

**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. 03 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	<ol style="list-style-type: none"> 1 Стандартный образец биохимического потребления кислорода ГСО 8048-94, (аттестованное значение БПК не менее 90 мг/дм³, погрешность аттестованного значения ± 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 ± 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/дм³, с учетом холостого раствора;

A – действительное значение БПК в растворе, рассчитанное по формуле А.1 (Приложение А), мг/дм³.

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/дм³;

X_0 – действительное значение БПК, мг/дм³, 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/дм³.

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/дм³.

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 дм³ помещают около 500 см³ дистиллированной воды, 8,5 г калия фосфорного однозамещенного (KH₂PO₄); 28,5 г калия фосфорнокислого двузамещенного 3-водного (KH₂PO₄·3H₂O); 33,4 г натрия фосфорнокислого двузамещенного 12-водного (Na₂HPO₄·12H₂O) и 1,7 г аммония хлористого (NH₄Cl). 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/дм³.

Растворяют 22,5 г магния сернокислого 7-водного (MgSO₄·7H₂O) в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1 дм³, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

А.1.3 Раствор кальция хлористого массовой концентрацией 27,5 г/дм³.

Растворяют 27,5 г кальция хлористого (CaCl₂) или 54,2 г хлористого кальция 6-водного (CaCl₂·6H₂O) в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1 дм³, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

А.1.4 Раствор железа (III) хлорида массовой концентрацией 0,15 г/дм³.

Растворяют 0,25 г железа (III) хлорида 6-водного (FwCl₃·6H₂O) в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1 дм³, 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/дм³

Растворяют 4 г гидроокиси натрия (NaOH) в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1 дм³, 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/дм³.

В мерную колбу вместимостью 1 дм³ помещают 500 см³ дистиллированной воды, осторожно перемешивая вливают 8,5 см³ 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 дм³ помещают 500 см³ дистиллированной воды, по 1 см³ 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 дм³ воды для разведения добавляют от 5 до 20 см³ 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 дм³ дистиллированной воды, перемешивают и дают постоять 10 минут. Отбирают 10 см³ отстоявшейся жидкости и доводят дистиллированной водой до метки в мерной колбе вместимостью 1 дм³.

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/дм³, 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 см³ воды для разведения с посевным материалом, приготовленный по п. А.4, и 348 см³ 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 см³ раствора, приготовленный по п. А.6.1 или п. А.6.2, и 348 см³ 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/дм³;

V_{CO} – объем раствора ГСО, $V_{CO} = 80$ см³;

V_{H_2O} – объем воды, $V_{H_2O} = 348$ см³.

А.6.4 Раствор, приготовленный по п. 6.1, обеспечивает значение БПК в диапазоне от 16,7 до 22,2 мг/дм³ (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/дм³ (в зависимости от значения БПК в ГСО). Границы относительной погрешности значения приготовленного раствора не превышают ±6% при $P=0,95$.

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 ³	Действительное значение БПК в растворе, мг/дм ³	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 ³	Измеренное значение БПК поверяемого СИ $X_{изм}$, мг/дм ³						Относительная погрешность измерений БПК δ_{M2} , %												
		Номер датчика						Номер датчика												
		1	2	3	4	5	6	1	2	3	4	5	6							

Поверку произвел _____

ФИО

подпись

Дата