

Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии
ФГУП «ВНИИМ 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



" 03 2026 г.

«ГСИ. Анализаторы комбинированные универсальные
MT Measurement ASC.
Методика поверки»

МП 13-241-2026

Екатеринбург

2026

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 Голынец О.С., Никонова Н.А.

3 СОГЛАСОВАНА директором УНИИМ - филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» в марте 2026 г.

Содержание

1	Общие положения	4
2	Нормативные ссылки	5
3	Перечень операций поверки	7
4	Требования к условиям проведения поверки	7
5	Требования к специалистам, осуществляющим поверку	7
6	Метрологические и технические требования к средствам поверки	8
7	Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки.....	9
8	Внешний осмотр средства измерений	10
9	Подготовка к поверке и опробование средства измерений.....	10
10	Определение метрологических характеристик средства измерений	10
11	Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям.....	12
12	Оформление результатов поверки.....	14
	ПРИЛОЖЕНИЕ А	15

Государственная система обеспечения единства измерений. Анализаторы комбинированные универсальные MT Measurement ASC. Методика поверки	МП 13-241-2026
--	----------------

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы комбинированные универсальные MT Measurement ASC (далее – анализаторы) и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок. Поверка анализаторов должна осуществляться в соответствии с требованиями настоящей методики поверки.

1.2 При проведении поверки должна обеспечиваться прослеживаемость анализаторов к:

ГЭТ 54-2019 «Государственный первичный эталон показателя pH активности ионов водорода в водных растворах» согласно государственной поверочной схемы, утвержденной приказом Росстандарта от 09.02.2022 г. № 324;

ГЭТ 132-2026 «Государственный первичный эталон единицы удельной электрической проводимости жидкостей» согласно государственной поверочной схемы, утвержденной приказом Росстандарта от 02.02.2026 г. № 166;

ГЭТ 34-2020 «Государственный первичный эталон единицы температуры в диапазоне от 0 до 3200 °C» согласно государственной поверочной схемы, утвержденной приказом Росстандарта от 29.01.2026 г. № 147.

1.3 Передача единицы осуществляется методом прямых измерений при проведении измерений pH, окислительно-восстановительного потенциала (ОВП), удельной электрической проводимости (УЭП) в стандартных образцах утвержденного типа и методом непосредственного сличения при проведении измерений УЭП и температуры.

1.4 Настоящая методика поверки применяется для поверки анализаторов, используемых в качестве рабочих средств измерений. В результате поверки должны быть подтверждены метрологические требования, приведенные в таблице 1.

Таблица 1 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение
Диапазон измерений pH, для датчиков pH MT Measurement	от 1 до 14
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений pH, для датчиков pH MT Measurement	$\pm 0,05$
Диапазон измерений ОВП, мВ, для датчиков ОВП MT Measurement	от -154 до 1300
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений ОВП, мВ, для датчиков ОВП MT Measurement	± 10
Диапазон измерений удельной электрической проводимости для 2-электродных датчиков УЭП MT Measurement, См/м, со значениями постоянной ячейки k: $k=0,01 \text{ см}^{-1}$ $k=0,1 \text{ см}^{-1}$ $k=1,0 \text{ см}^{-1}$ (датчики с концентрической ячейкой) $k=1,0 \text{ см}^{-1}$ $k=10 \text{ см}^{-1}$	от $0,055 \cdot 10^{-4}$ до 0,002 от $0,55 \cdot 10^{-4}$ до 0,02 от $0,55 \cdot 10^{-4}$ до 0,2 от 0,55 до 2 от $0,5 \cdot 10^{-4}$ до 20
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений удельной электрической проводимости для 2-электродных датчиков УЭП MT Measurement, %	± 5
Диапазон измерений удельной электрической проводимости, См/м, для индуктивных датчиков УЭП MT Measurement	от 0,5 до 20 от 0,5 до 50 от 0,5 до 100
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений удельной электрической проводимости для индуктивных датчиков УЭП MT Measurement, %	± 5
Диапазон измерений температуры, °C	от 0 до +100
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений температуры, °C	$\pm 0,5$

2 Нормативные ссылки

2.1 В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

Приказ Минпромторга России от 31.07.2020 г. № 2510 «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требований к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке»

Приказ Минпромторга России от 28.08.2020 г. № 2906 «Об утверждении порядка создания и ведения Федерального информационного фонда по обеспечению единства измерений, передачи сведений в него и внесения изменений в данные сведения, предоставления содержащихся в нем документов и сведений»

Приказ Минтруда России от 15.12.2020 г. № 903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок»

Приказ Росстандарта от 09.02.2022 г. № 324 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений показателя pH активности ионов водорода в водных растворах»

Приказ Росстандарта от 29.01.2026 г. № 147 «Об утверждении Государственного первичного эталона единицы температуры – кельвина в диапазоне от 0,3 до 273,16 К и Государственной поверочной схемы для средств измерений температуры»

Приказ Росстандарта от 02.02.2026 г. № 166 «Об утверждении Государственного первичного эталона единицы удельной электрической проводимости жидкостей и Государственной поверочной схемы для средств измерений удельной электрической проводимости жидкостей»

ГОСТ 12.2.007.0–75 Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности

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

ГОСТ 8.450-81 ГСИ. Шкала окислительных потенциалов водных растворов

ГОСТ Р 58144-2018 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ OIML R 76-1-2011 ГСИ. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

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

ГОСТ 4204-77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4234-77 Реактивы. Калий хлористый. Технические условия

ГОСТ 9805-84 с изм. №1 Спирт изопропиловый. Технические условия

ГОСТ 25336-82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

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

ГОСТ 29227-91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ТУ 2632-015-11291058-95 Изопропиловый спирт

3 Перечень операций поверки

3.1 При поверке должны быть выполнены операции, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Операции поверки

Наименование операции	Обязательность проведения операций 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	да	да	9
Определение метрологических характеристик:			
- определение абсолютной погрешности измерений pH;	да	да	10.1
- определение абсолютной погрешности измерений ОВП;	да	да	10.2
- определение относительной погрешности измерений УЭП;	да	да	10.3
- определение абсолютной погрешности измерений температуры;	да	да	10.4
- проверка диапазонов измерений.	да	да	10.5
Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	да	да	11

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций поверка прекращается, анализатор бракуется.

3.3 Первичная поверка проводится в соответствии с комплектацией анализатора датчиками, указанными в паспорте. На основании письменного заявления владельца анализатора или лица, представившего анализатор на поверку, оформленного в произвольной форме, допускается проведение периодической поверки для меньшего числа измеряемых величин (поверка в сокращенном объеме) с указанием в сведениях о поверке информации об объеме проведенной поверки.

4 Требования к условиям проведения поверки

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °C от +15 до +25;
- относительная влажность воздуха, %, не более 80.

5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

К проведению работ по поверке анализатора допускаются лица, прошедшие специальное обучение в качестве поверителя, инструктаж и обученные работе с анализатором.

6 Метрологические и технические требования к средствам поверки

6.1 При проведении поверки применяют средства поверки, приведенные в таблице 3.

Таблица 3 – Средства поверки

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
Раздел 9 Подготовка к поверке и опробование	Диапазоны измерений температуры и относительной влажности не менее требуемых по п.4. Допускаемая абсолютная погрешность измерений температуры $\pm 2^\circ\text{C}$, относительной влажности $\pm 5,0\%$.	Гигрометр Rotronic HygroPalm, рег. № 26379-04
Раздел 10 Определение метрологических характеристик средства измерений	Рабочий эталон 2-го разряда по Государственной поверочной схеме, утвержденной Приказом Росстандарта от 02.02.2026 г. № 166 – кондуктометр лабораторный, диапазон измерений УЭП от $1 \cdot 10^{-4}$ до 100 См/м, с пределами допускаемой относительной погрешности $\pm 0,25\%$	Установка кондуктометрическая поверочная КПУ-1-0,15Р, рег. № 31468-06
	Рабочий эталон 2-го разряда по Государственной поверочной схеме, утвержденной Приказом Росстандарта от 09.02.2022 г. № 324 – буферные растворы по ГОСТ 8.135, пределы допускаемой абсолютной погрешности воспроизведения pH $\pm 0,02$	Стандарт-титры для приготовления буферных растворов - рабочих эталонов pH 1-го и 2-го разрядов СТ-pH, рег. № 45142-10
	Буферные растворы 2-го разряда по ГОСТ 8.450, абсолютная погрешность воспроизведения ОВП ± 3 мВ	Стандарт-титры СТ-ОВП-01, рег. № 61364-15
	Рабочий эталон 3-го разряда по Государственной поверочной схеме, утвержденной Приказом Росстандарта от 29.01.2026 года № 147 (часть 2) – термометр сопротивления, диапазон измерений температуры от 0 до $+100^\circ\text{C}$, с пределами допускаемой абсолютной погрешности $\pm 0,1^\circ\text{C}$	Термометр сопротивления платиновый эталонный 3 разряда малогабаритный ТСП-ОМ, рег. № 46372-11
	Диапазон измерений температуры от 0°C до 100°C , абсолютная погрешность $\pm 0,1^\circ\text{C}$	Измеритель температуры двухканальный прецизионный МИТ 2.05, рег. № 29933-05
	Весы неавтоматического действия, I (специального) класса точности по ГОСТ OIML R 76-1 с абсолютной погрешностью $\pm 0,5$ мг	Весы неавтоматического действия MCA225S-2ORU-I, рег. № 79348-20
	Интервал допускаемых аттестованных значений удельной электрической	СО удельной электрической

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
	проводимости от 10,6 до 11,8 См/м, границы допускаемых значений относительной погрешности $\pm 0,25\%$ ($P=0,95$)	проводимости водных сред (УЭП-1) ГСО 7374-97
	Интервал допускаемых аттестованных значений удельной электрической проводимости от 1,23 до 1,32 См/м, границы допускаемых значений относительной погрешности $\pm 0,25\%$ ($P=0,95$)	СО удельной электрической проводимости водных сред (УЭП-2) ГСО 7375-97
	Интервал допускаемых аттестованных значений удельной электрической проводимости от 0,134 до 0,148 См/м, границы допускаемых значений относительной погрешности $\pm 0,25\%$ ($P=0,95$)	СО удельной электрической проводимости водных сред (УЭП-3) ГСО 7376-97
	Интервал допускаемых аттестованных значений удельной электрической проводимости от 0,028 до 0,030 См/м, границы допускаемых значений относительной погрешности $\pm 0,25\%$ ($P=0,95$)	СО удельной электрической проводимости водных сред (УЭП-4) ГСО 7377-97
	Интервал допускаемых аттестованных значений массовой доли калия хлористого от 99,500 до 100,000 %, границы допускаемых значений абсолютной расширенной неопределенности $\pm 0,030\%$ ($k=2$)	СО состава калия хлористого ГСО 9969-2011
	Диапазон регулирования температуры от 0 до +100 °С, допускаемая погрешность установления температуры контролируемой среды $\pm 0,1$ °С	Термостат водяной F25-МА
	Вспомогательные средства поверки: посуда мерная 2 класса точности по ГОСТ 1770; пипетки II класса точности по ГОСТ 29169, ГОСТ 29227; вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144; кислота серная х.ч. по ГОСТ 4204; хлористый калий, х.ч. по ГОСТ 4234; спирт изопропиловый абсолютный по ГОСТ 9805-84 с изм. №1 или «х.ч» по ТУ 2632-015-11291058-95.	

6.2 Эталоны, применяемые при поверке, должны быть поверены (аттестованы), средства измерений должны быть поверены, стандартные образцы должны иметь действующий паспорт.

6.3 Допускается применение аналогичных средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемого анализатора с требуемой точностью.

7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

7.1 При проведении поверки должны быть соблюдены «Правила по охране труда при эксплуатации электроустановок», утвержденные Приказом Минтруда России № 903н от 15 декабря 2020 г., требования ГОСТ 12.2.007.0.

8 Внешний осмотр средства измерений

8.1 При внешнем осмотре установить:

- соответствие внешнего вида анализатора сведениям, приведенным в описании типа;
- отсутствие видимых повреждений анализатора;
- соответствие комплектности, указанной в эксплуатационной документации (далее – ЭД);
- четкость обозначений и маркировки.

8.2 В случае, если при внешнем осмотре анализатора выявлены повреждения или дефекты, способные оказать влияние на безопасность проведения поверки или результаты поверки, то поверка может быть продолжена только после устранения этих повреждений или дефектов.

9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

9.1 Подготовка к проведению поверки

9.1.1 Провести контроль условий поверки с помощью гигрометра в соответствии с таблицей 3.

9.1.2 Перед проведением поверки анализатор следует выдержать не менее 4 часов в условиях, соответствующих условиям поверки, и подготовить к работе в соответствии с руководством по эксплуатации (далее – РЭ).

9.1.3 Подготовить стандартные образцы утвержденных типов (далее – ГСО), а также стандарт-титры буферных растворов, предусмотренные в качестве средств поверки, в соответствии с инструкциями по применению.

9.2 Опробование

9.2.1 Включить анализатор и запустить пробную процедуру измерения дистиллированной воды или рабочего водного раствора. Убедиться, что анализатор функционирует и результаты измерения выводятся на дисплей анализатора.

10 Определение метрологических характеристик средства измерений

10.1 Определение абсолютной погрешности измерений pH

10.1.1 Определение абсолютной погрешности измерений pH провести с использованием буферных растворов – рабочих эталонов pH, указанных в таблице 3. Провести измерения pH буферных растворов – рабочих эталонов pH, воспроизводящих значения pH=4,01, pH=6,86 и pH=9,18 (допускается также использовать вместо буферных растворов pH=6,86 и pH=9,18 буферные растворы pH=7,00 и pH=10,00) при температуре растворов $(25 \pm 0,2)^\circ\text{C}$.

10.1.2 Провести не менее трех измерений pH в каждом буферном растворе.

10.2 Определение абсолютной погрешности измерений ОВП

10.2.1 Определение абсолютной погрешности измерений ОВП провести с использованием буферных растворов, указанных в таблице 3. Провести измерения ОВП буферных растворов, воспроизводящих значения ОВП при температуре растворов $(25 \pm 0,2)^\circ\text{C}$. Использовать не менее двух буферных растворов.

10.2.2 Провести не менее трех измерений ОВП в каждом буферном растворе.

10.3 Определение относительной погрешности измерений УЭП

10.3.1 Определение относительной погрешности измерений УЭП провести с использованием ГСО УЭП, указанных в таблице 3, и/или с использованием кондуктометрической поверочной установки КПУ-1-0,15Р, указанной в таблице 3 (далее – кондуктометрическая поверочная установка), и рабочих проб, подготовленных в соответствии приложением А.

10.3.2 Для определения относительной погрешности измерений УЭП необходимо обеспечить наличие не менее, чем одной точки измерений в поддиапазоне от 0,000055 до 0,001 См/м (для датчиков, попадающих в данный поддиапазон), не менее трех точек в поддиапазоне св. 0,001 См/м до 20 См/м (выбрать точки, соответствующие началу, середине и концу поддиапазона измерений УЭП) и не менее двух точек в поддиапазоне св. 20 См/м до 100 См/м (верх и низ поддиапазона измерений УЭП).

10.3.3 В части диапазона измерений УЭП, не закрываемого ГСО УЭП (диапазон воспроизводимых значений УЭП от 0,000055 до 0,01 См/м См/м и от 20 до 100 См/м), приготовить контрольные растворы в соответствии с приложением А. Проконтролировать значение УЭП приготовленных контрольных растворов при помощи кондуктометрической поверочной установки.

Примечание – В части диапазона измерений УЭП, закрываемого ГСО УЭП (диапазон воспроизводимых значений УЭП от 0,01 до 20 См/м), допускается использовать рабочие пробы, представляющие водный раствор хлористого калия и приготовленные согласно приложения А. Значение УЭП приготовленных контрольных растворов проконтролировать при помощи кондуктометрической поверочной установки.

10.3.4 Измерения УЭП провести с использованием термостата: стакан с раствором ГСО или стакан с контрольным раствором необходимо предварительно выдержать в термостате при температуре $(25 \pm 0,1)^\circ\text{C}$. Измерить температуру раствора УЭП, убедиться, что она соответствует $(25 \pm 0,1)^\circ\text{C}$.

10.3.5 Датчик измерения УЭП погрузить в первый подготовленный раствор. Провести не менее трех измерений УЭП.

10.3.6 Провести аналогичные измерения для всех подготовленных растворов ГСО или рабочих проб УЭП.

10.4 Определение абсолютной погрешности измерений температуры

10.4.1 Определение абсолютной погрешности измерений температуры жидкости провести с помощью термометра сопротивления платинового эталонного 3 разряда малогабаритного ТСП-ОМ, измерителя температуры двухканального прецизионного МИТ 2.05 (вместе именуемые далее – эталонный датчик температуры), термостата и воды дистиллированной.

10.4.2 Для определения абсолютной погрешности измерений температуры жидкости необходимо обеспечить наличие не менее, чем трех точек, соответствующих началу, середине и концу диапазона измерений.

10.4.3 Стакан с водой дистиллированной необходимо предварительно выдержать в термостате при температуре, соответствующей началу диапазона измерений температуры, измерить температуру с помощью эталонного датчика температуры, погрузить в термостат датчик, поддерживающий измерение температуры. Измерения температуры датчиком провести не менее трех раз.

10.4.4 Провести аналогичные измерения температуры контролируемой среды в точках диапазона, соответствующих середине и концу диапазона измерений температуры.

10.5 Проверка диапазонов измерений pH, ОВП, УЭП и температуры

10.5.1 Проверку диапазонов измерений pH, ОВП, УЭП и температуры провести одновременно с определением абсолютной погрешности измерений pH по 10.1, абсолютной погрешности измерений ОВП по 10.2, относительной погрешности измерений УЭП по 10.3 и абсолютной погрешности измерений температуры по 10.4.

11 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

11.1 Для результатов измерений, полученных по 10.1, рассчитать абсолютную погрешность измерений pH для каждого j -ого измерения i -ого буферного раствора (ΔpH_{ij}) по формуле

$$\Delta pH_{ij} = pH_{ij} - pH_{izm}, \quad (1)$$

где pH_{ij} – j -ый результат измерений pH i -ого буферного раствора;

pH_{izm} – значение pH, воспроизводимое i -ым буферным раствором при температуре 25 °С.

Полученные значения абсолютной погрешности измерений pH не должны превышать пределов, приведенных в таблице 1.

11.2 Для результатов измерений, полученных по 10.2, рассчитать абсолютную погрешность измерений ОВП для каждого j -ого измерения i -ого буферного раствора (ΔX_{ij} , мВ) по формуле

$$\Delta X_{ij} = X_{ij} - X_{izm}, \quad (2)$$

где X_{ij} – j -ый результат измерений ОВП i -ого буферного раствора, мВ;

X_{izm} – значение ОВП, воспроизводимое i -ым буферным раствором при температуре 25 °С, мВ.

Полученные значения абсолютной погрешности измерений ОВП не должны превышать пределов, приведенных в таблице 1.

11.3 Для результатов измерений, полученных по 10.3, рассчитать относительную (δY_{ij} , %) погрешность измерений УЭП для каждого j -ого измерения i -ого раствора по формуле

$$\delta Y_{ij} = \frac{Y_{ij} - Y_{izm}}{Y_{izm}} \cdot 100, \quad (3)$$

где Y_{ij} – j -ый результат измерений УЭП в i -ом растворе, См/м;

Y_{izm} – аттестованное значение УЭП в i -ом ГСО в соответствии с паспортом или измеренное с помощью кондуктометрической поверочной установки, См/м.

Полученные значения относительной погрешности измерений УЭП не должны превышать пределов, приведенных в таблице 1.

11.4 Для результатов измерений, полученных по 10.4, рассчитать абсолютную погрешность измерений температуры для каждого j -ого измерения при i -ой заданной температуре (ΔT_{ij} , °С) по формуле

$$\Delta T_{ij} = T_{ij} - T_{izm}, \quad (4)$$

где T_{ij} – j -ый результат измерений температуры жидкости в i -ом растворе, °С;

T_{izm} – значение температуры жидкости в i -ом растворе, измеренное с помощью эталонного датчика температуры, °С.

Полученные значения абсолютной погрешности измерений температуры не должны превышать пределов, приведенных в таблице 1.

11.5 Полученные значения диапазонов измерений pH, ОВП, УЭП и температуры должны удовлетворять требованиям таблицы 1.

12 Оформление результатов поверки

12.1 Оформляют протокол проведения поверки в произвольной форме.

12.2 При положительных результатах поверки анализатор признают пригодным к применению.

12.3 Нанесение знака поверки и пломбирование анализатора не предусмотрено.

12.4 При отрицательных результатах поверки анализатор признают непригодным к дальнейшей эксплуатации.

12.5 Сведения о результатах поверки передают в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в соответствии с Приказом Минпромторга России от 28.08.2020 г. № 2906. В сведениях о результатах поверки приводят данные об объеме проведенной поверки.

12.6 По заявлению владельца анализатора или лица, представившего анализатор на поверку, при положительных результатах поверки оформляется свидетельство о поверке в соответствии с Приказом Минпромторга России от 31.07.2020 г. № 2510, при отрицательных – извещение о непригодности к применению анализатора.

И.о.зав. лаб. 241 УНИИМ – филиала
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»



О.С. Голынец

М.н.с. лаб. 241 УНИИМ – филиала
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»



Н.А. Никонова

ПРИЛОЖЕНИЕ А

(обязательное)

Процедура приготовления контрольных растворов, предназначенных для воспроизведения значений УЭП для поверки в диапазоне от $1 \cdot 10^{-4}$ до 100 См/м

А.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование и реактивы:

- установка кондуктометрическая поверочная или лабораторный кондуктометр с погрешностью измерения не более 1,0 %;
- весы I (специального) класса точности по ГОСТ OIML R 76-1 с абсолютной погрешностью $\pm 0,5$ мг;
- термометр ртутный стеклянный лабораторный, диапазон температур от 0 до 100 °С, цена деления не более 0,1 °С;
- стандартный образец состава калия хлористого ГСО 9969-2011;
- хлористый калий, х.ч. по ГОСТ 4234;
- серная кислота х.ч. по ГОСТ 4207;
- спирт изопропиловый абсолютированный по ГОСТ 9805-84 с изм. №1 или «х.ч.» по ТУ 2632-015-11291058-95;
- вода дистиллированная ГОСТ Р 58144;
- колбы мерные 2-го класса точности, ГОСТ 1770;
- пипетки с одной меткой 2-го класса точности, ГОСТ 29169;
- пипетки градуированные 2-го класса точности, ГОСТ 29227;
- цилиндры исполнения 1, ГОСТ 1770;
- стакан лабораторный, ГОСТ 25336;
- термостат водяной F25-МА, обеспечивающий поддержание температуры в диапазоне от +15 °С до +35 °С, погрешность поддержания температуры $\pm 0,1$ °С.

Примечание – Допускается использование средств измерений с аналогичными или лучшими метрологическими характеристиками. Средства измерений должны быть поверены в установленном порядке.

А.2 Условия приготовления растворов

- температура окружающего воздуха, °С от +15 до +25;
- относительная влажность воздуха, %, не более 80.

А.3 Подготовка к приготовлению контрольных растворов

А.3.1 Приготовление исходного контрольного раствора хлористого калия молярной концентрации 0,005 моль/дм³

А.3.1.1 На весах I (специального) класса точности по ГОСТ OIML R 76-1 взвешивают в бюксе навеску стандартного образца состава калия хлористого ГСО 9969-2011 массой 745,5 мг, растворяют его в 15-20 см³ дистиллированной воды, переносят в мерную колбу вместимостью 2000 см³ и заливают дистиллированной водой, не доводя уровень воды до отметки 2-3 см.

А.3.1.2 Колбу с раствором помещают в термостат и выдерживают в течение 30 мин при температуре (20,0 $\pm$ 0,1) °С и затем доливают дистиллированной водой, термостатированной при той же температуре. Содержимое колбы тщательно перемешивают и используют для приготовления контрольных растворов УЭП в диапазоне от $1 \cdot 10^{-4}$ до $1 \cdot 10^{-2}$ См/м.

А.4 Приготовление контрольных растворов

А.4.1 Приготовление контрольных растворов УЭП в диапазоне от $1 \cdot 10^{-4}$ до $1 \cdot 10^{-2}$ См/м

А.4.1.1 Контрольные растворы УЭП в диапазоне от $1 \cdot 10^{-4}$ до $1 \cdot 10^{-2}$ См/м представляют собой водный раствор хлористого калия или смесь изопропилового спирта и водного раствора хлористого калия. Приготовление контрольных растворов с известными значениями УЭП проводят путем последовательного разбавления исходного контрольного раствора хлористого калия молярной концентрации 0,005 моль/дм³.

А.4.1.2 В чистую, сухую мерную колбу отбирают аликвотную часть исходного контрольного раствора объемом ($V_{\text{аликвоты}}$, см³), вычисляемым по формуле

$$V_{\text{аликвоты}} = \frac{C_i \cdot V_{\text{колбы}}}{C_0}, \quad (\text{А.1})$$

где C_i – значение УЭП, которое необходимо приготовить, См/м;

$V_{\text{колбы}}$ – заданный объем мерной колбы, необходимый для приготовления раствора, см³;

C_0 – значение УЭП в исходном контрольном растворе или в уже приготовленном контрольном растворе, См/м.

А.4.1.3 Затем колбу заполняют дистиллированной водой, тщательно перемешивают и выдерживают в термостате при температуре +25 °С в течение не менее 30 минут. Для приготовления раствора № 3 указанное количество контрольного раствора разводят до заданного объема в изопропиловом спирте. Номера контрольных растворов и их ориентировочные значения УЭП приведены в таблице А.1.

Таблица А.1 – Пример приготовления контрольных растворов с известным значением УЭП

Номер раствора	Номер исходного раствора	Объем указанного раствора, см ³	Конечный объем раствора, см ³	Ориентировочное значение УЭП контрольного раствора, См/м
1	исходный	10	100	$7,2 \cdot 10^{-3}$
2	1	10	100	$7,2 \cdot 10^{-4}$
3	2	25	100	$1,8 \cdot 10^{-4}$

А.4.1.4 УЭП каждого приготовленного рабочего раствора проверяют с помощью кондуктометрической поверочной установки или с помощью лабораторного кондуктометра с погрешностью измерения не более 1,0 %.

А.4.2 Приготовление контрольных растворов УЭП в диапазоне от $1 \cdot 10^{-2}$ до 20 См/м

А.4.2.1 Контрольные растворы УЭП в диапазоне от $1 \cdot 10^{-2}$ до 20 См/м представляют собой водный раствор хлористого калия. Молярную концентрацию водного раствора хлористого калия с требуемым значением УЭП определяют с помощью линейной интерполяции по формуле

$$C_N = \frac{k_2 - k}{k_2 - k_1} \cdot C_{N_1} + \frac{k - k_1}{k_2 - k_1} \cdot C_{N_2}, \quad (\text{А.2})$$
$$k_1 < k < k_2,$$

где C_N – молярная концентрация хлористого калия в растворе с требуемой УЭП, моль/дм³;

C_{N_1} , C_{N_2} – молярные концентрации хлористого калия из таблицы А.2 ($C_{N_2} > C_{N_1}$), моль/дм³;

k_1, k_2 – соответствующие вышеуказанным молярным концентрациям УЭП (таблица А.2), См/м;

k – УЭП получаемого раствора, См/м.

Таблица А.2 – Зависимость УЭП водных растворов хлористого калия от его молярных концентраций при температуре 25 °С (Молярная масса KCl: $M=74,552$ г/моль)

C_N , моль/л	0,0005	0,001	0,005	0,01	0,02	0,05	0,1	0,2	0,5	1,0	2,0
k , См/м	0,0074	0,0147	0,072	0,1413	0,277	0,67	1,288	2,43	5,86	11,18	20,5

А.4.2.2 Количество хлористого калия, необходимое для приготовления раствора заданной молярной концентрации, рассчитывают по формуле

$$m = C_N \cdot M \cdot V, \quad (\text{А.3})$$

где m – количество хлористого калия, г;

M – молярная масса хлористого калия, г/моль;

V – объем изготавливаемого раствора, дм^3 .

А.4.2.3 Взвешивают на весах I (специального) класса точности по ГОСТ OIML R 76-1 рассчитанное количество хлорида калия. Бюксу, в которой проводят взвешивание, заполняют не более чем на 0,3 объема. Растворяют хлористый калий дистиллированной водой, переносят в мерный цилиндр, не доводя на 2-3 см уровень воды в мерном цилиндре до отметки, указывающей объем изготавливаемого раствора. Помещают мерный цилиндр в термостат и выдерживают в течение 30 мин при температуре $(20,0 \pm 0,1)$ °С, затем доливают мерный цилиндр дистиллированной водой при той же температуре до отметки, указывающей объем изготавливаемого раствора. Переливают полученный раствор в коническую плоскодонную колбу с притертой пробкой, выдерживают его не менее 12 ч.

А.4.2.4 УЭП каждого приготовленного рабочего раствора проверяют с помощью кондуктометрической поверочной установки или с помощью лабораторного кондуктометра с погрешностью измерения не более 1,0 %, а затем разливают в емкости, предназначенные для хранения.

А.4.3 Приготовление контрольных растворов УЭП в диапазоне от 20 до 100 См/м

А.4.3.1 Контрольные растворы УЭП в диапазоне от 20 до 100 См/м представляют собой водный раствор серной кислоты. Номера контрольных растворов, их УЭП и другие характеристики, необходимые для приготовления растворов, приведены в таблице А.3. Контрольные растворы готовят при температуре растворов $(25,0 \pm 0,1)$ °С.

Таблица А.3 – Пример приготовления контрольных растворов с известным значением УЭП

№ раствора	Массовая доля серной кислоты, %	Плотность серной кислоты, г/см ³	УЭП раствора, См/м
1	5	1,030	23,0
2	10	1,064	43,0
3	15	1,099	59,0
4	20	1,137	71,0
5	25	1,175	79,0
6	30	1,215	82,5
7	35	1,256	81,0
8	40	1,299	77,0

А.4.3.2 Растворы кислоты с определенной массовой долей готовят разбавлением кислот большей концентрации. Объем концентрированной кислоты ($V_{H_2SO_4}$, см³), необходимый для приготовления 1 дм³ раствора, рассчитывают по формуле

$$V_{H_2SO_4} = \frac{\omega \cdot \rho \cdot V_{колб.}}{\omega_{исх.} \cdot \rho_{исх.}}, \quad (A.4)$$

где ω – требуемая массовая доля кислоты в растворе, %;
 ρ – требуемая плотность раствора кислоты (при 25 °С), г/см³;
 $\omega_{исх.}$ – массовая доля исходной кислоты, %;
 $\rho_{исх.}$ – плотность исходной кислоты (при 25 °С), г/см³;
 $V_{колб.}$ – объем мерной колбы (равен 1000 см³), см³.

А.4.3.3 В таблице А.4 приведены примеры приготовления растворов серной кислоты различной концентрации объемом 1000 см³, а в таблице А.5 приведена зависимость плотности серной кислоты различной концентрации от температуры.

Таблица А.4 – Пример приготовления растворов объемом 1000 см³

№ раствора	Требуемая массовая доля серной кислоты, %	Объем серной кислоты с массовой долей 40 %, см ³	Объем воды, необходимый для приготовления раствора, см ³
1	5	99	901
2	10	205	795
3	15	317	683
4	20	437	563
5	25	565	435
6	30	701	299
7	35	846	154

Таблица А.5 – Зависимость плотности серной кислоты различной концентрации от температуры

Массовая доля серной кислоты, %	Значение плотности серной кислоты для температуры										
	0 °C	10 °C	15 °C	20 °C	25 °C	30 °C	40 °C	50 °C	60 °C	80 °C	100 °C
1	1,0074	1,0068	1,0060	1,0051	1,0038	1,0022	0,9986	0,9944	0,9895	0,9779	0,9645
2	1,0147	1,0138	1,0129	1,0118	1,0104	1,0087	1,0050	1,0006	0,9956	0,9839	0,9705
3	1,0219	1,0206	1,0197	1,0184	1,0169	1,0152	1,0113	1,0067	1,0017	0,9900	0,9766
4	1,0291	1,0275	1,0264	1,0250	1,0234	1,0216	1,0176	1,0129	1,0078	0,9961	0,9827
5	1,0364	1,0344	1,0332	1,0317	1,0300	1,0281	1,0240	1,0192	1,0140	1,0022	0,9888
6	1,0437	1,0414	1,0400	1,0385	1,0367	1,0347	1,0305	1,0256	1,0203	1,0084	0,9950
7	1,0511	1,0485	1,0469	1,0453	1,0434	1,0414	1,0371	1,0321	1,0266	1,0146	1,0013
8	1,0585	1,0556	1,0539	1,0522	1,0502	1,0481	1,0437	1,0386	1,0330	1,0209	1,0076
9	1,0660	1,0628	1,0610	1,0591	1,0571	1,0549	1,0503	1,0451	1,0395	1,0273	1,0140
10	1,0735	1,0700	1,0681	1,0661	1,0640	1,0617	1,0570	1,0517	1,0460	1,0338	1,0204
11	1,0810	1,0773	1,0753	1,0731	1,0710	1,0686	1,0637	1,0584	1,0526	1,0403	1,0269
12	1,0886	1,0846	1,0825	1,0802	1,0780	1,0756	1,0705	1,0651	1,0593	1,0469	1,0335
13	1,0962	1,0920	1,0898	1,0874	1,0851	1,0826	1,0774	1,0719	1,0661	1,0536	1,0402
14	1,1039	1,0994	1,0971	1,0947	1,0922	1,0897	1,0844	1,0788	1,0729	1,0603	1,0469
15	1,1116	1,1069	1,1045	1,1020	1,0994	1,0968	1,0914	1,0857	1,0798	1,0671	1,0537
16	1,1194	1,1145	1,1120	1,1094	1,1067	1,1040	1,0985	1,0927	1,0868	1,0740	1,0605
17	1,1272	1,1221	1,1195	1,1168	1,1141	1,1113	1,1057	1,0998	1,0938	1,0809	1,0674
18	1,1351	1,1298	1,1271	1,1243	1,1215	1,1187	1,1129	1,1070	1,1009	1,0879	1,0744
19	1,1430	1,1375	1,1347	1,1318	1,1290	1,1261	1,1202	1,1142	1,1081	1,0950	1,0814
20	1,1510	1,1453	1,1424	1,1394	1,1365	1,1335	1,1275	1,1215	1,1153	1,1021	1,0885
21	1,1590	1,1531	1,1501	1,1471	1,1441	1,1410	1,1349	1,1288	1,1226	1,1093	1,0957
22	1,1670	1,1609	1,1579	1,1548	1,1517	1,1486	1,1424	1,1362	1,1299	1,1166	1,1029
23	1,1751	1,1688	1,1657	1,1626	1,1594	1,1563	1,1500	1,1437	1,1373	1,1239	1,1102
24	1,1832	1,1768	1,1736	1,1704	1,1672	1,1640	1,1576	1,1512	1,1448	1,1313	1,1176
25	1,1914	1,1848	1,1816	1,1783	1,1750	1,1718	1,1653	1,1588	1,1523	1,1388	1,1250
26	1,1996	1,1929	1,1896	1,1862	1,1829	1,1796	1,1730	1,1665	1,1599	1,1463	1,1325
27	1,2078	1,2010	1,1976	1,1942	1,1909	1,1875	1,1808	1,1742	1,1676	1,1539	1,1400
28	1,2160	1,2091	1,2057	1,2023	1,1989	1,1955	1,1887	1,1820	1,1753	1,1616	1,1476
29	1,2243	1,2173	1,2138	1,2104	1,2069	1,2035	1,1966	1,1898	1,1831	1,1693	1,1553
30	1,2326	1,2255	1,2220	1,2185	1,2150	1,2115	1,2046	1,1977	1,1909	1,1771	1,1630
31	1,2409	1,2338	1,2302	1,2267	1,2232	1,2196	1,2126	1,2057	1,1988	1,1849	1,1708
32	1,2493	1,2421	1,2385	1,2349	1,2314	1,2278	1,2207	1,2137	1,2068	1,1928	1,1787
33	1,2577	1,2504	1,2468	1,2432	1,2396	1,2360	1,2289	1,2218	1,2148	1,2008	1,1866
34	1,2661	1,2588	1,2552	1,2515	1,2479	1,2443	1,2371	1,2300	1,2229	1,2088	1,1946
35	1,2746	1,2672	1,2636	1,2599	1,2563	1,2526	1,2454	1,2383	1,2311	1,2169	1,2027
36	1,2831	1,2757	1,2720	1,2684	1,2647	1,2610	1,2538	1,2466	1,2394	1,2251	1,2109
37	1,2917	1,2843	1,2805	1,2769	1,2732	1,2695	1,2622	1,2550	1,2477	1,2334	1,2192
38	1,3004	1,2929	1,2891	1,2855	1,2818	1,2780	1,2707	1,2635	1,2561	1,2418	1,2276
39	1,3091	1,3016	1,2978	1,2941	1,2904	1,2866	1,2793	1,2720	1,2646	1,2503	1,2361
40	1,3179	1,3103	1,3065	1,3028	1,2991	1,2953	1,2880	1,2806	1,2732	1,2589	1,2446
41	1,3268	1,3191	1,3153	1,3116	1,3079	1,3041	1,2967	1,2893	1,2819	1,2675	1,2532
42	1,3357	1,3280	1,3242	1,3205	1,3167	1,3129	1,3055	1,2981	1,2907	1,2762	1,2619
43	1,3447	1,3370	1,3332	1,3294	1,3256	1,3218	1,3144	1,3070	1,2996	1,2850	1,2707
44	1,3538	1,3461	1,3423	1,3384	1,3346	1,3308	1,3234	1,3160	1,3086	1,2939	1,2796
45	1,3630	1,3553	1,3515	1,3476	1,3437	1,3399	1,3325	1,3251	1,3177	1,3029	1,2886
46	1,3724	1,3646	1,3608	1,3569	1,3530	1,3492	1,3417	1,3343	1,3269	1,3120	1,2976
47	1,3819	1,3740	1,3702	1,3663	1,3624	1,3586	1,3510	1,3435	1,3362	1,3212	1,3067

Массовая доля серной кислоты, %	Значение плотности серной кислоты для температуры										
	0 °C	10 °C	15 °C	20 °C	25 °C	30 °C	40 °C	50 °C	60 °C	80 °C	100 °C
48	1,3915	1,3835	1,3797	1,3758	1,3719	1,3680	1,3604	1,3528	1,3455	1,3305	1,3159
49	1,4012	1,3931	1,3893	1,3854	1,3814	1,3775	1,3699	1,3623	1,3549	1,3399	1,3253
50	1,4110	1,4029	1,3990	1,3951	1,3911	1,3872	1,3795	1,3719	1,3644	1,3494	1,3348
51	1,4209	1,4128	1,4088	1,4049	1,4009	1,3970	1,3893	1,3816	1,3740	1,3590	1,3444
52	1,6310	1,6228	1,4188	1,4148	1,4109	1,4069	1,3991	1,3914	1,3837	1,3687	1,3540
53	1,4412	1,4329	1,4289	1,4248	1,4209	1,4169	1,4091	1,4013	1,3936	1,3785	1,3637
54	1,4515	1,4431	1,4391	1,4350	1,4310	1,4270	1,4191	1,4113	1,4036	1,3884	1,3735
55	1,4619	1,4535	1,4494	1,4453	1,4412	1,4372	1,4293	1,4214	1,4137	1,3984	1,3834
56	1,4724	1,4640	1,4598	1,4557	1,4516	1,4475	1,4396	1,4317	1,4239	1,4085	1,3934
57	1,4830	1,4746	1,4703	1,4662	1,4621	1,4580	1,4500	1,4420	1,4342	1,4187	1,4035
58	1,4937	1,4852	1,4809	1,4768	1,4726	1,4685	1,4604	1,4524	1,4446	1,4290	1,4137
59	1,5046	1,4959	1,4916	1,4875	1,4832	1,4791	1,4709	1,4629	1,4551	1,4393	1,4240
60	1,5154	1,5067	1,5024	1,4983	1,4940	1,4898	1,4816	1,4735	1,4656	1,4497	1,4344
61	1,5264	1,5177	1,5133	1,5091	1,5048	1,5006	1,4923	1,4842	1,4762	1,4602	1,4449

А.4.3.4 Для приготовления растворов кислот необходимо налить немного (исходя из добавляемого количества кислоты) воды в мерную колбу, после чего рассчитанное количество кислоты приливать в воду небольшими порциями при помешивании, не доводя до метки 2-3 см. Для этого используют термостойкую посуду, так как процесс растворения сопровождается разогреванием. После охлаждения доводят объем раствора водой до 1 дм³ и перемешивают.

А.4.3.5 Контрольные растворы для других точек проверяемого диапазона измерений готовят путем объемного разбавления или укрепления исходных растворов. Если УЭП рабочего раствора проверяемой точки диапазона измерений превышает значение УЭП, данное в таблице, его надо разбавить раствором, имеющим следующее за ним меньшее значение УЭП. Если значение УЭП, ниже приведенного в таблице, то укрепить раствором, имеющим более высокую УЭП. Разбавленные или укрепленные растворы тщательно перемешать, измерить УЭП.

А.4.3.6 УЭП каждого приготовленного рабочего раствора проверяют с помощью кондуктометрической поверочной установки или с помощью лабораторного кондуктометра с погрешностью измерения не более 1,0 %.

А.5 Применение и хранение контрольных растворов

А.5.1 Контрольные растворы, состоящие из водного раствора хлористого калия и изопропилового спирта, хранят в посуде из темного стекла, закрытой герметично, при температуре (25±10) °C не более 3 сут. с момента приготовления.

А.5.2 Контрольные водные растворы хлористого калия и серной кислоты хранят в герметично закрытой посуде из стекла не более 1 мес. с момента приготовления.

А.5.3 Приготовленные контрольные растворы могут быть использованы в течение срока годности многократно при сохранении их чистоты и периодическом контроле их УЭП.

А.6 Допускается готовить контрольные растворы с использованием других аттестованных методик, обеспечивающих запас по точности в полтора-два раза.