

Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии

**Уральский научно-исследовательский институт метрологии –
Филиал Федерального государственного унитарного предприятия
«Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии
им. Д.И. Менделеева»
(УНИИМ - филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»)**

СОГЛАСОВАНО

Директор УНИИМ –
филиала ФГУП «ВНИИМ
им. Д.И. Менделеева»

Е.П. Соби́на



2024 г.

**ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА
ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ**

**Титраторы автоматические
ТИТРИОН 2.0**

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 113-223-2023

**Екатеринбург
2024**

ПРЕДИСЛОВИЕ

1. РАЗРАБОТАНА Уральским научно-исследовательским институтом метрологии – филиалом Федерального государственного унитарного предприятия «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева» (УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»).

2. ИСПОЛНИТЕЛИ: зав. лаб. 223 УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» Собина А.В., зам. заведующего лаб. 223 УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» Кузнецова М.Ф., старший научный сотрудник лаб. 223 УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» Зыскин В.М.

3 СОГЛАСОВАНА

Директором УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» 21.02.2024 г.

СОДЕРЖАНИЕ

1 ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ.....	4
2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ.....	6
3 ПЕРЕЧЕНЬ ОПЕРАЦИЙ ПОВЕРКИ.....	7
4 ТРЕБОВАНИЯ К УСЛОВИЯМ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ.....	9
5 ТРЕБОВАНИЯ К СПЕЦИАЛИСТАМ, ОСУЩЕСТВЛЯЮЩИМ ПОВЕРКУ.....	9
6 МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ И ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ К СРЕДСТВАМ ПОВЕРКИ.....	9
7 ТРЕБОВАНИЯ (УСЛОВИЯ) ПО ОБЕСПЕЧЕНИЮ БЕЗОПАСНОСТИ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ.....	15
8 ВНЕШНИЙ ОСМОТР СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ.....	15
9 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ И ОПРОБОВАНИЕ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ.....	15
10 ПРОВЕРКА ПРОГРАММНОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ.....	16
11 ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК.....	16
12 ПОДТВЕРЖДЕНИЕ СООТВЕТСТВИЯ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ МЕТРОЛОГИЧЕСКИМ ТРЕБОВАНИЯМ.....	24
13 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ.....	31
ПРИЛОЖЕНИЕ А (ОБЯЗАТЕЛЬНОЕ) ИНСТРУКЦИЯ ПО ПРИГОТОВЛЕНИЮ ТИТРАНТОВ, ТИТРУЕМЫХ И ВСПОМОГАТЕЛЬНЫХ РАСТВОРОВ.....	32
ПРИЛОЖЕНИЕ Б (ОБЯЗАТЕЛЬНОЕ) ИНСТРУКЦИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ЗНАЧЕНИЙ ПЛОТНОСТИ ТИТРАНТОВ.....	34
ПРИЛОЖЕНИЕ В (ОБЯЗАТЕЛЬНОЕ) СХЕМЫ УСТАНОВОК ДЛЯ ВЫПОЛНЕНИЯ ПОВЕРКИ.....	35

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика распространяется на титраторы автоматические ТИТРИОН 2.0 (далее — титраторы), изготавливаемые Обществом с ограниченной ответственностью «Эконикс-Эксперт» (ООО «Эконикс-Эксперт»), г. Москва, предназначенные для измерений объема дозируемой жидкости, электродвижущей силы (ЭДС), pH, молярной концентрации компонентов в режиме потенциометрического, кондуктометрического, амперометрического и фотометрического титрования в водных и неводных растворах, неорганических и органических веществах.

1.2 Титраторы подлежат первичной (до ввода в эксплуатацию и после ремонта) и периодической поверке. Поверка титраторов должна производиться в соответствии с требованиями настоящей методики.

1.3 При проведении поверки должна обеспечиваться прослеживаемость титратора:

- к Государственному первичному эталону единицы электрического напряжения (ГЭТ 13-2023) согласно Приказу Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 28 июля 2023 года № 1520 «Об утверждении государственной поверочной схемы для средств измерений постоянного электрического напряжения и электродвижущей силы»;

- к Государственному первичному эталону показателя pH активности ионов водорода в водных растворах (ГЭТ 54-2019) согласно Приказу Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 9 февраля 2022 года № 324 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений показателя pH активности ионов водорода в водных растворах»;

- к Государственному первичному эталону единицы массы – килограмма (ГЭТ 3-2020) и к Государственному первичному эталону единицы температуры в диапазоне от 0 до 3200 °C (ГЭТ 34-2020) путем применения эталонов, заимствованных из соответствующих поверочных схем согласно Приказу Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 2356 от 26.09.2022 г. «Об утверждении государственной поверочной схемы для средств измерений массы и объема жидкости в потоке, объема жидкости и вместимости при статических измерениях, массового и объемного расходов жидкости»;

- к Государственному первичному эталону единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии (ГЭТ 176-2019) согласно Приказам Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 148 от 19.02.2021 г. «Об утверждении государственной поверочной схемы для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах» и № 761 от 17.05.2021 «О внесении изменений в приложение А к Государственной поверочной схеме для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 19 февраля 2021 г. № 148»;

1.4 В настоящей методике поверки реализована поверка методом прямых измерений (pH, ЭДС, молярная концентрация компонентов) и методом косвенных измерений (объем).

1.5 Настоящая методика поверки применяется для поверки титраторов, используемых в качестве рабочих средств измерений. В результате поверки должны быть подтверждены метрологические требования, приведенные в таблицах 1-5.

Таблица 1 – Метрологические характеристики измерительного канала ЭДС

Наименование характеристики	Значение
Диапазон измерений ЭДС, мВ	от -2000 до +2000
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений ЭДС, мВ	±1,5

Таблица 2 – Метрологические характеристики измерительного канала pH

Наименование характеристики	Значение
Диапазон измерений pH	от 0 до 14*
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений pH	$\pm 0,05^*$
* В комплекте с электродной системой	

Таблица 3 – Метрологические характеристики измерительного канала объема дозируемой жидкости

Наименование характеристики	Значение
Диапазон измерений объема дозируемой жидкости, см ³	от 0,010 до 100*
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений объема дозируемой жидкости в поддиапазоне от 0,010 до 2 см ³ включ. (абсолютная погрешность дозирования), см ³	$\pm 0,010^*$
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений объема дозируемой жидкости в поддиапазоне св. 2 до 100 см ³ включ. (относительная погрешность дозирования), %	$\pm 0,5^*$
Предел допускаемого относительного СКО результатов измерений объема дозируемой жидкости в поддиапазоне от 0,010 до 2 см ³ включ., см ³	0,007*
Предел допускаемого относительного СКО результатов измерений объема дозируемой жидкости в поддиапазоне св. 2 до 100 см ³ включ., %	0,3*
* Границы диапазона измерений, пределы допускаемой абсолютной и относительной погрешности измерений, а также пределы допускаемого среднего и относительного среднего квадратического отклонения результатов измерений объема дозируемой жидкости установлены для дозируемой жидкости с плотностью близкой к 1 г/см ³ при комплектации титратора весами с действительной ценой деления шкалы не более 0,001 г, с поверочным интервалом не более 0,01 г и с максимальной нагрузкой не менее 120 г.	

Таблица 4 – Метрологические характеристики измерительного канала молярной концентрации компонентов в режиме потенциометрического кислотно-основного титрования, измерительного канала молярной концентрации компонентов в режиме потенциометрического окислительно-восстановительного титрования, измерительного канала молярной концентрации компонентов в режиме потенциометрического осадительного титрования, измерительного канала молярной концентрации компонентов в режиме фотометрического титрования

Наименование характеристики	Значение
Диапазон измерений молярной концентрации компонентов в режиме потенциометрического окислительно-восстановительного титрования, моль/дм ³	от 10^{-5} до 2
Диапазон измерений молярной концентрации компонентов в режимах потенциометрического (кислотно-основного и осадительного) и фотометрического титрования, моль/дм ³	от 10^{-3} до 2
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений: - молярной концентрации компонентов в режимах потенциометрического (кислотно-основного, окислительно-восстановительного, осадительного) и фотометрического титрования, %	$\pm 2,0$
Предел допускаемого относительного СКО результатов измерений: - молярной концентрации компонентов в режимах потенциометрического (кислотно-основного, окислительно-восстановительного, осадительного) и фотометрического титрования, %	1,0

Таблица 5 - Метрологические характеристики измерительного канала молярной концентрации компонентов в режиме кондуктометрического титрования, измерительного канала молярной концентрации компонентов в режиме амперометрического титрования

Наименование характеристики	Значение
Диапазон измерений молярной концентрации компонентов в режиме амперометрического титрования, моль/дм ³	от 10 ⁻⁵ до 2
Диапазон измерений молярной концентрации компонентов в режиме кондуктометрического титрования, моль/дм ³	от 10 ⁻³ до 2
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений: - молярной концентрации компонентов в режимах кондуктометрического и амперометрического титрования, %	±3,0
Предел допускаемого относительного СКО результатов измерений: - молярной концентрации компонентов в режимах кондуктометрического и амперометрического титрования, %	1,5

2 Нормативные ссылки

2.1 В настоящей методике использованы ссылки на следующие нормативные документы и нормативные правовые акты:

ГОСТ 8.135-2004 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандарт-титры для приготовления буферных растворов - рабочих эталонов pH 2-го и 3-го разрядов. Технические и метрологические характеристики. Методы их определения.

ГОСТ 12.1.005-88 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны.

ГОСТ 12.1.007-76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности.

ГОСТ IEC 61010-1-2014 Безопасность электрических контрольно-измерительных приборов и лабораторного оборудования. Часть 1. Общие требования.

ГОСТ 4919.1-2016 Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления растворов индикаторов.

ГОСТ 14262-78 Кислота серная особой чистоты. Технические условия.

ГОСТ 1770-74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия.

ГОСТ 25794.1-83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для кислотно-основного титрования.

ГОСТ 25794.2-83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для окислительно-восстановительного титрования.

ГОСТ 29169-91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой.

ГОСТ Р 58144-2018 Вода дистиллированная. Технические условия.

ГОСТ OIML R 76-1-2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания.

Приказ Росстандарта № 148 от 19.02.2021 «Об утверждении государственной поверочной схемы для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах».

Приказ Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 761 от 17.05.2021 «О внесении изменений в приложение А к Государственной поверочной схеме для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 19 февраля 2021 г. № 148».

Приказ Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 28 июля 2023 года № 1520 «Об утверждении государственной поверочной схемы для средств измерений постоянного электрического напряжения и электродвижущей силы».

Приказ Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 9 февраля 2022 года № 324 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений показателя pH активности ионов водорода в водных растворах».

Приказ Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 2356 от 26.09.2022 г. «Об утверждении государственной поверочной схемы для средств измерений массы и объема жидкости в потоке, объема жидкости и вместимости при статических измерениях, массового и объемного расходов жидкости».

ISO 8655-6:2022 Устройства мерные, приводимые в действие поршнем. Часть 6. Гравиметрические методы для определения ошибки измерения.

П р и м е ч а н и е — При пользовании настоящей методикой поверки целесообразно проверить действие ссылочных документов по соответствующему указателю стандартов, составленному по состоянию на 1 января года проведения поверки и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в году проведения поверки.

Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящей методикой следует руководствоваться заменяющим (измененным) документом. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Перечень операций поверки

3.1 При проведении поверки титратора выполняют операции, указанные в таблице 6.

Таблица 6 – Операции поверки

Наименование операции поверки	Обязательность выполнения операций поверки при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Внешний осмотр	Да	Да	8
Подготовка к поверке и опробование средства измерений	Да	Да	9
Проверка программного обеспечения (ПО) средства измерений	Да	Да	10
Определение метрологических характеристик средства измерений	Да	Да	11
<i>Измерительный канал объема дозируемой жидкости</i>			
- определение абсолютной и относительной погрешности измерений объема дозируемой жидкости (абсолютной и относительной погрешности дозирования), абсолютного и относительного СКО результатов измерений объема дозируемой жидкости	Да	Да	11.1
<i>Измерительный канал ЭДС</i>			
- определение абсолютной погрешности измерений ЭДС	Да	Да	11.2
<i>Измерительный канал pH</i>			
- определение абсолютной погрешности измерений pH	Да	Да	11.3
<i>Измерительный канал молярной концентрации компонентов в режиме потенциометрического кислотно-основного титрования</i>			
- определение относительной погрешности и относительного СКО результатов измерений молярной концентрации компонентов в режиме потенциометрического кислотно-основного титрования	Да	Да	11.4

Наименование операции поверки	Обязательность выполнения операций поверки при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Измерительный канал молярной концентрации компонентов в режиме потенциометрического окислительно-восстановительного титрования			
- определение относительной погрешности и относительного СКО результатов измерений молярной концентрации компонентов в режиме потенциометрического окислительно-восстановительного титрования	Да	Да	11.5
Измерительный канал молярной концентрации компонентов в режиме потенциометрического осадительного титрования			
- определение относительной погрешности и относительного СКО результатов измерений молярной концентрации компонентов в режиме потенциометрического осадительного титрования	Да	Да	11.6
Измерительный канал молярной концентрации компонентов в режиме кондуктометрического титрования			
- определение относительной погрешности и относительного СКО результатов измерений молярной концентрации компонентов в режиме кондуктометрического титрования	Да	Да	11.7
Измерительный канал молярной концентрации компонентов в режиме амперометрического титрования			
- определение относительной погрешности и относительного СКО результатов измерений молярной концентрации компонентов в режиме амперометрического титрования	Да	Да	11.8
Измерительный канал молярной концентрации компонентов в режиме фотометрического титрования			
- определение относительной погрешности и относительного СКО результатов измерений молярной концентрации компонентов в режиме фотометрического титрования	Да	Да	11.9
Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	Да	Да	12

3.2 При получении отрицательных результатов по одному из пунктов таблицы 6 поверка прекращается, титратор признают непригодным к применению.

3.3 Допускается проводить поверку (первичную или периодическую) отдельных измерительных каналов на основании письменного заявления владельца титратора. При этом операции поверки по 8 – 10, 11.1 и 11.2 выполняют в обязательном порядке, операции по 11.3 – 11.9 выполняют для измерительных каналов, указанных в заявлении. В сведениях о поверке указывают измерительные каналы, для которых проводилась поверка.

4 Требования к условиям проведения поверки

При проведении поверки соблюдают следующие условия:

- температура окружающей среды, °С от плюс 18 до плюс 28;
- относительная влажность воздуха, %, не более 90;
- атмосферное давление, кПа.....от 84 до 106,7.

5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

К проведению работ по поверке титраторов допускаются специалисты, прошедшие специальное обучение в качестве поверителя, ознакомившиеся с настоящей методикой поверки и руководством по эксплуатации титратора.

6 Метрологические и технические требования к средствам поверки

6.1 При проведении поверки применяют средства поверки согласно таблице 7.

Таблица 7 — Метрологические требования к средствам поверки

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
9	Средство измерений температуры, относительной влажности, атмосферного давления с диапазонами измерений, охватывающими условия по п. 4. Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений относительной влажности ± 2 %, пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений температуры $\pm 0,3$ °С, пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений атмосферного давления $\pm 0,25$ кПа	Термогигрометр ИВА-6А-КП-Д (регистрационный номер в ФИФ ОЕИ 46434-11).
11.1	Весы лабораторные I класс точности по ГОСТ OIML R 76-1-2011, максимальная нагрузка 220 г. Дистиллированная вода или вода для лабораторного анализа по ГОСТ Р 58144-2018. Колбы мерные вместимостью 50, 100, 500 см ³ , 2 класс точности. Термометр лабораторный, диапазон измерений от 15 °С до 30 °С, пределы допускаемой основной абсолютной погрешности измерений температуры $\pm 0,2$ °С. Стаканчики для взвешивания с крышкой.	Весы лабораторные электронные CP225D, (регистрационный номер в ФИФ ОЕИ 25469-03). Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144-2018. Колбы 2-50-2, 2-100-2, 2-500-2 по ГОСТ 1770-74. Термометр электронный Амур, Амур-02 (регистрационный номер в ФИФ ОЕИ 87987-23). Стаканчики для взвешивания с крышкой СВ-14/8, СВ-24/10 по ГОСТ 25336-82.

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
11.2	Рабочий эталон, предназначенный для воспроизведения, компарирования напряжений постоянного тока в диапазоне от 10 нВ до 10 В. Рабочий эталон 2-го разряда в соответствии с Государственной поверочной схемой, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 28 июля 2023 года № 1520 «Об утверждении государственной поверочной схемы для средств измерений постоянного электрического напряжения и электродвижущей силы». Имитатор электродной системы, $R_{\text{и}}$ 0; 500; 1000 МОм, ПГО ± 10 %, $R_{\text{в}}$ 0; 10; 20 кОм, ПГО ± 1 %	Компаратор-калибратор универсальный КМ300, мод. КМ300Р (регистрационный номер в ФИФ ОЕИ 54727-13) (рег. № 37463.08.2Р.79742) Имитатор электродной системы И-02 (регистрационный номер в ФИФ ОЕИ 5517-76)
11.3	Стандарт-титры для приготовления буферных растворов – рабочих эталонов рН 2-го разряда в соответствии с Государственной поверочной схемой для средств измерений рН, утвержденной Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 9 февраля 2022 года № 324 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений показателя рН активности ионов водорода в водных растворах». Диапазон воспроизведения рН от 1,65 до 10,00. Термометр лабораторный, диапазон измерений от 15 °С до 30 °С, пределы допускаемой основной абсолютной погрешности измерений температуры $\pm 0,2$ °С. Дистиллированная вода или вода для лабораторного анализа по ГОСТ Р 58144-2018. Колбы мерные вместимостью 1000 см³, 2 класс точности.	Стандарт-титры для приготовления буферных растворов – рабочих эталонов рН 2-го разряда СТ-рН-2 (регистрационный номер в ФИФ ОЕИ 45142-10) Термометр электронный Амур, Амур-02 (регистрационный номер в ФИФ ОЕИ 87987-23). Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144-2018. Колбы 2-1000-2 по ГОСТ 1770-74.
11.4	Стандартный образец (СО) массовой доли карбоната натрия в карбонате натрия высокой чистоты, массовая доля карбоната натрия от 99,950 % до 100,000 %, границы допускаемой абсолютной погрешности аттестованного значения СО $\pm 0,030$ % ($P=0,95$).	СО массовой доли карбоната натрия в карбонате натрия высокой чистоты (Na₂CO₃ СО УНИИМ) – ГСО 10450-2014

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
	СО состава раствора соляной кислоты, молярная концентрация ионов водорода в растворе соляной кислоты от 0,099 до 0,110 моль/дм³, границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения $CO \pm 0,05 \%$ ($P=0,95$). Пипетки вместимостью 2, 10, 20 см³ 2 класса точности. Мерный цилиндр вместимостью 250 см³ 2 класса точности. Колбы мерные вместимостью 100, 1000 см³ 2 класса точности. Весы лабораторные I класса точности, наибольший предел взвешивания не менее 220 г. Дистиллированная вода или вода для лабораторного анализа по ГОСТ Р 58144-2018.	СО состава раствора соляной кислоты – ГСО 9654-2010 Пипетки 2-2-2, 2-2-10, 2-2-20 по ГОСТ 29169-91 Цилиндр 2-250-2 по ГОСТ 1770-74 Колбы 2-100-2, 2-1000-2 по ГОСТ 1770-74. Весы лабораторные электронные СР, СР225D, (регистрационный номер в ФИФ ОЕИ 25469-03). Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144-2018.
11.5	СО состава калия двуххромовокислого, массовая доля калия двуххромовокислого от 99,950 % до 100,000 %, границы допускаемой абсолютной погрешности аттестованного значения $CO \pm 0,030 \%$ ($P=0,95$). Стандарт-титр 0,1 Н соли закиси железа и аммония двойной сернокислой (соли Мора). Пипетки вместимостью 2, 10, 20 см³ 2 класса точности. Мерный цилиндр вместимостью 250 см³ 2 класса точности.	СО состава калия двуххромовокислого (бихромата калия) 1-го разряда – ГСО 2215-81. Стандарт-титр 0,1 Н соли закиси железа и аммония двойной сернокислой (соли Мора) для приготовления раствора молярной концентрации $C(FeSO_4(NH_4)_2SO_4) 0,1$ моль/дм³ по ТУ 2642-002-62931140-2014. Пипетки 2-2-2, 2-2-10, 2-2-20 по ГОСТ 29169-91 Цилиндр 2-250-2 по ГОСТ 1770-74

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
	Колбы мерные вместимостью 100, 1000 см³ 2 класса точности. Весы лабораторные I класса точности, наибольший предел взвешивания не менее 220 г. Кислота серная, ос. ч., раствор с молярной концентрацией $C(1/2H_2SO_4)$ 1 моль/дм³ Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144-2018.	Колбы 2-100-2, 2-1000-2 по ГОСТ 1770-74. Весы лабораторные электронные СР, СР225D, (регистрационный номер в ФИФ ОЕИ 25469-03). Кислота серная, ос. ч. по ГОСТ 14262-78. Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144-2018.
11.6	СО состава натрия хлористого, массовая доля натрия хлористого от 99,900 % до 100,00 %, границы допускаемой абсолютной погрешности аттестованного значения СО $\pm 0,030$ % (P=0,95). Стандарт-титр 0,1 Н серебра азотнокислого. Пипетки вместимостью 2, 10, 20 см³ 2 класса точности. Мерный цилиндр вместимостью 250 см³ 2 класса точности. Колбы мерные вместимостью 100, 1000 см³ 2 класса точности. Весы лабораторные I класса точности, наибольший предел взвешивания не менее 220 г. Кислота серная, ос. ч., раствор с молярной концентрацией $C(1/2H_2SO_4)$ 1 моль/дм³ Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144-2018.	СО состава натрия хлористого 1-го разряда - ГСО 4391-88. Стандарт-титр 0,1 Н серебра азотнокислого для приготовления раствора молярной концентрации $C(AgNO_3)$ 0,1 моль/дм³ по ТУ 2642-002-62931140-2014. Пипетки 2-2-2, 2-2-10, 2-2-20 по ГОСТ 29169-91 Цилиндр 2-250-2 по ГОСТ 1770-74 Колбы 2-100-2, 2-1000-2 по ГОСТ 1770-74. Весы лабораторные электронные СР, СР225D, (регистрационный номер в ФИФ ОЕИ 25469-03). Кислота серная, ос. ч. по ГОСТ 14262-78. Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144-2018.

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
11.7	СО состава раствора соляной кислоты, молярная концентрация ионов водорода в растворе соляной кислоты от 0,099 до 0,110 моль/дм³, границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения СО $\pm 0,05$ % (P=0,95). Стандартный образец (СО) массовой доли карбоната натрия в карбонате натрия высокой чистоты, массовая доля карбоната натрия от 99,950 % до 100,000 %, границы допускаемой абсолютной погрешности аттестованного значения СО $\pm 0,030$ % (P=0,95). Пипетки вместимостью 2, 10, 20 см³ 2 класса точности. Мерный цилиндр вместимостью 250 см³ 2 класса точности. Колбы мерные вместимостью 100, 1000 см³ 2 класса точности. Весы лабораторные I класса точности, наибольший предел взвешивания не менее 220 г. Дистиллированная вода или вода для лабораторного анализа по ГОСТ Р 58144-2018.	СО состава раствора соляной кислоты – ГСО 9654-2010 СО массовой доли карбоната натрия в карбонате натрия высокой чистоты (Na₂CO₃ СО УНИИМ) – ГСО 10450-2014 Пипетки 2-2-2, 2-2-10, 2-2-20 по ГОСТ 29169-91 Цилиндр 2-250-2 по ГОСТ 1770-74 Колбы 2-100-2, 2-1000-2 по ГОСТ 1770-74. Весы лабораторные электронные СР, СР225D, (регистрационный номер в ФИФ ОЕИ 25469-03). Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144-2018.
11.8	СО состава калия двуххромовокислого, массовая доля калия двуххромовокислого от 99,950 % до 100,000 %, границы допускаемой абсолютной погрешности аттестованного значения СО $\pm 0,030$ % (P=0,95). Стандарт-титр 0,1 Н соли закиси железа и аммония двойной сернокислой (соли Мора).	СО состава калия двуххромовокислого (бихромата калия) 1-го разряда – ГСО 2215-81. Стандарт-титр 0,1 Н соли закиси железа и аммония двойной сернокислой (соли Мора) для приготовления раствора молярной концентрации $C(FeSO_4(NH_4)_2SO_4)$ 0,1 моль/дм³ по ТУ 2642-002-62931140-2014.

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
	Пипетки вместимостью 2, 10, 20 см³ 2 класса точности. Мерный цилиндр вместимостью 250 см³ 2 класса точности. Колбы мерные вместимостью 100, 1000 см³ 2 класса точности. Весы лабораторные I класса точности, наибольший предел взвешивания не менее 220 г. Кислота серная, ос. ч., раствор с молярной концентрацией $C(1/2H_2SO_4)$ 1 моль/дм³ Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144-2018.	Пипетки 2-2-2, 2-2-10, 2-2-20 по ГОСТ 29169-91 Цилиндр 2-250-2 по ГОСТ 1770-74 Колбы 2-100-2, 2-1000-2 по ГОСТ 1770-74. Весы лабораторные электронные СР, СР225D, (регистрационный номер в ФИФ ОЕИ 25469-03). Кислота серная, ос. ч. по ГОСТ 14262-78. Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144-2018.
11.9	Стандартный образец (СО) массовой доли карбоната натрия в карбонате натрия высокой чистоты, массовая доля карбоната натрия от 99,950 % до 100,000 %, границы допускаемой абсолютной погрешности аттестованного значения $CO \pm 0,030$ % ($P=0,95$). СО состава раствора соляной кислоты, молярная концентрация ионов водорода в растворе соляной кислоты от 0,099 до 0,110 моль/дм³, границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения $CO \pm 0,05$ % ($P=0,95$). Пипетки вместимостью 2, 10, 20 см³ 2 класса точности. Мерный цилиндр вместимостью 250 см³ 2 класса точности. Колбы мерные вместимостью 100, 1000 см³ 2 класса точности. Весы лабораторные I класса точности, наибольший предел взвешивания не менее 220 г.	СО массовой доли карбоната натрия в карбонате натрия высокой чистоты (Na_2CO_3 СО УНИИМ) – ГСО 10450-2014 СО состава раствора соляной кислоты – ГСО 9654-2010 Пипетки 2-2-2, 2-2-10, 2-2-20 по ГОСТ 29169-91 Цилиндр 2-250-2 по ГОСТ 1770-74 Колбы 2-100-2, 2-1000-2 по ГОСТ 1770-74. Весы лабораторные электронные СР, СР225D, (регистрационный номер в ФИФ ОЕИ 25469-03).

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
	Дистиллированная вода или вода для лабораторного анализа по ГОСТ Р 58144-2018.	Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144-2018.
	Индикатор метиловый оранжевый, ч.д.а.	Индикатор метиловый оранжевый, ч.д.а по ТУ 6-09-5171-84

6.2 Средства измерений должны быть исправны, иметь эксплуатационную документацию (ЭД). СИ на момент использования должны быть поверены. Стандартные образцы должны иметь действующие паспорта.

6.3 Допускается применение аналогичных приведенным в таблице 7 средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемых титраторов с требуемой точностью.

7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

7.1 При проведении поверки должны быть соблюдены требования ГОСТ 12.1.005, ГОСТ 12.1.007, ГОСТ ИЕС 61010-1, а также требования, предусмотренные эксплуатационной документацией на поверяемый титратор.

7.2 Лица, допущенные к работе, проходят проверку знаний техники безопасности в установленном порядке.

8 Внешний осмотр средства измерений

8.1 При проведении внешнего осмотра необходимо установить:

- четкость и правильность маркировки (обозначение титратора, наименование предприятия-изготовителя, заводской номер, обозначение органов управления, соединителей и гнезд);

- соответствие комплектности титратора требованиям ЭД, а также наличие весов, первичных измерительных преобразователей (ПИП) и ячеек, необходимых для поверки;

- целостность корпуса основного блока титратора и весов, ПИП, ячеек, гибких трубок, емкостей для титранта и титруемого раствора, соединительных проводов (кабелей), а также отсутствие механических повреждений, препятствующих нормальному функционированию титратора;

- чистоту и целостность соединителей и гнезд;

- функционирование органов управления титратором;

- соответствие внешнего вида титратора сведениям, приведенным в описании типа;

- наличие пломбы на корпусе титратора.

8.2 Титратор считают выдержавшим операцию поверки по 8.1, если отсутствуют дефекты, препятствующие нормальному функционированию.

9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

9.1 Поверяемый титратор собирают и готовят к измерениям в соответствии с руководством по эксплуатации.

9.2 Весы, входящие в комплектацию титратора, калибруют в соответствии с их руководством по эксплуатации.

9.3 Средства поверки, указанные в таблице 7, подготавливают к работе в соответствии с эксплуатационной документацией.

9.4 Буферные растворы – рабочие эталоны pH готовят из стандарт-титров СТ-pH в соответствии с ГОСТ 8.135 (приложение А).

9.5 Титранты и титруемые и рабочие растворы готовят в соответствии с приложением А непосредственно перед проведением измерений.

9.6 Значения плотности титрантов устанавливают в соответствии с приложением Б.

9.7 Установки для выполнения операций поверки по 11.2 и 11.3 собирают в соответствии со схемами, приведенными на рисунках приложения В.

9.8 Непосредственно перед проверкой по 9.9 и определением характеристик по 11 проводят контроль условий поверки, указанных в 4.

9.9 Проводят опробование титратора. Опробование титратора происходит в автоматическом режиме самотестирования при включении титратора.

9.10 Титратор считают выдержавшим операцию поверки по 9, если при завершении самотестирования на дисплее отобразится главное меню управления титратором.

10 Проверка программного обеспечения средства измерений

10.1 Подтверждение соответствия программного обеспечения (ПО) проводится путём определения идентификационных данных (признаков) ПО, отображаемых на дисплее при включении титратора.

10.2 Титратор считают выдержавшим операцию поверки по 10, если отображаемые на дисплее идентификационные данные (признаки) ПО соответствуют данным (признакам), приведенным в таблице 8.

Таблица 8 – Идентификационные данные (признаки) ПО

Идентификационные данные (признаки) ПО	Значение
Идентификационное наименование ПО	Titration2.0
Номер версии (идентификационный номер) ПО, не ниже	3.82

11 Определение метрологических характеристик средства измерений

11.1 Определение абсолютной и относительной погрешности измерений объема дозируемой жидкости (абсолютной и относительной погрешности дозирования), абсолютного и относительного СКО результатов измерений объема дозируемой жидкости

11.1.1 Определение абсолютной и относительной погрешности измерений объема дозируемой жидкости (абсолютной и относительной погрешности дозирования), абсолютного и относительного СКО результатов измерений объема дозируемой жидкости проводят с использованием весов I класса точности по ГОСТ OIML R 76-1-2011 путем дозирования дистиллированной воды.

11.1.2 Проводят измерения температуры дистиллированной воды и атмосферного давления, находят в таблице 9 соответствующее значение поправочного коэффициента Z и рассчитывают значение плотности дистиллированной воды (ρ , г/см³) по формуле

$$\rho = 1/Z \quad (1)$$

Таблица 9 – Поправочные коэффициенты для удобства пересчета массы дистиллированной воды в объем

Температура, °C	Атмосферное давление, кПа						
	80	85	90	95	100	101,3	105
20,0	1,0026	1,0027	1,0027	1,0028	1,0028	1,0029	1,0029
20,5	1,0027	1,0028	1,0028	1,0029	1,0029	1,0030	1,0030
21,0	1,0028	1,0029	1,0029	1,0030	1,0031	1,0031	1,0031
21,5	1,0030	1,0030	1,0031	1,0031	1,0032	1,0032	1,0032
22,0	1,0031	1,0031	1,0031	1,0032	1,0033	1,0033	1,0033
22,5	1,0032	1,0032	1,0033	1,0033	1,0034	1,0034	1,0034
23,0	1,0033	1,0033	1,0034	1,0034	1,0035	1,0035	1,0036
23,5	1,0034	1,0035	1,0035	1,0036	1,0036	1,0036	1,0037
24,0	1,0035	1,0036	1,0036	1,0037	1,0037	1,0038	1,0038

Температура, °С	Атмосферное давление, кПа						
	80	85	90	95	100	101,3	105
24,5	1,0037	1,0037	1,0038	1,0038	1,0039	1,0039	1,0039
25,0	1,0038	1,0038	1,0039	1,0039	1,0040	1,0040	1,0040

Примечание - В случае промежуточных значений температуры и давления, значение поправочного коэффициента находят методом линейной интерполяции.

11.1.3 В соответствии с руководством по эксплуатации подготавливают титратор к работе в режиме дозирования дистиллированной воды. Для этого входят в раздел «Дозирование», выполняют прокачку (заполнение трубки дистиллированной водой) и устанавливают значение плотности, рассчитанное по формуле (1).

11.1.4 Устанавливают бюкс или колбу на весы. На титраторе задают требуемое значение объема дозы. Проводят тарирование весов. Выполняют не менее пяти дозирования и измерений объема дозы в трех точках каждого поддиапазона:

- от 0,2 до 0,5 см³ включ.; от 0,6 до 1,4 см³ включ.; от 1,5 до 2,0 см³ включ. (для поддиапазона от 0,01 до 2 см³ включ.);

- от 10 до 25 см³ включ.; от 30 до 70 см³ включ.; от 75 до 100 см³ включ. (для поддиапазона св. 2 до 100 см³ включ.).

Температура дозируемой дистиллированной воды не должна отличаться от температуры окружающего воздуха более чем на ± 1 °С.

11.2 Определение абсолютной погрешности измерений ЭДС

11.2.1 Измерения проводят на установке, собранной по схеме, приведённой на рисунке В.1 приложения В.

11.2.2 Определение абсолютной погрешности измерений ЭДС проводят путем сравнения значений ЭДС, измеренных титратором, со значениями, установленными на компараторе напряжений.

11.2.3 В соответствии с руководством по эксплуатации подготавливают титратор к работе в режиме измерения ЭДС.

11.2.4 Последовательно устанавливают на компараторе напряжений следующие значения ЭДС, мВ: минус 2000,0; минус 1500,0; минус 1000,0; минус 500,0; минус 100,0; 0,0; 100,0; 500,0; 1000,0; 1500,0 и 2000,0. После установления стабильных показаний фиксируют измеренные титратором значения ЭДС. Для каждого установленного значения ЭДС проводят не менее трех измерений.

11.3 Определение абсолютной погрешности измерений pH

11.3.1 Измерения проводят на установке, собранной по схеме, приведённой на рисунке В.2 приложения В, с использованием буферных растворов – рабочих эталонов pH, воспроизводящих значения pH 1,65, 6,86; 9,18 при температуре плюс 25 °С. Между измерениями электроды 6, 7, термометр 4, стакан 2 и погружаемые детали мешалки 5 тщательно промывают дистиллированной водой.

11.3.2 В соответствии с руководством по эксплуатации подготавливают титратор к работе в режиме измерения pH.

11.3.3 Устанавливают в термостате температуру плюс 25 °С.

11.3.4 Проводят калибровку с использованием двух буферных растворов – рабочих эталонов pH, воспроизводящих значения pH 9,18 и 1,65 при температуре плюс 25 °С, измеряя значения ЭДС электродной системы в каждом буферном растворе.

Температура буферных растворов, измеренная термометром 4, должна составлять плюс $(25,0 \pm 0,2)$ °С. При достижении заданной температуры мешалку отключают и после стабилизации показаний ЭДС (дрейф не должен превышать ± 1 мВ за 30 секунд) сохраняют результаты измерения ЭДС электродной системы в памяти титратора.

11.3.5 Проводят не менее трех измерений pH каждого буферного раствора – рабочего эталона pH при температуре плюс 25 °С.

Температура буферного раствора, измеренная термометром 4, должна составлять плюс $(25,0 \pm 0,2)$ °С. При достижении заданной температуры мешалку отключают и после

стабилизации показаний (дрейф не должен превышать $\pm 0,03$ pH за 30 секунд) фиксируют результат измерений pH буферного раствора.

11.4 Определение относительной погрешности и относительного СКО результатов измерений молярной концентрации компонентов в режиме потенциометрического кислотно-основного титрования

11.4.1 Определение относительной погрешности и относительного СКО результатов измерений молярной концентрации компонентов в режиме потенциометрического кислотно-основного титрования проводят при титровании раствора карбоната натрия молярной концентрации $C(\text{Na}_2\text{CO}_3)$ $0,1$ моль/дм³ (титруемого раствора № 1) раствором соляной кислоты молярной концентрации $C(\text{HCl})$ $0,1$ моль/дм³ (титрантом № 1) с потенциометрической регистрацией точки эквивалентности. Инструкция по приготовлению титрантов и титруемых растворов приведена в приложении А.

11.4.2 В соответствии с руководством по эксплуатации подготавливают титратор к работе в режиме потенциометрического кислотно-основного титрования с титрантом № 1. Для этого входят в раздел «Титрование полуавтоматическое» и устанавливают следующие параметры:

- метод: «Потенциометрический pH»;
- способ: «Регистрация кривой»;
- плотность: вводят значение плотности титранта № 1;
- подача титранта: «Дискрет»;
- цикл: «Да»;
- доза: «0,2 мл»;
- пауза: «2 сек».

11.4.3 Выполняют прокачку (заполнение трубки титрантом) и калибровку титратора с использованием двух буферных растворов – рабочих эталонов pH, воспроизводящих значения pH 9,18 и 1,65 при температуре $+25$ °C.

Примечание – Если к выполнению операции поверки по п. 11.4 приступают непосредственно после завершения операции по п. 11.3, калибровку не проводят.

11.4.4 Устанавливают лабораторный стакан вместимостью 50 см^3 (ёмкость для титруемого раствора) на магнитную мешалку титратора, пипеткой вместимостью 2 см^3 вносят в стакан аликвоту титруемого раствора № 1, приливают в стакан 30 см^3 дистиллированной воды, помещают в стакан магнитный мешалочник и включают перемешивание. Перемешивают содержимое стакана не менее 1 минуты. Предварительно устанавливают действительную вместимость пипетки в соответствии с приложением 2 к ГОСТ 25794.1-83.

11.4.5 Погружают трубку подачи титранта, pH-электрод и электрод сравнения (или комбинированный pH-электрод, в зависимости от комплектации титратора) в стакан на максимально возможную глубину таким образом, чтобы они не касались стенок стакана и вращающегося магнитного мешалочника. При этом следует убедиться, что раствор полностью покрывает чувствительные элементы электродов, в том числе электролитический ключ электрода сравнения. При необходимости приливают немного дистиллированной воды, учитывая, что в стакане должно остаться не менее 10 см^3 свободного объёма.

Регулируют положение трубки подачи титранта таким образом, чтобы её конец был максимально отдален от чувствительных элементов электродов для предотвращения скачков показаний электродной системы при подаче титранта.

11.4.6 Нажимают кнопку «Старт» для запуска титрования. Когда объем добавленного титранта будет находиться в интервале от $3,4$ до $3,6\text{ см}^3$, нажимают кнопку «Стоп» для остановки титрования, устанавливают значение параметра «Доза» равным $0,03\text{ см}^3$, параметра «Пауза» равным 5 секунд и нажимают кнопку «Старт» для продолжения титрования. Когда объем добавленного титранта достигнет значения $4,6\text{ см}^3$, нажимают кнопку «Стоп» для завершения титрования. Нажимают кнопку «График», выполняют обработку кривой титрования с поиском точки перегиба второй волны, зарегистрированной в

интервале pH от 5 до 4, и фиксируют значение объема титранта № 1, пошедшего на титрование до второй точки эквивалентности.

11.4.7 Повторяют операции по 11.4.4-11.4.6 не менее 3 раз.

11.5 Определение относительной погрешности и относительного СКО результатов измерений молярной концентрации компонентов в режиме потенциометрического окислительно-восстановительного титрования

11.5.1 Определение относительной погрешности и относительного СКО результатов измерений молярной концентрации компонентов в режиме потенциометрического окислительно-восстановительного титрования проводят при титровании раствора соли закиси железа и аммония двойной сернокислой (соли Мора) молярной концентрации $C(FeSO_4(NH_4)_2SO_4)$ 0,1 моль/дм³ (титруемого раствора № 2) раствором калия двуххромовокислого молярной концентрации $C(1/6 K_2Cr_2O_7)$ 0,1 моль/дм³ (титрантом № 2) в кислой среде с потенциометрической регистрацией точки эквивалентности. Инструкция по приготовлению титрантов и титруемых растворов приведена в приложении А.

11.5.2 В соответствии с руководством по эксплуатации подготавливают титратор к работе в режиме потенциометрического окислительно-восстановительного титрования с титрантом № 2. Для этого входят в раздел «Титрование полуавтоматическое» и устанавливают следующие параметры:

- метод: «Потенциометрический мВ»;
- способ: «Регистрация кривой»;
- плотность: вводят значение плотности титранта № 2;
- подача титранта: «Дискрет»;
- цикл: «Да»;
- доза: «0,2 мл»;
- пауза: «2 сек».

11.5.3 Выполняют прокачку (заполнение трубки титрантом).

11.5.4 Устанавливают лабораторный стакан вместимостью 50 см³ (ёмкость для титруемого раствора) на магнитную мешалку титратора, пипеткой вместимостью 2 см³ вносят в стакан аликвоту титруемого раствора № 2, приливают в стакан 30 см³ вспомогательного раствора № 1, помещают в стакан магнитный мешалочник и включают перемешивание. Перемешивают содержимое стакана не менее 1 минуты. Предварительно устанавливают действительную вместимость пипетки в соответствии с приложением 2 к ГОСТ 25794.1-83.

11.5.5 Погружают трубку подачи титранта, редоксметрический электрод и электрод сравнения (или комбинированный редоксметрический электрод, в зависимости от комплектации титратора) в стакан на максимально возможную глубину таким образом, чтобы они не касались стенок стакана и вращающегося магнитного мешалочника. При этом следует убедиться, что раствор полностью покрывает чувствительные элементы электродов, в том числе электролитический ключ электрода сравнения. При необходимости приливают немного дистиллированной воды, учитывая, что в стакане должно остаться не менее 10 см³ свободного объёма.

Регулируют положение трубки подачи титранта таким образом, чтобы её конец был максимально отдален от чувствительных элементов электродов для предотвращения скачков показаний электродной системы при подаче титранта.

11.5.6 Нажимают кнопку «Старт» для запуска титрования. Когда объем добавленного титранта будет находиться в интервале от 1,4 до 1,6 см³, нажимают кнопку «Стоп» для остановки титрования, устанавливают значение параметра «Доза» равным 0,03 см³, параметра «Пауза» равным 5 секунд и нажимают кнопку «Старт» для продолжения титрования. Когда объем добавленного титранта достигнет значения 2,6 см³, нажимают кнопку «Стоп» для завершения титрования. Нажимают кнопку «График», выполняют обработку кривой титрования с поиском точки перегиба волны и фиксируют значение объема титранта № 2, пошедшего на титрование до точки эквивалентности.

11.5.7 Повторяют операции по 11.5.4-11.5.6 не менее 3 раз.

11.6 Определение относительной погрешности и относительного СКО результатов измерений молярной концентрации компонентов в режиме потенциометрического осадительного титрования

11.6.1 Определение относительной погрешности и относительного СКО результатов измерений молярной концентрации компонентов в режиме потенциометрического осадительного титрования проводят при титровании раствора натрия хлористого молярной концентрации $C(\text{NaCl})$ 0,1 моль/дм³ (титруемого раствора № 3) раствором серебра азотнокислого молярной концентрации $C(\text{AgNO}_3)$ 0,1 моль/дм³ (титрантом № 3) в кислой среде с потенциометрической регистрацией точки эквивалентности. Инструкция по приготовлению титрантов и титруемых растворов приведена в приложении А.

11.6.2 В соответствии с руководством по эксплуатации подготавливают титратор к работе в режиме потенциометрического осадительного титрования с титрантом № 3. Для этого входят в раздел «Титрование полуавтоматическое» и устанавливают следующие параметры:

- метод: «Потенциометрический мВ»;
- способ: «Регистрация кривой»;
- плотность: вводят значение плотности титранта № 3;
- подача титранта: «Дискрет»;
- цикл: «Да»;
- доза: «0,2 см³»;
- пауза: «2 сек».

11.6.3 Выполняют прокачку (заполнение трубки титрантом).

11.6.4 Устанавливают лабораторный стакан вместимостью 50 см³ (ёмкость для титруемого раствора) на магнитную мешалку титратора, пипеткой вместимостью 2 см³ вносят в стакан аликвоту титруемого раствора № 3, приливают в стакан 30 см³ дистиллированной воды, пипеткой вместимостью 1,0 см³ вносят в стакан аликвоту вспомогательного раствора № 1, помещают в стакан магнитный мешалник и включают перемешивание. Перемешивают содержимое стакана не менее 1 минуты. Предварительно устанавливают действительную вместимость пипетки в соответствии с приложением 2 к ГОСТ 25794.1-83.

11.6.5 Погружают трубку подачи титранта, ионоселективный электрод и электрод сравнения (или комбинированный ионоселективный электрод, в зависимости от комплектации титратора) в стакан на максимально возможную глубину таким образом, чтобы они не касались стенок стакана и вращающегося магнитного мешалника. При этом следует убедиться, что раствор полностью покрывает чувствительные элементы электродов, в том числе электролитический ключ электрода сравнения. При необходимости приливают немного дистиллированной воды, учитывая, что в стакане должно остаться не менее 10 см³ свободного объёма.

Регулируют положение трубки подачи титранта таким образом, чтобы её конец был максимально отдален от чувствительных элементов электродов для предотвращения скачков показаний электродной системы при подаче титранта.

11.6.6 Нажимают кнопку «Старт» для запуска титрования. Когда объем добавленного титранта будет находиться в интервале от 1,4 до 1,6 см³, нажимают кнопку «Стоп» для остановки титрования, устанавливают значение параметра «Доза» равным 0,03 см³, параметра «Пауза» равным 5 секунд и нажимают кнопку «Старт» для продолжения титрования. Когда объем добавленного титранта достигнет значения 2,6 см³, нажимают кнопку «Стоп» для завершения титрования. Нажимают кнопку «График», выполняют обработку кривой титрования с поиском точки перегиба волны и фиксируют значение объема титранта № 3, пошедшего на титрование до точки эквивалентности.

11.6.7 Повторяют операции по 11.6.4-11.6.6 не менее 3 раз.

11.7 Определение относительной погрешности и относительного СКО результатов измерений молярной концентрации компонентов в режиме кондуктометрического титрования

11.7.1 Определение относительной погрешности и относительного СКО результатов измерений молярной концентрации компонентов в режиме кондуктометрического титрования проводят при титровании раствора карбоната натрия молярной концентрации $C(\text{Na}_2\text{CO}_3)$ 0,1 моль/дм³ (титруемого раствора № 1) раствором соляной кислоты молярной концентрации $C(\text{HCl})$ 0,1 моль/дм³ (титрантом № 1) с кондуктометрической регистрацией точки эквивалентности. Инструкция по приготовлению титрантов и титруемых растворов приведена в приложении А.

11.7.2 В соответствии с руководством по эксплуатации подготавливают титратор к работе в режиме кондуктометрического титрования с титрантом № 1. Для этого входят в раздел «Титрование полуавтоматическое» и устанавливают следующие параметры:

- метод: «Кондуктометрический мкСм»;
- способ: «Регистрация кривой»;
- плотность: вводят значение плотности титранта № 1;
- подача титранта: «Дискрет»;
- цикл: «Да»;
- доза: «0,2 см³»;
- пауза: «2 сек».

11.7.3 Выполняют прокачку титранта.

11.7.4 Устанавливают лабораторный стакан вместимостью 50 см³ (ёмкость для титруемого раствора) на магнитную мешалку титратора, пипеткой вместимостью 2 см³ вносят в стакан аликвоту титруемого раствора № 1, приливают в стакан 30 см³ дистиллированной воды, помещают в стакан магнитный мешалник и включают перемешивание. Перемешивают содержимое стакана не менее 1 минуты. Предварительно устанавливают действительную вместимость пипетки в соответствии с приложением 2 к ГОСТ 25794.1-83.

11.7.5 Погружают трубку подачи титранта и универсальный 2-х электродный датчик в стакан на максимально возможную глубину таким образом, чтобы они не касались стенок стакана и вращающегося магнитного мешалника. При этом следует убедиться, что раствор полностью покрывает чувствительные элементы датчика. При необходимости приливают немного дистиллированной воды, учитывая, что в стакане должно остаться не менее 10 см³ свободного объёма для титранта.

Регулируют положение трубки подачи титранта таким образом, чтобы её конец был максимально отдален от чувствительных элементов датчика для предотвращения скачков показаний при подаче титранта.

11.7.6 Нажимают кнопку «Старт» для запуска титрования. Когда объем добавленного титранта будет находиться в интервале от 3,4 до 3,6 см³, нажимают кнопку «Стоп» для остановки титрования, устанавливают значение параметра «Доза» равным 0,03 см³, параметра «Пауза» равным 5 секунд и нажимают кнопку «Старт» для продолжения титрования. Когда объем добавленного титранта достигнет значения 4,6 см³, нажимают кнопку «Стоп» для завершения титрования. Нажимают кнопку «График», выполняют обработку кривой титрования с поиском точки излома, наблюдаемого при добавлении приблизительно 4 см³ титранта и фиксируют значение объема титранта № 1, пошедшего на титрование до точки эквивалентности.

11.7.7 Повторяют операции по 11.7.4-11.7.6 не менее 3 раз.

11.8 Определение относительной погрешности и относительного СКО результатов измерений молярной концентрации компонентов в режиме амперометрического титрования

11.8.1 Определение относительной погрешности и относительного СКО результатов измерений молярной концентрации компонентов в режиме амперометрического титрования

проводят при титровании раствора соли закиси железа и аммония двойной серноокислой (соли Мора) молярной концентрации $C(FeSO_4(NH_4)_2SO_4)$ 0,1 моль/дм³ (титруемого раствора № 2) раствором калия двуххромовокислого молярной концентрации $C(1/6 K_2Cr_2O_7)$ 0,1 моль/дм³ (титрантом № 2) в кислой среде с амперометрической регистрацией точки эквивалентности. Инструкция по приготовлению титрантов и титруемых растворов приведена в приложении А.

11.8.2 В соответствии с руководством по эксплуатации подготавливают титратор к работе в режиме амперометрического титрования с титрантом № 2. Для этого входят в раздел «Титрование полуавтоматическое» и устанавливают следующие параметры:

- метод: «Биамперометрический мкА»;
- напряжение: 400 мВ;
- способ: «Регистрация кривой»;
- плотность: вводят значение плотности титранта № 2;
- подача титранта: «Дискрет»;
- цикл: «Да»;
- доза: «0,2 см³»;
- пауза: «2 сек».

11.8.3 Выполняют прокачку титранта.

11.8.4 Устанавливают лабораторный стакан вместимостью 50 см³ (ёмкость для титруемого раствора) на магнитную мешалку титратора, пипеткой вместимостью 2 см³ вносят в стакан аликвоту титруемого раствора №2, приливают в стакан 30 см³ вспомогательного раствора № 1, помещают в стакан магнитный мешалочник и включают перемешивание. Перемешивают содержимое стакана не менее 1 минуты. Предварительно устанавливают действительную вместимость пипетки в соответствии с приложением 2 к ГОСТ 25794.1-83.

11.8.5 Погружают трубку подачи титранта и универсальный 2-х электродный датчик в стакан на максимально возможную глубину таким образом, чтобы они не касались стенок стакана и вращающегося магнитного мешалочника. При этом следует убедиться, что раствор полностью покрывает чувствительные элементы датчика. При необходимости приливают немного дистиллированной воды, учитывая, что в стакане должно остаться не менее 10 см³ свободного объёма для титранта.

Регулируют положение трубки подачи титранта таким образом, чтобы её конец был максимально отдален от чувствительных элементов датчика для предотвращения скачков показаний при подаче титранта.

11.8.6 Нажимают кнопку «Старт» для запуска титрования. Когда объем добавленного титранта будет находиться в интервале от 1,4 до 1,6 см³, нажимают кнопку «Стоп» для остановки титрования, устанавливают значение параметра «Доза» равным 0,03 см³, параметра «Пауза» равным 5 секунд и нажимают кнопку «Старт» для продолжения титрования. Когда объем добавленного титранта достигнет значения 2,6 см³, нажимают кнопку «Стоп» для завершения титрования. Нажимают кнопку «График», выполняют обработку кривой титрования с поиском точки излома, наблюдаемого при добавлении приблизительно 2 см³ титранта, и фиксируют значение объема титранта № 2, пошедшего на титрование до точки эквивалентности.

11.8.7 Повторяют операции по 11.8.4-11.8.6 не менее 3 раз.

11.9 Определение относительной погрешности и относительного СКО результатов измерений молярной концентрации компонентов в режиме фотометрического титрования

11.9.1 Определение относительной погрешности и относительного СКО результатов измерений молярной концентрации компонентов в режиме фотометрического титрования проводят при титровании раствора карбоната натрия молярной концентрации $C(Na_2CO_3)$ 0,1 моль/дм³ (титруемого раствора № 1) раствором соляной кислоты молярной концентрации $C(HCl)$ 0,1 моль/дм³ (титрантом № 1) в присутствии метилового оранжевого в качестве индикатора, добавляемого в виде 0,1 % водного раствора (вспомогательного

раствора № 2), с фотометрической регистрацией точки эквивалентности. Инструкция по приготовлению титрантов, титруемых и вспомогательных растворов приведена в приложении А.

11.9.2 В соответствии с руководством по эксплуатации подготавливают титратор к работе в режиме фотометрического титрования с титрантом № 1. Для этого подключают картридж «525», входят в раздел «Титрование полуавтоматическое» и устанавливают следующие параметры:

- метод: «Фотометрический А»;
- способ: «Регистрация кривой»;
- плотность: вводят значение плотности титранта № 1;
- подача титранта: «Дискрет»;
- цикл: «Да»;
- доза: «0,2 мл»;
- пауза: «2 сек».

11.9.3 Выполняют прокачку (заполнение трубки титрантом).

11.9.4 Устанавливают лабораторный стакан вместимостью 50 см³ (ёмкость для фотометрирования титруемого раствора) в кюветное отделение фотометрической ячейки, подключенной к титратору. Вращением стакана добиваются такого его положения, чтобы нанесённые на стакан надписи были направлены к длинной стороне кюветного отделения и не находились на пути луча, как показано на рисунке 1.

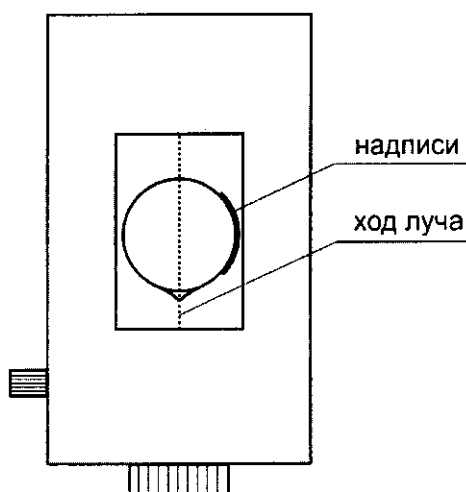


Рисунок 1 – Расположение стакана в кюветном отделении фотометрической ячейки

11.9.5 Пипеткой вместимостью 2 см³ вносят в стакан аликвоту титруемого раствора № 1, приливают в стакан 25 см³ дистиллированной воды, добавляют (1-2) капли вспомогательного раствора № 2 и помещают в стакан магнитный мешалочник. Поворотом ручки на корпусе фотометрической ячейки по часовой стрелке включают и регулируют скорость перемешивания таким образом, чтобы образующаяся в растворе воронка не опускалась до уровня луча (в противном случае показания не будут стабильными). Перемешивают содержимое стакана не менее 1 минуты. Предварительно устанавливают действительную вместимость пипетки в соответствии с приложением 2 к ГОСТ 25794.1-83.

11.9.6 Погружают трубку подачи титранта в стакан на максимально возможную глубину таким образом, чтобы она не касалась вращающегося магнитного мешалочника и не располагалась на пути луча.

11.9.7 Нажимают кнопку зануления показаний оптической плотности.

11.9.8 Нажимают кнопку «Старт» для запуска титрования. Когда объем добавленного титранта будет находиться в интервале от 3,4 до 3,6 см³, нажимают кнопку «Стоп» для остановки титрования, устанавливают значение параметра «Доза» равным 0,03 см³, параметра «Пауза» равным 5 секунд и нажимают кнопку «Старт» для продолжения титрования. Когда объем добавленного титранта достигнет значения 4,6 см³, нажимают

кнопку «Стоп» для завершения титрования. Нажимают кнопку «График», выполняют обработку кривой титрования с поиском точки излома, наблюдаемого при добавлении приблизительно 4 см³ титранта, и фиксируют значение объема титранта № 1, пошедшего на титрование до точки эквивалентности.

11.9.9 Повторяют операции по 11.9.4-11.9.8 не менее 3 раз.

12 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

12.1 Проверка соответствия абсолютной и относительной погрешности измерений объема дозируемой жидкости (абсолютной и относительной погрешности дозирования), абсолютного и относительного СКО результатов измерений объема дозируемой жидкости

12.1.1 Абсолютную погрешность измерений объема дозируемой жидкости в поддиапазоне от 0,01 до 2 см³ включ. (Δ_{vij} , см³) рассчитывают по формуле

$$\Delta_{vij} = V_{ij} - V_{номj}, \quad (2)$$

где $V_{номj}$ – заданное значение объема дозирования в j -той точке, см³;

V_{ij} – результат i -го измерения действительного объема дозы в j -той точке, см³, рассчитываемое по формуле

$$V_{ij} = Z \cdot m_{ij}, \quad (3)$$

где m_{ij} – i -тое значение массы действительного объема дозы в j -той точке, измеренное на весах, г;

Z – поправочный коэффициент по ISO 8655-6:2022, учитывающий атмосферное давление, при котором проводилась поверка, температуру жидкости, использованной для дозирования, и приведенный в таблице 9.

12.1.2 Относительную погрешность измерений объема дозируемой жидкости в поддиапазоне свыше 2 см³ до 100 см³ включ. (δ_{vij} , %) рассчитывают по формуле

$$\delta_{vij} = \frac{V_{ij} - V_{номj}}{V_{номj}} \cdot 100. \quad (4)$$

12.1.3 Абсолютное СКО результатов измерений объема дозируемой жидкости в поддиапазоне от 0,01 см³ до 2 см³ включ. (S_{vj} , см³) рассчитывают по формуле

$$S_{vj} = \sqrt{\frac{1}{n-1} \cdot \sum_{i=1}^n (V_{ij} - V_{cpj})^2}, \quad (5)$$

где n – число измерений объема дозы в j -той точке;

V_{cpj} – среднее арифметическое значений объема дозы воды в j -той точке поддиапазона, см³, рассчитанное по формуле

$$V_{cpj} = \frac{\sum_{i=1}^n V_{ij}}{n}. \quad (6)$$

12.1.4 Относительное СКО результатов измерений объема дозируемой жидкости в поддиапазоне свыше 2 см³ до 100 см³ включ. (S_{vjo} , %) рассчитывают по формуле

$$S_{vjo} = \frac{100}{V_{cpj}} \cdot \sqrt{\frac{1}{n-1} \cdot \sum_{i=1}^n (V_{ij} - V_{cpj})^2}. \quad (7)$$

12.1.5 Абсолютная погрешность измерений объема дозируемой жидкости в поддиапазоне от 0,010 до 2 см³ включ. должна находиться в интервале $\pm 0,010$ см³. Относительная погрешность измерений объема дозируемой жидкости в поддиапазоне свыше 2 до 100 см³ включ. должна находиться в интервале $\pm 0,5$ %. Абсолютное СКО результатов измерений объема дозируемой жидкости в поддиапазоне от 0,010 до 2 см³ включ. не должно превышать 0,007 см³, относительное СКО результатов измерений объема дозируемой жидкости в поддиапазоне свыше 2 до 100 см³ включ. не должно превышать 0,3 %.

12.2 Проверка соответствия абсолютной погрешности измерений ЭДС

12.2.1 Абсолютную погрешность измерений ЭДС (ΔE_{ij} , мВ) рассчитывают по формуле

$$\Delta E_{ij} = E_{\text{изм}ij} - E_{\text{уст}j}, \quad (8)$$

где $E_{\text{изм}ij}$ – результат i -го измерения j -го установленного на компараторе значения ЭДС, мВ;
 $E_{\text{уст}j}$ – j -ое установленное на компараторе значение ЭДС, мВ.

12.2.2 Абсолютная погрешность измерения ЭДС должна находиться в интервале $\pm 1,5$ мВ.

12.3 Проверка соответствия абсолютной погрешности измерений pH

12.3.1 Абсолютную погрешность измерений pH (ΔpH_{ij}) рассчитывают по формуле

$$\Delta pH_{ij} = pH_{ij} - pH_{dj}, \quad (9)$$

где pH_{ij} – результат i -го измерения pH j -го буферного раствора;

pH_{dj} – действительное значение pH j -го буферного раствора при температуре плюс 25 °C.

12.3.2 Абсолютная погрешность измерения pH должна находиться в интервале $\pm 0,05$.

12.4 Проверка соответствия относительной погрешности и относительного СКО результатов измерений молярной концентрации компонентов в режиме потенциометрического кислотно-основного титрования

12.4.1 Рассчитывают значение молярной концентрации карбоната натрия в титруемом растворе № 1 ($C(Na_2CO_3)_i$, моль/дм³) по формуле

$$C(Na_2CO_3)_i = \frac{C(HCl) \cdot V_{T1,i}}{2 \cdot V_{TP1}}, \quad (10)$$

где $C(HCl)$ – молярная концентрация соляной кислоты в титранте № 1, моль/дм³ (указана в паспорте ГСО 9654-2010);

$V_{T1,i}$ – i -ое измеренное значение объема титранта № 1, пошедшего на титрование до второй точки эквивалентности, см³;

V_{TP1} – объем титруемого раствора № 1, взятого на титрование, см³ (в данном случае $V_{TP1} = 2$ см³).

12.4.2 Рассчитывают среднее арифметическое значений молярной концентрации карбоната натрия в титруемом растворе № 1 ($C(Na_2CO_3)_{\text{ср}}$, моль/дм³) по формуле

$$C(Na_2CO_3)_{\text{ср}} = \frac{1}{n} \cdot \sum_{i=1}^n C(Na_2CO_3)_i, \quad (11)$$

где $C(\text{Na}_2\text{CO}_3)_i$ – молярная концентрация карбоната натрия в титруемом растворе № 1, рассчитанная для каждого i -го титрования по формуле (10), моль/дм³;
 n – число проведенных титрований (не менее 3).

12.4.3 Относительную погрешность измерений молярной концентрации компонентов в режиме потенциометрического кислотно-основного титрования ($\delta_{C,\text{пкоти}}$, %) рассчитывают по формуле

$$\delta_{C,\text{пкоти}} = \frac{C(\text{Na}_2\text{CO}_3)_i - C(\text{Na}_2\text{CO}_3)_д}{C(\text{Na}_2\text{CO}_3)_д} \cdot 100, \quad (12)$$

где $C(\text{Na}_2\text{CO}_3)_i$ – молярная концентрация карбоната натрия в титруемом растворе № 1, рассчитанная для каждого i -го титрования по формуле (10), моль/дм³;
 $C(\text{Na}_2\text{CO}_3)_д$ – действительная молярная концентрация карбоната натрия в титруемом растворе № 1, приготовленном в соответствии с приложением А, моль/дм³.

12.4.4 Относительное СКО результатов измерений молярной концентрации компонентов в режиме потенциометрического кислотно-основного титрования ($S_{C,\text{пкот}}$, %) рассчитывают по формуле

$$S_{C,\text{пкот}} = \frac{100}{C(\text{Na}_2\text{CO}_3)_{\text{ср}}} \cdot \sqrt{\frac{1}{n-1} \cdot \sum_{i=1}^n (C(\text{Na}_2\text{CO}_3)_i - C(\text{Na}_2\text{CO}_3)_{\text{ср}})^2}, \quad (13)$$

где $C(\text{Na}_2\text{CO}_3)_{\text{ср}}$ – среднее арифметическое значений молярной концентрации карбоната натрия в титруемом растворе № 1, рассчитанное по формуле (11), моль/дм³;
 $C(\text{Na}_2\text{CO}_3)_i$ – молярная концентрация карбоната натрия в титруемом растворе № 1, рассчитанная для каждого i -го титрования по формуле (10), моль/дм³;
 n – число проведенных титрований (не менее 3).

12.4.5 Значение относительной погрешности измерений молярной концентрации компонентов в режиме потенциометрического кислотно-основного титрования ($\delta_{C,\text{пкоти}}$) должно находиться в интервале $\pm 2,0$ % и значение относительного СКО результатов измерений молярной концентрации компонентов в режиме потенциометрического кислотно-основного титрования ($S_{C,\text{пкот}}$) не должно превышать 1,0 %.

12.5 Проверка соответствия относительной погрешности и относительного СКО результатов измерений молярной концентрации компонентов в режиме потенциометрического окислительно-восстановительного титрования

12.5.1 Рассчитывают значение молярной концентрации соли закиси железа и аммония двойной сернокислой (соли Мора) в титруемом растворе № 2 ($C(\text{FeSO}_4(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4)_i$, моль/дм³) по формуле

$$C(\text{FeSO}_4(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4)_i = \frac{C(1/6\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) \cdot V_{T2,i}}{V_{TP2}}, \quad (14)$$

где $C(1/6\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)$ – молярная концентрация калия двуххромовокислого в титранте № 2, приготовленном в соответствии с приложением А, моль/дм³;
 $V_{T2,i}$ – i -ое измеренное значение объема титранта № 2, пошедшего на титрование до точки эквивалентности, см³;

V_{TP2} – объем титруемого раствора № 2, взятого на титрование, см³ (в данном случае $V_{TP2} = 2$ см³).

12.5.2 Рассчитывают среднее арифметическое значений молярной концентрации соли закиси железа и аммония двойной сернокислой (соли Мора) в титруемом растворе № 2 ($C(FeSO_4(NH_4)_2SO_4)_{cp}$, моль/дм³) по формуле

$$C(FeSO_4(NH_4)_2SO_4)_{cp} = \frac{1}{n} \cdot \sum_{i=1}^n C(FeSO_4(NH_4)_2SO_4)_i, \quad (15)$$

где $C(FeSO_4(NH_4)_2SO_4)_i$ – молярная концентрация соли закиси железа и аммония двойной сернокислой (соли Мора) в титруемом растворе № 2, рассчитанная для каждого i -го титрования по формуле (14), моль/дм³;

n – число проведенных титрований (не менее 3).

12.5.3 Относительную погрешность измерений молярной концентрации компонентов в режиме потенциометрического окислительно-восстановительного титрования ($\delta_{C,o/vti}$, %) рассчитывают по формуле

$$\delta_{C,o/vti} = \frac{C(FeSO_4(NH_4)_2SO_4)_i - C(FeSO_4(NH_4)_2SO_4)_d}{C(FeSO_4(NH_4)_2SO_4)_d} \cdot 100, \quad (16)$$

где $C(FeSO_4(NH_4)_2SO_4)_i$ – значение молярной концентрации соли закиси железа и аммония двойной сернокислой (соли Мора) в титруемом растворе № 2, рассчитанное для каждого i -го титрования по формуле (14), моль/дм³;

$C(FeSO_4(NH_4)_2SO_4)_d$ – действительная молярная концентрация соли закиси железа и аммония двойной сернокислой (соли Мора) в титруемом растворе № 2, моль/дм³, приготовленном в соответствии с приложением А, моль/дм³.

12.5.4 Относительное СКО результатов измерений молярной концентрации компонентов в режиме потенциометрического окислительно-восстановительного титрования ($S_{C,o/vt}$, %) рассчитывают по формуле

$$S_{C,o/vt} = \frac{100}{C(FeSO_4(NH_4)_2SO_4)_{cp}} \cdot \sqrt{\frac{1}{n-1} \cdot \sum_{i=1}^n (C(FeSO_4(NH_4)_2SO_4)_i - C(FeSO_4(NH_4)_2SO_4)_{cp})^2}, \quad (17)$$

где $C(FeSO_4(NH_4)_2SO_4)_{cp}$ – среднее арифметическое значений молярной концентрации соли закиси железа и аммония двойной сернокислой (соли Мора) в титруемом растворе № 2, рассчитанное по формуле (15), моль/дм³;

$C(FeSO_4(NH_4)_2SO_4)_i$ – молярная концентрация соли закиси железа и аммония двойной сернокислой (соли Мора) в титруемом растворе № 2, рассчитанная для каждого i -го титрования по формуле (14), моль/дм³;

n – число проведенных титрований (не менее 3).

12.5.5 Значение относительной погрешности измерений молярной концентрации компонентов в режиме потенциометрического окислительно-восстановительного титрования ($\delta_{C,o/vti}$) должно находиться в интервале $\pm 2,0$ % и значение относительного СКО результатов измерений молярной концентрации компонентов в режиме потенциометрического кислотно-основного титрования ($S_{C,o/vt}$) не должно превышать 1,0 %.

12.5.6 Если условия по 12.5.5 не выполняются, в соответствии с ГОСТ 25794.2-83 проверяют молярную концентрацию соли закиси железа и аммония двойной сернокислой (соли Мора) в титруемом растворе № 2, приготовленном в соответствии с приложением А,

определяют коэффициент поправки, повторяют измерения по 11.5 и расчеты по 12.5.1-12.5.4, подставляя в формулу (16) уточненное значение действительной молярной концентрации соли закиси железа и аммония двойной сернокислой (соли Мора) в титруемом растворе № 2.

12.6 Проверка соответствия относительной погрешности и относительного СКО результатов измерений молярной концентрации компонентов в режиме потенциометрического осадительного титрования

12.6.1 Рассчитывают значение молярной концентрации натрия хлористого в титруемом растворе № 3 ($C(NaCl)_i$, моль/дм³) по формуле

$$C(NaCl)_i = \frac{C(AgNO_3) \cdot V_{T3,i}}{V_{TP3}}, \quad (18)$$

где $C(AgNO_3)$ – молярная концентрация серебра азотнокислого в титранте № 3, моль/дм³ (равна номинальной концентрации серебра азотнокислого, указанной в паспорте стандарт-титра;

$V_{T3,i}$ – i -ое измеренное значение объема титранта № 3, пошедшего на титрование до точки эквивалентности, см³;

V_{TP3} – объем титруемого раствора № 3, взятого на титрование, см³ (в данном случае $V_{TP3} = 2$ см³).

12.6.2 Рассчитывают среднее арифметическое значений молярной концентрации натрия хлористого в титруемом растворе № 3 ($C(NaCl)_{cp}$, моль/дм³) по формуле

$$C(NaCl)_{cp} = \frac{1}{n} \cdot \sum_{i=1}^n C(NaCl)_i, \quad (19)$$

где $C(NaCl)_i$ – молярная концентрация натрия хлористого в титруемом растворе № 3, рассчитанная для каждого i -го титрования по формуле (18), моль/дм³;

n – число проведенных титрований (не менее 3).

12.6.3 Относительную погрешность измерений молярной концентрации компонентов в режиме потенциометрического осадительного титрования ($\delta_{C,пот i}$, %) рассчитывают по формуле

$$\delta_{C,пот i} = \frac{C(NaCl)_i - C(NaCl)_д}{C(NaCl)_д} \cdot 100, \quad (20)$$

где $C(NaCl)_i$ – молярная концентрация натрия хлористого в титруемом растворе № 3, рассчитанная для каждого i -го титрования по формуле (18), моль/дм³;

$C(NaCl)_д$ – действительная молярная концентрация натрия хлористого в титруемом растворе № 3, приготовленном в соответствии с приложением А, моль/дм³.

12.6.4 Относительное СКО измерений молярной концентрации компонентов в режиме потенциометрического осадительного титрования ($S_{C,пот}$, %) рассчитывают по формуле

$$S_{C,пот} = \frac{100}{C(NaCl)_{cp}} \cdot \sqrt{\frac{1}{n-1} \cdot \sum_{i=1}^n (C(NaCl)_i - C(NaCl)_{cp})^2}, \quad (21)$$

где $C(NaCl)_{cp}$ – среднее арифметическое значений молярной концентрации натрия хлористого в титруемом растворе № 3, рассчитанное по формуле (19), моль/дм³;

$C(NaCl)_i$ – молярная концентрация натрия хлористого в титруемом растворе № 3, рассчитанная для каждого i -го титрования по формуле (18), моль/дм³;

n – число проведенных титрований (не менее 3).

12.6.5 Значение относительной погрешности измерений молярной концентрации компонентов в режиме потенциометрического осадительного титрования ($\delta_{C, \text{пот}i}$) должно находиться в интервале $\pm 2,0$ % и значение относительного СКО результатов измерений молярной концентрации компонентов в режиме потенциометрического осадительного титрования ($S_{C, \text{пот}}$) не должно превышать 1,0 %.

12.6.6 Если условия по 12.6.5 не выполняются, проводят определение поправочного коэффициента для титранта № 3 в режиме потенциометрического осадительного титрования в соответствии с приложением А руководства по эксплуатации титратора и повторяют измерения по 11.6 и расчеты по 12.6.1 - 12.6.4, подставляя в формулу (18) молярную концентрацию серебра азотнокислого в титранте № 3, моль/дм³, равную номинальной концентрации, указанной в паспорте стандарт-титра, умноженной на найденный поправочный коэффициент.

12.7 Проверка соответствия относительной погрешности и относительного СКО результатов измерений молярной концентрации компонентов в режиме кондуктометрического титрования

12.7.1 Рассчитывают значение молярной концентрации карбоната натрия в титруемом растворе № 1 ($C(\text{Na}_2\text{CO}_3)_i$, моль/дм³) по формуле (10).

12.7.2 Рассчитывают среднее арифметическое значений молярной концентрации карбоната натрия в титруемом растворе № 1 ($C(\text{Na}_2\text{CO}_3)_{\text{ср}}$, моль/дм³) по формуле (11).

12.7.3 Относительную погрешность измерений молярной концентрации компонентов в режиме кондуктометрического титрования ($\delta_{C, \text{кт}i}$, %) рассчитывают по формуле

$$\delta_{C, \text{кт}i} = \frac{C(\text{Na}_2\text{CO}_3)_i - C(\text{Na}_2\text{CO}_3)_\text{д}}{C(\text{Na}_2\text{CO}_3)_\text{д}} \cdot 100, \quad (22)$$

где $C(\text{Na}_2\text{CO}_3)_i$ – молярная концентрация карбоната натрия в титруемом растворе № 1, рассчитанная для каждого i -го титрования по формуле (10), моль/дм³;

$C(\text{Na}_2\text{CO}_3)_\text{д}$ – действительная молярная концентрация карбоната натрия в титруемом растворе № 1, приготовленном в соответствии с приложением А, моль/дм³.

12.7.4 Относительное СКО результатов измерений молярной концентрации компонентов в режиме кондуктометрического титрования ($S_{C, \text{кт}}$, %) рассчитывают по формуле

$$S_{C, \text{кт}} = \frac{100}{C(\text{Na}_2\text{CO}_3)_{\text{ср}}} \cdot \sqrt{\frac{1}{n-1} \cdot \sum_{i=1}^n (C(\text{Na}_2\text{CO}_3)_i - C(\text{Na}_2\text{CO}_3)_{\text{ср}})^2}, \quad (23)$$

где $C(\text{Na}_2\text{CO}_3)_{\text{ср}}$ – среднее арифметическое значений молярной концентрации карбоната натрия в титруемом растворе № 1, рассчитанное по формуле (11), моль/дм³;

$C(\text{Na}_2\text{CO}_3)_i$ – молярная концентрация карбоната натрия в титруемом растворе № 1, рассчитанная для каждого i -го титрования по формуле (10), моль/дм³;

n – число проведенных титрований (не менее 3).

12.7.5 Значение относительной погрешности измерений молярной концентрации компонентов в режиме кондуктометрического титрования ($\delta_{C, \text{кт}i}$) должно находиться в интервале $\pm 3,0$ % и значение относительного СКО результатов измерений молярной концентрации компонентов в режиме кондуктометрического титрования ($S_{C, \text{кт}}$) не должно превышать 1,5 %.

12.8 Проверка соответствия относительной погрешности и относительного СКО результатов измерений молярной концентрации компонентов в режиме амперометрического титрования

12.8.1 Рассчитывают значение молярной концентрации соли закиси железа и аммония двойной сернокислой (соли Мора) в титруемом растворе № 2 ($C(\text{FeSO}_4(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4)_i$, моль/дм³) по формуле (14).

12.8.2 Рассчитывают среднее арифметическое значений молярной концентрации соли закиси железа и аммония двойной сернокислой (соли Мора) в титруемом растворе № 2 ($C(FeSO_4(NH_4)_2SO_4)_{cp}$, моль/дм³) по формуле (15).

12.8.3 Относительную погрешность измерений молярной концентрации компонентов в режиме амперометрического титрования ($\delta_{C,ати}$, %) рассчитывают по формуле

$$\delta_{C,ати} = \frac{C(FeSO_4(NH_4)_2SO_4)_i - C(FeSO_4(NH_4)_2SO_4)_д}{C(FeSO_4(NH_4)_2SO_4)_д} \cdot 100, \quad (24)$$

где $C(FeSO_4(NH_4)_2SO_4)_i$ – значение молярной концентрации соли закиси железа и аммония двойной сернокислой (соли Мора) в титруемом растворе № 2, рассчитанное для каждого i -го титрования по формуле (14), моль/дм³;

$C(FeSO_4(NH_4)_2SO_4)_д$ – действительная молярная концентрация соли закиси железа и аммония двойной сернокислой (соли Мора) в титруемом растворе № 2, моль/дм³, приготовленном в соответствии с приложением А, моль/дм³.

12.8.4 Относительное СКО результатов измерений молярной концентрации компонентов в режиме амперометрического титрования ($S_{C,ат}$, %) рассчитывают по формуле

$$S_{C,ат} = \frac{100}{C(FeSO_4(NH_4)_2SO_4)_{cp}} \cdot \sqrt{\frac{1}{n-1} \cdot \sum_{i=1}^n (C(FeSO_4(NH_4)_2SO_4)_i - C(FeSO_4(NH_4)_2SO_4)_{cp})^2}, \quad (25)$$

где $C(FeSO_4(NH_4)_2SO_4)_{cp}$ – среднее арифметическое значений молярной концентрации соли закиси железа и аммония двойной сернокислой (соли Мора) в титруемом растворе № 2, рассчитанное по формуле (15), моль/дм³;

$C(FeSO_4(NH_4)_2SO_4)_i$ – молярная концентрация соли закиси железа и аммония двойной сернокислой (соли Мора) в титруемом растворе № 2, рассчитанная для каждого i -го титрования по формуле (14), моль/дм³;

n – число проведенных титрований (не менее 3).

12.8.5 Значение относительной погрешности измерений молярной концентрации компонентов в режиме амперометрического титрования ($\delta_{C,ати}$) должно находиться в интервале $\pm 3,0$ % и значение относительного СКО результатов измерений молярной концентрации компонентов в режиме амперометрического титрования ($S_{C,ат}$) не должно превышать 1,5 %.

12.8.6 Если условия по 12.8.5 не выполняются, в соответствии с ГОСТ 25794.2-83 проверяют молярную концентрацию соли закиси железа и аммония двойной сернокислой (соли Мора) в титруемом растворе № 2, приготовленном в соответствии с приложением А, определяют коэффициент поправки, повторяют измерения по 11.8 и расчеты по 12.8.1-12.8.4, подставляя в формулу (24) уточненное значение действительной молярной концентрации соли закиси железа и аммония двойной сернокислой (соли Мора) в титруемом растворе № 2.

12.9 Проверка соответствия относительной погрешности и относительного СКО результатов измерений молярной концентрации компонентов в режиме фотометрического титрования

12.9.1 Рассчитывают значение молярной концентрации карбоната натрия в титруемом растворе № 1 ($C(Na_2CO_3)_i$, моль/дм³) по формуле (10).

12.9.2 Рассчитывают среднее арифметическое значений молярной концентрации карбоната натрия в титруемом растворе № 1 ($C(Na_2CO_3)_{cp}$, моль/дм³) по формуле (11).

12.9.3 Относительную погрешность измерений молярной концентрации компонентов в режиме фотометрического титрования ($\delta_{C,фт}$, %) рассчитывают по формуле

$$\delta_{C, \text{фти}} = \frac{C(\text{Na}_2\text{CO}_3)_i - C(\text{Na}_2\text{CO}_3)_д}{C(\text{Na}_2\text{CO}_3)_д} \cdot 100, \quad (26)$$

где $C(\text{Na}_2\text{CO}_3)_i$ – молярная концентрация карбоната натрия в титруемом растворе № 1, рассчитанная для каждого i -го титрования по формуле (10), моль/дм³;

$C(\text{Na}_2\text{CO}_3)_д$ – действительная молярная концентрация карбоната натрия в титруемом растворе № 1, приготовленном в соответствии с приложением А, моль/дм³.

12.9.4 Относительное СКО результатов измерений молярной концентрации компонентов в режиме фотометрического титрования ($S_{C, \text{фт}}$, %) рассчитывают по формуле

$$S_{C, \text{фт}} = \frac{100}{C(\text{Na}_2\text{CO}_3)_{\text{ср}}} \cdot \sqrt{\frac{1}{n-1} \cdot \sum_{i=1}^n (C(\text{Na}_2\text{CO}_3)_i - C(\text{Na}_2\text{CO}_3)_{\text{ср}})^2}, \quad (27)$$

где $C(\text{Na}_2\text{CO}_3)_{\text{ср}}$ – среднее арифметическое значений молярной концентрации карбоната натрия в титруемом растворе № 1, рассчитанное по формуле (11), моль/дм³;

$C(\text{Na}_2\text{CO}_3)_i$ – молярная концентрация карбоната натрия в титруемом растворе № 1, рассчитанная для каждого i -го титрования по формуле (10), моль/дм³;

n – число проведенных титрований (не менее 3).

12.9.5 Значение относительной погрешности измерений молярной концентрации компонентов в режиме фотометрического титрования ($\delta_{C, \text{фти}}$) должно находиться в интервале $\pm 2,0$ % и значение относительного СКО результатов измерений молярной концентрации компонентов в режиме фотометрического титрования ($S_{C, \text{фт}}$) не должно превышать 1,0 %.

13 Оформление результатов поверки

13.1 Результаты поверки оформляются протоколом в произвольной форме.

13.2 При положительных результатах поверки СИ признают пригодным к применению.

13.3 Нанесение знака поверки на СИ не предусмотрено.

13.4 При отрицательных результатах поверки СИ признают непригодным к применению.

13.5 По заявлению владельца средства измерений или лица, представившего средство измерений на поверку при положительных результатах поверки оформляется свидетельство о поверке, при отрицательных – извещение о непригодности.

13.6 Сведения о результатах поверки передают в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в соответствии с установленным порядком. В сведениях о результатах поверки указывают измерительные каналы, с которыми проводилась поверка.

Зав. лабораторией УНИИМ - филиала
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»



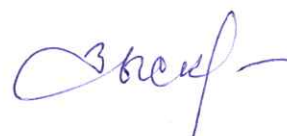
А.В. Собина

Зам. зав. лабораторией УНИИМ - филиала
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»



М.Ф. Кузнецова

Ст. науч. сотр. лаборатории УНИИМ – филиала
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»



В.М. Зыскин

ПРИЛОЖЕНИЕ А

(обязательное)

Инструкция по приготовлению титрантов, титруемых и вспомогательных растворов

А.1 Приготовление титрантов

А.1.1 Титрант № 1

В качестве титранта № 1 используют ГСО 9654-2010: раствор соляной кислоты молярной концентрации $C(HCl) = 0,1$ моль/дм³.

А.1.2 Титрант № 2

В качестве титранта № 2

используют раствор калия двуххромовокислого молярной концентрации $C(1/6 K_2Cr_2O_7) = 0,1$ моль/дм³, приготовленный из ГСО 2215-81. Навеску ГСО 2215-81 массой $m_{K_2Cr_2O_7}$ количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, растворяют в дистиллированной воде, доводят объем до метки дистиллированной водой и перемешивают. Массу навески ГСО 2215-81 рассчитывают по формуле

$$m_{K_2Cr_2O_7} = \frac{4,9032 \cdot 100}{A_{K_2Cr_2O_7}}, \quad (A.1)$$

где $A_{K_2Cr_2O_7}$ - аттестованное значение ГСО 2215-81, указанное в паспорте, %.

А.1.3 Титрант № 3

В качестве титранта № 3 используют раствор серебра азотнокислого молярной концентрации $C(AgNO_3) = 0,1$ моль/дм³, приготовленный из стандарт-титра 0,1 Н серебра азотнокислого в соответствии с прилагаемой к нему инструкцией.

А.2 Приготовление титруемых растворов

А.2.1 Титруемый раствор № 1

В качестве титруемого раствора № 1 используют раствор карбоната натрия молярной концентрации $C(Na_2CO_3) = 0,1$ моль/дм³, приготовленный из ГСО 10450-2014. Навеску ГСО 10450-2014 массой $m_{Na_2CO_3}$ количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, растворяют в дистиллированной воде, доводят объем до метки дистиллированной водой и перемешивают. Массу навески ГСО 10450-2014 рассчитывают по формуле

$$m_{Na_2CO_3} = \frac{10,599 \cdot 100}{A_{Na_2CO_3}}, \quad (A.2)$$

где $A_{Na_2CO_3}$ - аттестованное значение ГСО 10450-2014, указанное в паспорте, %.

А.2.2 Титруемый раствор № 2

В качестве титруемого раствора № 2 используют раствор соли закиси железа и аммония двойной сернокислой (соли Мора) молярной концентрации $C(FeSO_4(NH_4)_2SO_4) = 0,1$ моль/дм³, приготовленный из стандарт-титра 0,1 Н соли закиси железа и аммония двойной сернокислой (соли Мора) в соответствии с прилагаемой к нему инструкцией, с растворением содержимого стандарт-титра в мерной колбе в растворе серной кислоты молярной концентрации $C(1/2H_2SO_4) = 1$ моль/дм³ (во вспомогательном растворе № 1) и с доведением данным раствором до метки. Раствор перемешивают.

А.2.3 Титруемый раствор № 3

В качестве титруемого раствора № 3 используют раствор натрия хлористого молярной концентрации $C(NaCl) = 0,1$ моль/дм³, приготовленный из ГСО 4391-88. Навеску ГСО 4391-88 массой m_{NaCl} количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, растворяют в дистиллированной воде, доводят объем до метки дистиллированной водой и перемешивают. Массу навески ГСО 4391-88 рассчитывают по формуле

$$m_{NaCl} = \frac{5,8443 \cdot 100}{A_{NaCl}}, \quad (A.3)$$

где A_{NaCl} - аттестованное значение ГСО 4391-88, указанное в паспорте, %.

А.3 Приготовление вспомогательных растворов

А.3.1 Вспомогательный раствор № 1: раствор серной кислоты молярной концентрации $C(1/2H_2SO_4) = 1$ моль/дм³ готовят разбавлением концентрированной серной кислоты: к 600 см³ дистиллированной воды прибавляют 28 см³ концентрированной серной кислоты плотностью 1,835 г/см³, охлаждают до комнатной температуры, разбавляют дистиллированной водой до 1 дм³ и перемешивают.

А.3.2 Вспомогательный раствор № 2: раствор метилового оранжевого с массовой долей 0,1 % готовят в соответствии с ГОСТ 4919.1-2016.

ПРИЛОЖЕНИЕ Б

(обязательное)

Инструкция по определению значений плотности титрантов

- Б.1 Взвешивают чистую мерную колбу вместимостью 500 см^3 с погрешностью $\pm 0,001\text{ г}$.
- Б.2 Вносят в колбу 500 см^3 титранта и взвешивают колбу вместе с титрантом с погрешностью $\pm 0,001\text{ г}$.
- Б.3 Вычисляют значение массы титранта в колбе в граммах путем вычитания массы пустой колбы из массы колбы с титрантом.
- Б.4 Вычисляют значение плотности титранта (в г/см^3) путем деления массы титранта (в граммах) в колбе на объём титранта в колбе (500 см^3).

ПРИЛОЖЕНИЕ В (обязательное)

Схемы установок для выполнения поверки

В.1 Установка для определения абсолютной погрешности измерений ЭДС

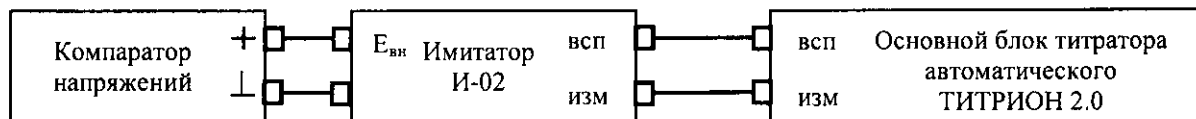
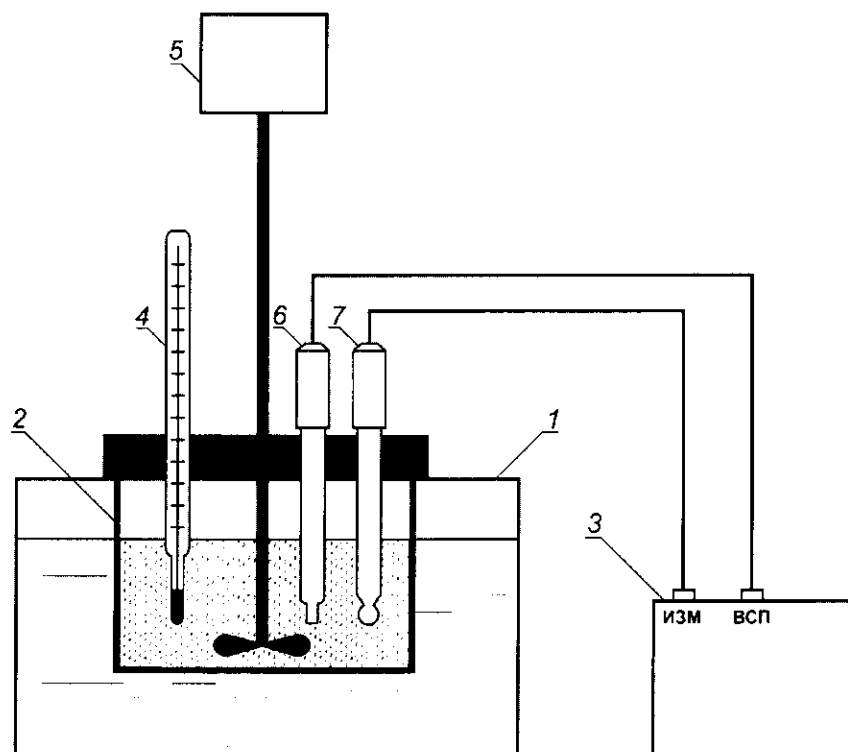


Рисунок В.1 – Схема установки для определения абсолютной погрешности измерений ЭДС

Примечание – Если в компараторе напряжений не предусмотрена возможность аппаратного изменения полярности, то для установки отрицательных значений $E_{уст}$ меняют полярность подключения титратора к имитатору И-02.

В.2 Установка для определения абсолютной погрешности измерений pH



- 1 – водяной термостат;
- 2 – стакан с анализируемой жидкостью;
- 3 – основной блок титратора автоматического ТИТРИОН 2.0;
- 4 – термометр ртутный;
- 5 – мешалка пропеллерная;
- 6 – вспомогательный электрод (электрод сравнения) из комплекта титратора;
- 7 – измерительный электрод (стеклянный pH-электрод) из комплекта титратора.

Рисунок В.2 – Схема установки для определения абсолютной погрешности измерений pH

Примечания

1 Вместо измерительного и вспомогательного электродов может использоваться комбинированный электрод, который подключается к комбинированному разъёму «ИЗМ».

2 Вместо пропеллерной мешалки может использоваться магнитная мешалка. В этом случае измерения удобнее проводить в термостатируемой проточной ячейке, которую соединяют с внешним контуром термостата и устанавливают на магнитной мешалке.