

# Фотометры Эксперт-003

## Руководство по эксплуатации

По вопросам продаж и поддержки обращайтесь:

Алматы (7273)495-231  
Ангарск (3955)60-70-56  
Архангельск (8182)63-90-72  
Астрахань (8512)99-46-04  
Барнаул (3852)73-04-60  
Белгород (4722)40-23-64  
Благовещенск (4162)22-76-07  
Брянск (4832)59-03-52  
Владивосток (423)249-28-31  
Владикавказ (8672)28-90-48  
Владимир (4922)49-43-18  
Волгоград (844)278-03-48  
Вологда (8172)26-41-59  
Воронеж (473)204-51-73  
Екатеринбург (343)384-55-89  
Иваново (4932)77-34-06  
Ижевск (3412)26-03-58  
Иркутск (395)279-98-46  
Казань (843)206-01-48

Калининград (4012)72-03-81  
Калуга (4842)92-23-67  
Кемерово (3842)65-04-62  
Киров (8332)68-02-04  
Коломна (4966)23-41-49  
Кострома (4942)77-07-48  
Краснодар (861)203-40-90  
Красноярск (391)204-63-61  
Курск (4712)77-13-04  
Курган (3522)50-90-47  
Липецк (4742)52-20-81  
Магнитогорск (3519)55-03-13  
Москва (495)268-04-70  
Мурманск (8152)59-64-93  
Набережные Челны (8552)20-53-41  
Нижний Новгород (831)429-08-12  
Новокузнецк (3843)20-46-81  
Новыйрск (3496)41-32-12  
Новосибирск (383)227-86-73

Омск (3812)21-46-40  
Орел (4862)44-53-42  
Оренбург (3532)37-68-04  
Пенза (8412)22-31-16  
Петрозаводск (8142)55-98-37  
Псков (8112)59-10-37  
Пермь (342)205-81-47  
Ростов-на-Дону (863)308-18-15  
Рязань (4912)46-61-64  
Самара (846)206-03-16  
Саранск (8342)22-96-24  
Санкт-Петербург (812)309-46-40  
Саратов (845)249-38-78  
Севастополь (8692)22-31-93  
Симферополь (3652)67-13-56  
Смоленск (4812)29-41-54  
Сочи (862)225-72-31  
Ставрополь (8652)20-65-13  
Сургут (3462)77-98-35

Сыктывкар (8212)25-95-17  
Тамбов (4752)50-40-97  
Тверь (4822)63-31-35  
Тольятти (8482)63-91-07  
Томск (3822)98-41-53  
Тула (4872)33-79-87  
Тюмень (3452)66-21-18  
Ульяновск (8422)24-23-59  
Улан-Удэ (3012)59-97-51  
Уфа (347)229-48-12  
Хабаровск (4212)92-98-04  
Чебоксары (8352)28-53-07  
Челябинск (351)202-03-61  
Череповец (8202)49-02-64  
Чита (3022)38-34-83  
Якутск (4112)23-90-97  
Ярославль (4852)69-52-93

Россия +7(495)268-04-70

Казахстан +7(7172)727-132

Киргизия +996(312)96-26-47

exa@nt-rt.ru || <https://econix.nt-rt.ru/>

## ОГЛАВЛЕНИЕ

<b>1</b>	<b>ВВЕДЕНИЕ</b> .....	<b>7</b>
<b>2</b>	<b>ОПИСАНИЕ И РАБОТА ФОТОМЕТРОВ</b> .....	<b>8</b>
2.1	Назначение .....	8
2.2	Технические характеристики .....	8
2.3	Стандартный состав фотометров .....	10
2.4	Устройство и работа фотометров .....	11
2.4.1	Принцип действия .....	11
2.4.2	Схема оптическая принципиальная .....	11
2.4.3	Схема электрическая структурная .....	12
2.4.4	Взаимодействие составных частей фотометра .....	13
2.5	Описание составных частей фотометра .....	14
2.5.1	Измерительный преобразователь .....	14
2.5.2	Фотометрическая ячейка .....	16
	ФОТОМЕТРИЧЕСКАЯ ЯЧЕЙКА ТИПА ФЯ-1 .....	16
	ФОТОМЕТРИЧЕСКАЯ ЯЧЕЙКА ТИПА ФЯ-2 .....	18
2.6	Маркировка и пломбирование .....	21
2.7	Упаковка .....	22
<b>3</b>	<b>ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ПО НАЗНАЧЕНИЮ</b> .....	<b>23</b>
3.1	Эксплуатационные ограничения .....	23
3.2	Подготовка фотометров к использованию .....	23
3.2.1	Меры безопасности .....	23
3.2.2	Распаковка и установка .....	24
3.2.3	Включение и выключение фотометра .....	24
3.3	Использование фотометров .....	25
3.3.1	Измерение оптической плотности и коэффициента пропускания .....	25
	Порядок действий при измерении оптической плотности и коэффициента пропускания: .....	25
	Установка длины волны .....	25
	Выбор кюветы .....	26
	Измерение холостой пробы .....	26
	Измерение анализируемой среды .....	27
3.3.2	Измерение оптической плотности и определение концентрации вещества .....	27
	Порядок действий при измерении оптической плотности и определении концентрации вещества: .....	27
	Установка длины волны .....	28
	Выбор кюветы .....	28
	Градуировка .....	28
	Измерение оптической плотности и определение концентрации вещества .....	33
<b>4</b>	<b>ИЗМЕРЕНИЕ ХИМИЧЕСКОГО ПОТРЕБЛЕНИЯ КИСЛОРОДА (ХПК) С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ КОМПЛЕКТА «ЭКСПЕРТ-003-ХПК» ПО ГОСТ 31859-2012 «ВОДА. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ХИМИЧЕСКОГО ПОТРЕБЛЕНИЯ КИСЛОРОДА»</b> .....	<b>35</b>

4.1	Общие сведения-----	35
4.2	Комплектность -----	35
4.3	Отбор проб-----	36
4.4	Подготовка к проведению измерений -----	36
4.4.1	Подготовка проб воды и градуировочных растворов	36
4.4.2	Подготовка анализатора к работе	38
4.4.3	Включение анализатора	38
4.5	Градуировка анализатора -----	39
4.5.1	Периодичность проведения градуировок	39
4.5.2	Градуировка в диапазоне значений ХПК от 10 до 160 мгО/дм <sup>3</sup>	40
	Анализ результатов градуировки и редактирование градуировочного графика	48
	Завершение градуировки	50
4.5.3	Градуировка в диапазоне значений ХПК от 80 до 800 мгО/дм <sup>3</sup>	51
	Просмотр параметров градуировки в диапазоне значений ХПК от 80 до 800 мгО/дм <sup>3</sup> , записанной в памяти анализатора	51
	Проведение градуировки в диапазоне значений ХПК от 80 до 800 мгО/дм <sup>3</sup>	52
4.6	Проведение измерений -----	52
4.7	Настройка параметров измерения ХПК -----	56
4.8	Подготовка реакционных сосудов-----	58
<b>5</b>	<b>ИЗМЕРЕНИЕ ЦВЕТА ПИВА С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ КОМПЛЕКТА «ЭКСПЕРТ-003-ЦВЕТНОСТЬ ПИВА» ПО ГОСТ 12789-87 «ПИВО. МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЦВЕТА» .....</b>	<b>59</b>
<b>6</b>	<b>ИЗМЕРЕНИЕ ФОСФОРА ВОДОРАСТВОРИМОГО В ТЕПЛИЧНЫХ ГРУНТАХ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ КОМПЛЕКТА «ЭКСПЕРТ-003-Р».....</b>	<b>61</b>
6.1	Общие положения -----	61
6.2	Аппаратура и реактивы-----	62
6.3	Подготовка к анализу -----	63
6.3.1	Отбор проб – Выдержки из ГОСТ 27753.1-88 «Грунты тепличные. Методы отбора проб»	63
6.3.2	Подготовка проб к анализу	65
6.3.3	Приготовление растворов	68
6.3.4	Подготовка и включение фотометра «Эксперт-003»	69
6.4	Проведение анализа -----	69
6.4.1	Градуировка фотометра	69
6.4.2	Определение водорастворимого фосфора	72
6.5	Перенастройка параметров градуировки -----	74
<b>7</b>	<b>ТЕХНИЧЕСКОЕ ОБСЛУЖИВАНИЕ .....</b>	<b>76</b>
7.1	Общие указания -----	76
7.2	Внешний осмотр-----	76
7.3	Проверка работоспособности фотометров -----	76
7.4	Обслуживание аккумулятора -----	76
7.5	Указания по поверке -----	77
7.6	Подстройка по максимуму оптической плотности-----	77

7.7	Обслуживание картриджей	77
<b>8</b>	<b>ТЕКУЩИЙ РЕМОНТ</b>	<b>78</b>
8.1	Общие указания	78
8.2	Возможные неисправности и способы их устранения	78
<b>9</b>	<b>ХРАНЕНИЕ И ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ</b>	<b>79</b>
<b>10</b>	<b>ГАРАНТИЙНЫЕ ОБЯЗАТЕЛЬСТВА</b>	<b>80</b>
<b>11</b>	<b>МЕТОДИКА ПОВЕРКИ</b>	<b>81</b>
11.1	Общие сведения	81
11.2	Операции и средства поверки	81
11.3	Требования безопасности	81
11.4	Условия поверки	81
11.5	Подготовка к поверке	82
11.6	Проведение поверки	82
11.6.1	Внешний осмотр	82
11.6.2	Опробование и проверка времени выхода фотометров на рабочий режим	82
11.6.3	Проверка режимов	83
11.6.4	Определение метрологических характеристик	83
11.7	Оформление результатов поверки	84
	<b>ПРИЛОЖЕНИЕ А</b>	<b>85</b>
	<b>ОЦЕНКА ЛИНЕЙНОСТИ ГРАДУИРОВОЧНЫХ ЗАВИСИМОСТЕЙ</b>	<b>85</b>

## 1 ВВЕДЕНИЕ

Фотометры «Эксперт-003» зарегистрированы в Государственном реестре средств измерений Российской Федерации под № **33222-06** (свидетельство об утверждении типа средств измерений **RU.C.37.003.A № 25899**).

Методика поверки (п.11), являющаяся неотъемлемой частью настоящей инструкции, согласована и утверждена ФГУП ВНИИОФИ (г. Москва).

Настоящая инструкция по эксплуатации (далее по тексту - ИЭ) предназначена для ознакомления с устройством, принципом действия, правилами эксплуатации, обслуживания и методикой поверки фотометров «Эксперт-003» (далее по тексту – фотометров, приборов).

## **2 ОПИСАНИЕ И РАБОТА ФОТОМЕТРОВ**

### **2.1 Назначение**

Фотометры «Эксперт-003» предназначены для измерения оптической плотности и спектрального коэффициента направленного пропускания растворов и оптически прозрачных твердых тел, а также для определения концентраций веществ в растворе после предварительной градуировки фотометра потребителем.

Область применения – химико-технологические, агрохимические, экологические и аналитических лаборатории промышленных предприятий, научно-исследовательских учреждений, полевые лаборатории, органы контроля, инспекции и надзора. Фотометры могут использоваться в промышленных, лабораторных и полевых условиях для анализа водных и неводных растворов, почв, продуктов питания и других объектов.

### **2.2 Технические характеристики**

Микропроцессорная система фотометра обеспечивает выполнение следующих задач:

- измерение оптической плотности и спектрального коэффициента направленного пропускания;
- определение концентрации вещества или другого параметра состава раствора после проведения градуировки;
- градуировка с возможностью хранения в памяти результатов 20 градуировок по 15 стандартным растворам каждая (включая ввод и хранение в памяти значений концентрации стандартных растворов, а также измерение и хранение в памяти значений оптической плотности стандартных растворов);
- автоматический расчет уравнения градуировочного графика методом наименьших квадратов;
- исключение одной или нескольких точек градуировки из расчета уравнения градуировочного графика по команде оператора;
- автоматический расчет коэффициента линейной корреляции (достоверности аппроксимации) градуировочного графика;
- постоянный контроль степени разряда аккумулятора с выводом на дисплей соответствующего символа;
- диалог с оператором: отображение команд, запросов и информации об ошибках оператора;
- выход на компьютер (RS-232).

Диапазон длин волн, нм	375...940
Источники излучения – светодиоды с рабочими длинами волн излучения, нм <sup>1</sup>	(375±15), (400±15), (430±15), (470±15), (505±15), (525±15), (572±15), (590±15), (605±15), (615±15), (626±15), (655±15), (700±15), (850±15), (880±15), (940±15)
Диапазон измерений оптической плотности, Б	0...1.5
Диапазон показаний оптической плотности, Б	0...3
Пределы допускаемой систематической составляющей погрешности при измерении оптической плотности, Б	± 0.02
Предел допускаемой случайной составляющей погрешности при измерении оптической плотности, Б	0.005
Время установления рабочего режима, мин., не более	5
Время установления стабильного показания фотометра при измерении оптической плотности, сек., не более	15
Рабочая длина кювет, мм <sup>2</sup>	1...50
Питание фотометра	осуществляется от встроенного аккумулятора или от сети переменного тока напряжением (220±22) В частотой (50±0,5) Гц через входящий в комплект поставки блок питания.
Потребляемая мощность, ВА, не более	6
Индикатор	графический жидкокристаллический дисплей с подсветкой
Габаритные размеры (д × ш × в), мм, не более: измерительного преобразователя фотометрической ячейки типа ФЯ-1 фотометрической ячейки типа ФЯ-2	195 × 105 × 70; 170 × 80 × 90; 130 × 120 × 95.
Масса, кг, не более: измерительного преобразователя фотометрической ячейки типа ФЯ-1 фотометрической ячейки типа ФЯ-2	0.7; 0.5; 1
Срок службы, лет, не менее	7

<sup>1</sup> Светодиоды могут быть встроенными в сменные элементы (картриджи), подключаемые к фотометрической ячейке типа ФЯ-1, или встроенными непосредственно в фотометрическую ячейку типа ФЯ-2.  
Допускаются изменения в перечне значений рабочих длин волн в связи с появлением новых типов светодиодов.

<sup>2</sup> При использовании фотометрической ячейки типа ФЯ-1 применяют стандартные прямоугольные кюветы шириной 24 мм, высотой (40...50) мм и длиной оптического пути 1, 3, 5, 10, 20, 30 и 50 мм. Дополнительно допускается применение кювет (10×10) мм с габаритными размерами (12.5×12.5×(40...50)) мм, которые размещают в кюветном отделении фотометра с использованием специального переходника П1.  
При использовании фотометрической ячейки типа ФЯ-2 применяют цилиндрические кюветы с внешним диаметром 16 мм и высотой (90...120) мм.

## 2.3 Стандартный состав фотометров<sup>3</sup>

Измерительный преобразователь фотометра «Эксперт-003»	1
Фотометрическая ячейка типа ФЯ-1 (модификация ФЯ-1, ФЯ-1М или ФЯ-1МТ) или типа ФЯ-2 (модификация ФЯ-2-ХПК, ФЯ-2-Р, ФЯ-2-ХПК/Р или ФЯ-2-АГРО) <sup>4</sup>	1
Соединительный кабель для подключения фотометрической ячейки к измерительному преобразователю	1
Блок питания с выходным напряжением 12 В	1
Источник излучения со встроенным светодиодом (картридж) <sup>5</sup>	***
Пластина для перекрывания луча	1
Руководство по эксплуатации, включающее методику поверки (КТЖГ.201111 РЭ)	1
Комплект упаковки	1
Фотометрические кюветы	***
Переходник для кювет (10×10) мм	***
Дополнительные картриджи <sup>5</sup>	***
Дополнительные ФЯ <sup>4</sup>	***
Соединительный кабель для подключения к компьютеру	***
Носитель с программным обеспечением «Эксперт»	***

<sup>3</sup> Полный состав поставляемых фотометров (комплект поставки, согласованный с заказчиком) указывается в прилагаемом упаковочном листе.

<sup>4</sup> Модификация фотометрической ячейки выбирается заказчиком.

<sup>5</sup> Только для фотометрических ячеек типа ФЯ-1 Рабочая длина волны выбирается заказчиком из перечня таблицы п. 2.2.

\*\*\* Поставляется по требованию заказчика.



## 2.4 Устройство и работа фотометров

### 2.4.1 Принцип действия

Принцип действия фотометров основан на сравнении световых потоков: полного (прошедшего через «холостую пробу»)  $\Phi_{о\lambda}$  и прошедший через исследуемую среду  $\Phi_{\lambda}$ .

Спектральный коэффициент направленного пропускания  $T$  рассчитывается по формуле:

$$T = \Phi_{\lambda} / \Phi_{о\lambda} \times 100\%$$

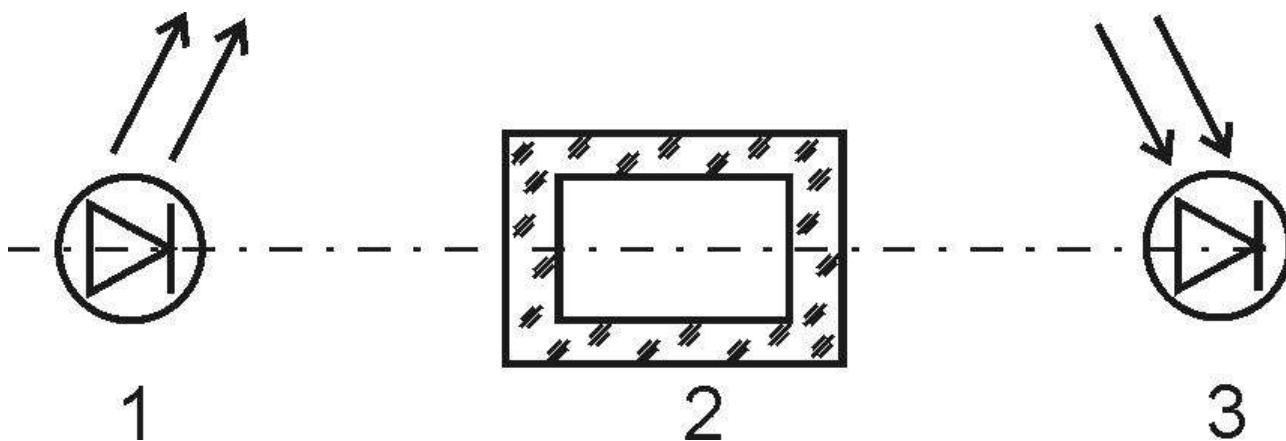
Оптическая плотность  $D$  рассчитывается по формуле:

$$D = - \lg(\Phi_{\lambda} / \Phi_{о\lambda}) = - \lg(T / 100) = 2 - \lg T$$

Определение концентраций веществ и других параметров качества растворов (например, суммарных параметров) производится по методу градуировочного графика.

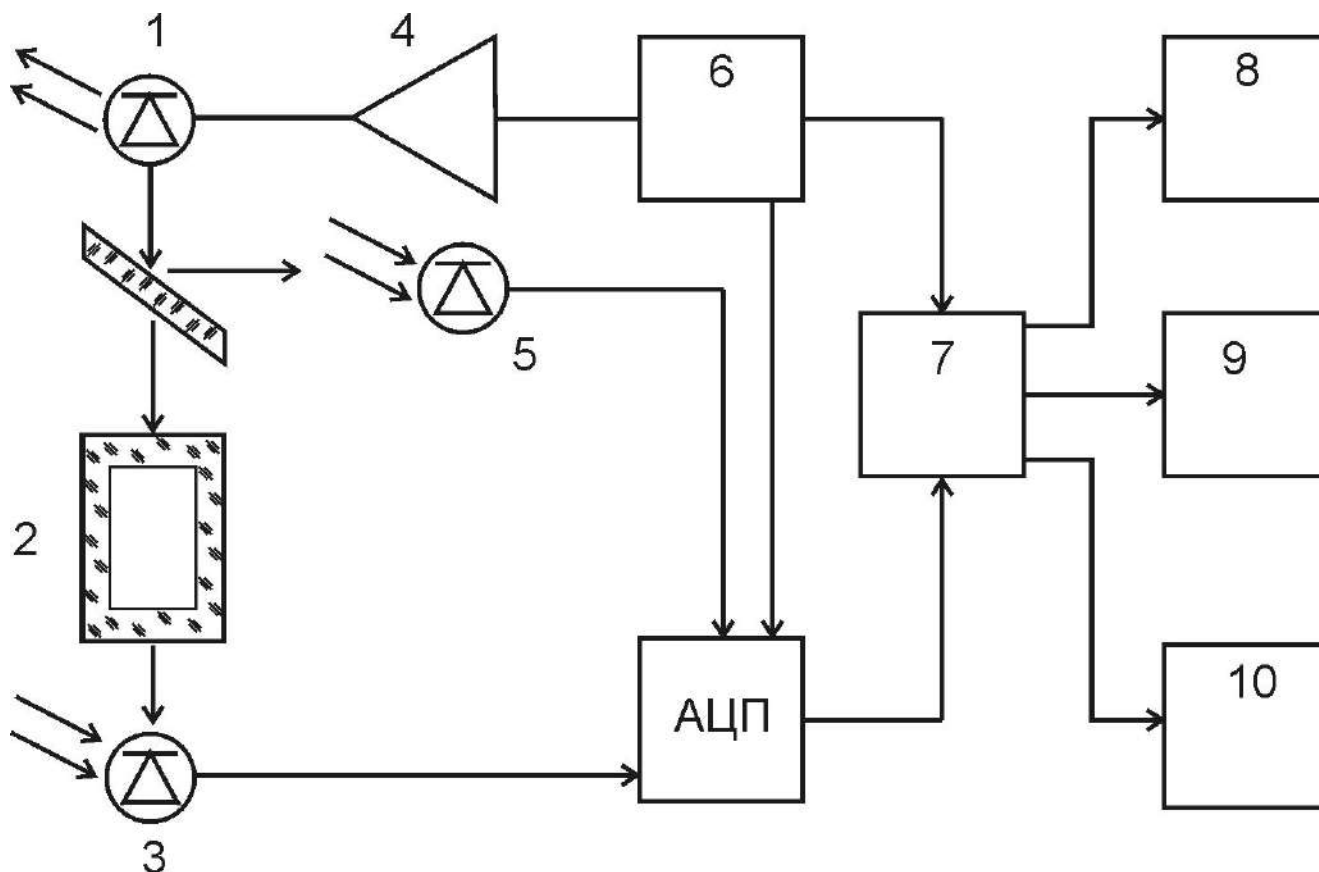
Градуировочный график строится микропроцессором фотометра автоматически методом наименьших квадратов по введенным в память фотометра значениям концентраций стандартных растворов и соответствующих им измеренным значениям оптической плотности.

### 2.4.2 Схема оптическая принципиальная



- 1 излучающий светодиод
- 2 кювета с раствором
- 3 фотоприемник

### 2.4.3 Схема электрическая структурная



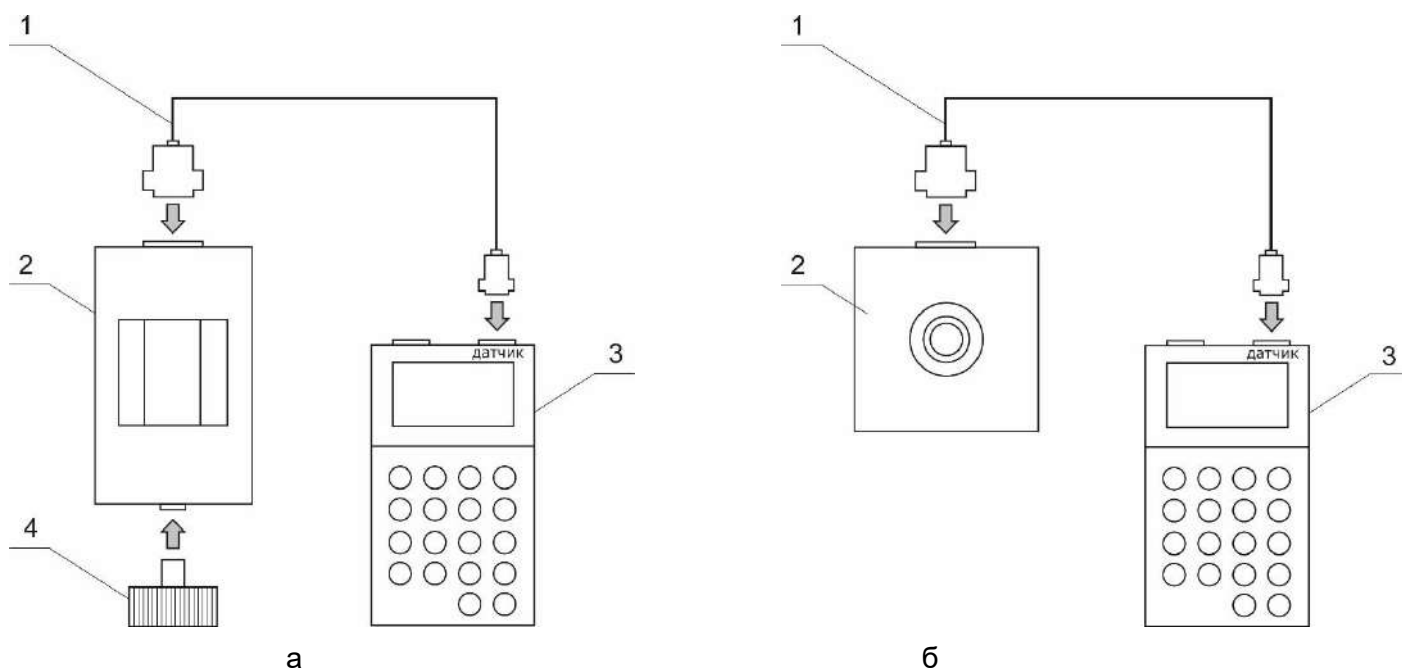
- 1 излучающий светодиод
- 2 кювета с раствором
- 3 регистрирующий фотоприемника
- 4 усилитель
- 5 контрольный фотоприемник обратной связи
- 6 блок управления яркостью
- 7 процессорный блок
- 8 блок управления клавиатурой
- 9 блок вывода информации на дисплей
- 10 схема формирования выходных сигналов
- АЦП** аналого-цифровой преобразователь

Работа фотометра основана на преобразовании светового излучения при помощи регистрирующего фотоприемника в электрические сигналы и далее в цифровой код. Математические преобразования и другие функции выполняются микропроцессором, являющимся основным компонентом электронной схемы фотометра.

## 2.4.4 Взаимодействие составных частей фотометра

Фотометры имеют следующие составные части: измерительный преобразователь (далее по тексту – ИП), фотометрическая ячейка (ФЯ) типа ФЯ-1 или ФЯ-2, источник излучения (сменный картридж) со встроенным светодиодом (только в комплекте с фотометрической ячейкой типа ФЯ-1). ФЯ подключают к ИП с помощью соединительного кабеля.

Схемы соединения составных частей фотометра с фотометрической ячейкой типа ФЯ-1 и ФЯ-2 показаны на рисунке а и б, соответственно.



- 1 кабель для подключения ФЯ к ИП
- 2 ФЯ
- 3 ИП
- 4 источник излучения (картридж)

Внешний вид фотометра, укомплектованного фотометрической ячейкой типа ФЯ-1 и картриджами:



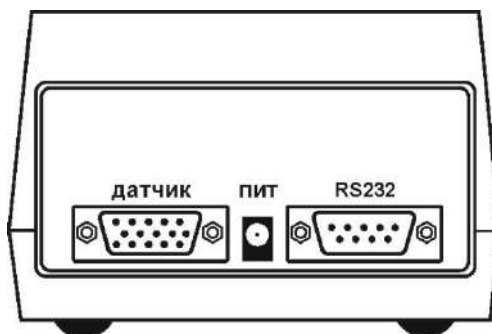
## 2.5 Описание составных частей фотометра

### 2.5.1 Измерительный преобразователь

ИП выполнен на базе микропроцессора, имеет автономное аккумуляторное питание, снабжен графическим жидкокристаллическим (ЖК) или OLED-дисплеем.

На задней панели корпуса ИП расположены разъемы для подключения ФЯ, блока питания и компьютера.

**Вид ИП сзади:**



## Назначение разъемов

«ПИТ»	подключение блока питания
«ДАТЧИК»	подключение ФЯ
«RS232»	подключение компьютера (связь по каналу RS232)

На лицевой панели ИП расположены дисплей и органы управления (клавиатура).

### Внешний вид клавиатуры:



Назначение кнопок клавиатуры

Клавиша	Действие
	ввод цифры «1»; изменение количества точек градуировки; изменение номера точки калибровки; выбор значения длины волны излучения (при использовании фотометрической ячейки типа ФЯ-2)
	ввод цифры «2»; выбор количества точек градуировки
	ввод цифры «3»; изменение количества точек градуировки; изменение номера точки калибровки; выбор значения длины волны излучения (при использовании фотометрической ячейки типа ФЯ-2)
	ввод цифры «4»; запуск измерения оптической плотности и определения концентрации
	ввод цифры «5»; вход в режим градуировки
	ввод цифры «6»; запуск измерения оптической плотности и коэффициента пропускания; анализ градуировочного графика

	ввод цифры «7»; ввод численных значений концентрации и оптической плотности
	ввод цифры «8»; установка нулевого значения оптической плотности
	ввод цифры «9»; подстройка по максимуму оптической плотности;
	ввод знака «минус», перебор единиц измерения концентрации и других количественных показателей градуировочных растворов: мг/л, мкг/л, мг, мкг, рН, ЕМ (единицы мутности), ° (градусы цветности), УЕ и др.;
	ввод знака «десятичная точка»; настройка коэффициента усиления
	ввод цифры «0»; включение и отключение подсветки индикатора
	выбор номера градуировочного графика
	ввод данных
	отмена действия; выход из текущего режима в предыдущее состояние
	включение и отключение питания

## 2.5.2 Фотометрическая ячейка

ФЯ выполнена в виде отдельного блока, подключаемого к ИП с помощью соединительного кабеля. ФЯ выпускаются двух типов: ФЯ-1 и ФЯ-2.

### ФОТОМЕТРИЧЕСКАЯ ЯЧЕЙКА ТИПА ФЯ-1

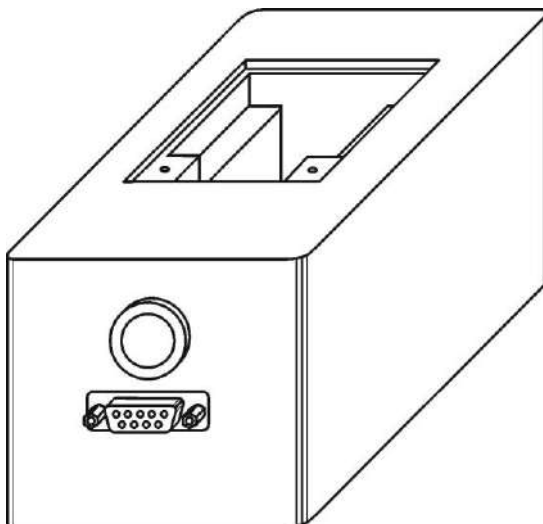
Фотометрические ячейки типа ФЯ-1 имеют сменные оптические элементы (картриджи) и работают в однолучевом режиме. Кюветное отделение расположено на верхней панели ФЯ. На боковой стенке кюветного отделения имеется металлическая прижимная пластина для фиксации стандартных прямоугольных кювет шириной 24 мм.

Для работы с кюветами с внутренними размерами 10×10 мм применяют специальный переходник П1, обеспечивающий надежную фиксацию кювет в кюветном отделении. Переходник П1 применяют также при проведении поверки для установки мер оптической плотности. Установленный переходник необходимо зафиксировать прижимом двумя винтами.

На передней панели ФЯ расположены гнездо и разъем для подключения источников излучения (картриджей).

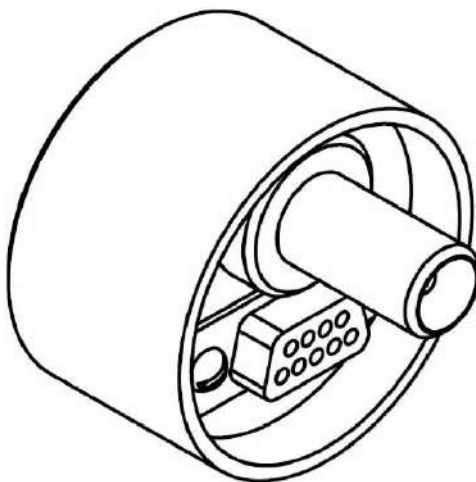
На задней панели ФЯ расположен разъем для подключения к ИП.

Внешний вид фотометрической ячейки типа ФЯ-1 показан на рисунке:



Источники излучения выполнены в виде сменных элементов (картриджей) со встроенными светодиодами с фиксированной длиной волны излучения. Рабочие длины волн картриджей соответствуют таблице п. 2.2.

Внешний вид картриджа:



На картридж нанесена этикетка с указанием рабочей длины волны излучения. Светодиод расположен внутри выступающей цилиндрической части корпуса, под которой находится разъем для подключения к ФЯ. При подключении картриджа к ФЯ цилиндрическая часть корпуса картриджа входит в гнездо, расположенное на передней панели ФЯ. Картридж вставляют до упора, совмещая при этом ответные части разъема.

Фотометрические ячейки типа ФЯ-1 выпускаются в следующих модификациях: ФЯ-1, ФЯ-1М, ФЯ-1МТ, ФЯ-1К.

Модификации ФЯ-1М и ФЯ-1МТ отличаются наличием встроенной магнитной мешалки для осуществления перемешивания раствора, находящегося в кювете. Скорость перемешивания регулируется рукояткой переменного резистора, расположенной на боковой стенке ФЯ.

Кроме наличия встроенной магнитной мешалки, модификация ФЯ-1МТ отличается конфигурацией кюветного отделения, позволяющей устанавливать цилиндрический стакан диаметром 40 мм. Таким образом, данная ФЯ идеально подходит для проведения фотометрического титрования.

## **ФОТОМЕТРИЧЕСКАЯ ЯЧЕЙКА ТИПА ФЯ-2**

Фотометрические ячейки типа ФЯ-2 имеют до 20 встроенных оптических элементов (светодиодов) и работают в многолучевом режиме.

Кюветное отделение, расположенное на верхней панели ФЯ, имеет круглое сечение для установки цилиндрических кювет (пробирок) диаметром 16 мм высотой (90...120) мм.

В нижней части кюветного отделения встроен оптический прерыватель с инфракрасным светодиодом для контроля правильности установки кюветы. Когда кювета вставлена правильным образом, то есть до упора, срабатывает оптический прерыватель. Фотометр подает звуковой сигнал, а отображаемое в верхней строке дисплея значение рабочей длины волны (например, «\*655») начинает отображаться на фоне черного прямоугольника («\*655»).

Особенностью многолучевой фотометрической ячейки типа ФЯ-2 является то, что сквозь цилиндрическую кювету одновременно проходят несколько лучей под разными углами на разных высотах. Регистрируемый прибором суммарный сигнал значительно меньше зависит от царапин и других дефектов поверхности кюветы, оказавшихся на пути одного из лучей. В этом состоит главное преимущество многолучевой ячейки по сравнению с традиционной однолучевой, в которой одна единственная царапина на поверхности кюветы, расположенная на оси прохождения света, значительно искажает результат измерения.

Таким образом, многолучевая схема ячейки позволяет существенно снизить уровень требований к воспроизводимости геометрических размеров и качеству поверхности цилиндрических кювет и повышает точность измерений.

На задней панели ФЯ-2 расположен разъем для подключения к ИП.



## Внешний вид фотометрической ячейки типа ФЯ-1



Фотометрические ячейки типа ФЯ-2 выпускаются в следующих модификациях<sup>6</sup>: **ФЯ-2-ХПК**, **ФЯ-2-Р**, **ФЯ-2-ХПК/Р** и **ФЯ-2-АГРО**, отличающихся значениями длины волны излучения встроенных светодиодов и назначением.

Модификация **ФЯ-2-ХПК** предназначена для определения химического потребления кислорода (ХПК) по ГОСТ 31859-2012 «Вода. Метод определения химического потребления кислорода». Измерения выполняются в многолучевом режиме при длине волны 430 и 605 нм. Использование фотометра с данной ячейкой описывается в отдельной инструкции, прилагаемой к данной ИЭ.

Модификация **ФЯ-2-Р** предназначена для определения ортофосфатов, полифосфатов и фосфора общего по ПНД Ф 14.1:2:4.248-07 «Количественный химический анализ вод. Методика измерений массовых концентраций ортофосфатов, полифосфатов и фосфора общего в питьевых, природных и сточных водах фотометрическим методом». Измерения выполняются в многолучевом режиме при длине волны 880 нм.

Модификация **ФЯ-2-ХПК/Р** предназначена для определения ХПК по ГОСТ 31859-2012 и ортофосфатов, полифосфатов и фосфора общего по ПНД Ф 14.1:2:4.248-07 Измерения выполняются в многолучевом режиме при длине волны 430 и 605 нм (ХПК) и 880 нм (ортофосфаты, полифосфаты и фосфор общий).

Модификация **ФЯ-2-АГРО** предназначена для определения следующих агрохимических

<sup>6</sup> Допускается расширение списка модификаций фотометрической ячейки типа ФЯ-2. По заказу могут быть изготовлены модификации с требуемыми заказчику значениями длины волны излучения встроенных светодиодов, выбранными из перечня п. 1.2.2. Для одной модификации может быть выбрано от 1 до 3 значений.

показателей почв: содержание кобальта по ГОСТ Р 50687-94 «Почвы. Определение подвижных соединений кобальта по методу Пейве и Ринькиса в модификации ЦИНАО»; содержание бора по ГОСТ Р 50688-94 «Почвы. Определение подвижных соединений бора по методу Бергера и Труога в модификации ЦИНАО» и содержание молибдена по ГОСТ Р 50689-94 «Почвы. Определение подвижных соединений молибдена по методу Григга в модификации ЦИНАО». Измерения выполняются в многолучевом режиме при длине волны 400, 525, 605 и 655 нм. Установку значения длины волны выполняется в соответствии с таблицей.

Установка значения длины волны при использовании фотометрической ячейки ФЯ-2-АГРО

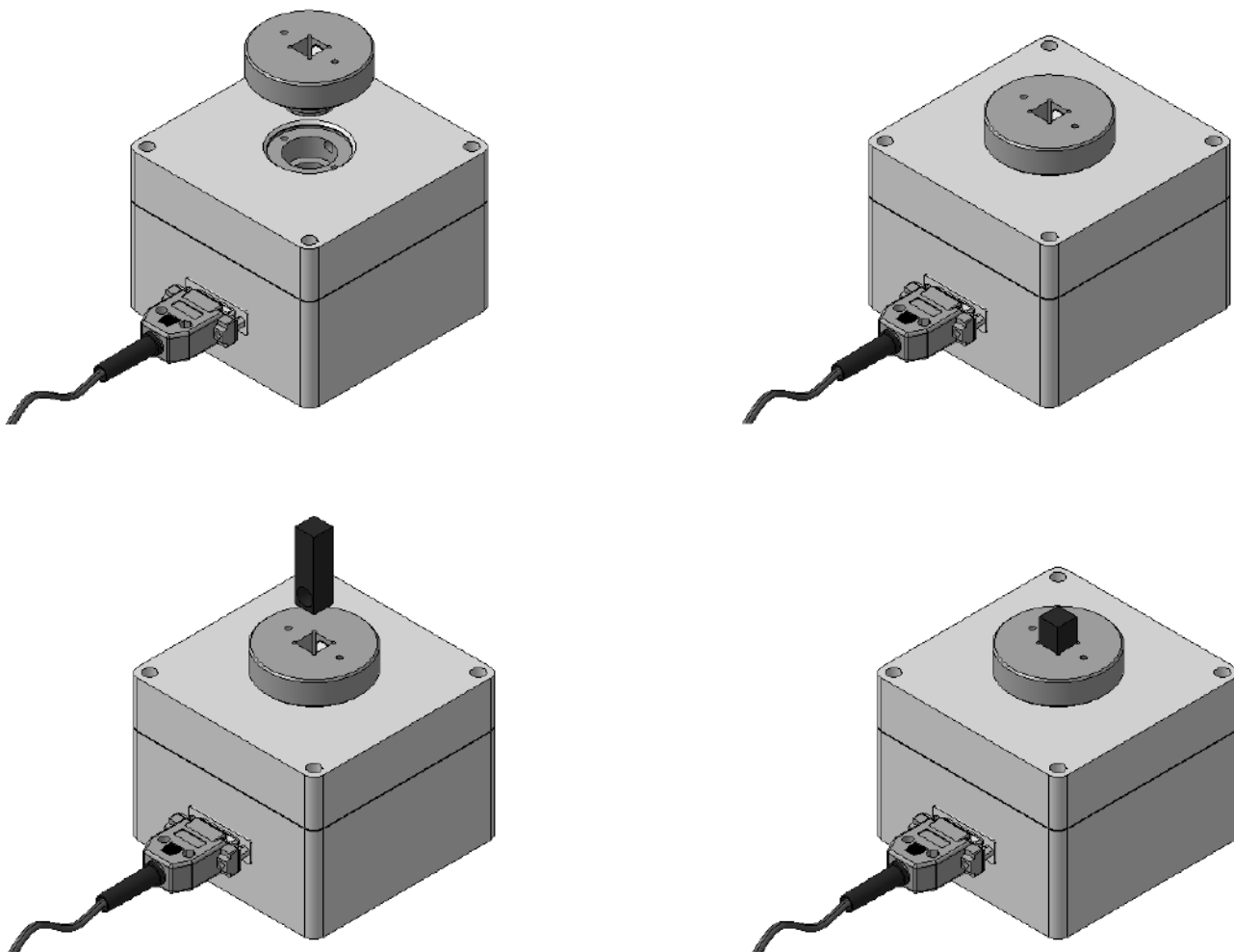
Определяемый показатель	Нормативный документ (НД)	Диапазон рабочих длин волн по НД, нм	Значение рабочей длины волны, устанавливаемое в фотометре, укомплектованном фотометрической ячейкой ФЯ-2-АГРО, нм
<b>Подвижные соединения кобальта</b>	ГОСТ Р 50687-94		
Определение с нитрозо-Р-солью	п. 6.2	500-540	525
<b>Подвижные соединения бора<sup>7</sup></b>	ГОСТ Р 50688-94		
- Определение с хинализарином	п. 6.2, 6.3	590-625	605
- Определение с азометином Аш	п. 6.4, 6.5	400-440	400
<b>Подвижные соединения молибдена</b>	ГОСТ Р 50689-94		
Определение дитиоловым методом.	п. 6.3	660-690	655 <sup>8</sup>

Во всех модификациях фотометрической ячейки типа ФЯ-2 дополнительно встроен светодиод 525 нм, расположенный в верхней части кюветного отделения, предназначенный для проведения поверки. Данный светодиод значится в списке рабочих длин волн как «**525ПОВ**». При проведении поверки на верхней панели устанавливают и фиксируют двумя винтами переходник П2 для мер оптической плотности квадратного сечения, входящий в комплект поставки.

<sup>7</sup> В зависимости от применяемого в лаборатории заказчика метода (с хинализарином или с азометином Аш) в фотометрическую ячейку встраивают светодиоды с рабочей длиной волны излучения 605 нм или 400 нм.

<sup>8</sup> Значение рабочей длины волны 655 нм с учетом ширины на полувысоте пика спектра испускания  $\pm 15$  нм соответствует диапазону рабочих длин волн (660-690) нм по нормативному документу

## Установка переходника П2 и меры оптической плотности:



Допускается расширение списка типов и модификаций фотометрической ячейки в рамках требований Описания типа СИ. Описание и эксплуатация фотометров с ФЯ других типов и модификаций проводится в отдельных инструкциях или руководствах, прилагаемых к данной ИЭ.

## 2.6 Маркировка и пломбирование

Маркировка фотометра соответствует требованиям ГОСТ 26828.

На лицевой панели ИП нанесены надписи, указывающие тип средства измерения «ФОТОМЕТР ЭКСПЕРТ-003» и наименование (или логотип) предприятия-изготовителя «ЭКОНИКС-ЭКСПЕРТ».

Заводской номер фотометра по системе нумерации предприятия-изготовителя, месяц и год выпуска указаны на этикетке, расположенной на нижней панели ИП и ФЯ.

Знак о внесении в Государственный реестр средств измерений нанесен на Руководство по эксплуатации и на нижней панели ИП и ФЯ.

ИП и ФЯ фотометров пломбируются специальной наклейкой на шве между верхней и нижней панелями корпуса.

Транспортная маркировка наносится согласно ГОСТ 14192.

## **2.7 Упаковка**

Комплект фотометров укладывается в картонную или полимерную тару согласно конструкторской документации.

Упаковка обеспечивает защиту от воздействия механических и климатических факторов во время транспортирования и хранения.

Составные части фотометра, принадлежности и документация помещаются в пакеты из полиэтиленовой пленки и размещаются в упаковке с использованием специальных прокладок, исключающих перемещение содержимого.

### 3 ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ПО НАЗНАЧЕНИЮ

#### 3.1 Эксплуатационные ограничения

После транспортирования в условиях отрицательных температур фотометры в транспортной упаковке необходимо выдержать в нормальных условиях не менее 24 ч.

Для обеспечения работоспособности фотометров и предупреждения их выхода из строя необходимо соблюдать меры безопасности, изложенные в настоящем руководстве, и соблюдать рабочие условия применения:

Температура окружающего воздуха, °С	5...40
Относительная влажность воздуха, %	20...75
Атмосферное давление, кПа / (мм рт. ст.)	84...106,7 / (630...800)

Вблизи фотометра не должны находиться мощные источники света и нагревательные устройства. Не допускается попадание прямых солнечных лучей.

При установке кювет в кюветное отделение не допускается касание рабочих поверхностей (ниже уровня жидкости). Наличие загрязнений или капель жидкости на рабочих поверхностях кюветы приводит к получению неверных результатов измерений.

Не допускается наклонять заполненные жидкостью кюветы при их установке в кюветное отделение, т.к. это может привести к попаданию жидкости в ФЯ и выходу ее из строя.

#### 3.2 Подготовка фотометров к использованию

##### 3.2.1 Меры безопасности

К работе на фотометрах допускаются лица, прошедшие инструктаж по правилам техники безопасности и ознакомленные с настоящей ИЭ.

При работе с фотометрами запрещается:

- нарушать рабочие условия применения;
- допускать попадание влаги на поверхность и внутрь ИП и ФЯ;
- подвергать фотометры ударам;
- самостоятельно разбирать фотометры.

При работе с фотометрами необходимо выполнять общие правила работы с электрическими установками до 1000 В и требования, предусмотренные «Основными правилами безопасной работы в химической лаборатории», М.: Химия, 1979-205 с.

### 3.2.2 Распаковка и установка

Извлеките составные части фотометра, принадлежности и документацию из упаковки. При этом следует проверить:

- наличие всех предусмотренных в комплекте поставки составных частей и принадлежностей фотометра;
- наличие этикетки на нижней панели ИП и ФЯ с указанием заводского номера и даты выпуска;
- наличие в бумажном экземпляре «Руководство по эксплуатации и методика поверки»<sup>9</sup> записей в п. 7 о приемке и первичной поверке (если необходимость ее проведения была согласована при обсуждении комплекта поставки) фотометра: заводского номера, даты выпуска, печати предприятия-изготовителя, подписи представителя ОТК, подписи и клейма поверителя.

Осмотрите фотометр и принадлежности на отсутствие повреждений. Обратите особое внимание на целостность прилагаемых фотометрических кювет.

При обнаружении некомплектности, повреждений или других недостатков необходимо составить соответствующий акт и направить его организации-поставщику фотометра.

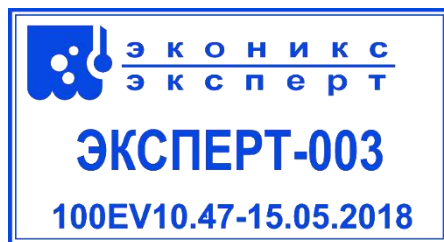
Загрязнения (капли, пыль, следы пальцев) с рабочих поверхностей кювет перед установкой в кюветное отделение удалить спиртом или спирто-эфирной смесью.

Приготовьте необходимые для выполнения измерений растворы.

Соедините составные части фотометра согласно п. 2.4.4. Установите фотометр на ровной поверхности с учетом того, чтобы на ФЯ не падали прямые солнечные лучи и не располагались в непосредственной близости мощные осветительные приборы, источники тепла и сильного электромагнитного излучения.

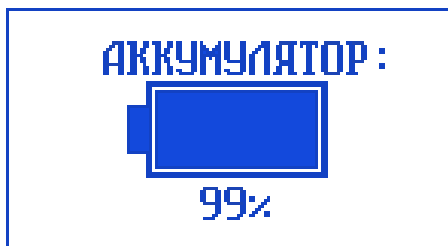
### 3.2.3 Включение и выключение фотометра

Включите фотометр нажатием и удержанием в течении 2 секунд кнопки «ВКЛ» до срабатывания короткого звукового сигнала и появления на дисплее сообщения с наименованием и логотипом фирмы-изготовителя («Эконикс-Эксперт»), наименованием прибора («Эксперт-003») и шифром версии программного обеспечения (например, «100EV10.47-15.05.2018»):



<sup>9</sup> В данной инструкции по эксплуатации этот пункт отсутствует.

Примерно через 3...5 секунд на дисплее отобразится информация о степени заряда аккумулятора:



Примерно через 3...5 секунд прибор перейдет в начальное состояние.

При использовании фотометрической ячейки типа ФЯ-1 с подключенным картриджем или ФЯ-2, на дисплее будет отображаться надпись «Фотометр «Эксперт-003», символ степени заряда аккумулятора и значение рабочей длины волны (например, «\*605»):



Если при использовании фотометрической ячейки типа ФЯ-1 картридж не подключен, на дисплее не будет отображаться значение рабочей длины волны. Подключите требуемый картридж.

Фотометр готов к работе.

Фотометр можно выключить в любой момент времени его работы нажатием кнопки «ОТКЛ».

### 3.3 Использование фотометров

#### 3.3.1 Измерение оптической плотности и коэффициента пропускания

**Порядок действий при измерении оптической плотности и коэффициента пропускания:**

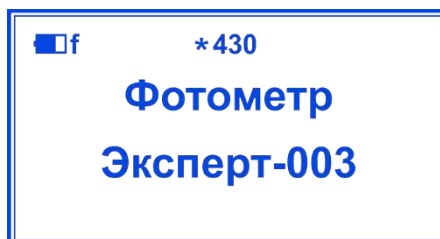
- установить длину волны излучения;
- выбрать кювету;
- выполнить измерение холостой пробы (с установкой значения оптической плотности равным нулю и значения коэффициента пропускания равным 100 %);
- измерить оптическую плотность и коэффициент пропускания анализируемой среды относительно холостой пробы.

#### **Установка длины волны**

- **Установка длины волны при использовании фотометрической ячейки типа ФЯ-1**

Выберите источник излучения (картридж) с требуемой длиной волны излучения (например, картридж шифр «430»).

Подключите картридж к ФЯ-1. При правильном подключении фотометр автоматически распознает шифр подключенного картриджа и отобразит его в верхней строке дисплея. Справа от символа аккумулятора отобразится символ «f»:



- **Установка длины волны при использовании фотометрической ячейки типа ФЯ-2<sup>10</sup>**

Кнопками «◀» и «▶» выберите требуемое значение рабочей длины волны из имеющихся в данной модификации фотометрической ячейки типа ФЯ-2. В модификации ФЯ-2-ХПК доступны следующие рабочие длины волны (в нм): 430, 605 и 525ПОВ (для проведения поверки); в модификации ФЯ-2-Р – 880 и 525ПОВ; в модификации ФЯ-2-ХПК/Р – 430, 605, 880 и 525ПОВ; в модификации ФЯ-2-АГРО – 605, 525, 655(и/или 430) и 525ПОВ.

### **Выбор кюветы<sup>11</sup>**

При использовании фотометрической ячейки типа ФЯ-1 рекомендуется подбирать кюветы с такой длиной оптического пути, чтобы измеренные значения оптической плотности находились в диапазоне от 0.3 до 0.6 Б или как можно ближе к этому диапазону.

При использовании фотометрической ячейки типа ФЯ-2 применяют только один тип цилиндрических кювет с внешним диаметром 16 мм и высотой (90...120) мм

### **Измерение холостой пробы**

Поместите кювету с холостой пробой (например, с дистиллированной водой) в кюветное отделение ФЯ, прижимая ее к стенке фотоприемника, и нажмите кнопку «6».

В верхней строке отобразятся символ аккумулятора, характеризующий степень его разряда, шифр установленной длины волны (например, «\*430») и показание таймера (время, прошедшее с начала измерения). Далее следуют строки с показаниями значений оптической плотности (А) и

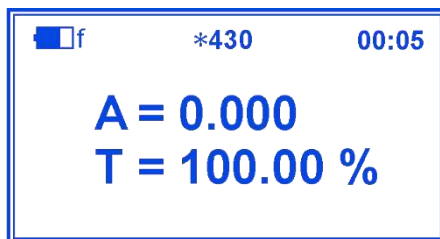
<sup>10</sup> Между установкой длины волны и началом измерений рекомендуется выждать 30 минут для прогрева измерительной системы. Допускается приступать к измерениям без прогрева при условии, что промежуток времени между занулением фотометра по холостой пробе и измерением анализируемой пробы не будет превышать 1 минуту.

<sup>11</sup> Измерения холостой пробы и анализируемой пробы необходимо выполнять с использованием кювет с одной и той же длиной оптического пути.



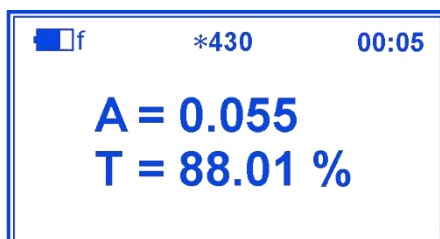
коэффициента пропускания (Т)<sup>12</sup>.

Нажмите кнопку «Ф1». При этом А и Т примут значения 0.000 и 100%, соответственно:



### Измерение анализируемой среды

Извлеките кювету с холостой пробой из кюветного отделения. Поместите кювету с анализируемым раствором или испытуемый твердый образец в кюветное отделение. При этом на дисплее отобразятся значения оптической плотности и коэффициента пропускания анализируемой среды, измеренные относительно холостой пробы, например.



После того, как стабилизируется значение оптической плотности (скорость изменения не более  $\pm 0,002$  А за 10 секунд), произведите считывание результатов измерения.

После окончания измерений нажмите кнопку «ОТМ».

### 3.3.2 Измерение оптической плотности и определение концентрации вещества

**Порядок действий при измерении оптической плотности и определении концентрации вещества:**<sup>13</sup>

- установить длину волны излучения;
- выбрать кювету;
- выполнить градуировку (с предварительным измерением холостой пробы) и определить линейность градуировочного графика;

<sup>12</sup> Если требуется изменить рабочую длину волны, не возвращаясь в начальное состояние замените картридж (при использовании фотометрической ячейки типа ФЯ-1) или выберите требуемое значение кнопками «◀» и «▶» (при использовании фотометрической ячейки типа ФЯ-2).

<sup>13</sup> Если измерение анализируемой среды не следует за градуировкой непосредственно, то в дальнейшем перед измерениями анализируемой среды следует повторно выполнять измерение холостой пробы с установкой значения оптической плотности равным нулю.

- измерить оптическую плотность и определить концентрацию вещества.

## Установка длины волны

Установку длины волны выполняют аналогично п. 3.3.1 «Установку длины волны».

## Выбор кюветы

Кюветы выбирают аналогично п. 3.3.1 «Выбор кюветы»<sup>14</sup>

## Градуировка

В памяти прибора могут храниться до 20 градуировочных графиков, содержащих до 15 точек градуировки каждый. Под градуировочным графиком понимается зависимость оптической плотности от количественного показателя градуировочных растворов: концентрации (в единицах «мг/л», «мкг/л»), массы определяемого компонента (в единицах «мг», «мкг»), мутности (в единицах мутности «ЕМ»), цветности (в градусах цветности «°») и других показателей (в условных единицах «УЕ»). Для удобства далее для обозначения количественного показателя будет использоваться термин «концентрация».

Нумерация градуировочных графиков имеет следующий вид:

$$NA_{XXX},$$

где А – порядковый № градуировочного графика (от 1 до 20),  
XXX – значение длины волны, при которой выполнена градуировка.

Например, запись N3<sub>525</sub> указывает на градуировочный график № 3, построенный при длине волны 525 нм. Незаполненные градуировки имеют индекс «XXX».

Градуировки выполняют непосредственно перед анализом проб за исключением случаев, когда периодичность градуировок указана в соответствующих методиках выполнения измерений.

Для измерений оптической плотности и концентрации вещества на основе ранее выполненной градуировки перейдите к п. «Измерение оптической плотности и определение концентрации вещества» стр. 33.

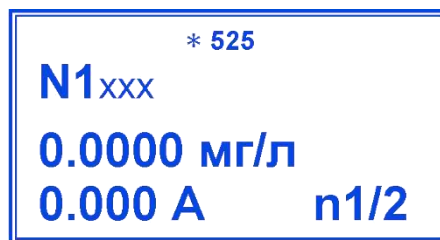
**Порядок действий при выполнении новой градуировки** следующий:

а) Включение режима градуировки

Нажмите кнопку «**КЛБ**». Прибор перейдет в режим градуировки:

---

<sup>14</sup> Измерения холостой пробы, анализируемой пробы и градуировочных растворов необходимо выполнять с использованием кювет с одной и той же длиной оптического пути.



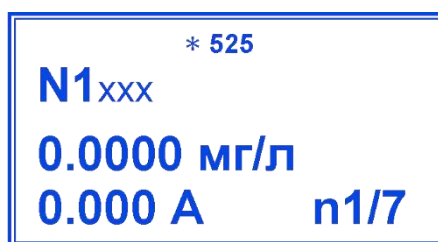
В верхней строке указана рабочая длина волны, во второй строке – № градуировочного графика, в двух нижних строках – координаты градуировочной точки (значения концентрации и оптической плотности, выраженной в единицах «А» или «Б» в зависимости от версии программного обеспечения фотометра). В правом нижнем углу указан номер текущей градуировочной точки и общее число точек градуировки, разделенные дробной чертой.<sup>15</sup>

б) Выбор номера градуировочного графика

С помощью кнопок «⇒» и «⇐» присвойте номер градуировочного графика (от N1 до N20), выбрав незаполненную градуировку с индексом «XXX». Возможен вариант выполнения новой градуировки поверх имеющейся. При этом данные ранее выполненной градуировки будут заменяться новыми данными по мере их ввода в память прибора.

в) Выбор количества точек градуировки

Установите количество точек градуировки, равное числу градуировочных растворов. Для этого нажмите кнопку «N». В появившемся окне «**ЧИСЛО КАЛИБР**» кнопками «▶» и «◀» выберите нужное число (например «7») и нажмите кнопку «**ВВОД**». Установленное число точек градуировки отобразится в правом нижнем углу экрана после дробной черты:



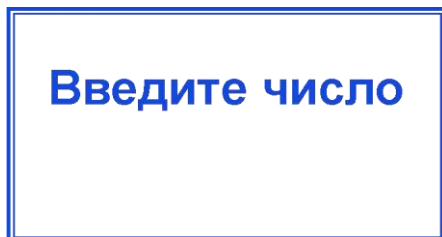
г) Выбор единиц измерения концентрации

В зависимости от того, в каких единицах выражено содержание определяемого показателя в испытуемом образце и градуировочных растворах, установите требуемые единицы измерения концентрации градуировочных растворов путем многократного нажатия кнопки «**СОЛЬ**». При этом в третьей строке справа от числа будут последовательно отображаться единицы «мг/л», «мкг/л», «мг», «мкг», «ЕМ» (единицы мутности), «°» (градусы), «УЕ» (условные единицы), «мг/кг», «мг/г», «%», «рН», «мгО/л» и т.д.

<sup>15</sup> По умолчанию, для градуировочной точки n1 изначально установлены значения концентрации «0.000 мг/л» и оптической плотности «0.000 А».

д) Ввод значения концентрации первого градуировочного раствора

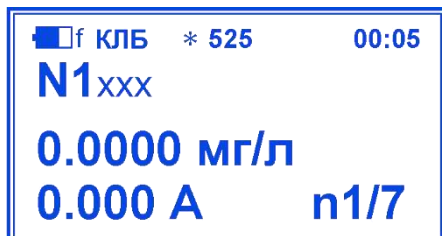
Кнопками «▶» и «◀» выберите первую точку градуировки n1. Нажмите кнопку «**ЧИСЛ**» для ввода значения концентрации первого градуировочного раствора. На дисплее отобразится сообщение:



Наберите на клавиатуре число, соответствующее концентрации первого градуировочного раствора и нажмите кнопку «**ВВОД**» (как правило, концентрация определяемого компонента в первом растворе равна нулю). Для сохранения введенного значения нажмите «**ВВОД**» еще раз. Введенное значение отобразится в третьей строке.

е) Измерение холостой пробы

Поместите кювету с холостой пробой в кюветное отделение ФЯ, прижимая ее к стенке фотоприемника, и нажмите кнопку «**ИЗМ**». В верхней строке отобразится показание таймера, а в нижней – значение оптической плотности. Нажмите кнопку «**Ф1**» для обнуления показания оптической плотности. Убедитесь, что показание оптической плотности составляет «0,000 А».



**Обратите внимание**

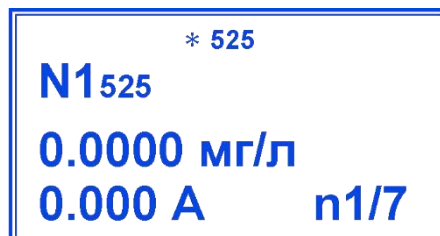
- В качестве холостой пробы может использоваться дистиллированная вода или нулевой раствор (дистиллированная вода, содержащая все предусмотренные методикой реагенты с концентрацией определяемого компонента равной нулю). Таким образом, в последнем случае, холостой пробой является первый градуировочный раствор.
- Появление на дисплее символов «!!» в правом нижнем углу дисплея означает, что необходимо выполнить настройку интенсивности излучения светодиода.



Для выполнения настройки интенсивности, не извлекая кювету с раствором, фотометрирование которого привело к появлению символов «!!», нажмите кнопку «ТК». Подтвердите согласие на начало автоматической настройки нажатием кнопки «ВВОД», вводом пароля «314» и повторным нажатием кнопки «ВВОД». Подождите, пока прибор выполнит настройку, что будет сопровождаться появлением на дисплее комбинации меняющихся цифробуквенных символов. После возврата изображения в первоначальное состояние убедитесь в исчезновении символов «!!» и нажмите кнопку «Ф1». Настройка интенсивности завершена.

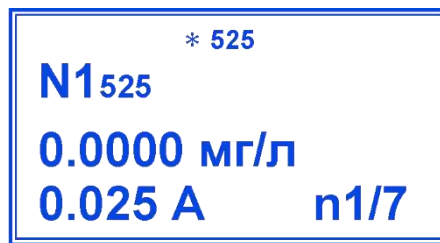
ж) Измерение оптической плотности первого градуировочного раствора

В случае если первый градуировочный раствор применялся в качестве холостой пробы, после нажатия кнопки «Ф1» и установки нулевого значения оптической плотности нажмите кнопку «ВВОД» 2 раза. При этом значение «0.000 А» сохранится в памяти прибора как результат измерения оптической плотности первого градуировочного раствора. В обозначении номера градуировочного графика вместо индекса «ХХХ» пропишется значение длины волны:



В случае если первый градуировочный раствор и холостая проба не совпадают, не прерывая измерения, извлеките кювету с холостой пробой и установите кювету с первым градуировочным раствором. После того, как значение установится (скорость изменения оптической плотности не более  $\pm 0,002$  А за 10 секунд), нажмите кнопку «ВВОД» 2 раза. Измеренное значение оптической плотности первого градуировочного раствора сохранится в памяти прибора. При этом в обозначении номера градуировочного графика вместо индекса «ХХХ» пропишется значение длины волны.<sup>16</sup>

<sup>16</sup> значение 0.025 А приведено для примера

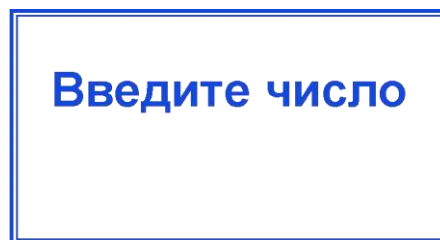


После измерения извлеките кювету, промойте дистиллированной водой, и внесите в нее второй градуировочный раствор.

з) Ввод значения концентрации и измерение оптической плотности второго градуировочного раствора

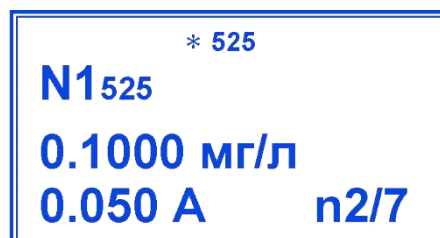
Перейдите ко второй точке градуировки. Для этого кнопкой «▶» выберите вторую точку градуировки n2.<sup>17</sup>

Нажмите кнопку «**ЧИСЛ**» для ввода значения концентрации второго градуировочного раствора. На дисплее отобразится сообщение:



Наберите на клавиатуре число, соответствующее концентрации второго градуировочного раствора и нажмите кнопку «**ВВОД**». Для сохранения введенного значения нажмите «**ВВОД**» еще раз. Введенное значение отобразится в третьей строке.

Установите кювету со вторым градуировочным раствором и нажмите кнопку «**ИЗМ**». После того, как значение установится (скорость изменения оптической плотности не более  $\pm 0,002$  А за 10 секунд), нажмите кнопку «**ВВОД**» 2 раза. Измеренное значение оптической плотности второго градуировочного раствора сохранится в памяти прибора.<sup>18</sup>



После измерения извлеките кювету, промойте дистиллированной водой, и внесите в нее третий градуировочный раствор, предварительно ополоснув им кювету.

<sup>17</sup> По умолчанию, для градуировочной точки n2 изначально установлены значения концентрации «1.000 мг/л» и оптической плотности «1.000 А».

<sup>18</sup> значения 0.1 мг/л и 0.05 А приведены для примера

и) Ввод значений концентрации и измерение оптической плотности третьего и последующих градуировочных растворов

Ввод значений концентрации и измерение оптической плотности третьего и последующих градуировочных растворов выполняются так же, как и для второго градуировочного раствора.<sup>19</sup>

к) Оценка линейности градуировочного графика

После окончания градуировки выполните оценку линейности градуировочного графика согласно Приложению А и нажмите кнопку «ОТМ».

### Измерение оптической плотности и определение концентрации вещества

Нажмите кнопку «ИЗМ» для перевода прибора из начального состояния в режим измерения. На дисплее отобразится следующая информация: в первой строке – символ состояния аккумулятора, значение рабочей длины волны и показание таймера, во второй – номер градуировочного графика, по которому прибор рассчитывает значение концентрации, и показание оптической плотности, в третьей – значение концентрации.

Кнопками «⇒» и «⇐» выберите требуемый градуировочный график.<sup>20</sup>

Если измерение пробы проводится непосредственно после градуировки, то измерение холостой пробы не проводят. В противном случае установите в кюветное отделение ФЯ кювету с холостой пробой (той же, что использовалась при градуировке), прижимая ее к стенке фотоприемника, и нажмите кнопку «Ф1» для обнуления показания оптической плотности:



После измерения холостой пробы и обнуления показания оптической плотности извлеките кювету с холостой пробой и установите кювету с анализируемой пробой.

После того, как стабилизируется значение оптической плотности (скорость изменения не более  $\pm 0.002$  А за 10 секунд), произведите считывание результатов измерения концентрации, отбрасывая с округлением два последних знака, например:

<sup>19</sup> Пользователь может внести в память прибора значения концентрации и оптической плотности без измерений градуировочных растворов (например, в случае, когда необходимо перенести результаты градуировки с одного прибора на другой). Данная операция выполняется аналогично вводу концентраций с помощью кнопки «Ф1». Подключите требуемый картридж к фотометрической ячейке типа ФЯ-1. При использовании фотометрической ячейки типа ФЯ-2 нажмите кнопку «ОТМ» для выхода в начальное состояние, установите требуемую длину волны кнопками «▶» и «◀» и нажмите кнопку «КЛБ» для возврата к редактируемой градуировке. Нажмите кнопку «ИЗМ» и затем два раза кнопку «ВВОД» чтобы прописать в обозначении номера градуировочного графика вместо индекса «XXX» значение длины волны подключенного картриджа.

<sup>20</sup> Для выбора доступны только те градуировочные графики, которые построены при длине волны, установленной в фотометре в данный момент.



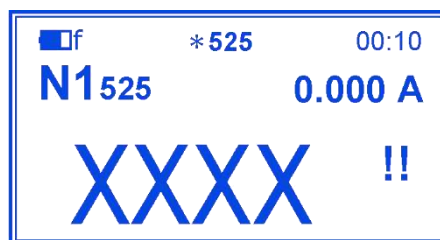
Если в памяти прибора не хранится ни одной градуировки, выполненной при установленной длине волны, на дисплее появится мигающая надпись **«Сделайте калибровку»**:



В этом случае определение концентрации невозможно. Проведите градуировку или установите другую длину волны, при которой были выполнены градуировки.

### Обратите внимание

- Появление на дисплее символов «XXXX» вместо показания концентрации означает, что в результате расчета концентрации по методу градуировочного графика было получено отрицательное значение. Проверьте растворы, градуировочную зависимость и устраните ошибку. Возможно, в результате измерения было получено близкое к нулю отрицательное значение, что также привело к появлению символов «XXXX». В последнем случае результат измерения принимают как нулевое значение.
- Появление на дисплее символов «!!» вместо единиц измерения в нижней строке означает, что необходимо выполнить настройку интенсивности.



Для выполнения настройки интенсивности, не извлекая кювету с раствором, фотометрирование которого привело к появлению символов «!!», нажмите кнопку **«ТК»**. Подтвердите согласие на начало автоматической настройки нажатием кнопки **«ВВОД»**, вводом пароля **«314»** и повторным нажатием кнопки **«ВВОД»**. Подождите пока прибор выполнит настройку, что будет сопровождаться появлением на дисплее комбинации меняющихся цифробуквенных символов. После возврата изображения в первоначальное состояние убедитесь в исчезновении символов «!!». Извлеките кювету с раствором, установите кювету с холостой пробой и нажмите кнопку **«Ф1»**. Настройка интенсивности завершена, произведите считывание результатов измерения концентрации. После окончания измерений нажмите кнопку **«ОТМ»**.



## **4 Измерение химического потребления кислорода (ХПК) с использованием комплекта «Эксперт-003-ХПК» по ГОСТ 31859-2012 «Вода. Метод определения химического потребления кислорода»**

### **4.1 Общие сведения**

Настоящая инструкция описывает ход определения химического потребления кислорода (далее – ХПК) по ГОСТ 31859-2012 «Вода. Метод определения химического потребления кислорода» в диапазоне от 10 до 800 мгО/дм<sup>3</sup> с использованием комплекта «Эксперт-003-ХПК» (фотометрического анализатора ХПК).

Для более высоких значений ХПК допускается разбавление пробы, но не более чем в 100 раз.

Метод распространяется на все типы вод: питьевые, природные, сточные.

Значения ХПК определяют:

- в диапазоне от 10 до 160 мгО/дм<sup>3</sup> – при длине волны (440±20) нм;
- в диапазоне от 80 до 800 мгО/дм<sup>3</sup> – при длине волны (600±20) нм.

Для каждого диапазона выполняют градуировку анализатора по растворам с заданным значением ХПК. Градуировочные параметры сохраняются в памяти фотометрической ячейки.

Результат измерения оптической плотности обработанной пробы воды пересчитывается анализатором (с использованием градуировочной зависимости) в значение ХПК в единицах «мгО/л» и отображается на дисплее.

Обработку проб воды и градуировочных растворов, включая нагревание в термореакторе при (150±5)°С в течении (120±10) мин, и измерение оптической плотности растворов выполняют в одних и тех же реакционных сосудах – цилиндрических стеклянных термостойких пробирках (виалах) диаметром 16 мм с плотно завинчивающимися крышками.

Некоторые функции анализатора автоматизированы, что обеспечивает анализатору удобное и интуитивно-понятное управление. Среди них: построение градуировочных графиков методом наименьших квадратов, оценка линейности градуировочных графиков с вычислением достоверности аппроксимации и отклонения от линейности градуировочных точек, распознавание диапазонов значений ХПК для анализируемых растворов и автоматический выбор соответствующей длины волны, распознавание наличия виалы в кюветном отделении, автоматический запуск измерений, автоматический переход к следующим пунктам меню.

### **4.2 Комплектность**

В состав комплекта анализатора ХПК «Эксперт-003-ХПК» входят:

- измерительный преобразователь фотометра «Эксперт-003» со встроенным программным обеспечением «ХПК»;

- фотометрическая ячейка «ФЯ-2-ХПК» или «ФЯ-2-ХПК/Р»<sup>21,22</sup> для фотометрирования цилиндрических сосудов диаметром 16 мм (далее – фотоячейка);
- измерительные реакционные сосуды, представляющие собой пробирки диаметром 16 мм с завинчивающимися крышками (далее – пробирки, виалы);
- термореактор, обеспечивающий нагрев реакционных сосудов диаметром 16 мм при температуре  $(150 \pm 5)$  °С в течении  $(120 \pm 10)$  минут.

### 4.3 Отбор проб

Отбор проб выполняют в соответствии с п. 6 ГОСТ 31859.

### 4.4 Подготовка к проведению измерений

#### 4.4.1 Подготовка проб воды и градуировочных растворов

Подготовку к проведению измерений выполняют в соответствии с п.п. 7.2-7.4 и п.п. 8.1-8.7 ГОСТ 31859.

Подготовка реакционных сосудов – по п. 7.2 ГОСТ 31859

#### Обратите внимание

*Выполнение измерений ХПК с соблюдением предписанных ГОСТ 31859-2012 погрешностей возможно только при тщательном отборе и контроле реакционных сосудов (виал). На результаты измерений большое влияние оказывают герметичность виал, их оптические свойства, разброс геометрических размеров, а также появляющиеся в ходе эксплуатации дефекты поверхности (царапины, потертости и т. д.).*

*Для проверки герметичности рекомендуется нагревать виалы, заполненные 5 мл серной кислоты и плотно закрытые крышками, в нагревательном блоке при  $(150 \pm 5)$  оС в течение  $(120 \pm 10)$  минут, с взвешиванием каждой виалы до и после нагревания. Массы виал до нагревания и после нагревания с последующим охлаждением до исходной температуры должны отличаться не более чем на 0,02 г. В противном случае эксперимент повторяют, сменив крышки. Если замена крышек не помогла, виалы признают непригодными.*

*Для контроля погрешности, обусловленной различием оптических свойств и геометрических размеров виал, а также появлением в ходе эксплуатации дефектов поверхности (царапин, потертостей и т. д.), заполните виалы дистиллированной водой. Измерьте значения оптической плотности (с занулением по одной из виал) при длине волны 430 нм. Далее рассортируйте виалы на группы, чтобы в каждой группе виалы отличались по значениям оптической плотности не более чем на 0,01 А. В дальнейшем для*

<sup>21</sup> Специальная многолучевая фотометрическая ячейка, принцип действия которой основан на пропускании 12 лучей под разными углами на разных высотах и измерении интегрального сигнала, обеспечивает стабильность и воспроизводимость результатов измерений ХПК даже при использовании виал, имеющих дефекты поверхности (царапины, потёртости).

<sup>22</sup> Для определения других параметров состава фотометрическим методом при других значениях длины волны в стандартных прямоугольных кюветах используется фотометрическая ячейка ФЯ-1, укомплектованная соответствующим набором оптических картриджей и кювет.

*градуировки и измерений проб используйте виалы, входящие в одну и ту же группу.*

*Для работы в диапазоне значений ХПК от 80 до 800 мгО/дм<sup>3</sup> допускается применять виалы, отличающиеся друг от друга по значениям оптической плотности на величину до 0,02 А.*

Подготовка терморектора – в соответствии с руководством по эксплуатации терморектора.

Приготовление вспомогательных растворов – по п. 7.3 ГОСТ 31859.

Приготовление градуировочных растворов – по п. 7.4 ГОСТ 31859.

Заполнение и нагревание реакционных сосудов – по п.п. 8.1-8.7 ГОСТ 31859. При этом соблюдаются следующие условия:

- Для градуировки в диапазоне от 10 до 160 мгО/дм<sup>3</sup> применяют градуировочные растворы со значениями ХПК 10; 20; 40; 70; 100, 160 мгО/дм<sup>3</sup> и нулевую пробу (дистиллированную воду) со значением ХПК 0 мгО/дм<sup>3</sup>, обработанные реагентом по п. 7.3.7 ГОСТ 31859. Для каждого значения ХПК заполняют по два реакционных сосуда.
- Для градуировки в диапазоне от 80 до 800 мгО/дм<sup>3</sup> применяют градуировочные растворы со значениями ХПК 80; 200; 400; 800 мгО/дм<sup>3</sup> и нулевую пробу (дистиллированную воду) со значением ХПК 0 мгО/дм<sup>3</sup>, обработанные реагентом по п. 7.3.8 ГОСТ 31859. Для каждого значения ХПК заполняют по два реакционных сосуда.
- Каждую пробу воды разделяют на две параллельные пробы. Каждую из параллельных проб воды обрабатывают реагентом по п. 7.3.7 ГОСТ 31859, если предполагаемое значение ХПК находится в диапазоне от 10 до 160 мгО/дм<sup>3</sup> или реагентом по п. 7.3.8 ГОСТ 31859, если в диапазоне от 80 до 800 мгО/дм<sup>3</sup>.
- Если для пробы не удаётся определить диапазон значений ХПК, пробу воды разделяют на четыре параллельные пробы, обрабатывают первую и вторую реагентом по п. 7.3.7 ГОСТ 31859, третью и четвертую – реагентом по п. 7.3.8 ГОСТ 31859.
- При охлаждении реакционных сосудов после нагрева по п. 8.7 ГОСТ 31859 перемешивание содержимого осуществляют без переворачивания. В противном случае повреждаются уплотнительные прокладки пробок.

Один из реакционных сосудов заполняют дистиллированной водой. Нагревание в терморекторе не проводят. Данный сосуд применяют для зануления анализатора перед началом градуировки и анализа проб.

### **Обратите внимание**

*Непосредственно перед измерениями проверьте реакционные сосуды с растворами на наличие пузырьков воздуха. При наличии пузырьков воздуха удалите их легким постукиванием по стенке сосуда.*

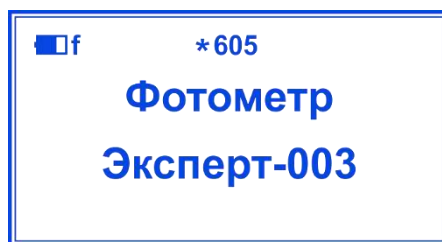
Для выполнения измерения вставьте виалу с раствором в отверстие кюветного отделения фотоячейки и сдвиньте вниз до упора. Крайне важно, чтобы виала была вставлена до конца и упиралась нижним концом в дно кюветного отделения. В противном случае могут быть получены некорректные результаты.

#### 4.4.2 Подготовка анализатора к работе

Подключите фотоячейку ФЯ-2-ХПК (или ФЯ-2-ХПК/Р) к разъёму «ДАТЧИК» измерительного преобразователя фотометра «Эксперт-003». Установите анализатор на ровной поверхности с учетом того, чтобы на фотоячейку не падали прямые солнечные лучи, не располагались в непосредственной близости мощные осветительные приборы, источники тепла и сильного электромагнитного излучения.

#### 4.4.3 Включение анализатора

Включите анализатор нажатием (и удержанием в течении 2 секунд) кнопки «ВКЛ» до появления на дисплее сообщения-приветствия, сопровождаемого коротким звуковым сигналом. Примерно через 3...5 секунд на дисплее появится сообщение:

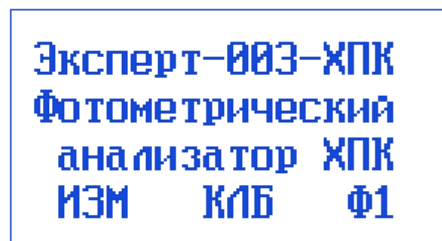


Нажмите кнопку «Ф2» (или «F2» для модели «Диалог») для вызова списка встроенных программ:

Нажмите кнопку «3» для запуска программы «ХПК». На дисплее отобразится главное меню



анализатора ХПК:



Для пользователя доступны три команды:

- «ИЗМ» - измерение ХПК в подготовленных пробах;
- «КЛБ» - градуировка анализатора с использованием градуировочных растворов;

- «Ф1» - настройка параметров измерения ХПК.

## 4.5 Градуировка анализатора



### 4.5.1 Периодичность проведения градуировок

Градуировку рекомендуется проводить не реже одного раза в три месяца. При смене партии реагентов и приготовлении новых растворов градуировку проводят в обязательном порядке.

Контроль стабильности градуировочных характеристик проводят с использованием не менее двух заново приготовленных градуировочных растворов с различными значениями ХПК. Относительная погрешность измерений ХПК не должна выходить за границы допустимой относительной погрешности согласно таблице 1, ГОСТ 31859. В противном случае, готовят новые градуировочные растворы и проводят градуировку.

Допускается проводить градуировку только в одном из двух диапазонов значений ХПК при условии, что значение ХПК анализируемых проб воды гарантировано не выходят за границы данного диапазона.

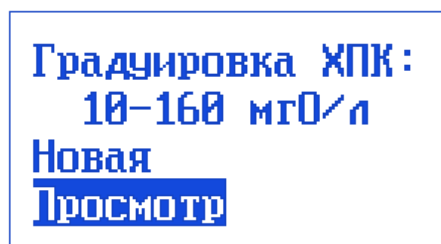
#### 4.5.2 Градуировка в диапазоне значений ХПК от 10 до 160 мгО/дм<sup>3</sup>

##### Просмотр параметров градуировки в диапазоне значений ХПК от 10 до 160 мгО/дм<sup>3</sup>, записанной в памяти анализатора

Войдите в главное меню анализатора ХПК и нажмите кнопку «КЛБ». На дисплее отобразится окно выбора диапазона значений ХПК «Градуировка ХПК». Кнопками «⇒» и «⇐» выберите требуемый диапазон значений ХПК «10-160 мгО/л».



Нажмите кнопку «ВВОД». На дисплее отобразится окно градуировки в выбранном диапазоне «Градуировка ХПК: 10-160 мгО/л»:



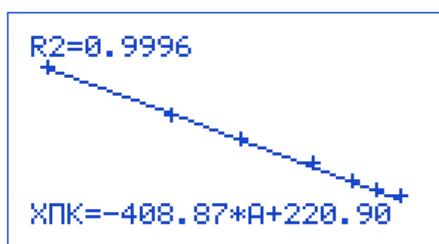
Кнопками «⇒» и «⇐» выберите команду «Просмотр» и нажмите кнопку «ВВОД». На дисплее отобразится таблица результатов измерений оптической плотности градуировочных растворов, записанных в памяти анализатора в ходе последней выполненной градуировки в диапазоне от 10 до 160 мгО/дм<sup>3</sup>: в первом столбце – значения ХПК градуировочных растворов «мгО/л», во втором и третьим – значения оптической плотности параллельных измерений «А1» и «А2»<sup>23</sup>:

<sup>23</sup> Значения А1 и А2 могут отличаться от приведенных на рисунке.

мгО/л	A1	A2
0	0.547	0.538
10	0.516	0.515
20	0.491	0.491
40	0.438	0.457
70	0.366	0.364
100	0.290	0.290
160	0.138	0.169

Для просмотра градуировочного графика нажмите кнопку **«ВВОД»**. На дисплее отобразятся следующие данные<sup>24</sup>:

- экспериментальные точки градуировки «+» с координатами (A<sub>ср</sub>; ХПК), где A<sub>ср</sub> – среднее арифметическое результатов параллельных измерений оптической плотности A1 и A2;
- градуировочный график в виде линейной зависимости, построенной анализатором по методу наименьших квадратов;
- уравнение градуировочного графика вида ХПК=K<sub>1</sub>\*A+K<sub>2</sub>, где K<sub>1</sub> – угловой коэффициент, K<sub>2</sub> – свободный член;
- коэффициент достоверности аппроксимации R<sup>2</sup>, показывающий степень соответствия градуировочного графика экспериментальным точкам градуировки.



Для просмотра градуировочной таблицы нажмите кнопку **«ВВОД»** еще раз. На дисплее отобразится таблица, в первом столбце которой приводятся значения ХПК градуировочных растворов «мгО/л»; во втором – среднее арифметическое результатов параллельных измерений оптической плотности A1 и A2 «A<sub>ср</sub>»; в третьем – значения отклонения экспериментальных точек от линейной зависимости «d%», выраженные в процентах от соответствующих значений ХПК.<sup>25</sup>

мгО/л	A <sub>ср</sub>	d%
0	0.542	
10	0.516	
20	0.491	
40	0.446	-2.1
70	0.365	-2.2
100	0.290	
160	0.154	-1

После завершения просмотра параметров градуировки последовательно нажимайте кнопку

<sup>24</sup> Значения коэффициентов уравнения и R2 могут отличаться от приведенных на рисунке.

<sup>25</sup> Значения A<sub>ср</sub> и d% могут отличаться от приведенных на рисунке.

Отображаются только те экспериментальные точки градуировки, которые не были отключены пользователем.

Отсутствие или присутствие знака «-» перед значением «d%» означает, что данная точка расположена ниже или, соответственно, выше градуировочного графика в рассматриваемых координатах.

Для первой точки градуировки (ХПК = 0 мгО/л), значение отклонения от линейной зависимости не приводится, т.к. для нуля понятие относительной ошибки не имеет смысла

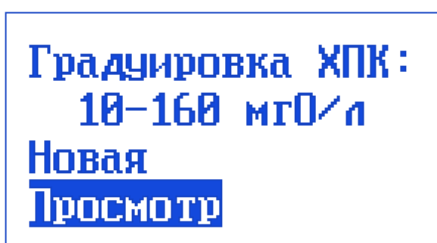
«ОТМ». Каждое нажатие вызывает возврат к предыдущему пункту меню анализатора.

### Проведение градуировки в диапазоне значений ХПК от 10 до 160 мгО/дм<sup>3</sup>

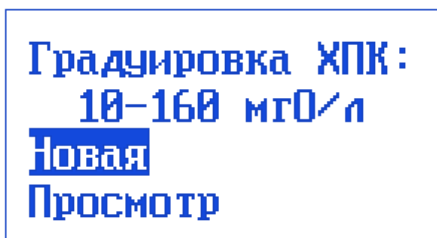
Войдите в главное меню анализатора ХПК и нажмите кнопку «КЛБ». На дисплее отобразится окно выбора диапазона значений ХПК «Градуировка ХПК». Кнопками «⇒» и «⇐» выберите требуемый диапазон значений ХПК «10-160 мгО/л».



Нажмите кнопку «ВВОД». На дисплее отобразится окно градуировки в выбранном диапазоне «Градуировка ХПК: 10-160 мгО/л»:



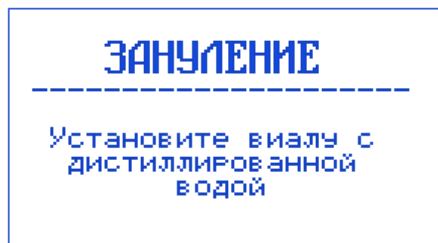
В окне «Градуировка ХПК: 10-160 мгО/л» кнопками «⇒» и «⇐» выберите команду «Новая»:



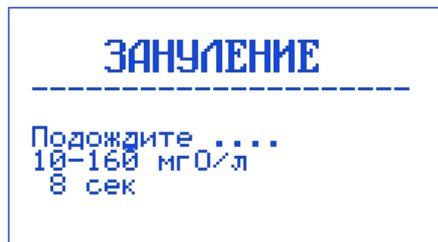
Нажмите кнопку «ВВОД». Анализатор перейдет в состояние ожидания установки виалы с дистиллированной водой для зануления<sup>26</sup>. На дисплее отобразится сообщение:

<sup>26</sup> Если в кюветном отделении фотоячейки в момент ввода команды «Новая» находилась виала, анализатор подаст звуковой сигнал и на дисплее отобразится надпись «Извлеките виалу». Для продолжения работы извлеките виалу из кюветного отделения



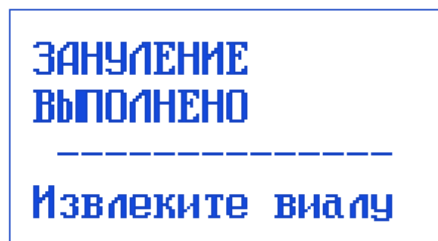


Вставьте виалу с дистиллированной водой, подготовленную по п. 4.1, в отверстие кюветного отделения фотометрической ячейки до упора. Анализатор распознает наличие виалы в кюветном отделении и автоматически запустит процедуру «**ЗАНУЛЕНИЕ**». На дисплее отобразится надпись:

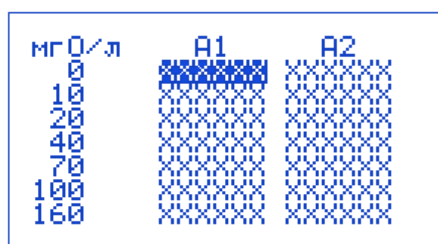


В нижней строке будут отображаться показания таймера: обратный отсчет времени до завершения процедуры в секундах.<sup>27</sup>

После завершения процедуры зануления анализатор подаст звуковой сигнал и на дисплее отобразится надпись:



Извлеките виалу с дистиллированной водой. На дисплее отобразится таблица для ввода результатов измерений оптической плотности градуировочных растворов со значениями ХПК 10; 20; 40; 70; 100;160 мгО/дм<sup>3</sup> и нулевой пробы со значением ХПК 0 мгО/дм<sup>3</sup>:



<sup>27</sup> Не вынимайте виалу до завершения процедуры зануления. В противном случае анализатор подаст звуковой сигнал, на дисплее появится надпись «Зануление не выполнено. Дождитесь окончания процедуры», после чего анализатор перейдет в состояние ожидания установки виалы с дистиллированной водой для зануления.

Длительность измерения при занулении по умолчанию составляет 10 секунд. Изменение значения длительности – в соответствии с п. 4.7

Алгоритм работы анализатора предусматривает проведение последовательных измерений оптической плотности растворов с двумя параллельными измерениями для каждого значения ХПК в следующем порядке: нулевая проба воды №1 → нулевая проба воды №2 → градуировочный раствор ХПК 10 мгО/дм<sup>3</sup> №1 → градуировочный раствор ХПК 10 мгО/дм<sup>3</sup> №2 → градуировочный раствор ХПК 20 мгО/дм<sup>3</sup> №1 → градуировочный раствор ХПК 20 мгО/дм<sup>3</sup> №2 → ... → градуировочный раствор ХПК 160 мгО/дм<sup>3</sup> №1 → градуировочный раствор ХПК 160 мгО/дм<sup>3</sup> №2.

Ячейка таблицы, выделенная черным прямоугольником, соответствует раствору, виалу с которым следует установить для фотометрирования в кюветном отделении.

Символы «XXXXXX» в ячейках таблицы указывают на то, что измерение оптической плотности соответствующего градуировочного раствора или нулевой пробы пока не выполнено. По мере выполнения измерений, вместо символов «XXXXXX» будут проставляться реальные значения.

Вставьте виалу с нулевой пробой воды №1 в отверстие кюветного отделения фотоячейки до упора. Анализатор распознает наличие виалы в кюветном отделении и автоматически начнет выполнять измерение оптической плотности. Измеряемое значение оптической плотности будет отображаться в выделенной ячейке в мигающем черном прямоугольнике.

После истечения заданного времени измерения (по умолчанию – 10 секунд; установка времени измерения – по п. 4.7 настоящей инструкции) мигание прямоугольника прекратится, анализатор подаст звуковой сигнал и зафиксирует значение оптической плотности нулевой пробы воды №1 в соответствующей ячейке таблицы:

мгО/л	A1	A2
0	0.534	XXXXXX
10	XXXXXX	XXXXXX
20	XXXXXX	XXXXXX
40	XXXXXX	XXXXXX
70	XXXXXX	XXXXXX
100	XXXXXX	XXXXXX
160	XXXXXX	XXXXXX

Извлеките виалу из кюветного отделения. Черный прямоугольник сместится на следующую ячейку таблицы:

мгО/л	A1	A2
0	0.534	XXXXXX
10	XXXXXX	XXXXXX
20	XXXXXX	XXXXXX
40	XXXXXX	XXXXXX
70	XXXXXX	XXXXXX
100	XXXXXX	XXXXXX
160	XXXXXX	XXXXXX

## Обратите внимание

- Значение A1 может отличаться от приведенного на рисунке.
- Не вынимайте виалу до завершения измерения. В противном случае анализатор подаст звуковой сигнал, на дисплее появится надпись **«Измерение не выполнено. Дождитесь окончания процедуры»**, после чего анализатор вернется в состояние ожидания установки виалы с нулевой пробой воды.
- Если в ходе градуировки в диапазоне значений ХПК от 10 до 160 мгО/дм<sup>3</sup> в кюветное отделение будет ошибочно вставлена виала с градуировочным раствором или нулевой пробой воды, приготовленными для градуировки анализатора в диапазоне значений ХПК от 80 до 800 мгО/дм<sup>3</sup> (т.е. обработанными реагентом по п. 7.3.8, а не по п. 7.3.7 ГОСТ 31859), анализатор распознает данную ошибку. Результаты измерения оптической плотности такого раствора фиксироваться не будут и на дисплее отобразится надпись:



ОШИБКА!  
ПРОВЕРЬТЕ  
ДИАПАЗОН ХПК

Извлеките ошибочно установленную виалу и вставьте на ее место виалу, заполненную раствором с требуемым в данном конкретном случае значением ХПК, приготовленным для градуировки анализатора в диапазоне значений ХПК от 10 до 160 мгО/дм<sup>3</sup>.

Вставьте виалу с нулевой пробой воды №2 в отверстие кюветного отделения фотоячейки до упора. Анализатор распознает наличие виалы в кюветном отделении и автоматически начнет выполнять измерение оптической плотности. Измеряемое значение оптической плотности будет отображаться в выделенной ячейке в мигающем черном прямоугольнике.

После истечения заданного времени измерения (по умолчанию – 10 секунд; установка времени измерения – по п. 4.7 настоящей инструкции) мигание прямоугольника прекратится, анализатор подаст звуковой сигнал и зафиксирует значение оптической плотности нулевой пробы воды №2 в соответствующей ячейке таблицы.

Извлеките виалу из кюветного отделения. Черный прямоугольник сместится на следующую ячейку таблицы.

После завершения измерения и извлечения виалы, в таблице будут зафиксированы значения оптической плотности двух параллельных нулевых проб воды, черный прямоугольник сместится на следующую строку таблицы. Анализатор готов к измерению оптической плотности градуировочного раствора ХПК 10 мгО/дм<sup>3</sup> №1<sup>28</sup>:

---

<sup>28</sup>Значения A1 и A2 могут отличаться от приведенных на рисунке.

мгО/л	A1	A2
0	0.534	0.536
10		
20		
40		
70		
100		
160		

Повторите преддущую операцию, используя виалы с остальными градуировочными растворами, последовательно заполняя все ячейки таблицы вплоть до последней, соответствующей градуировочному раствору ХПК 160 мгО/дм<sup>3</sup> №2.

В момент измерения оптической плотности последнего градуировочного раствора на дисплее будет отображаться информация следующего вида:<sup>29</sup>

мгО/л	A1	A2
0	0.534	0.536
10	0.506	0.501
20	0.482	0.480
40	0.433	0.443
70	0.347	0.356
100	0.275	0.280
160	0.121	0.123

а по завершении измерения:

**Градуировка  
закончена**

**Удалите виалу**

Извлеките виалу из кюветного отделения. На дисплее отобразится итоговая таблица результатов измерений оптической плотности градуировочных растворов в диапазоне значений ХПК от 10 до 160 мгО/дм<sup>3</sup>.

мгО/л	A1	A2
0	0.534	0.536
10	0.506	0.501
20	0.482	0.480
40	0.433	0.443
70	0.347	0.356
100	0.275	0.280
160	0.121	0.123

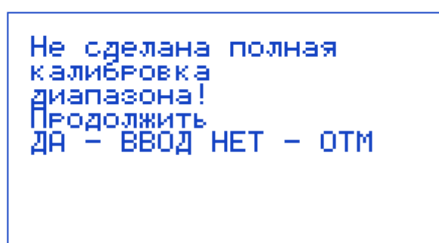
### Обратите внимание

- Значения A1 и A2 могут отличаться от приведенных на рисунке.
- В некоторых случаях может возникнуть необходимость повторного измерения оптической плотности того или иного градуировочного раствора или нулевой пробы воды, например, если результат измерения заметно выбивается из общей закономерности. В этом случае с помощью кнопок «⇒» и «⇐» сместите черный прямоугольник на этот результат и вставьте в отверстие

<sup>29</sup> Значения A1 и A2 могут отличаться от приведенных на рисунке.

кюветного отделения виалу с соответствующим раствором. Измерение оптической плотности будет выполнено автоматически.

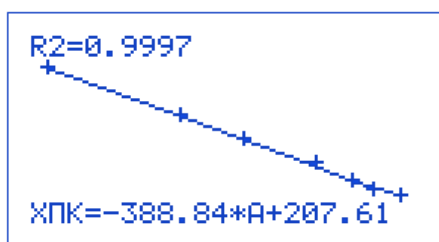
- В некоторых случаях невозможно провести по два параллельных измерения оптической плотности для всех значений ХПК таблицы, например, если в ходе обработки один или несколько растворов были испорчены или повредились виалы. Для этих растворов допускается оставлять пропуски в соответствующих ячейках таблицы. В ходе выполнения градуировки при переходе черного прямоугольника в ячейку таблицы, для которой отсутствует соответствующий раствор, нажмите кнопку «⇒». Черный прямоугольник перейдет в следующую ячейку, в пропущенной ячейке вместо значения оптической плотности останутся символы «XXXXXX».
- Необходимо обеспечить условия, при которых в таблице будет минимальное количество или полное отсутствие пропусков. В противном случае возможен рост погрешности измерений ХПК проб воды.
- Для завершения градуировки с неполным комплектом растворов (с пропусками в таблице) нажмите кнопку **«ВВОД»**. Прибор подаст звуковой сигнал и на дисплее отобразится надпись:



Не сделана полная  
калибровка  
диапазона!  
Продолжить  
ДА - ВВОД НЕТ - ОТМ

- Нажмите **«ВВОД»** для завершения градуировки и вывода на дисплей градуировочного графика или **«ОТМ»** для возврата в таблицу и продолжения измерений.
- Если градуировка выполнена лишь по одному раствору, то при нажатии кнопки **«ВВОД»** анализатор подаст звуковой сигнал, на дисплее на короткое время отобразится надпись **«В калибровке менее 2х точек»**, после чего отобразится таблица для продолжения измерений.
- Если измерение оптической плотности градуировочных растворов продлится дольше 30 минут, анализатор повторно запустит процедуру зануления. Выполните операции процедуры зануления согласно инструкции стр. 40. После извлечения виалы из кюветного отделения анализатор вернется в окно измерения оптической плотности градуировочных растворов. Интервал времени между повторными занулениями можно изменить в соответствии с п. 4.7 настоящей инструкции.

Нажмите кнопку **«ВВОД»** для просмотра построенного градуировочного графика:



На дисплее отобразятся следующие данные:

- экспериментальные точки градуировки «+» с координатами ( $A_{cp}$ ; ХПК), где  $A_{cp}$  – среднее арифметическое результатов параллельных измерений оптической плотности  $A_1$  и  $A_2$ ;
- градуировочный график в виде линейной зависимости, построенной анализатором по методу наименьших квадратов;
- уравнение градуировочного графика вида  $ХПК=K_1 \cdot A + K_2$ , где  $K_1$  – угловой коэффициент,  $K_2$  – свободный член;
- коэффициент достоверности аппроксимации  $R^2$ , показывающий степень соответствия градуировочного графика экспериментальным точкам градуировки.<sup>30</sup>

Нажмите кнопку **«ВВОД»** для просмотра итоговой градуировочной таблицы. В первом столбце приводятся значения ХПК градуировочных растворов «мгО/л»; во втором – среднее арифметическое результатов параллельных измерений оптической плотности  $A_1$  и  $A_2$  « $A_{cp}$ »; в третьем – значения отклонения экспериментальных точек от линейной зависимости «d%», выраженные в процентах от соответствующих значений ХПК; в четвертом – статус градуировочных точек «стат» (**«ВКЛ»** / **«ОТКЛ»**).<sup>31</sup>

мгО/л	Аср	d%	стат
0	0.503		ВКЛ
10	0.503	18	ВКЛ
20	0.481	2	ВКЛ
40	0.438	-6	ВКЛ
70	0.351	1	ВКЛ
100	0.277	0	ВКЛ
160	0.122	0	ВКЛ

### Анализ результатов градуировки и редактирование градуировочного графика

Результаты градуировки считаются удовлетворительными, если коэффициент достоверности аппроксимации  $R^2$ , отображаемый в окне просмотра градуировочного графика, не ниже 0,995. Значения отклонения экспериментальных точек от линейной зависимости d%, отображаемые в рекомендуемых значениях: для точки 10 мгО/л – 20 %, для точки 20 мгО/л – 10 %, для остальных точек – 5 %.

Точки с большими отклонениями от линейной зависимости можно исключить из градуировочного графика. Для этого с помощью кнопок « $\Rightarrow$ » и « $\Leftarrow$ » выберите точку с большим отклонением,

<sup>30</sup> Значения коэффициентов уравнения и  $R^2$  могут отличаться от приведенных на рисунке.

<sup>31</sup> Значения  $A_{cp}$  и d% могут отличаться от приведенных на рисунке.

Отсутствие или присутствие знака «-» перед значением «d%» означает, что данная точка расположена ниже или, соответственно, выше градуировочного графика в рассматриваемых координатах.

Для первой точки градуировки (ХПК = 0 мгО/л), значение отклонения от линейной зависимости не приводится, т.к. для нуля понятие относительной ошибки не имеет смысла.

например «40 мгО/л».

мгО/л	Аср	d%	стат
0	0.535		ВКЛ
10	0.503	10	ВКЛ
20	0.481	2	ВКЛ
40	0.438	-6	ВКЛ
70	0.351	1	ВКЛ
100	0.277	0	ВКЛ
160	0.122	0	ВКЛ

Нажмите кнопку **«СОЛЬ/-»**. Статус данной точки изменится на **«ОТКЛ»**. Значения отклонения от линейной зависимости остальных точек должны при этом уменьшиться.

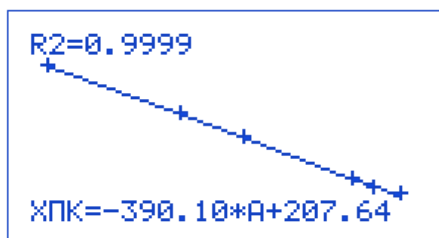
мгО/л	Аср	d%	стат
0	0.535		ВКЛ
10	0.503	12	ВКЛ
20	0.481	0	ВКЛ
40	ОТКЛ		ОТКЛ
70	0.351	0	ВКЛ
100	0.277	0	ВКЛ
160	0.122	0	ВКЛ

### Обратите внимание

- Не рекомендуется отключать более одной градуировочной точки.
- При просмотре градуировочной таблицы в строке отключенной точки вместо значения  $A_{ср}$  будет отображаться надпись **«ОТКЛ»**:

мгО/л	А ср	d%
0	0.535	
10	0.503	12
20	0.481	0
40	ОТКЛ	
70	0.351	0
100	0.277	0
160	0.122	0

Нажмите на кнопку **«ОТМ»** для просмотра градуировочного графика, построенного без учета выключенной точки. Если коэффициент достоверности аппроксимации увеличится (станет ближе к единице), то исключение точки из графика выполнено правильно, в противном случае вернитесь в итоговую градуировочную таблицу, выделите отключенную точку и включите ее повторным нажатием кнопки **«СОЛЬ/-»**.



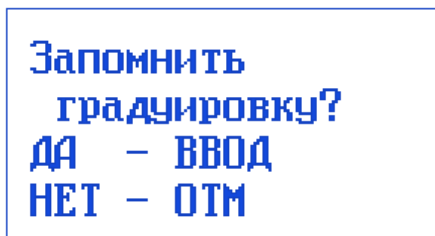
В случае, если отключение точек не позволяет добиться соблюдения условия  $R^2 \geq 0,995$ , нажатиями кнопки **«ОТМ»** вернитесь в окно с таблицей результатов измерений оптической плотности градуировочных растворов и проведите измерения повторно (для всех точек или выборочно для точек с большими отклонениями от линейной зависимости) в соответствии с п.п. 5.2.2.6 - 5.2.2.9. Далее с помощью кнопки **«ВВОД»** перейдите в окна с градуировочным

графиком и итоговой градуировочной таблицей для оценки полученных значений  $R^2$  и  $d\%$ .

Если описанные выше действия не позволяют добиться получения градуировочного графика с требуемым коэффициентом достоверности аппроксимации, приготовьте новые градуировочные растворы и повторите градуировку.

### Завершение градуировки

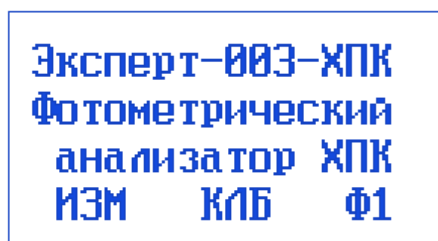
После завершения анализа результатов градуировки и редактирования (при необходимости) градуировочного графика перейдите в окно с итоговой градуировочной таблицей и нажмите кнопку **«ВВОД»**. На дисплее отобразится вопрос:



Запомнить  
градуировку?  
ДА – ВВОД  
НЕТ – ОТМ

Для возврата к просмотру результатов градуировки и редактированию градуировочного графика нажмите кнопку **«ОТМ»**.

Для завершения градуировки и сохранения результатов градуировки нажмите кнопку **«ВВОД»**. Анализатор подаст звуковой сигнал, на дисплее на 3 секунды появится надпись «Градуировка 10-160 мгО/л сохранена», после чего на дисплее отобразится главное меню анализатора ХПК:

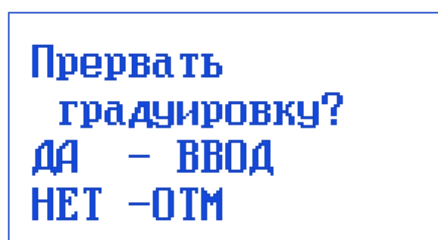


Эксперт-003-ХПК  
Фотометрический  
анализатор ХПК  
ИЗМ КЛБ Ф1

Редактирование градуировки становится недоступным. Градуировка будет сохранена в памяти анализатора и хранится до тех пор, пока не будет выполнена и сохранена новая градуировка.

В любой момент выполнения новой градуировки (до ее завершения) можно выйти без сохранения результатов. При этом в памяти анализатора останутся сохраненными результаты предыдущей градуировки.

Для этого перейдите в окно с таблицей результатов измерений оптической плотности градуировочных растворов и нажмите кнопку **«ОТМ»**. На дисплее отобразится вопрос:

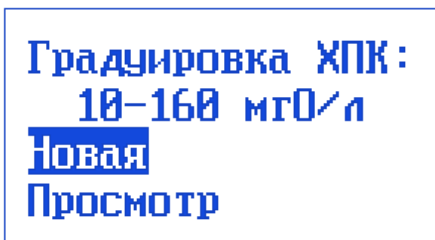


Прервать  
градуировку?  
ДА – ВВОД  
НЕТ – ОТМ

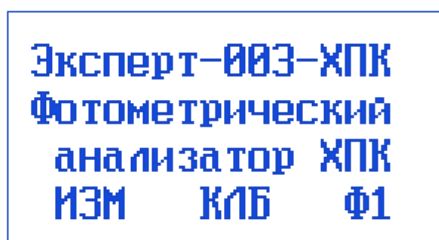
Для продолжения выполнения градуировки нажмите кнопку **«ОТМ»**.



Для выхода из градуировки без сохранения результатов нажмите кнопку **«ВВОД»**. Анализатор перейдет в окно **«Градуировка ХПК»**:



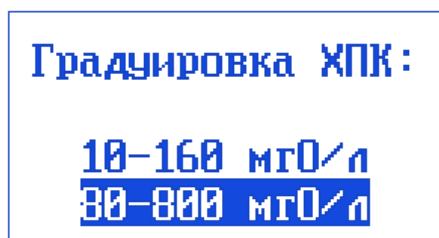
Нажмите кнопку **«ОТМ»** два раза для возврата в главное меню:



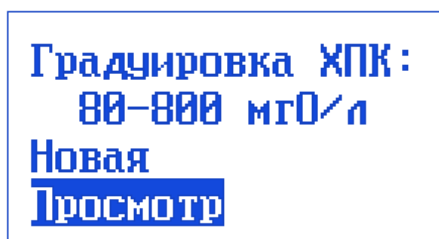
#### 4.5.3 Градуировка в диапазоне значений ХПК от 80 до 800 мгО/дм<sup>3</sup>

**Просмотр параметров градуировки в диапазоне значений ХПК от 80 до 800 мгО/дм<sup>3</sup>, записанной в памяти анализатора**

Войдите в главное меню анализатора ХПК и нажмите кнопку **«КЛБ»** (или **«ГРАД»** для модели «Диалог»). На дисплее отобразится окно выбора диапазона значений ХПК **«Градуировка ХПК»**. Кнопками **«⇒»** и **«⇐»** выберите требуемый диапазон значений ХПК **«80-800 мгО/л»**.



Нажмите кнопку **«ВВОД»**. На дисплее отобразится окно градуировки в выбранном диапазоне **«Градуировка ХПК: 80-800 мгО/л»**:



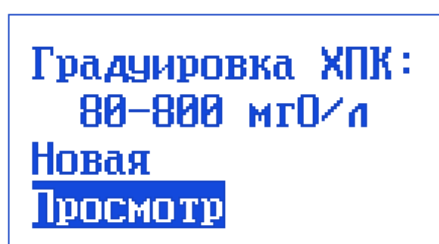
Кнопками **«⇒»** и **«⇐»** выберите команду **«Просмотр»** и нажмите кнопку **«ВВОД»**. Просмотр градуировки в диапазоне 80-800 мгО/дм<sup>3</sup> проводят аналогично просмотру градуировки в диапазоне 10-160 мгО/дм<sup>3</sup> в соответствии с п.п. 5.2.1.3 – 5.2.1.6 настоящей инструкции.

## Проведение градуировки в диапазоне значений ХПК от 80 до 800 мгО/дм<sup>3</sup>

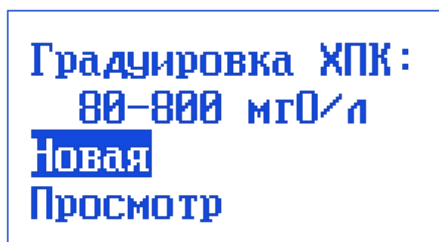
Войдите в главное меню анализатора ХПК и нажмите кнопку «КЛБ» (или «ГРАД» для модели «Диалог»). На дисплее отобразится окно выбора диапазона значений ХПК «Градуировка ХПК». Кнопками «⇒» и «⇐» выберите требуемый диапазон значений ХПК «80-800 мгО/л».



Нажмите кнопку «ВВОД». На дисплее отобразится окно градуировки в выбранном диапазоне «Градуировка ХПК: 80-800 мгО/л»:



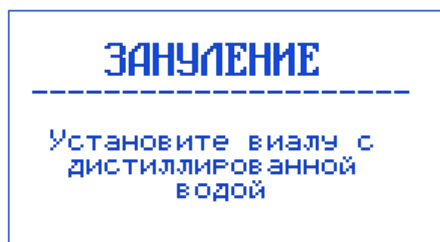
В окне «Градуировка ХПК: 80-800 мгО/л» кнопками «⇒» и «⇐» выберите команду «Новая»:



Нажмите кнопку «ВВОД». Проведите градуировку аналогично проведению градуировки в диапазоне 10-160 мгО/дм<sup>3</sup> в соответствии с настоящей инструкцией.

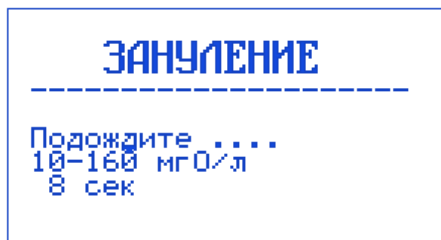
### 4.6 Проведение измерений

Войдите в главное меню анализатора ХПК и нажмите кнопку «ИЗМ». Анализатор перейдет в состояние ожидания установки вials с дистиллированной водой для зануления<sup>32</sup>. На дисплее отобразится сообщение:



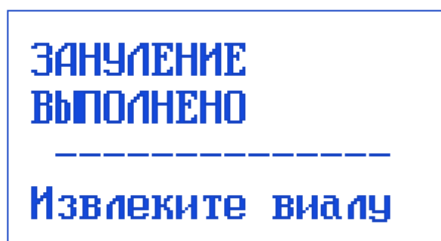
<sup>32</sup> Если в кюветном отделении фотоячейки в момент ввода команды «Новая» находилась вialа, анализатор подаст звуковой сигнал и на дисплее отобразится надпись «Извлеките вialу». Для продолжения работы извлеките вialу из кюветного отделения.

Вставьте в кюветное отделение виалу с дистиллированной водой, подготовленную по п. 4.4.1, в отверстие кюветного отделения фотометрической ячейки до упора. Анализатор распознает наличие виалы в кюветном отделении и автоматически запустит процедуру «ЗАНУЛЕНИЕ». На дисплее отобразится надпись:

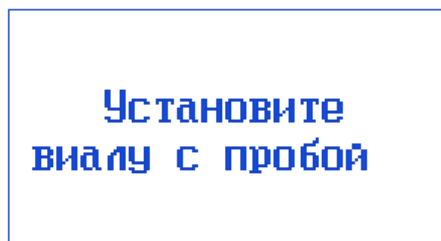


В нижней строке будут отображаться показания таймера: обратный отсчет времени до завершения процедуры в секундах<sup>33</sup>.

После завершения процедуры зануления анализатор подаст звуковой сигнал и на дисплее отобразится надпись:



Извлеките виалу с дистиллированной водой. Анализатор перейдет в состояние ожидания установки виалы с пробой. На дисплее отобразится сообщение:



Вставьте в кюветное отделение виалу с пробой, подготовленную по п.п. 8.1-8.7 ГОСТ 31859. Измерение начнется автоматически. Анализатор распознает диапазон значений ХПК, в котором находится значение ХПК анализируемого раствора, и выполнит измерение при соответствующей рабочей длине волны: 430 нм (диапазон 10-160 мгО/дм<sup>3</sup>) или 605 нм (диапазон 80-800 мгО/дм<sup>3</sup>). Установка требуемой рабочей длины волны выполняется анализатором автоматически.

При этом на дисплее будет отображаться следующая информация:

<sup>33</sup> Зануление производится поочередно для двух диапазонов значений ХПК. Не вынимайте виалу до завершения процедуры зануления. В противном случае анализатор подаст звуковой сигнал, на дисплее появится надпись «Зануление не выполнено. Дождитесь окончания процедуры», после чего анализатор перейдет в состояние ожидания установки виалы с дистиллированной водой для зануления. Длительность зануления по умолчанию составляет 20 секунд. Изменение значения длительности зануления – в соответствии с п.4.7 настоящей инструкции.



В нижней строке будут отображаться показания таймера: (обратный отсчет времени до завершения процедуры в секундах) и значение оптической плотности<sup>34</sup>.

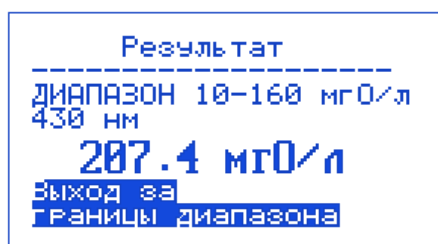
После завершения измерения ХПК на дисплее отобразится результат – значение ХПК анализируемой пробы с указанием диапазона значений ХПК и соответствующей рабочей длины волны:



### Обратите внимание

Если результат измерения ХПК пробы выходит за границы диапазона значений ХПК, для измерения в котором проба была обработана соответствующим реагентом, в нижней строке дисплея будет отображаться мигающая надпись «Выход за границы диапазона».

Например, если в результате измерения ХПК пробы, обработанной реагентом по п. 7.3.7 ГОСТ 31859 для измерений в диапазоне от 10 до 160 мгО/дм<sup>3</sup>, получен результат более 160 мгО/дм<sup>3</sup>, например 207,4 мгО/дм<sup>3</sup>, на дисплее отобразится следующая информация:



В этом случае необходимо поступить одним из двух способов:

<sup>34</sup> Значение оптической плотности может отличаться от приведенного на рисунке.

Не вынимайте вилу до завершения измерения. В противном случае анализатор подаст звуковой сигнал, на дисплее появится надпись «Измерение не выполнено. Дождитесь окончания процедуры», после чего анализатор вернется в состояние ожидания установки вилы с нулевой пробой воды.

Длительность измерения по умолчанию составляет 10 или 20 секунд, в зависимости от диапазона значений ХПК, для измерения в котором подготовлена проба. Изменение значения длительности – в соответствии с п. 7.2 настоящей инструкции.

- заново подготовить пробу к измерениям в диапазоне от 80 до 800 мгО/дм<sup>3</sup>, используя реагент по п. 7.3.8 ГОСТ 31859, и повторить измерения;
- разбавить пробу дистиллированной водой так, чтобы результат измерения ХПК пробы оказался в диапазоне от 10 до 160 мгО/дм<sup>3</sup>, подготовить ее к измерениям в диапазоне от 10 до 160 мгО/дм<sup>3</sup>, используя реагент по п. 7.3.7 ГОСТ 31859 и повторить измерения.

Если в результате измерения ХПК пробы, обработанной реагентом по п. 7.3.8 ГОСТ 31859 для измерений в диапазоне от 80 до 800 мгО/дм<sup>3</sup>, получен результат более 800 мгО/дм<sup>3</sup>, разбавьте пробу дистиллированной водой так, чтобы результат измерения ХПК пробы оказался в диапазоне от 80 до 800 мгО/дм<sup>3</sup>, подготовьте ее к измерениям в диапазоне от 80 до 800 мгО/дм<sup>3</sup>, используя реагент по п. 7.3.8 ГОСТ 31859 и повторите измерения.

Если в результате измерения ХПК пробы, обработанной реагентом по п. 7.3.8 ГОСТ 31859 для измерений в диапазоне от 80 до 800 мгО/дм<sup>3</sup>, получен результат менее 80 мгО/дм<sup>3</sup>, заново подготовьте пробу к измерениям в диапазоне от 10 до 160 мгО/дм<sup>3</sup>, используя реагент по п. 7.3.7 ГОСТ 31859 и повторите измерения.

Зафиксировав результат, извлеките виалу из кюветного отделения. На дисплее отобразится сообщение:

**Установите  
виалу с пробой**

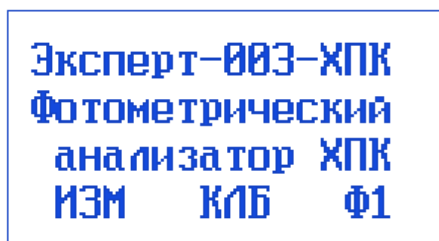
Для измерения ХПК следующей пробы повторите операции аналогичные предыдущему измерению настоящей инструкции<sup>35</sup>.

Для завершения измерений и выхода в главное меню анализатора ХПК нажмите кнопку «ОТМ». На дисплее отобразится вопрос:

Результат  
-----  
ДИАПАЗОН 10-160 мгО/л  
430 нм  
**207.4 мгО/л**  
Выход за  
границы диапазона

<sup>35</sup> Если измерение ХПК проб воды продлится дольше 30 минут, анализатор повторно запустит процедуру зануления. Выполните операции по п. 6.2-6.3 настоящей инструкции. После извлечения виалы из кюветного отделения анализатор вернется к ожиданию установки виалы с пробой. Интервал времени между повторными занулениями можно изменить в соответствии с п. 7.3 настоящей инструкции.

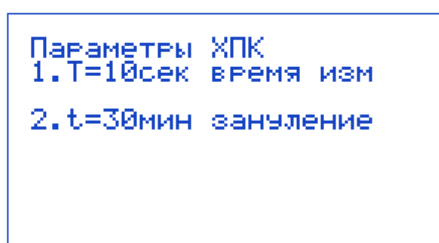
Нажмите кнопку «ОТМ» для возврата к измерениям или кнопку «ВВОД» для выхода в главное меню анализатора ХПК:



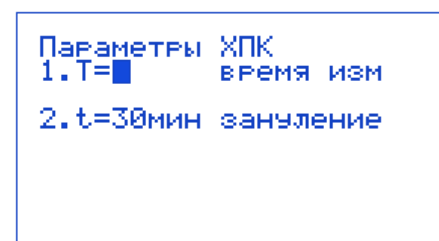
Возврат в главное меню анализатора ХПК также будет выполняться при нажатии кнопки «ОТМ» в процессе зануления, измерения оптической плотности пробы и при выводе результатов на дисплее, т.е. в любой момент времени, когда в кюветном отделении установлена виала.

#### 4.7 Настройка параметров измерения ХПК

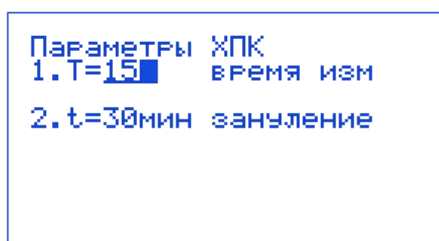
Войдите в главное меню анализатора ХПК и нажмите кнопку «Ф1». На дисплее отобразится окно установки параметров измерения ХПК «**Параметры ХПК**»:



Для изменения длительности измерений нажмите кнопку «1». В месте ввода значения длительности измерений появится курсор в виде мигающего прямоугольника:



Наберите на клавиатуре требуемое значение длительности измерений в секундах, например 15:



Нажмите кнопку **«ВВОД»** для сохранения нового значения длительности измерений. Курсор исчезнет, новое значений зафиксируется на месте прежнего значения.

```
Параметры ХПК
1. T=15сек время изм
2. t=30мин зануление
```

Для изменения интервала времени между занулениями нажмите кнопку **«2»**. В месте ввода значения интервала времени между занулениями появится курсор в виде мигающего прямоугольника:

```
Параметры ХПК
1. T=15сек время изм
2. t=■ зануление
```

Наберите на клавиатуре требуемое значение интервала времени между занулениями в минутах, например 20:

```
Параметры ХПК
1. T=15сек время изм
2. t=20■ зануление
```

Нажмите кнопку **«ВВОД»** для сохранения нового значения интервала времени между занулениями. Курсор исчезнет, новое значений зафиксируется на месте прежнего значения.

```
Параметры ХПК
1. T=15сек время изм
2. t=20мин зануление
```

После завершения установки параметров измерения ХПК нажмите кнопку **«ОТМ»** для возврата в главное меню анализатора ХПК.

## 4.8 Подготовка реакционных сосудов

Выполнение измерений ХПК с соблюдением предписанных ГОСТ 31859-2012 погрешностей возможно только при тщательном отборе и контроле реакционных сосудов (виал). На результаты измерений большое влияние оказывают герметичность виал, их оптические свойства, разброс геометрических размеров, а также появляющиеся в ходе эксплуатации дефекты поверхности (царапины, потертости и т. д.).

Для проверки герметичности рекомендуется нагревать виалы, заполненные 5 мл серной кислоты и плотно закрытые крышками, в нагревательном блоке при  $(150 \pm 5)^\circ\text{C}$  в течение  $(120 \pm 10)$  минут, с взвешиванием каждой виалы до и после нагревания. Массы виал до нагревания и после нагревания с последующим охлаждением до исходной температуры должны отличаться не более чем на 0,02 г. В противном случае эксперимент повторяют, сменив крышки. Если замена крышек не помогла, виалы признают непригодными.



Для контроля погрешности, обусловленной различием оптических свойств и геометрических размеров виал, а также появлением в ходе эксплуатации дефектов поверхности (царапин, потертостей и т. д.), заполните виалы дистиллированной водой. Измерьте значения оптической плотности (с занулением по одной из виал) при длине волны 430 нм. Далее рассортируйте виалы на группы, чтобы в каждой группе виалы отличались по значениям оптической плотности не более чем на 0,01 А. В дальнейшем для градуировки и измерений проб используйте виалы, входящие в одну и ту же группу.

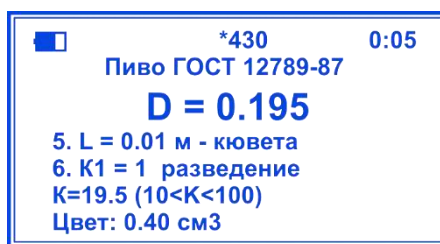
Для работы в диапазоне значений ХПК от 80 до 800 мгО/дм<sup>3</sup> допускается применять виалы, отличающиеся друг от друга по значениям оптической плотности на величину до 0,02 А.



## 5 Измерение цвета пива с использованием комплекта «Эксперт-003-Цветность пива» по ГОСТ 12789-87 «Пиво. Методы определения цвета»

Определение цвета пива выполняется в соответствии с ГОСТ 12789-78 «Пиво. Методы определения цвета» п. 3 «Определение цвета колориметрическим методом».

Установите картридж «430», переходник для кювет 10×10 мм и включите фотометр. После появления надписи «Фотометр Эксперт-003» нажмите кнопку  и далее запустите программу «Пиво» нажатием кнопки . Прибор перейдет в состояние измерения оптической плотности и на дисплее отобразится следующая информация:




D – измеряемое значение оптической плотности;

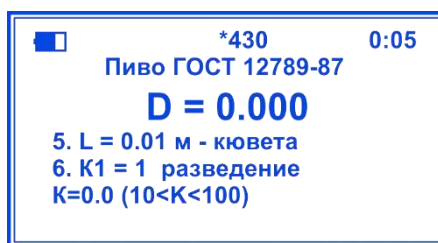
L – толщина слоя жидкости в кювете, выраженная в м;

K1 – коэффициент разведения;


K – рассчитанный прибором показатель поглощения;

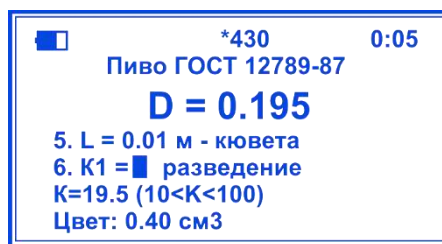
Цвет – рассчитанное прибором значение цвета, выраженное в см<sup>3</sup> раствора йода концентрацией 0,1 моль/дм<sup>3</sup> на 100 см<sup>3</sup> воды (выводится на дисплей только при соблюдении неравенства 10≤K≤100).

Налейте в измерительную кювету 10×10 мм дистиллированную воду, установите ее в кюветном отделении и нажмите кнопку  для обнуления значения оптической плотности. При этом рассчитанный показатель поглощения (K) также примет нулевое значение.



Извлеките кювету, вылейте дистиллированную воду, налейте подготовленное к анализу пиво (предварительно ополоснув им несколько раз кювету) и установите кювету в кюветное отделение.

При необходимости измените значение коэффициента разведения K1. Для этого нажмите кнопку . В месте ввода значения появится мигающий прямоугольник:



Установите значение «1» нажатием кнопки



для светлого или «4» нажатием кнопки



для тёмного пива и нажмите кнопку



В нижней строке отобразится результат измерения – цвет пива, выраженный в  $\text{см}^3$  раствора йода концентрацией  $0,1 \text{ моль/дм}^3$  на  $100 \text{ см}^3$  воды.

### Обратите внимание

ГОСТ 12789-87 предписывает использовать кюветы с длиной оптического слоя 10 мм. При использовании кювет с другой длиной, введите соответствующее значение нажатием кнопки



В месте ввода появится мигающий прямоугольник. Наберите на клавиатуре требуемое значение (в метрах) и нажмите кнопку



## **6 Измерение фосфора водорастворимого в тепличных грунтах с использованием комплекта «Эксперт-003-Р»**

Настоящее руководство разработано ООО «ЭКОНИКС-ЭКСПЕРТ» и ООО «НИКО АНАЛИТ» и является описанием процедуры работы с комплектом «Эксперт-003-фосфор» («Эксперт-003-Р») при фотометрическом определении водорастворимого фосфора в тепличных грунтах.<sup>36</sup>

Методы измерений и пробоподготовки основаны на ГОСТ 27753.5-88 «Грунты тепличные. Метод определения водорастворимого фосфора», ГОСТ 27753.2-88 «Грунты тепличные. Метод приготовления водной вытяжки» – так называемый весовой метод разбавления (1:5 и 1:10) и «Методических Указаниях по определению основных агрохимических показателей тепличных грунтов», утв. Госагропромом СССР, ЦИНАО, 1986 – объемный метод разбавления 1:2 (рекомендован ВНИИПТИХИМ).

Сущность метода анализа состоит в извлечении из грунта водорастворимых веществ дистиллированной водой, измерении в полученном растворе массовой концентрации  $P_2O_5$  и ее автоматическом пересчете в содержание  $P_2O_5$  в 1 кг или 1 л грунта.

При этом в зависимости от массовой доли органического вещества в грунте ГОСТом 27753.2-88 предписывается два вида разбавления пробы грунта водой (так называемый весовой метод разбавления):

1:5 – для грунтов с массовой долей органического вещества до 30% и

1:10 – для грунтов с массовой долей органического вещества свыше 30%.

Основу комплекта «Эксперт-003-фосфор» составляет фотометр «Эксперт-003», специально модифицированный для анализа тепличных грунтов. В приборе максимально упрощены процедуры градуировки, измерения и обработки результатов. В частности, нет необходимости пользоваться таблицами пересчета. Прибор автоматически производит пересчет результатов измерений в требуемые единицы содержания водорастворимого фосфора ( $P_2O_5$ ) в растворе («мг/л») и в пробе грунта («мг/кг» для весового метода разбавления и «мг/л» для объемного метода разбавления) и отображает их на дисплее.

При этом прибор сохраняет все функции универсального фотометра.

### **6.1 Общие положения**

Общие требования к выполнению анализа – по ГОСТ 27753.0-88.

Метод отбора проб – по ГОСТ 27753.1-88.

В соответствии с ГОСТ 27753.5-88 предельные значения суммарной погрешности результатов

---

<sup>36</sup> Порядок выполнения измерений с другими специализированными комплектами с использованием встроенного программного обеспечения приводится в отдельных инструкциях.

анализа при доверительной вероятности  $P=0,95$  составляют:

30% – в диапазоне концентраций  $P_2O_5$  в растворе до  $8 \text{ мг/дм}^3$ ;

20% – в диапазоне концентраций  $P_2O_5$  в растворе свыше  $8 \text{ мг/дм}^3$ .

## 6.2 Аппаратура и реактивы

Комплект «Эксперт-003-фосфор» в составе:

- измерительный преобразователь фотометра «Эксперт-003»;
- фотометрическая ячейка ФЯ-1;
- соединительный кабель;
- блок питания;
- картридж «655» (сменный источник излучения  $\lambda = (655 \pm 15) \text{ нм}$ );
- переходник для работы с кюветами ( $10 \times 10$ ) мм;
- кюветы ( $10 \times 10$ ) мм.

Весы АДВ-200 или другие лабораторные весы общего назначения 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г, ГОСТ 24104-80.

Плитка электрическая с закрытой спиралью, ГОСТ 14919-83.

Колбы мерные 2-го класса точности вместимостью 50, 100, 1000  $\text{см}^3$ , ГОСТ 1770-74.

Стаканы стеклянные лабораторные вместимостью 100, 200  $\text{см}^3$ , ГОСТ 25336-82.

Цилиндры мерные 200, 500  $\text{см}^3$ , ГОСТ 1770-74.

Пипетки мерные с делениями 0,1-0,01  $\text{см}^3$  вместимостью 1, 2, 5  $\text{см}^3$  2-го класса точности, ГОСТ 29227-91.

Аммоний молибденовокислый, ГОСТ 3765-78.

Кислота аскорбиновая.

Калий сурьмяновиннокислый.

Калий фосфорнокислый однозамещенный, ГОСТ 4198-75.

Кислота серная, ГОСТ 4204-77, раствор молярной концентрации  $c(1/2 \text{ H}_2\text{SO}_4)=5 \text{ моль/дм}^3$  (5 н.).

Вода дистиллированная, ГОСТ 6709-72.

Бумага фильтровальная.

## 6.3 Подготовка к анализу

### 6.3.1 Отбор проб – Выдержки из ГОСТ 27753.1-88 «Грунты тепличные. Методы отбора проб»

#### «1 ОСНОВНЫЕ ПОЛОЖЕНИЯ

- 1.1 Отбор проб тепличного грунта проводят при основном обследовании – до посадки культуры и при контрольном обследовании – в течение всей вегетации возделываемых растений.
- 1.2 Вся площадь теплицы разбивается на пробные площадки. Площадь одной пробной площадки постоянна и в зависимости от типа теплицы составляет от 230 до 270 м<sup>2</sup>. Границы пробной площадки определяются элементами тепличных конструкций. Пробным площадкам присваивают порядковые номера на весь период эксплуатации теплицы.
- 1.3 При основном обследовании пробы грунта отбирают с каждой пробной площадки. Отбор проб проводят не ранее чем через 15 дней после внесения органических удобрений.
- 1.4 При контрольном обследовании пробы грунта отбирают с укрупненных пробных площадок площадью от 920 до 1080 м<sup>2</sup>, состоящих из четырех близлежащих пробных площадок. В блочных теплицах при наличии системы дождевания укрупненная пробная площадка должна состоять из четырех пробных площадок, объединенных одним электромагнитным клапаном подачи питательного раствора.
- 1.5 Отбор проб при основном и контрольном обследованиях проводят методом отбора точечных проб с последующим составлением объединенной пробы для каждой пробной площадки.

#### 2 АППАРАТУРА. МАТЕРИАЛЫ

Буры тростьевые БП 25-15 или аналогичные буры, обладающие такими же метрологическими характеристиками.

Контейнер для перевозки проб грунта в агрохимлабораторию.

Холодильник.

Ведро.

Пакеты полиэтиленовые.

Пленка полиэтиленовая

Крафт мешки.

Бумага оберточная по ГОСТ 8273.

Этикетки.

#### 3 ОТБОР ПРОБ.

- 3.1 Точечные пробы отбирают почвенным тростьевым буром. При отборе пробы бур погружают вертикально на всю глубину грунта до дренажного слоя песка или подпахотного слоя. Если при взятии пробы будет захвачена часть дренажного слоя песка или подпахотного слоя, то она удаляется при перенесении грунта из бура в ведро. При неполном заполнении пробоотборника грунтом точечную пробу отбирают рядом заново.
- 3.2 Объем точечной пробы должен составлять не менее 0.015 дм<sup>3</sup>.
- 3.3 Из точечных проб, отобранных на одной пробной площадке, составляют одну объединенную

пробу. Номер объединенной пробы должен соответствовать номеру пробной площадки.

- 3.4 Количество точечных проб, отбираемых для составления объединенной пробы при основном и контрольном обследованиях, приведено в таблице.

Тип теплиц	Тип грунта	Количество точечных проб при	
		Основном обследовании	Контрольном обследовании
Остекленные блочные	Насыпные органо-минеральные	80	60
Остекленные ангарные	тоже	60	40
Пленочные	Естественные улучшенные почвы	40	40

- 3.5 В теплице, свободной от растений, отбор проб производят равномерно на всей площади пробной площадки. На пробной площадке, занятой растениями, точечные пробы отбирают в рядах между растениями. Для определения числа проб в каждом ряду количество точечных проб, которое предстоит отобрать на данной пробной площадке, необходимо разделить на число рядов.
- 3.6 Бур после окончания отбора проб на одной пробной площадке тщательно очищают от остатков грунта.
- 3.7 Отбор проб в теплицах, зараженных нематодой, проводят, используя специально выделенные для этого бур и ведро. После отбора грунта бур и ведро тщательно очищают от остатков грунта и дезинфицируют кипящей водой в течение 20 мин.
- 3.8 Отобранную пробу перемешивают и удаляют посторонние включения. Объем объединенной пробы должен составлять 0,6-1,0 дм<sup>3</sup>.
- 3.9 При объеме объединенной пробы более 1,0 дм<sup>3</sup> проводят ее сокращение путем квартования до объема 0,6-1,0 дм<sup>3</sup>. Перемешивание и сокращение объединенной пробы проводят в теплице на полиэтиленовой пленке или оберточной бумаге.
- 3.10 Объединенную пробу после усреднения и сокращения переносят в полиэтиленовый мешок и снабжают этикеткой, которую тщательно изолируют от грунта. На этикетке указывают следующие данные:
- область;
  - район;
  - совхоз (колхоз);
  - номер отделения (цеха);
  - номер теплицы;
  - номер объединенной пробы;
  - дату отбора проб;
  - обозначение настоящего стандарта;

- фамилию и подпись ответственного за отбор проб.

3.11 Перед отправкой проб на анализ составляют в трех экземплярах сопроводительную ведомость отбора объединенных проб тепличного грунта, в которой указывают:

- область;
- район;
- совхоз (колхоз);
- дату отбора проб;
- вид обследования;
- номер объединенной пробы;
- номер отделения (цеха);
- номер теплицы (бригады);
- культуру, сорт;
- площадь пробной площадки;
- количество точечных проб с пробной площадки;
- общее количество проб;
- обозначение настоящего стандарта;
- фамилию и подпись отобравшего пробы.

Один экземпляр прилагается к пробам, второй остается у агрохимика, составившего ведомость, а третий вручается агроному хозяйства.

3.12 Отобранные и упакованные пробы с этикетками и ведомостью в день отбора проб доставляют на анализ. При невозможности проведения анализа в течение одного дня пробы грунта хранят в холодильнике при температуре от 4 до 5°С не более суток.»

### 6.3.2 Подготовка проб к анализу

Готовят фильтраты вытяжек из грунтов, используя один из следующих методов:

**объемный метод разбавления 1:2** – Выдержки из «Методических указаний по определению основных показателей тепличных грунтов», утв. Госагропромом СССР, ЦИНАО, 1986, п. 3.1.3 Приготовление вытяжки объемным методом.

«Методические указания устанавливают метод приготовления водной вытяжки из тепличных грунтов для определения рН, общей засоленности, содержания водорастворимых форм соединений фосфора и аммония, нитратного и аммонийного азота, кальция, магния, аммония и хлорида при проведении агрохимического обследования с целью оценки обеспеченности растений элементами минерального питания и контроля за солевым режимом грунтов.

Сущность метода состоит в извлечении водорастворимых веществ дистиллированной водой при объемном соотношении пробы грунта и воды 1:2.

1. Образец грунта в состоянии естественного увлажнения помещают на полиэтиленовую пленку

или в кювету. Камни, стекло, щепу удаляют, солому измельчают ножницами, крупные комки разминают. Если образец сухой, его увлажняют водой из пульверизатора до тех пор, пока он не станет влажным на ощупь.

2. Образец грунта тщательно перемешивают, распределяют слоем толщиной 1 - 1,5 см и отбирают ложкой или шпателем пробу для анализа не менее чем из пяти разных мест, равномерно распределенных по всей поверхности. Объем аналитической пробы – 75 см<sup>3</sup>.

Используется специальное устройство для отбора проб по объему (см. «Организация работы агрохимической лаборатории тепличного хозяйства», М. 1979, стр. 8-9).

Устройство состоит из основного и вспомогательного цилиндров, изготовленных из пластмассы, и груза массой 2 кг для уплотнения грунта. Диаметр цилиндров 46 мм. Высота основного цилиндра - 45 мм, вспомогательного - 30 мм, вместимость соответственно 75 и 50 см<sup>3</sup>. Дозирующим устройством является основной цилиндр вместимостью 75 см<sup>3</sup>.

Для приготовления пробы цилиндр вместимостью 75 см<sup>3</sup> ставят в кювету, на него устанавливают цилиндр вместимостью 50 см<sup>3</sup>. Оба цилиндра заполняют доверху грунтом и вставляют в верхний цилиндр груз, не прилагая дополнительных усилий. Затем верхний цилиндр сдвигают в сторону для удаления содержащегося в нем излишка грунта. Из нижнего цилиндра пробу грунта объемом 75 см<sup>3</sup> переносят в технологическую емкость десятипозиционной кассеты вместимостью 200 см<sup>3</sup>. К пробе доливают 150 мл дистиллированной воды и перемешивают на ротаторе или встряхивателе в течение 15 минут. Вытяжку фильтруют, стараясь перенести на фильтры возможно большее количество грунта. Первые порции фильтрата объемом 10-15 мл отбрасывают, последующие собирают в технологические емкости.»

**весовой метод разбавления 1:5 и 1:10** – Выдержки из ГОСТ 27753.2-88 «Грунты тепличные. Метод приготовления водной вытяжки»

«ГОСТ 27753.2-88 устанавливает метод приготовления водной вытяжки из тепличных грунтов для определения pH, общей засоленности, содержания водорастворимых форм соединений фосфора и калия, нитратного и аммонийного азота, кальция, магния, аммония и хлорида при проведении агрохимического обследования с целью оценки обеспеченности растений элементами минерального питания и контроля за солевым режимом грунтов.

Сущность метода состоит в извлечении водорастворимых веществ дистиллированной водой при отношении массы пробы грунта и воды 1:5 – для грунтов с массовой долей органического вещества до 30 % и 1:10 – для грунтов с массовой долей органического вещества свыше 30 %.

#### 1. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ

Камера сушильная с терморегулятором или аналогичное устройство, обеспечивающие устойчивую температуру нагрева 40 °С с погрешностью не более 5 °С.

Мешалка лабораторная с частотой вращения лопастей не менее 700 об/мин.

Установки фильтровальные десятипозиционные или воронки стеклянные по ГОСТ 25336.



Дозаторы или цилиндры для отмеривания 150 см<sup>3</sup> воды.

Ступки и пестики фарфоровые по ГОСТ 9147.

Сито почвенное с сеткой диаметром 1 или 2 мм по ГОСТ 3584.

Шпатели металлические или пластмассовые.

Мельница почвенная ПМЛ-1 или пробоизмельчитель почвенный ПТ-1.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Коробки картонные или полиэтиленовые.

Пакеты полиэтиленовые или мешочки матерчатые.

## 2. ПОДГОТОВКА ПРОБ

Пробы грунтов, поступившие на анализ, помещают на полиэтиленовую пленку, удаляют камни, стекло, щепу и другие посторонние включения. После этого пробы доводят до воздушно сухого состояния путем подсушивания в сушильной камере при температуре 40 °С. Окончание сушки контролируют органолептически. Проба считается доведенной до воздушно сухого состояния, если составляющие ее отдельности не слипаются, не прилипают к твердым предметам, при раздавливании крошатся, пылят.

Высушенные пробы измельчают с помощью механических измельчителей или в фарфоровой ступке и просеивают через сито с круглыми отверстиями диаметром 1 или 2 мм. Корни, камни и посторонние включения, остающиеся на сите, отбрасывают. Измельченные пробы хранят в коробках или пакетах.

Пробы, хранящиеся в коробках, перемешивают на всю глубину коробки. Пробы, хранящиеся в пакетах, высыпают на ровную поверхность, перемешивают и распределяют слоем не более 1 см.

Пробу для анализа отбирают не менее чем из пяти точек. Масса пробы для анализа грунтов с массовой долей органического вещества до 30 % – 30 г, для анализа грунтов с массовой долей органического вещества свыше 30 % – 15 г.

Пробы грунтов массой (30±0,1) г или (15±0,1) г помещают в технологические емкости или конические колбы, приливают по 150 см<sup>3</sup> воды и перемешивают в течение 15 мин с помощью электромеханической мешалки или встряхивателя. После перемешивания суспензии фильтруют через бумажные фильтры. Первую порцию фильтрата объемом до 10 см<sup>3</sup> отбрасывают. Мутные фильтраты возвращают на фильтры до тех пор, пока они не станут прозрачными. По окончании фильтрования фильтраты перемешивают и используют для анализа.

Допускается пропорциональное изменение массы пробы грунта и объема дистиллированной воды при погрешности дозирования не более 2%.»

### 6.3.3 Приготовление растворов

#### Приготовление реактива А

6 г молибденовокислого аммония, взвешенного с точностью до первого десятичного знака, растворяют в 200 см<sup>3</sup> дистиллированной воды. 0,15 г сурьмяновиннокислого калия, взвешенного с точностью до второго десятичного знака, растворяют в 100 см<sup>3</sup> дистиллированной воды. Оба раствора готовят в стеклянных стаканах при нагревании до 35-40 °С. В мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> последовательно вносят 500 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты молярной концентрации  $c(1/2 \text{H}_2\text{SO}_4)=5$  моль/дм<sup>3</sup> (5 н.), охлажденные до комнатной температуры растворы молибденовокислого аммония и сурьмяновиннокислого калия, доводят объем раствора до 1000 см<sup>3</sup> дистиллированной водой и перемешивают.

Раствор А хранят в ёмкости из темного стекла не более 1 года.

#### Приготовление раствора Б

Отмеряют мерным цилиндром 180 см<sup>3</sup> раствора А, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, вносят 1 г аскорбиновой кислоты, взвешенной с точностью до первого десятичного знака, доводят объем раствора до 1000 см<sup>3</sup> дистиллированной водой и перемешивают.

Раствор Б готовят в день проведения анализа.

#### Приготовление основного стандартного раствора с массовой концентрацией Р<sub>2</sub>О<sub>5</sub> 0,5 г/дм<sup>3</sup>.

0,959 г однозамещенного фосфорнокислого калия, высушенного до постоянной массы при температуре 105 °С, взвешивают с точностью до третьего десятичного знака, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, растворяют в дистиллированной воде, доводя объем раствора до 1000 см<sup>3</sup> и перемешивают.

Основной стандартный раствор хранят не более 6 месяцев.

#### Приготовление градуировочных растворов

Градуировочные растворы готовят по ГОСТ 27753.0-88.

В мерные колбы вместимостью 100 см<sup>3</sup> вносят порции основного стандартного раствора с массовой концентрацией Р<sub>2</sub>О<sub>5</sub> 0,5 г/дм<sup>3</sup>, доводят объем до 100 см<sup>3</sup> дистиллированной водой и перемешивают. Объемы порций основного стандартного раствора и соответствующие им значения массовых концентраций Р<sub>2</sub>О<sub>5</sub> в градуировочных растворах указаны в таблице.

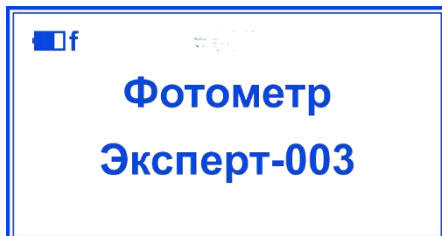
Характеристика раствора	№ градуировочного раствора							
	1	2	3	4	5	6	7	8
Объем порции основного стандартного раствора, см <sup>3</sup>	0	0,5	1,0	1,5	2,0	3,0	4,0	5,0
Массовая концентрация Р <sub>2</sub> О <sub>5</sub> в градуировочном растворе, мг/дм <sup>3</sup>	0	2,5	5,0	7,5	10,0	15,0	20,0	25,0

Градуировочные растворы хранят не более 1 месяца.

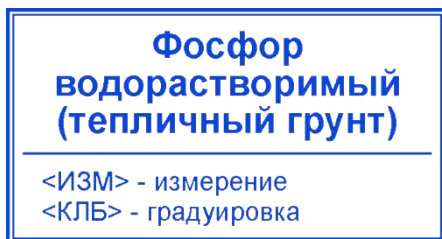
### 6.3.4 Подготовка и включение фотометра «Эксперт-003»

Подключите оптическую ячейку к разъему **«датчик»** измерительного преобразователя с помощью соединительного кабеля. Вставьте картридж «655» в соответствующее посадочное место в корпусе оптической ячейки. Вставьте в кюветное отделение переходник для работы с кюветами 10×10 мм и зафиксируйте его двумя винтами.

Включите фотометр нажатием (и удержанием в течении 2 секунд) кнопки **«ВКЛ»**. После короткого звукового сигнала и приветствия на дисплее прибора появится надпись:



Нажмите последовательно кнопки **«Ф2»** и **«1»**. Появится надпись:



Фотометр готов к определению водорастворимого фосфора в тепличных грунтах.

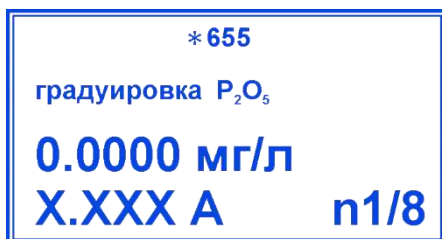
## 6.4 Проведение анализа

### 6.4.1 Градуировка фотометра

Градуировку фотометра выполняют в день проведения анализа.

В восемь мерных колб вместимостью 50 см<sup>3</sup> вносят по 5 см<sup>3</sup> градуировочных растворов, доводят объемы растворов до меток свежеприготовленным раствором реактива Б и перемешивают. Градуировку по полученным окрашенным растворам проводят через 15 минут.

Включите фотометр как описано в п. 3.4 и нажмите кнопку **«КЛБ»**. На дисплее появится надпись:



Вместо значков «X.XXX» будет отображено хранящееся в памяти прибора значение оптической

плотности, измеренное во время последней градуировки, например, «0.000 А». В правом нижнем углу дисплея отобразится текущий номер точки градуировки «n1» и через дробь – количество градуировочных точек «8».

Перенесите градуировочный раствор № 1 с концентрацией  $P_2O_5$  0 мг/дм<sup>3</sup>, обработанный реактивом Б, в кювету (10×10) мм. Установите кювету в кюветное отделение фотоячейки. Убедитесь, что на дисплее отображено значение концентрации «0,0000 мг/л».

Нажмите кнопку **«ИЗМ»**. Начнется измерение оптической плотности раствора. При этом на дисплее в верхней строчке появятся символ состояния заряда аккумулятора и показание таймера.

Вместо значков «X.XXX» будет отображено измеряемое значение оптической плотности

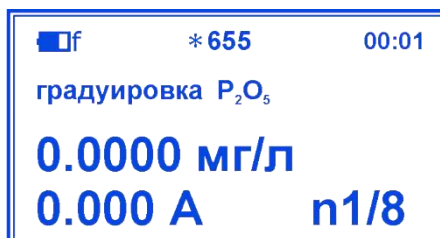


раствора.

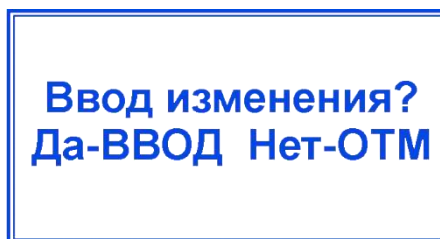
Нажмите кнопку **«Ф1»** для установки нулевого значения оптической плотности. При этом на дисплее установится значение «0.000 А».

### Обратите внимание

*Установка нуля выполняется только для первой градуировочной точки. Градуировку по 2-ой и последующим точкам выполняют без нажатия кнопки «Ф1».*



Нажмите кнопку **«ВВОД»**. Появится надпись:



Подтвердите запрос о вводе изменений повторным нажатием кнопки **«ВВОД»**. На дисплее будут отображены результаты градуировки по 1-ой точке:



Перейдите ко 2-ой точке градуировки нажатием кнопки « ► ». Появится надпись:



Вместо значков «X.XXX» будет отображено хранящееся в памяти прибора значение оптической плотности, измеренное во время последней градуировки, например, «0.049 A». В правом нижнем углу дисплея отобразится номер текущей точки градуировки «n2/8».

Извлеките кювету из кюветного отделения, вылейте раствор, ополосните дистиллированной водой и осушите фильтровальной бумагой. Перенесите в кювету градуировочный раствор № 2 с концентрацией P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> 2,5 мг/дм<sup>3</sup>, обработанный реактивом Б. Установите кювету в кюветное отделение фотоячейки. Убедитесь, что на дисплее отображено значение концентрации «2.5000 мг/л».

Нажмите кнопку «ИЗМ». Начнется измерение оптической плотности раствора:



Вместо значков «X.XXX» будет отображено измеряемое значение оптической плотности раствора. После установления показания (примерно через 5-10 сек) нажмите кнопку «ВВОД». Подтвердите запрос о вводе изменений повторным нажатием кнопки «ВВОД». На дисплее будут отображены результаты градуировки по 2-ой точке<sup>37</sup>:

<sup>37</sup> Значение A=0,051 приведено для примера. Будет отображено реально измеренное значение



Перейдите к 3-ей точке градуировки нажатием кнопки « ► ». Далее выполните градуировку по 3-ей и последующим точкам (до 8-ой включительно) с использованием соответствующих градуировочных растворов аналогично 2-ой точке.

По окончании градуировки нажмите кнопку «ОТМ».

### Обратите внимание

- *Выполненная градуировка будет храниться в памяти прибора под номером N1 655. При необходимости выполнения градуировки фотометра по другим показателям выберите градуировку с номерами N2-N20.*
- *В приборе запрограммированы значения концентраций для точек градуировки в соответствии с концентрациями градуировочных растворов (стр. 68). Если пользователь планирует использовать для градуировки растворы с другими концентрациями или изменить число точек градуировки, то необходимо выполнить перенастройку параметров градуировки в соответствии с п 6.5.*
- *После завершения градуировки рекомендуется запустить автоматическую процедуру оценку линейности градуировочного графика в соответствии с Приложением А.*

#### 6.4.2 Определение водорастворимого фосфора

В мерные колбы вместимостью 50 см<sup>3</sup> вносят по 5 см<sup>3</sup> фильтратов вытяжек из проб грунтов, приготовленных по п. 3.2, доводят объемы растворов до меток свежеприготовленным раствором реактива Б и перемешивают.

В еще одну мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup> вносят 5 см<sup>3</sup> градуировочного раствора № 1 с концентрацией P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> 0 мг/дм<sup>3</sup> (дистиллированной воды), доводят объем раствора до метки свежеприготовленным раствором реактива Б и перемешивают.

Фотометрировать растворы следует через 15 минут (через тот же отрезок времени, что и при градуировке).

Перед анализом фильтратов вытяжек выполните установку нулевого значения оптической плотности. Для этого перенесите градуировочный раствор № 1, обработанный реактивом Б, в кювету (10×10) мм. Установите кювету в кюветное отделение фотоячейки. Включите фотометр (если он был выключен после градуировки) как описано в п. 3.4 и нажмите кнопку «ИЗМ». После стабилизации показания оптической плотности (в правом верхнем углу дисплея) нажмите кнопку «Ф1». При этом должны установиться нулевые значения оптической плотности раствора и

концентрации<sup>38</sup>:



Извлеките кювету из кюветного отделения, вылейте раствор, ополосните дистиллированной водой и осушите фильтровальной бумагой. Перенесите в кювету фильтрат водной вытяжки из пробы грунта, обработанный реактивом Б. Установите кювету в кюветное отделение фотоячейки. Результат измерения массовой концентрации P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> в анализируемом растворе (фильтрате водной вытяжки) отобразится в нижней строке крупным шрифтом, к примеру:



Чтобы просмотреть результаты измерения в единицах «мг P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> в 1 л грунта» для объемного метода разбавления грунта, а также в единицах «мг P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> в 1 кг грунта» для весового метода разбавления нажмите кнопку «ИЗМ». После каждого нажатия результат измерения будет выводиться на дисплей в новых единицах:



*Просмотр результата измерения в пересчете в содержание P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> в 1 л грунта при применении объемного метода разбавления грунта дистиллированной водой в соотношении 1:2*



*Просмотр результата измерения в пересчете в содержание P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> в 1 кг грунта при применении весового метода разбавления грунта дистиллированной водой в соотношении 1:5*

<sup>38</sup> Значение концентрации может незначительно отличаться от нуля



Просмотр результата измерения в пересчете в содержание  $P_2O_5$  в 1 кг грунта при применении весового метода разбавления грунта дистиллированной водой в соотношении 1:10

Для анализа следующей пробы извлеките кювету из кюветного отделения, вылейте раствор, ополосните дистиллированной водой и осушите фильтровальной бумагой. Перенесите в кювету следующий фильтрат водной вытяжки из пробы грунта, обработанный реактивом Б. Установите кювету в кюветное отделение фотоячейки. Результат измерения отобразится на дисплее.

### Обратите внимание

При выполнении серии измерений, установку нулевого значения оптической плотности по градуировочному раствору № 1 производят один раз перед всей серией. Если промежутки времени между измерениями составляют 30 минут и более, установку нуля следует выполнять перед каждым измерением.

Для выхода из режима измерения нажмите кнопку «ОТМ».

После окончания измерений тщательно промойте кювету и выключите прибор нажатием кнопки «ОТКЛ».

## 6.5 Перенастройка параметров градуировки

Изначально в приборе запрограммированы следующие параметры градуировки:

- число точек градуировки: 8;
- значения концентраций  $P_2O_5$ , мг/л: 0; 2.5; 5.0; 7.5; 10.0; 15.0; 20.0; 25.0.

Для изменения параметров переведите прибор в режим градуировки (нажатием кнопки «КЛБ» после включения по п. 6.3.4).



Для изменения число точек градуировки нажмите кнопку «N». На дисплее появится надпись:





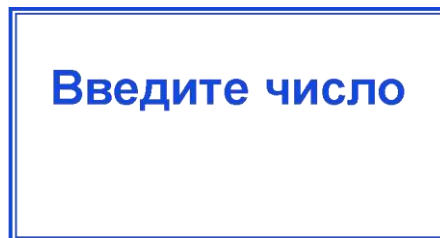
С помощью кнопок «⇒» и «⇐» установите требуемое значение, например «10»:



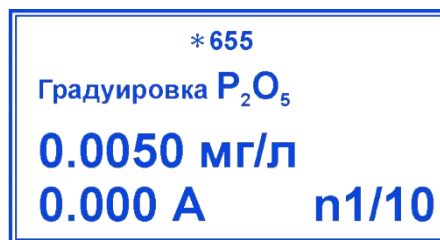
Нажмите кнопку «ВВОД». На дисплее появится надпись с новым значением числа точек градуировки в правом нижнем углу:



Для изменения значения концентрации нажмите кнопку «ЧИСЛ». Появится надпись:



Введите требуемое значение концентрации с клавиатуры, руководствуясь цифровым обозначением соответствующих кнопок, например «0.005», и нажмите кнопку «ВВОД». На дисплее появится надпись с новым значением концентрации:



Аналогичную операцию можно проделать с каждой из точек градуировки. Для перехода между точками градуировки используйте кнопки «◀» и «▶».

## 7 ТЕХНИЧЕСКОЕ ОБСЛУЖИВАНИЕ

### 7.1 Общие указания

Техническое обслуживание проводится с целью обеспечения нормальной работы фотометров в течение их эксплуатации. Рекомендуемые виды и сроки проведения технического обслуживания:

- внешний осмотр измерительного преобразователя и ФЯ - перед измерением;
- проверка работоспособности - перед измерением;
- поверка - один раз в год.

Первые два вида технического обслуживания выполняются самостоятельно пользователем.

Последний вид - поверка выполняется организациями, аккредитованными для поверки средств измерений.

### 7.2 Внешний осмотр

Внешний осмотр проводится непосредственно перед использованием и заключается в определении целостности корпусов, разъемов и соединительных кабелей составных частей фотометра.




### 7.3 Проверка работоспособности фотометров

Включите фотометр, нажав и удерживая 2 секунды кнопку **«ВКЛ»**. После загрузки прибор переходит в начальное состояние и на дисплее должна отобразиться надпись **«Фотометр Эксперт-003»**. Отсутствие данной надписи или появление сообщения **«Зарядите аккумулятор!»** может означать, что установленный в приборе аккумулятор разрядился и требуется его зарядка. Если после зарядки аккумулятора прибор не включается и не переходит в начальное состояние, его направляют в ремонт.

### 7.4 Обслуживание аккумулятора

Для контроля степени разряда аккумулятора во время измерений в левом верхнем углу дисплея выводится соответствующий символ.

Описание символов состояния аккумулятора и требуемые действия

Символ	Комментарий	Требуемые действия
	Аккумулятор заряжен полностью	Зарядка не требуется
	Аккумулятор частично разряжен	Зарядка не требуется, но допускается
	Аккумулятор разряжен (остаточный заряд менее 10 % от номинальной емкости). Символ аккумулятора мигает, прибор подает звуковой сигнал каждые 3-5 секунд.	Требуется зарядка

При попытке включения прибора с разряженным аккумулятором на дисплей выводится сообщение **«Зарядите аккумулятор!»**, прибор подает звуковой сигнал и автоматически выключается.

Для зарядки аккумулятора подсоедините фотометр к сети переменного тока с помощью блока питания с выходным напряжением 12 В, входящего в комплект фотометра, на срок не менее 12 часов.

### **Обратите внимание**

*Не оставляйте прибор на хранение с разряженным аккумулятором! Своевременно выполняйте зарядку аккумулятора! В противном случае аккумулятор необратимо утратит работоспособность.*

## **7.5 Указания по поверке**

Поверке подлежат все вновь выпускаемые, выходящие из ремонта и находящиеся в эксплуатации фотометры. Периодическая поверка фотометров должна проводиться не реже одного раза в год уполномоченными организациями. Поверка фотометров осуществляется в соответствии с **п. 11 Методика поверки.**

## **7.6 Подстройка по максимуму оптической плотности**

Данный вид подстройки прибора выполняется на предприятии-изготовителе. Пользователь выполняет подстройку только при использовании фотометрической ячейки типа ФЯ-1 в случае приобретения дополнительных картриджей или сброса настроек имеющихся картриджей. Подстройку проводят с каждым картриджем отдельно.

Включите прибор и нажмите кнопку **«ИЗМ»**. Нажмите кнопку **«Ф2»**. На дисплее появится сообщение: **«Подстройка максимума оптической плотности. Перекройте ход луча и нажмите ВВОД»**. Перекройте оптический путь (для этого можно использовать специальную пластину, поставляемую в комплекте, переходник для кюветы 10×10 мм, вставленный вертикально или другой непрозрачный предмет подходящего размера), нажмите кнопку **«ВВОД»**, введите пароль **«314»** и нажмите кнопку **«ВВОД»** еще раз. Начнется автоматическая подстройка. После ее завершения прибор подаст звуковой сигнал и на дисплее будет выведена надпись **«Подстройка завершена»**. Извлеките пластину (переходник). Фотометр готов к работе.

## **7.7 Обслуживание картриджей**

При появлении загрязнения аккуратно протрите поверхность светодиода ватной палочкой, смоченной спиртом.

## 9 ХРАНЕНИЕ И ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ

Хранение фотометров до ввода в эксплуатацию производится по ГОСТ 15150 в упаковке при температуре окружающего воздуха от 5 до 40°C и относительной влажности до 90% при температуре 25°C.

Хранение фотометров без упаковки производится при температуре окружающего воздуха от 10 до 35°C и относительной влажности до 80% при температуре 25°C.

В помещении для хранения не должно быть пыли, паров кислот, щелочей и других агрессивных паров и газов, вызывающих коррозию.

Транспортирование фотометров производится в упаковочной таре, в закрытом транспорте всех видов в соответствии с ГОСТ 20790 и правилами перевозки грузов, действующими на каждом виде транспорта. Транспортирование воздушным транспортом должно производиться в отапливаемых герметизированных отсеках.

После транспортирования в условиях отрицательных температур фотометр в упаковке должен быть выдержан до ввода в эксплуатацию при комнатной температуре не менее 24 часов.

## 11 МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

### 11.1 Общие сведения

Настоящая методика поверки распространяется на фотометр «Эксперт-003» и устанавливает методы и средства его первичной и периодических поверок.

Периодичность поверки – 1 раз в год.

### 11.2 Операции и средства поверки

При проведении поверки выполняют операции и применяют средства, указанные в таблице

Операция поверки	Средство поверки
Внешний осмотр	–
Опробование и проверка времени выхода фотометров на рабочий режим	Секундомер СОПР 2а по ГОСТ 5072-79 с погрешностью $\pm 0,5$ с
Проверка режимов	
Определение систематической составляющей основной погрешности фотометра	Набор образцовых стеклянных мер оптической плотности НОСМОП-6-1, НОСМОП-6-2 ТУ 9443-030-11234896-2006, НОСМОП -7 ТУ 9443-01511254896-00 с погрешностью аттестации в единицах оптической плотности не более $\pm 0,007$ Б
Определение случайной составляющей основной погрешности фотометра	
Примечание – Допускается использование других средств поверки с характеристиками, не уступающими указанным в таблице	

### 11.3 Требования безопасности

При поверке фотометров должны выполняться общие правила работы с электрическими установками до 1000 В и требования, предусмотренные «Основными правилами безопасной работы в химической лаборатории», М; Химия, 1979-205 с.

К проведению поверки допускают лиц, имеющих соответствующую техническую квалификацию и подготовку, ежегодно проходящих проверку знаний по технике безопасности и аттестованных в качестве поверителей.

### 11.4 Условия поверки

Температура окружающего воздуха, °С	20 $\pm$ 5
Относительная влажность воздуха, %	20...75
Атмосферное давление, кПа (мм рт. ст.)	84...106,7 (630...800)

Фотометр должен поверяться в помещении, свободном от пыли, паров кислот и щелочей, при отсутствии вибрации и тряски.

## 11.5 Подготовка к поверке

Перед поверкой фотометр должен быть выдержан на рабочем месте не менее 1 часа. В случае, если фотометр находился при температуре ниже плюс 10°C, то время выдержки должно быть не менее 24 часов.

Подготовьте образцовые стеклянные меры оптической плотности в соответствии с прилагаемой к ним документацией.

Подготовьте фотометр согласно п. 3.2

Установите длину волны 525 нм согласно с. 23

- при использовании фотометрической ячейки типа ФЯ-1, подключив картридж «525»;
- при использовании фотометрической ячейки типа ФЯ-2, выбрав значение длины волны «525ПОВ».

При использовании фотометрической ячейки типа ФЯ-1 выполните подстройку по максимуму оптической плотности в соответствие с п. 7.6.

Установите в кюветном отделении ФЯ и прочно зафиксируйте двумя винтами переходник для работы с кюветами 10×10 мм.

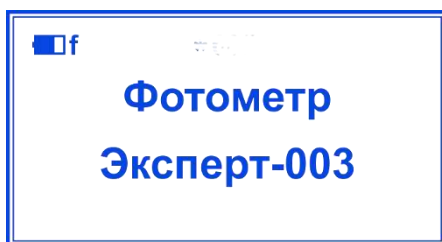
## 11.6 Проведение поверки

### 11.6.1 Внешний осмотр

При проведении внешнего осмотра фотометра проверяют, чистоту разъемов, правильность и четкость маркировки и отсутствие механических повреждений. Фотометры, имеющие дефекты, затрудняющие эксплуатацию, бракуют и направляют в ремонт.

### 11.6.2 Опробование и проверка времени выхода фотометров на рабочий режим

Включите фотометр нажатием и удержанием в течении 2 секунд кнопки «ВКЛ» и одновременно запустите секундомер. После появления на дисплее сообщения:



означающего выход фотометра на рабочий режим, остановите секундомер и считайте показание времени. Время выхода фотометра на рабочий режим не должно превышать 5 мин.

Фотометры, у которых время выхода на режим превышает 5 минут, бракуют и направляют в ремонт.

### 11.6.3 Проверка режимов

Не устанавливая кювету в кюветное отделение ФЯ, нажмите кнопку «**6**» и одновременно запустите секундомер. Прибор перейдет в режим измерения фонового сигнала и начнется измерение оптической плотности и коэффициента пропускания. После того, как значение оптической плотности установится (скорость изменения не более  $\pm 0,002$  А за 10 секунд), остановите секундомер и считайте показание времени. Время установления показания не должно превышать 15 секунд.

Нажмите кнопку «**Ф1**» и одновременно запустите секундомер. Прибор перейдет в режим измерения нулевого сигнала. При этом должны установиться следующие значения:  $A=0,000$ ;  $T=100$  %. После того, как значение оптической плотности установится (скорость изменения не более  $\pm 0,002$  А за 10 секунд), остановите секундомер и считайте показание времени. Время установления показания не должно превышать 15 секунд.

Фотометры, у которых время установления показания оптической плотности превышает 15 секунд или не удастся установить режимы измерения нулевого и фонового сигналов бракуют и направляют в ремонт.

После окончания проверки режимов нажмите кнопку «**ОТМ**» для возврата в начальное состояние.

### 11.6.4 Определение метрологических характеристик

Фотометры проходят поверку при длине волны 525 нм. В качестве средства поверки применяют меры оптической плотности НОСМОП-6-2 или светофильтры нормированные по оптической плотности на соответствующей длине волны.

Установите в переходник кюветного отделения ФЯ меру с нулевым значением оптической плотности и нажмите кнопку «**6**». Начнется измерение оптической плотности и коэффициента пропускания. Нажмите кнопку «**Ф1**» и убедитесь, что показание оптической плотности приняло значение «0,000». Последовательно, одну за другой, установите в переходник кюветного отделения ФЯ каждую из стеклянных мер с различными аттестованными значениями оптической плотности и зафиксируйте результаты измерения оптической плотности. При этом с каждой мерой необходимо выполнить по 10 параллельных измерений (вынимая и вставляя меру 10 раз подряд), чтобы учесть случайную составляющую погрешности, связанную с позиционированием меры.

Рассчитайте для каждой меры среднее арифметическое значение оптической плотности  $D_{cp}$  по формуле:

$$D_{cp} = \frac{\sum_{i=1}^{10} D_i}{10},$$

где  $D_i$  – значения оптической плотности в серии из 10 измерений.

Рассчитайте для каждой меры систематическую составляющую основной погрешности фотометра  $\{\Delta S\}$  по формуле:

$$\{\Delta S\} = D_{cp} - D_o,$$

где  $D_o$  – аттестованное значение оптической плотности меры.

Рассчитайте для каждой меры среднее квадратическое отклонение оптической плотности  $S$ , характеризующее случайную составляющую основной погрешности фотометра, по формуле:

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{10} (D_i - D_{cp})^2}{10}}$$

Фотометры признают годными, если систематические составляющие погрешности  $\{\Delta S\}$ , полученные для каждой из мер не превышают  $\pm 0.02$  Б в диапазоне от 0 до 1.5 Б. В противном случае фотометры бракуют.

Фотометры признают годными, если случайные составляющие погрешности  $S$ , полученные для каждой из мер, не превышают 0.005 Б в диапазоне от 0 до 1.5 Б. В противном случае фотометры бракуют.

## 11.7 Оформление результатов поверки

Результаты поверки оформляют в соответствии с действующими нормативными документами.



## Приложение А

### ОЦЕНКА ЛИНЕЙНОСТИ ГРАДУИРОВОЧНЫХ ЗАВИСИМОСТЕЙ

Нажмите кнопку **«КЛБ»** для входа в режим градуировки. Выберите с помощью кнопок **«⇒»** и **«⇐»** градуировку, линейность которой Вы планируете оценить. Далее нажмите кнопку **«Б»**. На экране появятся значения  $b$ ,  $c$ ,  $s$  и  $R^2$  например:

$b = 6.176653$   
 $c = 0.000000$   
 $s = 1.142348$   
 $R^2 = 0.9985$

где  $b$  и  $c$  – коэффициенты уравнения градуировочной прямой  $C_m = b \cdot D + c$ , (где  $C_m$  – концентрация,  $D$  – оптическая плотность), построенной методом наименьших квадратов по экспериментальным точкам;

$s$  – среднее значение ошибки (в единицах концентрации), вносимой в будущие результаты измерений и связанной с величиной отклонения экспериментальных градуировочных точек от градуировочной прямой.

$R^2$  – достоверность аппроксимации (коэффициент линейной корреляции). Чем ближе данный коэффициент к единице, тем меньше отклонение градуировочных точек от линейности.

Далее нажмите кнопку **«ВВОД»** для перехода к просмотру значений отклонений точек градуировки от линейности, выраженных в процентах. Данный список позволяет оценить, насколько сильно «выпала» та или иная точка.

2. -10%  
3. 9%  
4. -3%  
5. 12%  
6. 0%  
7. 0%

Значение отклонения выражено в процентах от значения концентрации для каждой конкретной точки.

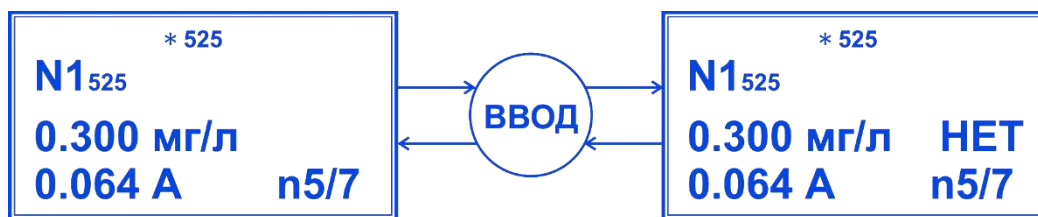
Отсутствие или присутствие знака «-» означает, что данная точка расположена выше или, соответственно, ниже прямой, построенной методом наименьших квадратов по всем градуировочным точкам. Если для первой точки установлено значение концентрации 0 мг/л, то она не отображается, т.к. для нуля понятие относительной ошибки не имеет смысла.

Если величина отклонения для одной или нескольких точек значительна, рекомендуется приготовить новые растворы для этих точек и повторить измерения.

Для выхода из просмотра списка отклонений в просмотр градуировок нажмите кнопку **«ВВОД»**.

Возможен вариант исключения выпавших точек из расчетов. Для этого, находясь в режиме просмотра градуировки, выберите требуемую для удаления точку кнопками **«⇒»** и **«⇐»** и нажмите кнопку **«ВВОД»**. При этом на дисплее появится надпись «НЕТ», означающая, что данная точка не будет учитываться прибором при расчете уравнения градуировочной прямой. При

повторном нажатии кнопки «**ВВОД**», надпись «НЕТ» пропадает. Например, исключение из градуировочного графика точки n5 будет выглядеть следующим образом:



Исключенные точки в списке отклонений градуировочных точек не отображаются:

2.	-8%
3.	5%
4.	-2%
6.	0%
7.	0%

### Обратите внимание

- Оценку линейности и просмотр отклонений точек градуировки от линейности следует выполнять после завершения каждой градуировки.
- При выявлении «выпавшей» точки желательно приготовить новый раствор и повторить измерение оптической плотности; метод исключения точки лучше применять во вторую очередь.
- Не рекомендуется исключать более 20% градуировочных точек.
- Если значительная часть градуировочных точек имеет высокие значения отклонения от линейности, то такую градуировку использовать не следует. Не пытайтесь исправить ситуацию исключением большого числа точек, приготовьте новые растворы и повторите градуировку.

По вопросам продаж и поддержки обращайтесь:

Алматы (7273)495-231  
Ангарск (3955)60-70-56  
Архангельск (8182)63-90-72  
Астрахань (8512)99-46-04  
Барнаул (3852)73-04-60  
Белгород (4722)40-23-64  
Благовещенск (4162)22-76-07  
Брянск (4832)59-03-52  
Владивосток (423)249-28-31  
Владикавказ (8672)28-90-48  
Владимир (4922)49-43-18  
Волгоград (844)278-03-48  
Вологда (8172)26-41-59  
Воронеж (473)204-51-73  
Екатеринбург (343)384-55-89  
Иваново (4932)77-34-06  
Ижевск (3412)26-03-58  
Иркутск (395)279-98-46  
Казань (843)206-01-48

Калининград (4012)72-03-81  
Калуга (4842)92-23-67  
Кемерово (3842)65-04-62  
Киров (8332)68-02-04  
Коломна (4966)23-41-49  
Кострома (4942)77-07-48  
Краснодар (861)203-40-90  
Красноярск (391)204-63-61  
Курск (4712)77-13-04  
Курган (3522)50-90-47  
Липецк (4742)52-20-81  
Магнитогорск (3519)55-03-13  
Москва (495)268-04-70  
Мурманск (8152)59-64-93  
Набережные Челны (8552)20-53-41  
Нижний Новгород (831)429-08-12  
Новокузнецк (3843)20-46-81  
Новыйск (3496)41-32-12  
Новосибирск (383)227-86-73

Омск (3812)21-46-40  
Орел (4862)44-53-42  
Оренбург (3532)37-68-04  
Пенза (8412)22-31-16  
Петрозаводск (8142)55-98-37  
Псков (8112)59-10-37  
Пермь (342)205-81-47  
Ростов-на-Дону (863)308-18-15  
Рязань (4912)46-61-64  
Самара (846)206-03-16  
Саранск (8342)22-96-24  
Санкт-Петербург (812)309-46-40  
Саратов (845)249-38-78  
Севастополь (8692)22-31-93  
Симферополь (3652)67-13-56  
Смоленск (4812)29-41-54  
Сочи (862)225-72-31  
Ставрополь (8652)20-65-13  
Сургут (3462)77-98-35

Сыктывкар (8212)25-95-17  
Тамбов (4752)50-40-97  
Тверь (4822)63-31-35  
Тольятти (8482)63-91-07  
Томск (3822)98-41-53  
Тула (4872)33-79-87  
Тюмень (3452)66-21-18  
Ульяновск (8422)24-23-59  
Улан-Удэ (3012)59-97-51  
Уфа (347)229-48-12  
Хабаровск (4212)92-98-04  
Чебоксары (8352)28-53-07  
Челябинск (351)202-03-61  
Череповец (8202)49-02-64  
Чита (3022)38-34-83  
Якутск (4112)23-90-97  
Ярославль (4852)69-52-93

Россия +7(495)268-04-70

Казахстан +7(7172)727-132

Киргизия +996(312)96-26-47

exa@nt-rt.ru || <https://econix.nt-rt.ru/>