

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 – филиал
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

В.П. Собина
« 28 » 01 2022 г.



ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ
АНАЛИЗАТОРЫ ПРОМЫШЛЕННЫЕ МНОГОПАРАМЕТРИЧЕСКИЕ
MICROMAC (MICROMAC C, MICROMAC E, MICROMAC MP,
MICROMAC 1000)
МЕТОДИКА ПОВЕРКИ
МП 132-241-2021

Екатеринбург
2022

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 **ИСПОЛНИТЕЛЬ** зав. лаб. 241 Медведевских М.Ю.
- 3 **СОГЛАСОВАНО** директором УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» в январе 2022 г.

Государственная система обеспечения единства измерений Анализаторы промышленные многопараметрические Micromac (Micromac C, Micromac E, Micromac MP, Micromac 1000) Методика поверки	МП 132-241-2021
--	------------------------

Дата введения в действие: декабрь 2021 г

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы промышленные многопараметрические Micromac (Micromac C, Micromac E, Micromac MP, Micromac 1000) (далее – анализаторы) производства фирмы «Systea S.p.A.», Италия и устанавливает методы и средства их первичной поверки после ввода в эксплуатацию и после ремонта, и периодической поверки в процессе эксплуатации.

1.2 При проведении поверки должна обеспечиваться прослеживаемость анализатора к ГЭТ 216-2018 Государственному первичному эталону единицы объема жидкости в диапазоне от $1,0 \cdot 10^{-9} \text{ м}^3$ до $1,0 \text{ м}^3$ согласно Государственной поверочной схеме для средств измерений массы и объема жидкости в потоке, объема жидкости и вместимости при статических измерениях, массового и объемного расходов жидкости в соответствии с Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии Приказ Росстандарта № 79 от 19.01.2018, к ГЭТ 176-2019 согласно Государственной поверочной схеме для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах в соответствии с Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 2753 от 27.12.2018 «Об утверждении государственной поверочной схемы для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах».

1.3 В настоящей методике реализована поверка методом прямых измерений.

1.4 Интервал между поверками - 1 год.

2 Нормативные ссылки

2.1 В настоящей методике использованы ссылки на следующие документы:

Правила по охране труда при эксплуатации электроустановок, утвержденные Приказом Минтруда РФ № 903н от 15.12.2020 г.

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 Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 79 от 19.01.2018 «Об утверждении Государственного первичного эталона единицы объема жидкости в диапазоне от $1,0 \cdot 10^{-9} \text{ м}^3$ до $1,0 \text{ м}^3$ »

Приказ Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 2753 от 27.12.2018 «Об утверждении государственной поверочной схемы для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах»

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

ГОСТ 12.2.003-91 Система стандартов безопасности труда. Оборудование производственное. Общие требования безопасности

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

ГОСТ 5841-74 Реактивы. Гидрозин сернокислый

ГОСТ 19710-2019 Этиленгликоль. Технические условия

ГОСТ 23932-90 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Общие технические условия

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

ГОСТ Р 58144-2018 Вода дистиллированная. Технические условия

3 Перечень операций поверки

3.1 При поверке должны быть выполнены операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 – Этапы проведения поверки

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Обязательность проведения операций при поверке	
		первичная	периодическая
Внешний осмотр	8	да	да
Подготовка к поверке и опробование средства измерений	9	да	да
Проверка программного обеспечения	10	да	да
Проверка метрологических характеристик средства измерений:			
Проверка абсолютной погрешности измерений мутности	11.1	да	да
Проверка абсолютной погрешности измерений массовой концентрации компонента	11.1	да	да
Проверка абсолютной погрешности измерений массовой концентрации компонента	11.2	да	да
Проверка абсолютной погрешности измерений цветности	11.3	да	да
Проверка диапазонов измерений массовой концентрации компонентов	11.4	да	да
Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	12	да	да

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций, проводится настройка анализатора в соответствии с руководством по эксплуатации. В дальнейшем необходимые операции повторяются вновь, в случае повторного невыполнения требований поверка прекращается, анализатор бракуется.

3.3 На основании письменного заявления владельца анализатора или лица, представившего анализатор на поверку, допускается проведение поверки для меньшего числа измеряемых величин и не во всем диапазоне измерений (поверка в сокращенном объеме) с указанием в сведениях о поверке информации об объеме проведенной поверки.

3.4 Поверка проводится для измеряемых показателей в соответствии с комплектностью анализатора измерительными блоками. Сведения о комплектности приводят в сведениях о результатах поверки передаваемых в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений.

4 Требования к условиям проведения поверки

4.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды от +18 °С до +25 °С;
- относительная влажность, не более 80 %.

5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

Поверитель перед проведением поверки анализаторов должен ознакомиться с руководством по эксплуатации на анализатор и пройти обучение по технике безопасности на месте проведения поверки.

6 Метрологические и технические требования к средствам поверки

6.1 При проведении поверки применяют стандартные образцы (далее – СО), средства измерений и вспомогательные технические средства согласно таблице 2.

Таблица 2 – Средства поверки и требования к ним

Наименование	Метрологические и технические требования
СО состава раствора ионов алюминия ГСО 7927-2001	Массовая концентрация ионов алюминия от 0,95 до 1,05 г/дм ³ , границы допускаемых значений относительной погрешности $\pm 1,0$ % (P=0,95)
СО состава водного раствора ионов аммония ГСО 7015-93	Массовая концентрация ионов аммония от 0,95 до 1,05 г/дм ³ , границы допускаемых значений относительной погрешности $\pm 1,0$ % (P=0,95)
СО состава раствора ионов мышьяка ГСО 7264-96	Массовая концентрация ионов мышьяка (III) от 0,095 до 0,105 мг/см ³ , границы допускаемых значений относительной погрешности $\pm 1,0$ % (P=0,95)
СО состава раствора ионов бора ГСО 7345-96	Массовая концентрация борат-ионов от 0,95 до 1,05 мг/см ³ , границы допускаемых значений относительной погрешности $\pm 1,0$ % (P=0,95)
СО состава раствора ионов кадмия ГСО 7472-98	Массовая концентрация ионов кадмия от 0,95 до 1,05 мг/см ³ , границы допускаемых значений относительной погрешности $\pm 1,0$ % (P=0,95)
СО состава раствора ионов кальция ГСО 7682-99	Массовая концентрация ионов кальция от 0,95 до 1,05 г/дм ³ , границы допускаемых значений относительной погрешности $\pm 1,0$ % (P=0,95)
СО состава раствора хлорид-ионов ГСО 7262-96	Массовая концентрация хлорид-ионов от 0,95 до 1,05 мг/см ³ , границы допускаемых значений относительной погрешности $\pm 1,0$ % (P=0,95)
СО массовой концентрации активного хлора в воде (АХС СО УНИИМ) ГСО 10138-2012	Массовая концентрация активного хлора от 200 до 1000 мг/дм ³ , границы допускаемых значений относительной погрешности $\pm 2,0$ % (P=0,95)
СО состава раствора ионов хрома (VI) ГСО 7834-2000	Массовая концентрация ионов хрома от 0,95 до 1,05 г/дм ³ , границы допускаемых значений относительной погрешности $\pm 1,0$ % (P=0,95)
СО бихроматной окисляемости воды (ХПК) ГСО 7425-97	Химическое потребление кислорода (ХПК) от 9500 до 10500 мг/дм ³ , границы допускаемых значений относительной погрешности $\pm 1,5$ % (P=0,95)
СО химического и биологического потребления кислорода в воде ГСО 8048-94	Химическое потребление кислорода не менее 180 мг/дм ³ , границы допускаемых значений относительной погрешности ± 5 % (P=0,95); Биологическое потребление кислорода не менее 90 мг/дм ³ , границы допускаемых значений относительной погрешности ± 5 % (P=0,95)
СО цветности водных растворов ГСО 8214-2000	Цветность (хром-кобальтовая шкала) от 4750 до 5250 градусов цветности, границы допускаемых значений относительной погрешности $\pm 1,5$ % (P=0,95)
СО состава раствора ионов меди ГСО 7255-96	Массовая концентрация ионов меди от 0,95 до 1,05 мг/см ³ , границы допускаемых значений относительной погрешности $\pm 1,0$ % (P=0,95)

Наименование	Метрологические и технические требования
СО состава фторид-ионов ГСО 6095-91	Массовая концентрация фторид-ионов от 0,95 до 1,05 мг/см ³ , границы допускаемых значений относительной погрешности $\pm 1,0\%$ ($P=0,95$)
СО состава раствора ионов железа (III) ГСО 8032-94	Массовая концентрация ионов железа (III) от 0,95 до 1,05 г/дм ³ , границы допускаемых значений относительной погрешности $\pm 1,0\%$ ($P=0,95$)
СО состава раствора ионов свинца ГСО 7252-96	Массовая концентрация ионов свинца от 0,95 до 1,05 мг/см ³ , границы допускаемых значений относительной погрешности $\pm 1,0\%$ ($P=0,95$)
СО состава раствора ионов марганца ГСО 7875-2000	Массовая концентрация ионов марганца от 0,95 до 1,05 г/дм ³ , границы допускаемых значений относительной погрешности $\pm 1,0\%$ ($P=0,95$)
СО состава раствора ионов марганца ГСО 7762-2000	Массовая концентрация ионов марганца от 0,95 до 1,05 мг/см ³ , границы допускаемых значений относительной погрешности $\pm 1,0\%$ ($P=0,95$)
СО состава раствора ионов цинка ГСО 7770-2000	Массовая концентрация ионов цинка от 0,95 до 1,05 мг/см ³ , границы допускаемых значений относительной погрешности $\pm 1,0\%$ ($P=0,95$)
СО состава раствора Неонола АФ-12 ГСО 7421-97 (НПАВ)	Массовая концентрация Неонола АФ 9-12 от 45,0 до 55,0 мг/см ³ , границы допускаемых значений относительной погрешности $\pm 3\%$ ($P=0,95$)
СО состава раствора додецилсульфата натрия (АПАВ) ГСО 8049-94	Массовая доля додецилсульфата натрия от 97,0 до 100,0, границы допускаемых значений относительной погрешности $\pm 2\%$ ($P=0,95$)
СО состава раствора анионных поверхностно-активных вещества (ПАВ) ГСО 8578-2004	Массовая концентрация анионных ПАВ от 0,1 до 100,0 мг/см ³ , границы допускаемых значений относительной погрешности $\pm 3\%$ ($P=0,95$)
СО состава раствора ионов никеля ГСО 7873-2000	Массовая концентрация ионов никеля от 0,95 до 1,05 г/дм ³ , границы допускаемых значений относительной погрешности $\pm 1,0\%$ ($P=0,95$)
СО состава нитрат-ионов ГСО 6696-93	Массовая концентрация нитрат-ионов от 0,95 до 1,05 г/дм ³ , границы допускаемых значений относительной погрешности $\pm 1,0\%$ ($P=0,95$)
СО состава нитрит-ионов ГСО 7479-98	Массовая концентрация нитрит-ионов от 0,95 до 1,05 мг/см ³ , границы допускаемых значений относительной погрешности $\pm 1,0\%$ ($P=0,95$)
СО состава раствора фенола в метаноле ГСО 7353-97	Массовая концентрация фенола от 0,95 до 1,05 г/дм ³ , границы допускаемых значений относительной погрешности $\pm 3\%$ ($P=0,95$)
СО состава раствора фосфат-иона ГСО 7260-96	Массовая концентрация фосфат-иона от 0,475 до 0,525 мг/см ³ , границы допускаемых значений относительной погрешности $\pm 1,0\%$ ($P=0,95$)
СО состава раствора сульфат-ионов ГСО 7683-99	Массовая концентрация сульфат-ионов от 0,95 до 1,05 г/дм ³ , границы допускаемых значений относительной погрешности $\pm 1,0\%$ ($P=0,95$)
СО состава раствора сульфат-ионов ГСО 6693-93 (4А-1)	Массовая концентрация сульфат-ионов от 0,95 до 1,05 г/дм ³ , границы допускаемых значений относительной погрешности $\pm 1,0\%$ ($P=0,95$)
СО состава раствора сульфид-ионов ГСО 7970-2001	Массовая концентрация сульфид-ионов от 0,95 до 1,05 г/дм ³ , границы допускаемых значений относительной погрешности $\pm 1,0\%$ ($P=0,95$)

Наименование	Метрологические и технические требования
СО состава раствора гидрокарбонат-ионов ГСО 8403-2003	Массовая концентрация гидрокарбонат-ионов от 0,95 до 1,05 мг/см ³ , границы допускаемых значений относительной погрешности $\pm 1,0\%$ ($P=0,95$)
СО состава роданид-ионов ГСО 7618-99	Массовая концентрация роданид-ионов от 0,95 до 1,05 г/дм ³ , границы допускаемых значений относительной погрешности $\pm 1,0\%$ ($P=0,95$)
СО мутности (формазиновая суспензия) ГСО 7271-96	Мутность по формазиновой шкале от 3800 до 4200 ЕМФ, границы допускаемых значений относительной погрешности $\pm 2,0\%$ ($P=0,95$)
СО состава раствора кремния ГСО 8212-2002	Массовая концентрация силикат-ионов (в пересчете на кремний) от 0,95 до 1,05 мг/см ³ , границы допускаемых значений относительной погрешности $\pm 2\%$ ($P=0,95$)
СО состава калия фталевокислого кислого (бифталата калия) ГСО 2216-81	Массовая доля калия фталевокислого кислого от 99,950 до 100,000 %, границы допускаемых значений абсолютной погрешности $\pm 0,030\%$ ($P=0,95$)
СО общей жесткости воды ГСО 9284-2008	Общая жесткость от 95 до 105 °Ж, границы допускаемых значений относительной погрешности $\pm 1,5\%$ ($P=0,95$)
гидразин серноокислый	«хч» по ГОСТ 5841-74
этиленгликоль	высший сорт по ГОСТ 19710-2019
весы лабораторные	I (специального) класса точности по ГОСТ OIML R 76-1-2011
титратор автоматический	диапазон измерений от 0,0001 до 100 %, относительная погрешность $\pm 3\%$
вода дистиллированная	по ГОСТ Р 58144-2018
колбы мерные	2 класс точности по ГОСТ 1770
пипетки	2 класс точности по ГОСТ 29169
стакан стеклянный	по ГОСТ 23932
гигрометр	Диапазоны измерений температуры и относительной влажности не менее требуемых по п. 4

6.2 Средства измерений, применяемые для поверки, должны быть поверены. Стандартные образцы должны иметь действующие паспорта.

6.3 Допускается применение аналогичных средств поверки, обеспечивающих требуемую точность и диапазоны измерений.

7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

При проведении поверки должны быть соблюдены «Правила по охране труда при эксплуатации электроустановок», утвержденные Приказом Минтруда России №903н от 15.12.2020 г., требования ГОСТ 12.2.007.0, ГОСТ 12.2.003.

8 Внешний осмотр средства измерений

8.1 При внешнем осмотре необходимо установить:

- соответствие внешнего вида анализатора сведениям, приведенным в описании типа;
- отсутствие видимых повреждений анализатора;
- соответствие комплектности, указанной в руководстве по эксплуатации;
- 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, поверка может быть продолжена только после устранения этих повреждений или дефектов.

9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

9.1 Проводят подготовку анализатора к измерениям в соответствии с руководством по эксплуатации.

9.2 Стандартные образцы, используемые при поверке, подготовить в соответствии с их инструкцией по применению.

9.3 Проверить работоспособность органов управления и регулировки анализатора при помощи встроенных систем контроля в соответствии с РЭ.

10 Проверка программного обеспечения средства измерений

10.1 Провести проверку идентификационных данных ПО анализатора.

Идентификационное наименование ПО идентифицируется при включении анализатора или при обращении к соответствующему подпункту меню. Идентификационное наименование ПО должно соответствовать указанному в таблице 3.

Идентификационное наименование и номер версии ПО должны соответствовать указанным в таблице 3.

Таблица 3 – Идентификационные данные ПО анализаторов

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	-
Номер версии (идентификационный номер) ПО	2.8.0
Цифровой идентификатор	-

11 Определение метрологических характеристик средства измерений

11.1 Проверка абсолютной погрешности измерений мутности

Подготовить к измерениям стандартный образец ГСО 7271-96 (мутность по формазиновой шкале 4000 ЕМФ) в соответствии с инструкцией по применению. Приготовить растворы с известными значениями мутности (500 ЕМФ, 200 ЕМФ, 0,5 ЕМФ) путем разбавления ГСО с учетом рекомендаций приложения А.

Провести не менее трех измерений растворов с известными значениями мутности.

11.2 Проверка абсолютной погрешности измерений массовой концентрации компонента

Проверку абсолютной погрешности измерений массовой концентрации компонентов (алюминия, аммония, мышьяка, бора, кадмия, кальция, хлоридов, нитратов, нитритов, фосфатов, сульфатов, сульфидов, цинка, хрома (VI), меди, фторидов, железа, свинца, марганца, никеля, АПАВ, общего азота, бихроматной окисляемости, перманганатной окисляемости, остаточного хлора, монохлорамина, общего органического углерода, общего неорганического углерода, гидразина, фосфора, цианидов, этиленгликоля, фенола, фенольного индекса, жесткости) провести с использованием ГСО, указанных в таблице 2, растворов на основе разбавления ГСО, приготовленных по приложению А, или рабочих проб жидкости, в которых значения массовой концентрации компонентов измерены с использованием титратора автоматического.

Провести не менее трех измерений массовой концентрации компонента в растворе или рабочей пробе в каждом поверяемом диапазоне/ поддиапазоне измерений.

11.3 Проверка абсолютной погрешности измерений цветности

Проверку абсолютной погрешности цветности провести с использованием ГСО 7853-2000 цветности водных растворов (хром-кобальтовая шкала), приготовленные в соответствии с инструкцией по применению на стандартный образец.

Провести не менее трех измерений цветности водных растворов, приготовленных в соответствии с инструкцией по применению на стандартный образец.

11.4 Проверка диапазонов измерений массовой концентрации компонентов

Проверку диапазонов измерений массовой концентрации компонентов провести одновременно с определением погрешностей измерений массовой концентрации компонентов по 11.1 - 11.3 (провести измерения массовой концентрации компонента в начале, середине и в конце диапазона измерений).

12 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

12.1 По результатам измерений мутности, полученным по 11.1, для каждого раствора, приготовленного по приложению А, вычисляют абсолютную погрешность измерений по формуле

$$\Delta = X_{ij} - A_i, \quad (1)$$

где X_{ij} - j -е измеренное значение мутности i -го раствора, приготовленного по приложению А) (или ГСО 7271-96), ЕМФ; A_i - аттестованное значение мутности в i -ом растворе по приложению А (или ГСО 7271-96), ЕМФ.

Полученные значения абсолютной погрешности измерений мутности должны удовлетворять требованиям таблицы 4.

12.2 По результатам измерений массовой концентрации компонента (алюминия, аммония, мышьяка, бора, кадмия, кальция, хлоридов, нитратов, нитритов, фосфатов, сульфатов, сульфидов, цинка, хрома (VI), меди, фторидов, железа, свинца, марганца, никеля, АПАВ, общего азота, бихроматной окисляемости, перманганатной окисляемости, остаточного хлора, монохлорамина, общего органического углерода, общего неорганического углерода, гидразина, фосфора, цианидов, этиленгликоля, фенола, фенольного индекса, жесткости), полученным по 11.2, для каждого раствора, приготовленного по приложению А, вычисляют абсолютную погрешность измерений по формуле

$$\Delta_j = W_{ji} - A_{ji}, \quad (2)$$

где W_{ji} - значение массовой концентрации j -го компонента в i -м растворе (или рабочей пробе), мг/дм³; A_{ji} - аттестованное значение массовой концентрации i -го компонента в j -м растворе (или рабочей пробе), мг/дм³.

Полученные значения абсолютной погрешности измерений компонента (алюминия, аммония, мышьяка, бора, кадмия, кальция, хлоридов, нитратов, нитритов, фосфатов, сульфатов, сульфидов, цинка, хрома (VI), меди, фторидов, железа, свинца, марганца, никеля, АПАВ, общего азота, бихроматной окисляемости, перманганатной окисляемости, остаточного хлора, монохлорамина, общего органического углерода, общего неорганического углерода, гидразина, фосфора, цианидов, этиленгликоля, фенола, фенольного индекса, жесткости) должны удовлетворять требованиям таблицы 4.

12.3 По результатам измерений цветности, полученным по 11.3, для каждого раствора, приготовленного в соответствии с инструкцией по применению на стандартный образец, вычисляют абсолютную погрешность измерений по формуле

$$\Delta = C_{ij} - A_i, \quad (3)$$

где C_{ij} - j -е измеренное значение цветности i -го раствора, приготовленного по приготовленные в соответствии с инструкцией по применению на ГСО 7853-2000, градусы цветности; A_i - аттестованное значение цветности в i -ом растворе, градус цветности.

Полученные значения абсолютной погрешности измерений цветности должны удовлетворять требованиям таблицы 4.

Таблица 4 – Метрологические характеристики

Измеряемый параметр	Ед. измерения	Диапазоны измерений	Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений
1	2	3	4
Алюминий	мг/дм ³	от 0,03 – 1,0 включ.	$\pm (0,008+0,15 \cdot C)^*$
		св.1,0 до 10 включ.	$\pm (0,05+0,2 \cdot C)$
Аммоний	мг/дм ³	от 0,015 до 5,0 включ.	$\pm (0,009+0,1 \cdot C)$
		св. 5 до 200 включ.	$\pm (0,5+0,1 \cdot C)$
Мышьяк	мг/дм ³	от 0,005 до 0,02 включ.	$\pm (0,0005+0,2 \cdot C)$
		св.0,02 до 0,5 включ.	$\pm (0,001+0,2 \cdot C)$
Бор	мг/дм ³	от 0,05 до 2,5 включ.	$\pm (0,015+0,2 \cdot C)$
		св. 2,5 до 50 включ.	$\pm (0,5+0,15 \cdot C)$
Кадмий	мкг/дм ³	от 5 до 500	$\pm (3+0,25 \cdot C)$
Кальций	мг/дм ³	от 0,2 до 5 включ.	$\pm (0,02+0,15 \cdot C)$
		св. 5 до 200 включ.	$\pm (0,5+0,1 \cdot C)$
Хлорид	мг/дм ³	от 5 до 1000 включ.	$\pm (1+0,15 \cdot C)$
Остаточный хлор	мг/дм ³	от 0,02 до 2,0 включ.	$\pm (0,005+0,15 \cdot C)$
		св. 2,0 до 10 включ.	$\pm (0,1+0,15 \cdot C)$
Хром (6+)	мг/дм ³	от 0,02 до 5 включ.	$\pm (0,002+0,2 \cdot C)$
		св. 5 до 50 включ.	$\pm (0,2+0,2 \cdot C)$
Бихроматная окисляемость	мг/дм ³	от 1 до 50 включ.	$\pm (0,1+0,2 \cdot C)$
		св. 50 до 1000 включ.	$\pm (2+0,2 \cdot C)$
Перманганатная окисляемость	мг/дм ³	от 1 до 50 включ.	$\pm (0,1+0,2 \cdot C)$
		св.50 до 1000 включ.	$\pm (2+0,2 \cdot C)$
Цветность	град.	от 0,5 до 10 включ.	$\pm (0,2+0,2 \cdot C)$
		св. 10 до 200 включ.	$\pm (0,5+0,08 \cdot C)$
Медь	мг/дм ³	от 0,01 до 0,5 включ.	$\pm (0,003+0,2 \cdot C)$
		св.0,5 до 20 включ.	$\pm (0,05+0,1 \cdot C)$
Цианиды	мг/дм ³	от 0,015 до 0,5 включ.	$\pm (0,004+0,23 \cdot C)$
		св. 0,5 до 20 включ.	$\pm (0,06+0,2 \cdot C)$
Этиленгликоль	мг/дм ³	от 0,5 до 10 включ.	$\pm (0,04+0,17 \cdot C)$
		св. 10 до 50 включ.	$\pm (0,3+0,12 \cdot C)$
Фториды	мг/дм ³	от 0,05 до 50 включ.	$\pm (0,01+0,1 \cdot C)$
		св. 50 до 500 включ.	$\pm (2+0,1 \cdot C)$
Жесткость	° Ж	от 0,005 до 0,1 включ.	$\pm (0,002+0,2 \cdot C)$
		св. 0,1 до 1 включ.	$\pm (0,02+0,13 \cdot C)$
		св. 1 до 20 включ.	$\pm (0,1+0,15 \cdot C)$
Гидразин	мг/дм ³	от 0,005 до 0,5 включ.	$\pm (0,001+0,2 \cdot C)$
		св. 0,5 до 5 включ.	$\pm (0,05+0,15 \cdot C)$

Продолжение таблицы 4

Измеряемый параметр	Ед. измерения	Диапазоны измерений	Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений
1	2	3	4
Железо	мг/дм ³	от 0,01 до 0,5 включ.	$\pm (0,003+0,2 \cdot C)$
		св. 0,5 до 5 включ.	$\pm (0,03+0,1 \cdot C)$
Свинец	мг/дм ³	от 0,01 до 0,15 включ.	$\pm (0,001+0,23 \cdot C)$
		св. 0,15 до 2 включ.	$\pm (0,006+0,17 \cdot C)$
		св. 2 до 20 включ.	$\pm (0,12+0,15 \cdot C)$
Марганец	мг/дм ³	от 0,002 до 0,5 включ.	$\pm (0,001+0,15 \cdot C)$
		св. 0,5 до 20 включ.	$\pm (0,04+0,12 \cdot C)$
НПАВ	мг/дм ³	от 0,1 до 1 включ.	$\pm 0,42 \cdot C$
		св. 1 до 10 включ.	$\pm 0,25 \cdot C$
		св. 10 до 20 включ.	$\pm 0,19 \cdot C$
		св. 20 до 200 включ.	$\pm 0,17 \cdot C$
АПАВ**	мг/дм ³	от 0,02 до 0,1 включ.	$\pm (0,01+0,2 \cdot C)$
		от 0,1 до 3 включ.	$\pm (0,015+0,2 \cdot C)$
Никель	мг/дм ³	от 0,01 до 0,5 включ.	$\pm (0,001+0,15 \cdot C)$
		св. 0,5 до 20 включ.	$\pm (0,04+0,12 \cdot C)$
Нитраты (по разнице суммы нитратов и нитратов с нитритами)	мг/дм ³	от 0,05 до 5 включ.	$\pm (0,01+0,12 \cdot C)$
		св. 5 до 1000 включ.	$\pm (0,25+0,1 \cdot C)$
Нитриты	мг/дм ³	от 0,03 до 1 включ.	$\pm (0,01+0,12 \cdot C)$
		св. 1 до 20 включ.	$\pm (0,15+0,1 \cdot C)$
Азот общий	мг/дм ³	от 0,1 до 5 включ.	$\pm (0,01+0,15 \cdot C)$
		св. 5 до 1000 включ.	$\pm (0,35+0,15 \cdot C)$
Фенол летучий	мкг/дм ³	от 0,2 до 5 включ.	$\pm (0,1+0,2 \cdot C)$
		от 5 до 500 включ.	$\pm (1+0,2 \cdot C)$
		св. 500 до 100 000 включ.	$\pm (100+0,1 \cdot C)$
Фенольный индекс	мг/дм ³	от 0,01 до 0,1 включ.	$\pm (0,003+0,25 \cdot C)$
		св. 0,1 до 1,0 включ.	$\pm (0,005+0,15 \cdot C)$
Фосфаты	мг/дм ³	от 0,02 до 1 включ.	$\pm (0,003+0,15 \cdot C)$
		св. 1 до 10 включ.	$\pm (0,1+0,1 \cdot C)$
		св. 10 до 200 включ.	$\pm (0,5+0,1 \cdot C)$
Силикаты	мг/дм ³	от 0,05 до 1 включ.	$\pm (0,01+0,20 \cdot C)$
		св. 1 до 100 включ.	$\pm (0,05+0,15 \cdot C)$
Сульфаты	мг/дм ³	от 10 до 500 включ.	$\pm (0,5+0,15 \cdot C)$
Сульфиды	мг/дм ³	от 0,1 до 20	$\pm (0,01+0,15 \cdot C)$
Общий органический углерод (ООУ)	мг/дм ³	от 1 до 25 включ.	$\pm (0,1+0,2 \cdot C)$
		св. 25 до 1000 включ.	$\pm (1+0,2 \cdot C)$
Общий неорганический углерод (ОНУ)	мг/дм ³	от 1 до 25 включ.	$\pm (0,1+0,2 \cdot C)$
		св. 25 до 1000 включ.	$\pm (1+0,2 \cdot C)$
Фосфор (общий и ортофосфатный)	мг/дм ³	от 0,02 до 1 включ.	$\pm (0,003+0,15 \cdot C)$
		св. 1 до 10 включ.	$\pm (0,1+0,1 \cdot C)$
		св. 10 до 200 включ.	$\pm (0,5+0,1 \cdot C)$

Продолжение таблицы 4

Измеряемый параметр	Ед. измерения	Диапазоны измерений	Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений
1	2	3	4
Цинк	мг/дм ³	от 0,01 до 0,5 включ.	$\pm (0,002+0,1 \cdot C)$
		св. 0,5 до 20 включ.	$\pm (0,05+0,1 \cdot C)$
		св. 20 до 1000 включ.	$\pm (1+0,1 \cdot C)$
Щелочность	ммоль/дм ³	от 0,2 до 5 включ.	$\pm (0,03+0,1 \cdot C)$
		св. 5 до 200 включ.	$\pm (0,5+0,1 \cdot C)$
Монохлорамин	мг/дм ³	от 0 до 5	$\pm (0,04+0,05 \cdot C)$
Мутность	ЕМФ	от 0,1 до 500	$\pm (0,5+0,1 \cdot C)$
*Примечание: С – измеренное значение характеристики			
** В пересчете на додецилсульфат натрия			

13 Оформление результатов поверки

13.1 Результаты поверки оформляются протоколом произвольной формы.

13.2 Положительные результаты поверки оформляют в соответствии с Приказом Минпромторга России от 31 июля 2020 г. № 2510 «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требований к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке».

13.3 В случае отрицательных результатов поверки поверяемый анализатор признают непригодным к применению в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений и оформляют результаты в соответствии с Приказом Минпромторга России от 31 июля 2020 г. № 2510 «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требований к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке».

13.4 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 «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».

Зав. лабораторией 241 УНИИМ - филиала
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

 М.Ю. Медведевских

ПРИЛОЖЕНИЕ А

(обязательное)

Процедура приготовления растворов на основе разбавления ГСО

А.1 Приготовить ГСО в соответствии с его инструкцией по применению.

А.2 Последовательность приготовления растворов на основе разбавления ГСО с известными значениями массовой концентрацией компонентов.

Растворы готовятся путем последовательного разбавления стандартного образца.

А.2.1 В чистую, сухую мерную колбу отобрать аликвотную часть исходного ГСО объемом, вычисляемым по формуле

$$V = \frac{A_1 V_z}{A_2}, \quad (\text{А.1})$$

где A_1 - значение массовой концентрации в исходном ГСО (приведено в паспорте), мг/дм³;

A_2 - значение концентрации, которое необходимо приготовить, мг/дм³;

V_z - заданный объем мерной колбы, необходимый для проведения поверки анализатора, дм³.

А.2.2 Затем колбу заполнить дистиллированной водой, закрыть и тщательно перемешать

А.2.3 Относительная погрешность аттестованного значения приготовленных растворов не превышает 2,0 % при Р=0,95.

А.2.5 Растворы на основе разбавления ГСО применяют для поверки анализатора только в день приготовления.

А.2.6 Пример приготовления растворов НПАВ из ГСО 7421-91 (аттестованное значение 50,2 мг/см³ (50200 мг/дм³), отн. погрешность аттестованного значения ±1,1 %) приведен в таблице А.1.

Таблица А.1 – Пример приготовления растворов НПАВ из ГСО 7421-91

Номер раствора	Раствор использованный для приготовления	Объем аликвоты, см ³	Объем мерной колбы, см ³	Массовая концентрация, мг/дм ³	Погрешность приготовления растворов, мг/дм ³	Относительная погрешность приготовления растворов, %
1	ГСО	3	1000	150,6	3,0	2,0
2	ГСО	2	1000	100,4	1,5	1,5
3	1	200	1000	30,1	0,6	2,0
4	2	200	1000	20,08	0,3	1,5
5	2	150	1000	15,06	0,23	1,5
6	2	100	1000	10,04	0,15	1,5
7	2	50	1000	5,02	0,08	1,5
8	7	210	1000	1,054	0,019	1,8
9	7	100	1000	0,502	0,008	1,5
10	7	50	1000	0,251	0,004	1,5
11	8	100	1000	0,1004	0,0015	1,5

А.2.7 Пример приготовления растворов АПАВ из ГСО 8578-2004 (аттестованное значение 10,9 мг/см³ (10900 мг/дм³), отн. погрешность аттестованного значения ±1 %) приведен в таблице А.2.

Таблица А.2 – Пример приготовления растворов АПАВ из ГСО 8578-2004

Номер раствора	Раствор использованный для приготовления	Объем аликвоты, см ³	Объем мерной колбы, см ³	Массовая концентрация, мг/дм ³	Погрешность приготовления растворов, мг/дм ³	Относительная погрешность приготовления растворов, %
1	ГСО	5	1000	54,5	0,772	1,4
2	1	50	1000	2,73	0,039	1,4
3	1	30	1000	1,64	0,028	1,7
4	1	20	1000	1,09	0,018	1,6
5	1	18	1000	0,981	0,018	1,8
6	2	200	1000	0,545	0,008	1,4
7	2	100	1000	0,273	0,004	1,5
8	3	50	1000	0,0818	0,0014	1,8
9	6	50	1000	0,0273	0,0004	1,5

А.2.8 Пример приготовления растворов из ГСО 7015-93 (аттестованное значение 1,010 г/дм³ (1010 мг/дм³), отн. погрешность аттестованного значения $\pm 0,6$ %) приведен в таблице А.3.

Таблица А.3 – Пример приготовления растворов из ГСО 7015-93

Номер раствора	Раствор использованный для приготовления	Объем аликвоты, см ³	Объем мерной колбы, см ³	Массовая концентрация, мг/дм ³	Погрешность приготовления растворов, мг/дм ³	Относительная погрешность приготовления растворов, %
1	ГСО	5	1000	5,05	0,07	1,4
2	1	200	1000	1,01	0,01	1,4
3	1	50	1000	0,25	0,004	1,4
4	3	100	1000	0,03	0,0004	1,5
5	3	60	1000	0,015	0,0003	1,8

А.2.9 Пример приготовления растворов из ГСО 7762-2000 (аттестованное значение 1,0 мг/см³ (1000 мг/дм³), отн. погрешность аттестованного значения ± 1 %) приведен в таблице А.4.

Таблица А.4 – Пример приготовления растворов из ГСО 7762-2000

Номер раствора	Раствор использованный для приготовления	Объем аликвоты, см ³	Объем мерной колбы, см ³	Массовая концентрация, мг/дм ³	Погрешность приготовления растворов, мг/дм ³	Относительная погрешность приготовления растворов, %
1	ГСО	5	1000	5,0	0,071	1,4
2	1	100	1000	0,5	0,007	1,4
3	1	50	1000	0,25	0,004	1,4
4	2	200	1000	0,10	0,001	1,4
5	4	100	1000	0,01	0,0001	1,5
6	5	200	1000	0,002	0,00003	1,5

А.2.10 Пример приготовления растворов из ГСО 7436-98 (аттестованное значение 10,16 г/дм³ (10160 мг/дм³), отн. погрешность аттестованного значения $\pm 0,6$ %) приведен в таблице А.5.

Таблица А.5 – Пример приготовления растворов из ГСО 7436-98

Номер раствора	Раствор использованный для приготовления	Объем аликвоты, см ³	Объем мерной колбы, см ³	Массовая концентрация, мг/дм ³	Погрешность приготовления растворов, мг/дм ³	Относительная погрешность приготовления растворов, %
1	ГСО	9,8	100	996	12	1,2
2	1	300	1000	299	4	1,2
3	1	30	1000	29,9	0,4	1,4
4	3	200	1000	5,97	0,08	1,4

А.2.11 Пример приготовления растворов из ГСО 6693-93 (аттестованное значение 1,001 г/дм³ (1001 мг/дм³), отн. погрешность аттестованного значения $\pm 0,6$ %) приведен в таблице А.6.

Таблица А.6 – Пример приготовления растворов из ГСО 6693-93

Номер раствора	Раствор использованный для приготовления	Объем аликвоты, см ³	Объем мерной колбы, см ³	Массовая концентрация, мг/дм ³	Погрешность приготовления растворов, мг/дм ³	Относительная погрешность приготовления растворов, %
1	ГСО	49	100	490	3	0,7
2	1	50	100	245	2,7	1,1
3	1	50	1000	24,52	0,18	0,7
4	2	50	1000	12,26	0,14	1,1

А.2.12 Пример приготовления растворов из ГСО 7353-97 (аттестованное значение 1,001 г/дм³ (1001 мг/дм³), отн. погрешность аттестованного значения $\pm 2,9$ %) приведен в таблице А.7.

Таблица А.7 – Пример приготовления растворов из ГСО 7353-97

Номер раствора	Раствор использованный для приготовления	Объем аликвоты, см ³	Объем мерной колбы, см ³	Массовая концентрация, мг/дм ³	Погрешность приготовления растворов, мг/дм ³	Относительная погрешность приготовления растворов, %
1	ГСО	5	100	50,1	1,5	3,1
2	1	50	1000	2,50	0,08	3,1
3	2	200	1000	0,501	0,015	3,1
4	3	100	1000	0,0501	0,0015	3,1
5	4	100	1000	0,0050	0,0002	3,1
6	5	75	1000	0,00038	0,00001	3,2
7	5	50	1000	0,00025	0,00001	3,1

А.3 Приготовление растворов с известными значениями мутности

Приготовление растворов с известными значениями мутности (500 ЕМФ, 200 ЕМФ, 20 ЕМФ, 0,5 ЕМФ) путем последовательного разбавления исходного ГСО 7271-96 с аттестованным значением мутности 4000 ЕМФ:

- дистиллированную воду по ГОСТ 6709, дополнительно пропускают через системы очистки воды Synergy System Kit или Elix производства Millipore (Франция), имеющие конечный фильтр с размерами пор 0,22 мкм или аналогичную систему фильтрации.

- порядок приготовления растворов заключается в отборе в чистую мерную колбу аликвоты ГСО 7271-96 или раствора в соответствии с таблицей А.8, доведения колбы до метки очищенной дистиллированной водой и тщательным перемешиванием содержимого колбы.

Таблица А.8 - Процедура приготовления растворов с известными значениями мутности

№	Наименование АС	$V_d, \text{см}^3$	$V_{\text{МК}}, \text{см}^3$	Аттестованное значение мутности A , ЕМФ	Абсолютная погрешность аттестованного значения ΔA , ЕМФ
1	ГСО 7271-96	-	-	4000,00	80,00
2	Раствор №1, готовится из ГСО 7271-96	12,50	100,00	500,00	10,24*
3	Раствор №2, готовится из раствора №1	10,00	100,00	200,00	4,13*
4	Раствор 3, готовится из раствора №2	10,00	100,00	20,00	0,43*
5	Раствор №4, готовится из раствора №3	2,50	100,00	0,50	0,05*

*Примечание: при расчете погрешности аттестованного значения учитывали: погрешность от процедуры приготовления; погрешность аттестованного значения ГСО 7271-96 или раствора; погрешность от разбавления исходного ГСО очищенной водой, величина мутности которой менее 0,05 ЕМФ (подтверждено измерениями мутности воды с помощью мутномеров). Формула для расчета погрешности значения мутности в растворах

$$\Delta A = \sqrt{\left(\frac{V_{al}}{V_{\text{МК}}}\right)^2 \Delta A^2 + \left(\frac{A}{V_{\text{МК}}}\right)^2 \Delta V_{al}^2 + \left(\frac{AV_{al} + X_{H_2O}V_{H_2O}}{V_{\text{МК}}^2}\right)^2 \Delta V_{al}^2 + \left(\frac{V_{H_2O}}{V_{\text{МК}}}\right)^2 \Delta X_{H_2O}^2 + \left(\frac{X_{H_2O}}{V_{H_2O}}\right)^2 \Delta V_{H_2O}^2}, \quad (\text{A.2})$$

где A - аттестованное значение мутности ГСО 7271-96 (приведено в паспорте) или раствора в соответствии с таблицей А1, ЕМФ; ΔA - погрешность значения мутности ГСО 7271-96 или раствора, в соответствии с таблицей А1, ЕМФ; $V_{\text{МК}}$ - объем мерной колбы, см^3 ; V_d - объем отбираемой аликвоты ГСО 7271-96 или раствора, см^3 ; V_{H_2O} - объем очищенной воды; $\Delta V_{\text{МК}} = \pm 0,2 \text{ см}^3$ - погрешность измерений объема мерной колбы, см^3 ; $\Delta V_{al} = \pm 0,05 \text{ см}^3$ - погрешность измерений объема отбираемой аликвоты ГСО 7271-96 или раствора; X_{H_2O} - мутность очищенной воды, ЕМФ (в расчета принималась за нуль, что подтверждено измерениями мутности с помощью мутномера универсального 2100 N (Госреестр № 26091-03), имеющий абсолютную погрешность измерений мутности $\pm 0,05$ ЕМФ в диапазоне измерений 0,05 – 2,0 ЕМФ); $\Delta X_{H_2O} = \pm 0,05$ ЕФМ - погрешность измерений мутности очищенной воды с помощью мутномера универсального 2100 N.

А.4 Процедура приготовления растворов для контроля измерений содержания общего азота

Для проверки анализаторов при измерении массовой концентрации общего азота допускается использовать растворы на основе разбавления ГСО общего азота (например ГСО 7193-95) или использовать растворы на основе реактивов (например, сульфат аммония), в которых значения массовой концентрации общего азота определены с использованием титратора автоматического.

А.4.1 Приготовление растворов на основе разбавления СО водных растворов ионов аммония.

Приготовить растворы на основе разбавления ГСО 7015-93 в соответствии с п. А.2.

А.4.2 Процедура приготовления растворов на основе сульфата аммония для контроля измерений содержания общего азота

А.4.2.1 Приготовление исходного раствора на основе сульфата аммония по ГОСТ 9097-82 с номинальным значением массовой концентрации сульфата аммония – 1000 мг/дм³.

В мерную колбу вместимостью 1 дм³ внести навеску 3,66 г сульфата аммония, довести объем раствора до метки дистиллированной водой.

Массовую концентрацию приготовленного раствора C_a , мкг/дм³, вычислить по формуле

$$C_a = \frac{2 \cdot M(N)}{M((NH_4)_2SO_4)} \cdot \omega \cdot m / V_k = 0,211 \cdot \omega \cdot m / V_k, \quad (A.3)$$

где $M(N)$ - молярная масса азота, г/моль;

$M((NH_4)_2SO_4)$ - молекулярная масса сульфата аммония, г/моль;

m - масса сульфата аммония, мкг;

V_k - объем мерной колбы, дм³;

ω - чистота реактива сульфата аммония, %.

А.4.2.2 Действительное значение массовой концентрации общего азота в приготовленном растворе определяют с использованием титратора автоматического.

Сущность метода определения массовой концентрации общего азота заключается в подщелачивании пробы, с последующей отгонкой с водяным паром и улавливанием паров аммиака раствором борной кислоты с последующим титрованием раствором серной кислоты.

А.4.2.3 Приготовление поверочных растворов

Приготовить растворы с массовой концентрацией общего азота путем разбавления раствора, приготовленного по А.4.2.1 Для этого в мерную колбу объемом 100 см³ внести аликвоту согласно таблицы А.9. Довести объем раствора в колбе до метки дистиллированной водой. Действительные значения массовых концентраций общего азота полученных растворов рассчитать с учетом полученного значения массовой концентрацией общего азота по п. А.4.2.2.

Таблица А.9 – Номинальные значения массовой концентрации общего азота, их относительные погрешности и расчеты действительных значений массовых концентраций общего азота, полученные разбавлением

№ раствора	Используемый раствор	Объем аликвоты, см ³	Значение массовой концентрации общего азота, мг/дм ³	Абсолютная погрешность значения массовой концентрации общего азота, мг/дм ³
1	исходный	50	500,0	5,1
2	исходный	25	250,0	3,8
3	исходный	10	100,0	1,0
4	№ 3	10	50,0	0,5
5	№ 4	10	5,00	0,05
6	№5	10	0,50	0,01

А.5 Процедура приготовления растворов на основе гидразина сернокислого х.ч.

А.5.1 Приготовление исходного раствора на основе гидразина сернокислого х.ч. с номинальным значением массовой концентрации гидразина - 5000 мкг/дм³.

В мерную колбу вместимостью 1 дм³ внести навеску 20405±1,0000 мкг гидразина сернокислого, довести объем раствора до метки дистиллированной водой.

Массовую концентрацию приготовленного раствора C_a , мкг/дм³, вычислить по формуле

$$C_a = \frac{M(NH_2 - NH_2)}{M(NH_2 - NH_2 \cdot H_2SO_4)} \cdot \omega \cdot m / V_k = 0,245 \cdot m / V_k, \quad (A.4)$$

где $M(NH_2 - NH_2)$ - молярная масса гидразина, г/моль;

$M(NH_2 - NH_2 \cdot H_2SO_4)$ - молекулярная масса гидразина сернокислого, г/моль;

m - масса гидразина сернокислого, мкг;

V_k - объем мерной колбы, дм³;

ω - чистота реактива гидразина сернокислого, соответствующая квалификации х.ч., равная 99, 5%.

А.5.2 Действительное значение массовой концентрации гидразина в приготовленном растворе определяют с использованием титратора автоматического.

Сущность метода определения массовой концентрации гидразина заключается в том, что в нейтральной и щелочной среде йод реагирует с гидразином по реакции:



Для определения концентрации гидразина в щелочных и нейтральных растворах применяют метод прямого титрования раствором йода. Определению массовой концентрации гидразина в анализируемых растворах мешает присутствие ионов железа II и III, которое устраняется связыванием их в гидроксиды при добавлении раствора аммиака.

А.5.3 Приготовление поверочных растворов

Приготовить растворы с массовой концентрацией гидразина путем разбавления раствора, приготовленного по А.5.1. Для этого в мерную колбу объемом 100 см³ внести аликвоту согласно таблицы А.10. Довести объем раствора в колбе до метки дистиллированной водой. Действительные значения массовых концентраций гидразина полученных растворов рассчитать с учетом полученного значения массовой концентрацией гидразина по п. А.5.2.

Таблица А.10 – Номинальные значения массовой концентрации гидразина, их относительные погрешности и расчеты действительных значений массовых концентраций гидразина, полученные разбавлением

№ раствора	Используемый раствор	Объем аликвоты, см ³	Значение массовой концентрации гидразина, мг/дм ³	Абсолютная погрешность значения массовой концентрации гидразина, мг/дм ³
1	исходный	-	5,0	0,0071
2	исходный	50	2,5	0,0036
3	исходный	10	0,5	0,0006
4	№ 3	10	0,05	0,0001
5	№ 4	10	0,005	0,0001

А.6 Процедура приготовления растворов общего органического углерода и общего неорганического углерода

А.6.1 Процедура приготовления растворов общего органического углерода

Приготовить исходный раствор с концентрацией по углероду 1000 мг/дм³. В чистую, сухую мерную колбу поместить навеску ГСО 2216-81 состава калия фталевокислого кислого массой m , определяемой по формуле

$$m = \frac{w_c \cdot V_{кол} \cdot W}{w'_c \cdot 100} \quad (A.6)$$

где $V_{\text{кол}}$ - объем мерной колбы, дм^3 ;

w'_c - массовая доля углерода во фталате калия (0,70577);

w_c - требуемая концентрация углерода в растворе (1000 мг/дм^3), мг/дм^3 ;

W - аттестованное значение ГСО 2216-81 (массовая доля основного вещества), %;

m - масса фталата калия, мг .

Массовую концентрацию общего органического углерода рассчитывают по формуле

$$C = \frac{m}{V_{\text{м.к.}}} \quad (\text{А.7})$$

где m - масса ГСО 2216-81 взятая на приготовление раствора по формуле (А.6), г ;

$V_{\text{м.к.}}$ - объем мерной колбы, см^3 .

А.6.2 Приготовление поверочных растворов

Приготовить растворы с массовой концентрацией общего органического углерода путем разбавления раствора, приготовленного по А.6.1. Для этого в мерную колбу объемом 100 см^3 внести аликвоту согласно таблицы А.11. Довести объем раствора в колбе до метки дистиллированной водой. Действительные значения массовых концентраций общего органического углерода полученных растворов рассчитать с учетом полученного значения массовой концентрацией общего органического углерода по п. А.6.2.

Таблица А.11 – Номинальные значения массовой концентрации общего органического углерода, их относительные погрешности и расчеты действительных значений массовых концентраций общего органического углерода, полученные разбавлением

№ раствора	Используемый раствор	Объем аликвоты, см^3	Значение массовой концентрации общего органического углерода, мг/дм^3	Абс. погрешность значения массовой концентрации общего органического углерода, мг/дм^3
1	исходный	50	500,0	5,1
2	исходный	25	250,0	3,8
3	исходный	10	100,0	1,0
4	№ 1	10	50,0	0,5
5	№ 4	10	5,00	0,05

Для измерений приготовить из исходного раствора, полученного по А.6.1, не менее трех растворов с различными значениями массовой концентрации общего органического углерода (в начале, середине и конце диапазона измерений) в соответствии с пунктом А.2.

А.6.3 Процедура приготовления растворов и общего неорганического углерода

Приготовить исходный раствор из ГСО 8403-2003 согласно инструкции по применению на ГСО. В соответствии с п. А.2 приготовить не менее трех растворов на основе разбавления ГСО 8403-2003. Полученные значения массовой концентрации общего неорганического углерода должны находиться в начале, середине и в конце диапазона измерений.

А.7 Процедура приготовления растворов на основе этиленгликоля

А.7.1 Приготовление исходного раствора на основе этиленгликоля квалификации «чда» по ГОСТ 10164-75 с номинальным значением массовой концентрации этиленгликоля – 100 мг/дм^3 .

В мерную колбу вместимостью 1 дм^3 внести навеску $0,1 \text{ г}$ этиленгликоля, довести объем раствора до метки дистиллированной водой.

А.7.2 Действительное значение массовой концентрации этиленгликоля в приготовленном растворе определяют с использованием титратора автоматического.

Сущность метода определения массовой концентрации этиленгликоля заключается в том, что этиленгликоля окисляется в кислом растворе дихроматом калия с образованием воды и углекислоты. Избыток дихромата калия оттитровывается обратно тиосульфатом натрия.

А.7.3 Приготовление поверочных растворов

Приготовить растворы с массовой концентрацией этиленгликоля путем разбавления раствора, приготовленного по А.7.1. Для этого в мерную колбу объемом 100 см³ внести аликвоту согласно таблицы А.12. Довести объем раствора в колбе до метки дистиллированной водой. Действительные значения массовых концентраций этиленгликоля полученных растворов рассчитать с учетом полученного значения массовой концентрацией этиленгликоля по п. А.7.2.

А.7.4 Допускается вместо этиленгликоля квалификации «чда» по ГОСТ 10164-75 использовать растворы на основе разбавления ГСО этиленгликоля, приготовленных по п. А.2.

Таблица А.12 – Номинальные значения массовой концентрации этиленгликоля, их относительные погрешности и расчеты действительных значений массовых концентраций этиленгликоля, полученные разбавлением

№ раствора	Используемый раствор	Объем аликвоты, см ³	Значение массовой концентрации этиленгликоля, мг/дм ³	Абсолютная погрешность значения массовой концентрации этиленгликоля, мг/дм ³
1	исходный	50	50,0	0,51
2	исходный	25	25,0	0,38
3	исходный	10	10,0	0,10
4	№ 1	10	5,0	0,05
5	№ 4	10	0,50	0,01

А.8 Процедура приготовления растворов для контроля измерений общей жесткости

А.8.1 Приготовление исходного раствора на основе хлорида кальция квалификации «высший сорт» по ГОСТ 450-77 хлорида магния шестиводного квалификации «хч» по ГОСТ 4209-77 с номинальным значением общей жесткости – 10 Ж.

Примечание: Степень жесткости в соответствии с ГОСТ Р 52407-2005 выражают единицами жесткости (Ж). Жесткость 1 Ж отвечает содержанию 20,04 мг/дм³ катионов Ca²⁺ или 12,16 мг/дм³ магния Mg²⁺.

В мерную колбу вместимостью 1 дм³ внести навеску 0,34 г хлорида кальция и 1,68 г хлорида магния шестиводного, довести объем раствора до метки дистиллированной водой.

А.8.2 Действительное значение общей жесткости воды в приготовленном растворе определяют с использованием титратора автоматического.

Сущность метода заключается в образовании прочного комплексного соединения трилона Б с ионами кальция и магния. Определение проводят титрованием пробы трилоном Б при рН=10 в присутствии индикатора.

Общую жесткость воды рассчитывают по формуле

$$m = \frac{(V - V_0) \cdot C \cdot K \cdot 1000}{V_{al}} \quad (\text{А.8})$$

где V - объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование исследуемого раствора, см³;

V_0 - объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование холостого опыта, см³;

K - поправочный коэффициент к нормальности раствора трилона Б;

C - молярная концентрация раствора трилона Б, моль/дм³;

V_a - объем раствора, взятый на определение, см³.

Примечание: Растворы с другими значениями общей жесткости водных растворов готовят и анализируют с использованием титратора автоматического аналогичным образом.

А.8.3 Допускается вместо растворов по А.8.1 – А.8.2 использовать растворы на основе разбавления ГСО общей жёсткости, приготовленных по п. А.2.

А.9 Процедура приготовления растворов для контроля измерений перманганатной окисляемости на основе щавелевой кислоты

А.9.1 Приготовление исходного раствора на основе щавелевой кислоты х.ч. по ГОСТ 22180-76 с номинальным значением массовой концентрации щавелевой кислоты - 1000 мг/дм³.

В мерную колбу вместимостью 1 дм³ внести навеску 1,40 г $C_2H_2O_4 \cdot 2H_2O$, довести объем раствора до метки дистиллированной водой.

Массовую концентрацию приготовленного раствора C_a , мг/дм³, вычислить по формуле

$$C_a = \frac{M(C_2H_2O_4)}{M(C_2H_2O_4 \cdot 2H_2O)} \cdot \omega \cdot m / V_k = 0,714 \cdot \omega \cdot m / V_k, \quad (A.9)$$

где $M(C_2H_2O_4)$ - молярная масса щавелевой кислоты, г/моль;

$M(C_2H_2O_4 \cdot 2H_2O)$ - молекулярная масса щавелевой кислоты на две молекулы воды, г/моль;

m - масса щавелевой кислоты на две молекулы воды, г;

V_k - объем мерной колбы, дм³;

ω - чистота реактива щавелевой кислоты на две молекулы воды, соответствующая квалификации х.ч., равная 99, 5%.

А.9.2 Действительное значение массовой концентрации щавелевой кислоты в приготовленном растворе определяют с использованием титратора автоматического. Сущность метода заключается в титровании кислых растворов щавелевой кислоты или оксалатов стандартным раствором перманганата калия.

А.9.3 Приготовление поверочных растворов

Приготовить растворы с массовой концентрацией щавелевой кислоты путем разбавления раствора, приготовленного по А.9.1. Для этого в мерную колбу объемом 100 см³ внести аликвоту согласно таблицы А.13. Довести объем раствора в колбе до метки дистиллированной водой. Действительные значения массовых концентраций щавелевой кислоты полученных растворов рассчитать с учетом полученного значения массовой концентрацией щавелевой кислоты по п. А.9.2.

Таблица А.13 – Номинальные значения массовой концентрации щавелевой кислоты, их относительные погрешности и расчеты действительных значений массовых концентраций щавелевой кислоты, полученные разбавлением

№ раствора	Используемый раствор	Объем аликвоты, см ³	Значение массовой концентрации щавелевой кислоты, мг/дм ³	Абс. погрешность значения массовой концентрации щавелевой кислоты, мг/дм ³
1	исходный	50	500,0	5,1
2	исходный	25	250,0	3,8
3	исходный	10	100,0	1,0
4	№ 3	10	50,0	0,5
5	№ 4	10	5,00	0,05

А.10 Процедура приготовления растворов на основе цианида натрия

А.10.1 Приготовить исходный раствор с массовой концентрацией цианида натрия 100 мг/дм³. В чистую, сухую мерную колбу поместить навеску цианида натрия по ГОСТ 8464-79 массой m , определяемой по формуле

$$m = \frac{V_{\text{кол}} \cdot W \cdot w'_c}{w'_c \cdot 100} \quad (\text{А.10})$$

где $V_{\text{кол}}$ - объем мерной колбы, дм³;

w'_c - требуемая массовая концентрация цианида натрия в растворе (100 мг/дм³), мг/дм³;

w'_c - массовая доля цианид ионов во цианиде натрия (0,53212);

W - массовая доля основного вещества, %;

m - масса цианида натрия, мг.

Массовую концентрацию цианида натрия рассчитывают по формуле

$$C = \frac{m}{V_{\text{м.к.}}} \quad (\text{А.11})$$

где m - масса цианида натрия, взятая на приготовление раствора по формуле (А.10), г;

$V_{\text{м.к.}}$ - объем мерной колбы, см³.

Действительное значение массовой концентрации цианида натрия определить с использованием титратора автоматического.

А.10.2 Приготовление поверочных растворов

Приготовить растворы с массовой концентрацией цианида натрия путем разбавления раствора, приготовленного по А.10.1. Для этого в мерную колбу объемом 100 см³ внести аликвоту согласно таблицы А.14. Довести объем раствора в колбе до метки дистиллированной водой. Действительные значения массовых концентраций цианида натрия полученных растворов рассчитать с учетом полученного значения массовой концентрацией цианида натрия по п. А.10.1.

Таблица А.14 – Номинальные значения массовой концентрации цианида натрия, их относительные погрешности и расчеты действительных значений массовых концентраций цианида натрия, полученные разбавлением

№ раствора	Используемый раствор	Объем аликвоты, см ³	Значение массовой концентрации цианида натрия, мг/дм ³	Абсолютная погрешность значения массовой концентрации цианида натрия, мг/дм ³
1	исходный	20	20,0	0,20
2	исходный	10	10,0	0,15
3	исходный	5	5,0	0,05
4	№ 3	10	0,5	0,01
5	№ 4	30	0,15	0,002

А.10.3 Допускается для проверки вместо цианид ионов использовать ГСО состава роданид-ионов (например, ГСО 7618-99). Массовую концентрацию цианид ионов (C_{CN}) эквивалентную массовой концентрации роданид ионов (C_{CNS}) в ГСО рассчитать по формуле

$$C_{\text{CN}} = \frac{C_{\text{CNS}}}{2,23} \quad (\text{А.12})$$

Приготовить растворы на основе разбавления ГСО состава роданид-ионов согласно А.2. Массовая концентрация цианид ионов в приготовленных растворах должна соответствовать началу, середине и концу диапазона измерений.

А.11 Процедура приготовления растворов на основе гидроксида натрия для определения щелочности

А.11.1 В чистую, сухую мерную колбу поместить навеску гидроксида натрия квалификации «хч» по ГОСТ 4238-77, вычисляемую по формуле

$$m = C \cdot M \cdot V \cdot 1000, \quad (\text{А.13})$$

где C - требуемая молярная концентрация гидроксида натрия, ммоль/дм³; V - объем мерной колбы, дм³; M - молярная масса гидроксида натрия, г/моль.

Примечание: Гидроксид натрия в процессе хранения подвергается воздействию углекислого газа воздуха с образованием карбонатной пленки. Один из способов удаления карбонатной пленки, покрывающей гидроксид, ополаскивание водой малыми порциями. В данном случае для приготовления раствора берут навеску вещества в количестве, превышающем рассчитанное.

А.11.2 Затем колбу заполнить дистиллированной водой, закрыть и тщательно перемешать

А.11.3 Действительное значение массовой концентрации щавелевой кислоты в приготовленном растворе определяют с использованием титратора автоматического. Сущность метода заключается в титровании приготовленных растворов гидроксида натрия стандартным раствором соляной кислоты.

А.11.4 Растворы с молярной концентрацией гидроксида натрия готовят с низа, середина и верха диапазона в соответствии с таблицей 4 настоящей методики поверки.