-2 по ГОСТ 1770. 6 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709 или деонизированная степени чистоты 2 по ГОСТ Р 52501. 7 Калий фосфорнокислый однозамещенный, ч.д.а по ГОСТ 4198. 8 Калий фосфорнокислый двузамещенный 3-водный, ч.д.а по ГОСТ 2493. 9 Калий фосфорнокислый двузамещенный 12-водный, ч.д.а по ГОСТ 4172. 10 Аммоний хлористый, ч.д.а по ГОСТ 3773. 11 Магний сернокислый 7-водный, ч.д.а по ГОСТ 4523; 12 Кальций хлористый технический, высший сорт по ГОСТ 450. 13 Железо (III) хлорид 6-водный, ч.д.а по ГОСТ 4147. 14 Натрия гидроокись, ч.д.а по ГОСТ 4328 или стандарт-титр. 15 Кислота соляная, х.д. по ГОСТ 3118 или стандарт-титр. 16 рН-метр с пределами допускаемой абсолютной погрешности измерений не более $\pm 0,05$ рН в диапазоне измерений от 1 до 12 рН. 17 Весы лабораторные специального класса точности по ГОСТ OIML R 76-1. 18 Термостат воздушный с пределами нестабильности поддержания температуры не более $\pm 1$ °С. 19 Секундомер механический II класса точности. 20 Компрессор мембранный.
3	8.4.1.2	Калибраторы давления портативные Метран 501-ПКД-Р (регистрационный номер 22307-09)
Примечание – При проведении поверки методом 1 (биохимическим методом) применяют средства поверки указанные в п. 2 таблицы. При проведении поверки методом 2 (манометрическим методом) используют средства поверки указанные в п. 3 таблицы.		

3.2 Средства поверки, применяемые при поверке, должны быть поверены и иметь действующие свидетельства о поверке. Стандартные образцы должны быть утвержденного типа с неистекшим сроком годности.

3.3 Эталоны, применяемые при поверке, должны быть аттестованы и иметь действующие свидетельства об аттестации эталона.

3.4 Допускается применение средств поверки, не приведенных в перечне, но обеспечивающих определение (контроль) метрологических характеристик поверяемых средств измерений с требуемой точностью.

#### 4 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЕЙ

4.1 Поверка проводится квалифицированным персоналом лабораторий, аттестованных в установленном порядке.

4.2 К поверке допускаются лица, аттестованные в качестве поверителей, прошедшие инструктаж по безопасности труда и ознакомленные с эксплуатационной документацией на эталонные и поверяемые средства измерений.

#### 5 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

5.1 При поверке измерителей должны быть соблюдены требования безопасности труда, производственной санитарии и охраны окружающей среды, изложенные в эксплуатационных документах эталонных и поверяемых средств измерений.

## 6 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

6.1 При проведении операций поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С от 19 до 21
- относительная влажность воздуха, % от 5 до 80
- атмосферное давление, кПа от 84 до 106,7

## 7 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

7.1 Проверить наличие свидетельства о предыдущей поверке прибора (при периодической поверке).

7.2 Проверить наличие эксплуатационной документации на прибор.

## 8 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

### 8.1 Внешний осмотр

8.1.1 При проведении внешнего осмотра поверяемого прибора устанавливается наличие маркировки и отсутствие внешних дефектов, повреждений и следов коррозии, влияющих на правильность функционирования и метрологические характеристики поверяемого СИ.

8.1.2 Прибор, не удовлетворяющий требованиям п.8.1.1 настоящей методики, не подлежит поверке до устранения неисправностей и несоответствий. После их устранения внешний осмотр проводят в полном объеме.

### 8.2 Опробование

8.2.1 Вставить батареи питания в систему (или подключить адаптер питания).

8.2.2 Проверить работоспособность органов управления и регулировки системы при помощи встроенных систем контроля в соответствии с эксплуатационной документацией.

8.2.3 Осуществить установку даты и времени в соответствии с указаниями Руководства по эксплуатации.

### 8.3 Подтверждение соответствия ПО

Операция «Подтверждение соответствия программного обеспечения» состоит из определения номера версии (идентификационного номера) встроенного программного обеспечения (ПО).

8.3.1 Номер версии программного обеспечения отображается на дисплее прибора при переходе в меню «Options» в строке «Update».

8.3.2 Подтверждение можно считать успешным, если номер версии программного обеспечения поверяемого прибора совпадает (или является не ниже) с номером версии, указанным в таблице 8.1.

Таблица 8.1 – Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	BD600 OS
Номер версии (идентификационный номер) ПО	не ниже v1.1.37

## 8.4 Определение метрологических характеристик

8.4.1 Определение относительной погрешности измерений БПК.

8.4.1.1 Метод 1. Биохимический метод.

8.4.1.1.1 Приготовить холостой раствор в соответствии с приложением А.

8.4.1.1.2 Провести измерения БПК в холостом растворе каждым из поверяемых датчиков.

8.4.1.1.3 Приготовить раствор с известным значением БПК на основе разбавления ГСО в соответствии с приложением А.

8.4.1.1.4 Провести измерения БПК в растворе с известным значением БПК каждым из поверяемых датчиков.

8.4.1.1.5 Рассчитать относительную погрешность измерений БПК для каждого из поверяемых датчиков по формуле 1:

$$\delta_{M1} = \left| \frac{X_{изм} - A}{A} \right| \cdot 100\% , \quad (1)$$

где  $X_{изм}$  – измеренное значение БПК в растворе ГСО, мг/дм<sup>3</sup>, с учетом холостого раствора;

$A$  – действительное значение БПК в растворе, рассчитанное по формуле А.1 (Приложение А), мг/дм<sup>3</sup>.

8.4.1.2 Метод 2. Манометрический метод.

8.4.1.2.1 Поверка проводится поочередно для каждого датчика, встроенных в крышки бутылок. Датчики подключаются к эталонному средству поверки.

8.4.1.2.2 Начать измерения нажатием кнопки «Start test series», в строке «Bottle position» выбрать номер активного (поверяемого) датчика от 1 до 6. Выбрать диапазон измерений БПК «Range» «0-4000 mg/l». Проверить, что функция «Autostart» отключена, если символ «А» в левой верхней части дисплея бледно-серый, это означает, что функция «Autostart» отключена, в противном случае отключить функцию согласно инструкции описанной в руководстве по эксплуатации. Нажать кнопку «Start».

Вернуться в «Main menu» нажатием кнопки «Back» и перейти в меню «Show current value».

Погрешность определяют по результатам измерений при пяти значениях давления, достаточно равномерно распределенных в диапазоне измерений давления от минус 0,01 кПа до минус 13,52 кПа. В ходе работы давление плавно повышают и проводят измерение при заданных значениях давления нажатием кнопки «Update». По достижению давления минус 13,52 кПа плавно спустить давление до атмосферы, отсоединить датчик от эталона.

8.4.1.2.3 Подключить следующий датчик и приступить к поверке по п. 8.4.1.2.2.

8.4.1.2.4 Рассчитать относительную погрешность измерений БПК для каждого из поверяемых датчиков по формуле 2:

$$\delta_{M2} = \left| \frac{X_{изм} - X_0}{X_0} \right| \cdot 100\% , \quad (2)$$

где  $X_{изм}$  – измеренное значение БПК, мг/дм<sup>3</sup>;

$X_0$  – действительное значение БПК, мг/дм<sup>3</sup>, рассчитываемое по формуле 3:

$$X_0 = \frac{P_{эт}}{K} , \quad (3)$$

где  $P_{эт}$  – действительное значение давления, определенное по эталонному СИ, кПа;

$K$  – коэффициент пропорциональности показаний датчика в зависимости от диапазона измерений БПК,  $K = 0,00338$  для диапазона измерений БПК от 2 до 4000 мг/дм<sup>3</sup>.

8.4.3 Результаты поверки оформляют протоколом (рекомендуемая форма протокола приведена в Приложении Б). Результаты считаются положительными, если полученные значения погрешности не превышают предельных значений  $\pm 20\%$  в диапазон измерений биохимического потребления кислорода от 2 до 4000 мг/дм<sup>3</sup>.

## **9 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ**

9.1 При положительных результатах, на прибор оформляют свидетельство о поверке установленной формы. Знак поверки наносится на свидетельство о поверке.

9.2 При отрицательных результатах поверки прибор к применению не допускают, выдают извещение о непригодности с указанием причин.

## Приложение А

### Процедура приготовления холостого раствора и раствора на основе разбавления ГСО

#### А.1 Приготовление растворов солей.

Следующие растворы солей сохраняют свои свойства в течении 6 месяцев после приготовления при хранении в плотно закрытой стеклянной посуде в темноте. При первых признаках появления в них осадка или живых микроорганизмов растворы необходимо приготовить заново.

##### А.1.1 Фосфатный буферный раствор.

В мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup> помещают около 500 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, 8,5 г калия фосфорного однозамещенного (КН<sub>2</sub>РO<sub>4</sub>); 28,5 г калия фосфорнокислого двузамещенного 3-водного (КН<sub>2</sub>РO<sub>4</sub>·3Н<sub>2</sub>O); 33,4 г натрия фосфорнокислого двузамещенного 12-водного (Na<sub>2</sub>НРO<sub>4</sub>·12Н<sub>2</sub>O) и 1,7 г аммония хлористого (NH<sub>4</sub>Cl). После растворения доводят объем раствора дистиллированной воды до метки. Величина рН раствора должна быть от 6,7 до 7,7.

Примечание – В качестве фосфатного буферного раствора допускается использовать раствор рабочего эталона рН 2-го или 3-го разряда по ГОСТ 8.135, воспроизводящее номинальное значение рН 6,86.

##### А.1.2 Раствор магния сернокислого массовой концентрацией 11 г/дм<sup>3</sup>.

Растворяют 22,5 г магния сернокислого 7-водного (MgSO<sub>4</sub>·7Н<sub>2</sub>O) в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

##### А.1.3 Раствор кальция хлористого массовой концентрацией 27,5 г/дм<sup>3</sup>.

Растворяют 27,5 г кальция хлористого (CaCl<sub>2</sub>) или 54,2 г хлористого кальция 6-водного (CaCl<sub>2</sub>·6Н<sub>2</sub>O) в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

##### А.1.4 Раствор железа (III) хлорида массовой концентрацией 0,15 г/дм<sup>3</sup>.

Растворяют 0,25 г железа (III) хлорида 6-водного (FwCl<sub>3</sub>·6Н<sub>2</sub>O) в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

#### А.2 Приготовление растворов для установления требуемого значения рН.

##### А.2.1 Раствор гидроокиси натрия малярной концентрации 0,1 моль/дм<sup>3</sup>

Растворяют 4 г гидроокиси натрия (NaOH) в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Примечание – Допускается использовать раствор, приготовленный из стандартной гидроокиси натрия в соответствии с его инструкцией по применению.

##### А.2 Раствор соляной кислоты молярной концентрации 0,1 моль/дм<sup>3</sup>.

В мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup> помещают 500 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, осторожно перемешивая вливают 8,5 см<sup>3</sup> концентрированной соляной кислоты и доводят объем раствора водой до метки.

Примечание – Допускается использовать раствор, приготовленный из стандартной соляной кислоты в соответствии с его инструкцией по применению.

#### А.3 Приготовление воды для разведения.

В мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup> помещают 500 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, по 1 см<sup>3</sup> солей, указанных в п. 1, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают. Поддерживают температуру полученного раствора от плюс 19 до плюс 21 °С. Насыщают раствор кислородом не менее часа, используя емкость со сжатым воздухом или насос, исключая контакт воздуха со смазкой, например мембранный компрессор.

#### А.4 Приготовление воды для разведения, содержащей посевной материал.

К 1 дм<sup>3</sup> воды для разведения добавляют от 5 до 20 см<sup>3</sup> воды, содержащей посевной материал микроорганизмов (в зависимости от способа её получения). В качестве воды с посевным материалом может быть использована вода из аквариума с живыми микроорганизмами или вода, приготовленная следующим образом. Вводят 100 г огородной почвы в 1 дм<sup>3</sup> дистиллированной воды, перемешивают и дают постоять 10 минут. Отбирают 10 см<sup>3</sup> отстоявшейся жидкости и доводят дистиллированной водой до метки в мерной колбе вместимостью 1 дм<sup>3</sup>.

Значение рН воды для разведения с посевным материалом должно лежать в диапазоне от 6 до 9. Если значение рН выходит за указанный диапазон, то его доводят до нужного значения, добавляя раствор гидроокиси натрия или соляной кислоты молярной концентрации 0,1 моль/дм<sup>3</sup>, приготовленный из соответствующего стандарт-титра в соответствии с инструкцией по применению.

Воду для разведения, содержащую посевной материал, хранят при температуре 20 °С и готовят ежедневно.

#### А.5 Приготовление холостого раствора.

В склянку для измерений БПК помещают с помощью цилиндров 80 см<sup>3</sup> воды для разведения с посевным материалом, приготовленный по п. А.4, и 348 см<sup>3</sup> дистиллированной воды.

#### А.6 Приготовление раствора на основе ГСО

А.6.1 Готовят раствор ГСО в соответствии с инструкцией по применению, используя воду для разведения с посевным материалом микроорганизмов, приготовленную по п.4.

А.6.2 Разбавляют исходный раствор ГСО, приготовленный по п.6.1, в четыре раза используя воду для разведения с посевным материалом.

А.6.3 В склянку для измерения БПК помещают с помощью цилиндров 80 см<sup>3</sup> раствора, приготовленный по п. А.6.1 или п. А.6.2, и 348 см<sup>3</sup> дистиллированной воды. Значение БПК в приготовленных растворах *A* рассчитывают по формуле А.1:

$$A = \frac{A_{CO} \cdot V_{CO}}{V_{CO} + V_{H_2O}}, \quad (\text{А.1})$$

где  $A_{CO}$  – аттестованное значение БПК ГСО (приведено в паспорте), мг/дм<sup>3</sup>;

$V_{CO}$  – объем раствора ГСО,  $V_{CO} = 80$  см<sup>3</sup>;

$V_{H_2O}$  – объем воды,  $V_{H_2O} = 348$  см<sup>3</sup>.

А.6.4 Раствор, приготовленный по п. 6.1, обеспечивает значение БПК в диапазоне от 16,7 до 22,2 мг/дм<sup>3</sup> (в зависимости от значения БПК в ГСО). Раствор, приготовленный по п. 6.2, обеспечивает значение БПК в диапазоне от 4,7 до 5,5 мг/дм<sup>3</sup> (в зависимости от значения БПК в ГСО). Границы относительной погрешности значения приготовленного раствора не превышают ±6% при Р=0,95.

А.6.5 Растворы на основе разбавления ГСО следует использовать только в день приготовления.

**Приложение Б  
(рекомендуемое)**

**ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ № \_\_\_\_\_ от \_\_\_\_\_**

Наименование прибора, тип	Системы для определения БПК BD600
Регистрационный номер в Федеральном информационном фонде по ОЕИ	
Заводской номер (если имеется информация)	
Изготовитель (если имеется информация)	
Год выпуска (если имеется информация)	
Заказчик (наименование и адрес)	
Серия и номер знака предыдущей поверки (если такие имеются)	
Дата предыдущей поверки	

**Вид поверки**

**Методика поверки** МП 231-0049-2018 «ГСИ. Системы для определения БПК BD600. Методика поверки»

**Средства поверки:**

Наименование и регистрационный номер эталона, тип СИ, заводской номер	Метрологические характеристики

**Условия поверки:**

Параметры	Требование НД	Измеренные значения
Температура окружающего воздуха, °С	от 19 до 21	
Относительная влажность воздуха, %	от 5 до 80	
Атмосферное давление, кПа	от 84 до 106,7	

**Результаты поверки:**

1. Внешний осмотр
2. Опробование
3. Подтверждение соответствия ПО
4. Определение метрологических характеристик (в соответствии с требованиями НД на методы и средства поверки)

Таблица 1

Номер измерительной головки	Измеренное значение БПК в растворе ГСО, мг/дм <sup>3</sup>	Действительное значение БПК в растворе, мг/дм <sup>3</sup>	Относительная погрешность измерений БПК ( $\delta_{осн}$ ), %

Таблица 2

Действительное значение давления по эталонному СИ $P_{эт}$ , кПа	Действительное значение БПК поверяемого СИ $X_0$ , мг/дм <sup>3</sup>	Измеренное значение БПК поверяемого СИ $X_{изм}$ , мг/дм <sup>3</sup>						Относительная погрешность измерений БПК $\delta_{M2}$ , %							
		Номер датчика						Номер датчика							
		1	2	3	4	5	6	1	2	3	4	5	6		

Поверку произвел \_\_\_\_\_

ФИО

подпись

Дата