

**Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии
УРАЛЬСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ –
ФИЛИАЛ ФЕДЕРАЛЬНОГО ГОСУДАРСТВЕННОГО УНИТАРНОГО ПРЕДПРИЯТИЯ
«ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ
ИМ.Д.И.МЕНДЕЛЕЕВА»
(УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева»)**

Согласовано

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



Е.П. Соби́на



2023 г.

«ГСИ. Анализаторы жидкости ЭкоСенс.

Методика поверки»

МП 46-241-2023

Екатеринбург

2023

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 Крашенинина М.П.

3 СОГЛАСОВАНА директором УНИИМ - филиала ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева» в июле 2023 г.

Государственная система обеспечения единства измерений Анализаторы жидкости ЭкоСенс. Методика поверки	МП 46-241-2023
--	-----------------------

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы жидкости ЭкоСенс (далее - анализаторы) производства ООО «ТОС Технологии», г. Москва и устанавливает методы и средства поверок.

1.2 При проведении поверки должна обеспечиваться прослеживаемость анализатора к:

ГЭТ 176-2019 «Государственному первичному эталону единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии» в соответствии с приказом Росстандарта от 19.02.2021 г. № 148;

ГЭТ 3-2020 «Государственному первичному эталону единицы массы (килограмму)» в соответствии с приказом Росстандарта от 04.07.2022 г. № 1622;

ГЭТ 216-2018 «Государственному первичному эталону единицы объема жидкости в диапазоне от $1,0 \cdot 10^{-9} \text{ м}^3$ до $1,0 \text{ м}^3$ » в соответствии с приказом Росстандарта от 26.09.2022 г. № 2356;

ГЭТ 54-2019 «Государственному первичному эталону единицы показателя pH активности ионов водорода в водных растворах» в соответствии с приказом Росстандарта от 09.02.2022 г. № 324;

ГЭТ 34-2020 «Государственному первичному эталону единицы температуры в диапазоне от 0 до 3200 °C» в соответствии с приказом Росстандарта от 23.12.2022 г. № 3253;

ГЭТ 132-2018 «Государственному первичному эталону единицы удельной электрической проводимости жидкостей в диапазоне от 0,001 до 50 См/м» в соответствии с приказом Росстандарта от 27.12.2018 г. № 2771.

ГЭТ 212-2023 «Государственному первичному эталону единиц массовой концентрации кислорода, водорода и углекислого газа в жидких средах» в соответствии с ГОСТ 8.652-2016 «ГСИ. Государственная поверочная схема для средств измерений массовой концентрации растворенных в воде газов (кислорода, водорода)».

1.3 Метод, обеспечивающий реализацию методики поверки – косвенное измерение поверяемым средством измерений величины, воспроизводимой стандартными образцами или мерами.

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 таблицах 1 - 3.

Таблица 1 - Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение
Диапазон измерений pH	от 0 до 14
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений pH	$\pm 0,1$
Диапазон измерений ОВП, мВ	от - 2000 до +2000
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений ОВП, мВ	± 5
Диапазон измерений удельной электрической проводимости, См/м	от $4 \cdot 10^{-6}$ до 200
Пределы допускаемой погрешности измерений удельной электрической проводимости, приведенной к верхнему пределу поддиапазона измерений, % в поддиапазоне от $4 \cdot 10^{-6}$ до $1 \cdot 10^{-4}$ См/м включ.	± 3
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений удельной электрической проводимости, % в поддиапазоне св. $1 \cdot 10^{-4}$ до 200 См/м	± 3
Диапазон показаний солесодержания, мг/дм ³	от 0 до 130 000
Диапазон измерений солесодержания, мг/дм ³	от 0 до 100 000
Пределы допускаемой абсолютной погрешности солесодержания, мг/дм ³	$\pm 0,02 \cdot C^*$
Диапазон измерений массовой концентрации растворенного кислорода, мг/дм ³	от 0 до 20
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений массовой концентрации растворенного кислорода, мг/дм ³ в поддиапазонах измерений: от 0 до 10 мг/дм ³ включ. св. 10 до 20 мг/дм ³	$\pm 0,2$ $\pm 0,6$
Диапазон измерений массовой концентрации озона, мг/дм ³	от 0,1 до 20
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой концентрации озона, %	± 15
Диапазон измерений мутности, ЕМФ	от 0,03 до 4000
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений мутности, % в поддиапазонах измерений: от 0,03 до 200 ЕМФ включ. св. 200 до 4000 ЕМФ	± 10 ± 5
Диапазон показаний массовой концентрации взвешенных веществ, мг/дм ³	от 1 до 120 000
Диапазон измерений массовой концентрации взвешенных веществ, мг/дм ³	от 1 до 20 000
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений массовой концентрации взвешенных веществ, мг/дм ³ в поддиапазонах измерений: от 1 до 10 мг/дм ³ включ. св. 10 до 10000 мг/дм ³ включ. св. 10000 до 20000 мг/дм ³	$\pm (0,5 + 0,08 \cdot C)^*$ $\pm 0,1 \cdot C^*$ $\pm 0,15 \cdot C^*$

Наименование характеристики	Значение
Диапазон измерений массовой концентрации нефти / нефтепродуктов в воде, мг/дм ³	от 1 до 5 000
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой концентрации нефти и нефтепродуктов в воде, % в поддиапазонах измерений: от 1 до 100 мг/дм ³ включ. св. 100 до 1000 мг/дм ³ включ. св. 1000 до 5000 мг/дм ³	 ±5 ±2 ±2
Диапазон показаний массовой концентрации ионов, мг/дм ³ : фторид-ионов хлорид-ионов	от 0,02 до 5000 от 0,02 до 35000
Диапазон измерений массовой концентрации ионов, мг/дм ³ : аммония (как аммонийный азот) нитрат-ионов фторид-ионов хлорид-ионов кальция калия	от 0,1 до 1000 от 0,1 до 1000 от 0,1 до 1000 от 1,8 до 35000 от 0,1 до 1000 от 0,1 до 1000
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой концентрации иона аммония, % в поддиапазонах измерений: от 0,1 до 1 мг/дм ³ включ. св. 1 до 1000 мг/дм ³	±5 ±10
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой концентрации хлорид-иона, %	± 10
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой концентрации нитрат-ионов, фторид-ионов, ионов кальция, ионов калия, % в поддиапазонах измерений: от 0,1 до 1 мг/дм ³ включ. св. 1 до 10 мг/дм ³ включ. св. 10 до 1000 мг/дм ³	±10 ±5 ±2
Диапазон измерений массовой доли химических веществ, %: соляная кислота серная кислота серная кислота (концентрированная) гидроксид калия гидроксид натрия хлорид натрия азотная кислота азотная кислота фтороводородная кислота	от 0,1 до 39 от 0,1 до 30 от 92 до 100 от 0,1 до 42 от 0,1 до 50 от 0,1 до 25 от 0,1 до 30 от 35 до 96 от 0,1 до 30
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой доли химических веществ, %	± 6
Диапазон измерений температуры, °С	от 0 до +100
Предел допускаемой абсолютной погрешности измерений температуры, °С	±0,5
<i>*С – измеренное значение массовой концентрации компонента состава.</i>	

Таблица 2 - Метрологические характеристики измерений массовой концентрации диоксида хлора

Определяемый компонент (показатель)	Датчик	Диапазон измерений, мг/дм ³	Пределы допускаемой относительной погрешности измерений, %
Массовая концентрация диоксида хлора	ЭС-ClO2-005	от 0,075 до 0,5	± 15
	ЭС-ClO2-020	от 0,3 до 2	± 15
	ЭС-ClO2-100	от 1 до 10	± 10
	ЭС-ClO2-200	от 2 до 20	± 10

Таблица 3 - Метрологические характеристики измерений массовой концентраций хлорноватистой кислоты, хлора общего и хлора свободного

Определяемый компонент (показатель)	Датчик	Диапазон измерений, мг/дм ³	Пределы допускаемой приведённой (к верхнему значению диапазона) погрешности измерений, %
Массовая концентрация хлорноватистой кислоты	ЭС-HClO-005	от 0,09 до 0,5	± 15
	ЭС-HClO-020	от 0,4 до 2	± 15
	ЭС-HClO-100	от 1,2 до 10	± 10
	ЭС-HClO-200	от 2,5 до 20	± 10
Массовая концентрация хлора общего	ЭС-TCl-005	от 0,09 до 0,5	± 15
	ЭС-TCl-020	от 0,4 до 2	± 15
	ЭС-TCl-100	от 1,2 до 10	± 10
	ЭС-TCl-200	от 2,5 до 20	± 10
Массовая концентрация хлора свободного	ЭС-RCl-005	от 0,09 до 0,5	± 15
	ЭС-RCl-020, ЭС-5961-RCl-020	от 0,4 до 2	± 15
	ЭС-RCl-100, ЭС-5961-RCl-100	от 1,2 до 10	± 10
	ЭС-RCl-200, ЭС-5961-RCl-200	от 2,5 до 20	± 10

2 Нормативные ссылки

В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

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

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

Приказ Росстандарта от 04.07.2022 г. № 1622 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений массы»

Приказ Росстандарта от 26.09.2022 г. № 2356 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений массы и объема жидкости в потоке, объема жидкости и вместимости при статических измерениях, массового и объемного расходов жидкости»

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 23.12.2022 г. № 3253 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений температуры»

Приказ Росстандарта от 27.12.2018 г. № 2771 «Об утверждении 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 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандарт-титры для приготовления буферных растворов – рабочих эталонов pH 2-го и 3-го разрядов. Технические и метрологические характеристики. Методы их определения

ГОСТ 8.450-81 ГСИ. Шкала окислительных потенциалов водных растворов

ГОСТ Р 58144-2018 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ R OIML 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 3118-77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4172-76 Реактивы. Натрий фосфорнокислый двузамещенный 12-водный. Технические условия

ГОСТ 4198-75 Реактивы. Калий фосфорнокислый однозамещенный. Технические условия

ГОСТ 4204-77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4232-74 Реактивы. Калий йодистый. Технические условия

ГОСТ 4328-77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4461-77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 10484-78 Реактивы. Кислота фтористоводородная. Технические условия

ГОСТ 10652-73 Реактивы. Соль динатриевая этилендиамин-N,N,N'-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б). Технические условия

ГОСТ 11086-76 Гипохлорит натрия. Технические условия

ГОСТ 11773-76 Реактивы. Натрий фосфорнокислый двузамещенный. Технические условия

ГОСТ 24363-80 Реактивы. Калия гидроокись. Технические условия

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

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

ГОСТ 25794.2-83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов

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

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

ГОСТ 29251-91 Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

Р 50.2.021-2002 ГСИ. Эталонные растворы. Удельной электрической проводимости жидкостей. Методика приготовления и первичной поверки

ТУ 2642-001-33813273 Стандарт-титры. Технические условия

3 Перечень операций поверки

3.1 При поверке должны быть выполнены операции, указанные в таблице 4.

Таблица 4 – Операции поверки

Наименование операции	Проведение операции при		Номер пункта методики поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
<i>1</i>	<i>2</i>	<i>3</i>	<i>4</i>
1 Внешний осмотр средства измерений	да	да	8
2 Подготовка к поверке и опробование средства измерений	да	да	9
3 Проверка программного обеспечения средства измерений	да	да	10
4 Определение метрологических характеристик средства измерений: Проверка диапазона измерений и абсолютной погрешности измерений pH и ОВП	да	да	11.1

Наименование операции	Проведение операции при		Номер пункта методики поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
<i>1</i>	<i>2</i>	<i>3</i>	<i>4</i>
Проверка диапазона измерений, приведенной и относительной погрешности измерений удельной электрической проводимости	да	да	11.2
Проверка диапазона измерений и абсолютной погрешности измерений содержания	да	да	11.3
Проверка диапазона измерений и относительной погрешности измерений массовой концентрации компонента (мутности, массовой концентрации нефтепродуктов, массовой концентрации фторид-ионов, хлорид-ионов, ионов аммония, нитрат-ионов, ионов калия, ионов кальция, диоксида хлора, озона)	да	да	11.4
Проверка диапазона измерений и абсолютной погрешности измерений массовой концентрации растворенного кислорода	да	да	11.5
Проверка диапазона измерений и абсолютной погрешности измерений массовой концентрации взвешенных веществ	да	да	11.6
Проверка диапазона измерений и относительной погрешности измерений массовой доли химических веществ (соляной кислоты, серной кислоты, серной кислоты (концентрированной), гидроксида калия, гидроксида натрия, хлорида натрия, азотной кислоты, фтороводородной кислоты)	да	да	11.7
Проверка диапазона измерений и приведенной (к верхнему значению диапазона) измерений погрешности измерений хлорноватистой кислоты, хлора общего, хлора свободного	да	да	11.8
Проверка диапазона измерений и абсолютной погрешности измерений температуры	да	да	11.9
Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	да	да	12

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций поверка прекращается, анализатор бракуется, и выполняются операции по п. 13.4.

3.3 Поверка проводится для показателей в зависимости от представленной комплектности анализатора. 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 и/или на меньшем числе поддиапазонов измерений (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 20 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 5.

Таблица 5 – Средства поверки

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
Раздел 9 Подготовка к поверке и опробование	Средства измерений температуры окружающей среды в диапазоне от 20°C до 25 °C с абсолютной погрешностью не более 1 °C; Средства измерений относительной влажности воздуха в диапазоне от 20 % до 90 %с погрешностью не более 2 %	Измеритель влажности и температуры ИВТМ-7 М 3-Д, рег. № 71394-18
Раздел 11 Определение метрологических характеристик средства измерений	рабочий эталон 2-го разряда - буферные растворы по ГОСТ 8.135, пределы допускаемой абсолютной погрешности воспроизведения pH $\pm 0,01$	Стандарт-титры для приготовления буферных растворов-рабочих эталонов pH 1 и pH 2 разрядов СТ-pH, рег. № 45142-10
	буферные растворы по ГОСТ 8.450-81, абсолютная погрешность воспроизведения ОВП ± 3 мВ	Стандарт-титры СТ-ОВП, рег. № 61364-15
	диапазон измерений pH от 0 до 14, с пределами допускаемых значений абсолютной погрешности измерений pH $\pm 0,05$ диапазон измерений массовой доли веществ в пробе от 0,0001 % до 100 %, пределы допускаемой относительной погрешности при измерении массовой доли веществ в пробе ± 3 %	Титратор автоматический Т5, Т7, Т9, рег. № 65147-16

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
	диапазон измерения УЭП от 1×10^{-6} до 100 См/м, с пределами допускаемых значений относительной погрешности измерений $U_{ЭП} \pm 0,25 \%$	Установка кондуктометрическая поверочная КПУ-1-0,15Р, рег. № 31468-06
	диапазон воспроизведения электрического сопротивления от 0,001 до 111111,110 Ом, класс точности 0,02	Магазин сопротивления Р4831, рег. № 6332-77
	I (специального) класса точности по ГОСТ OIML R 76-1 с абс. погрешностью $\pm 0,5$ мг	Весы лабораторные электронные LE 225D, рег. 28158-04
	диапазон измерений температуры от 0 до $+100$ °С, пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений температуры $\pm 0,1$ °С	Термометр сопротивления платиновый вибропрочный ТСРВ-1.1, рег. № 50256-12
	диапазон измерений температуры от минус 200 °С до 962 °С, абсолютная погрешность $\pm 0,1$ °С	Измеритель температуры двухканальный прецизионный МИТ 2.05, рег. № 29933-05
	Анализатор кислорода – рабочий эталон единицы массовой концентрации растворенного кислорода в воде в соответствии с ГОСТ 8.652, диапазон измерений от 0,1 до 20 мг/дм ³ , с пределами относительной погрешности измерений $\pm 2,0 \%$	Анализатор жидкости многопараметрический inoLab, регистрационный номер рабочего эталона 3.7.АНЮ.0001.2023
	интервал допускаемых аттестованных значений объемной доли кислорода от 0,5 % до 20 %, границы допускаемых значений относительной погрешности от $\pm 0,6 \%$ до $1,5 \%$ ($P=0,95$)	СО состава искусственной газовой смеси в азоте (N2-МППЗ-1) ГСО 11047-2018
	интервал допускаемых аттестованных значений объемной доли кислорода от 0,5 % до 20 %, границы допускаемых значений относительной погрешности от $\pm 0,3 \%$ до $0,6 \%$ ($P=0,95$)	СО состава искусственной газовой смеси в азоте (N2-МЗ-0) ГСО 10705-2015
	интервал допускаемых аттестованных значений удельной электрической проводимости от 10,6 до 11,8 См/м, границы допускаемых значений	СО удельной электрической проводимости водных сред (УЭП-1) ГСО 7374-97

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
	относительной погрешности $\pm 0,25\%$ ($P=0,95$)	
	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 удельной электрической проводимости от 0,0045 до 0,0049 См/м, границы допускаемых значений относительной погрешности $\pm 0,25\%$ ($P=0,95$)	СО удельной электрической проводимости водных сред (УЭП-5) ГСО 7378-97
	мутность по формазиневой шкале от 3800 до 4200 ЕМФ, границы допускаемых значений относительной погрешности $\pm 2,0\%$ при $P=0,95$	СО мутности (формазиневая суспензия) ГСО 7271-96
	диапазон аттестованных значений массовой концентрации нефтепродуктов от 0,475 до 0,525 мг/см ³ с границами допускаемой относительной погрешности аттестованного значения $\pm 0,5\%$ при $P=0,95$	СО состава раствора нефтепродуктов в водорастворимой матрице НВМ-9-ЭК ГСО 8654-2005

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
	диапазон аттестованных значений массовой доли нерастворимых веществ каолина в твердой основе от 3,5 % до 4,5 %, доверительные границы относительной погрешности аттестованного значения $\pm 4,0$ % при $P=0,95$	СО массовой доли нерастворимых веществ каолина в твердой основе МНВ-20 ГСО 6541-92
	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 водного раствора ионов аммония ГСО 7015-93
	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 нитрат-ионов ГСО 6696-93
	массовая концентрация фторид-ионов от 0,95 до 1,05 г/дм ³ , границы допускаемых значений относительной погрешности $\pm 1,0$ % ($P=0,95$)	СО состава фторид ионов ГСО 8125-2002
	массовая концентрация хлорид-ионов от 9,5 до 10,5 г/дм ³ , границы допускаемых значений относительной погрешности $\pm 1,0$ % ($P=0,95$)	СО состава раствора хлорид-ионов ГСО 7436-98
	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 водного раствора ионов кальция (19К-1) ГСО 8065-94
	массовая концентрация ионов натрия 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 калия (18К-1) ГСО 8092-94
	массовая концентрация активного хлора от 200 до 1000 мг/дм ³ , границы допускаемых значений относительной погрешности $\pm 2,0$ % ($P=0,95$)	СО массовой концентрации активного хлора в воде (АХС СО УНИИМ) ГСО 10138-2012
	массовая доля хлорида натрия от 99,900 % до 100,00 %, границы допускаемой абсолютной погрешности $\pm 0,030$ % ($P=0,95$)	СО состава натрия хлористого 1-го разряда ГСО 4391-88

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
	молярная концентрация ионов водорода в растворе соляной кислоты от 0,099 до 0,110 моль/дм ³ , границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения СО $\pm 0,05\%$ ($P=0,95$)	СО состава раствора соляной кислоты ГСО 9654-2010
	массовая доля калия двуххромовокислого (бихромата калия) от 99,950 % до 100,000 %, границы допускаемых значения абсолютной погрешности аттестованного значения СО $\pm 0,030\%$ ($P=0,95$)	СО состава калия двуххромовокислого (бихромата калия) 1-го разряда ГСО 2215-81
	генератор озона, производительность 1000 мг/ч бюретка 2-го класса точностью вместимостью 25 см ³ II класса точности по ГОСТ 29251 колбы мерные, цилиндры II класса точности по ГОСТ 1770 пипетки II класса точности по ГОСТ 29169, ГОСТ 29227 вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144 стакан лабораторный вместимостью по ГОСТ 25336 стандарт-титр пентагидрата тиосульфата натрия ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) молярная концентрация 0,1 моль/дм ³ (0,1 н) по ТУ 2642-001-33813273 йодид калия ч.д.а. по ГОСТ 4232 кислота серная х.ч. по ГОСТ 4204 кислота соляная х.ч. по ГОСТ 3118 азотная кислота х.ч по ГОСТ 4461 фтороводородная кислота х.ч. по ГОСТ 10484 гидроксид калия х.ч. по ГОСТ 24363 дигидрофосфат калия ч.д.а. по ГОСТ 4198 гидроксид натрия х.ч. по ГОСТ 4328 хлорит натрия марка А или Б гидрофосфат натрия ч.д.а. по ГОСТ 11773 гидрофосфат натрия двенадцативодный ч.д.а. по ГОСТ 4172 дигидрат натриевой соли этилендиаминотетрауксусной кислоты дигадрат (трилон Б, ЭДТА) х.ч. по ГОСТ 10652	

6.2 Средства измерений, применяемые при поверке, должны быть поверены (сведения о результатах поверки средств измерений доступны в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений), стандартные образцы должны иметь действующий паспорт.

6.3 Допускается использовать при поверке другие средства измерений утвержденного типа и поверенные, другие стандартные образцы утвержденного типа в пределах срока годности с соответствующими аттестованными характеристиками, удовлетворяющие метрологическим требованиям, указанным в таблице 5.

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 паспорте;
- 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 Анализатор подготовить к работе в соответствии с РЭ.

9.2 Подготовить стандартные образцы утвержденных типов (далее – ГСО), предусмотренные в качестве средств поверки в соответствии с инструкциями по применению.

9.3 Опробование

Провести контроль условий поверки с помощью термогигрометра в соответствии с таблицей 5.

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 Проверка программного обеспечения средства измерений

10.1 Провести проверку идентификационных данных ПО анализатора. Идентификационные данные ПО должны соответствовать указанным в таблице 6.

Номер версии ПО можно посмотреть:

- для ЭкоСенс-01 в Меню → Общедоступные данные → Версия ПО.
- для ЭкоСенс-2, ЭкоСенс-3 и ЭкоСенс-4 в Меню → Ввод пароля → нажать клавишу Enter → ввести пароль 0000.

Таблица 6 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные ПО	Модель анализатора			
	ЭкоСенс-1	ЭкоСенс-2	ЭкоСенс-3	ЭкоСенс-4
Идентификационное наименование	—	—	—	—
Номер версии	не ниже 2.00.0.00	не ниже 100.100.100	не ниже 100.100	не ниже DL2019041 9
Цифровой идентификатор	—	—	—	—

11 Определение метрологических характеристик средства измерений

11.1 Проверка диапазона измерений и абсолютной погрешности измерений pH и ОВП

11.1.1 Провести измерения pH четырех буферных растворов – рабочих эталонов pH, воспроизводящих значения pH=1,65, 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±0,2) °C. Измерения провести не менее трех раз на каждом буферном растворе.

11.1.2 Абсолютную погрешность измерений ОВП определить с использованием стандарт-титров СТ-ОВП-01 или с использованием рабочих проб, приготовленных в соответствии с ГОСТ 8.450.

Провести не менее пяти измерений ОВП в двух точках диапазона измерений ОВП.

11.2 Проверка диапазона измерений, приведенной и относительной погрешности измерений удельной электрической проводимости

Проверку диапазонов измерений, приведенной и относительной погрешности измерений УЭП провести не менее, чем в одной точке измерений в поддиапазоне от 0,000004 до 0,0001 См/м и от трех до пяти точек в поддиапазоне св. 0,0001 См/м до 200 См/м, например, в точках: 10 См/м, 20 См/м, 80 См/м, 120 См/м и 170 См/м.

Поверку в диапазоне от $4 \cdot 10^{-6}$ до 100 См/м провести с использованием стандартных образцов и с использованием кондуктометрической поверочной установки КПУ-1-0,15Р и рабочих растворов.

Подготовить растворы стандартных образцов УЭП к измерениям в соответствии с инструкцией по применению ГСО. В части диапазона измерений удельной электрической проводимости, не закрываемой стандартными образцами УЭП (диапазон воспроизводимых значений УЭП от 0,01 до 20 См/м) приготовить рабочие растворы в соответствии Р 50.2.021-2002, для диапазона св. 20 См/м воспользоваться методикой приготовления растворов по приложению А (приготовление водных растворов серной кислоты). Проконтролировать значение УЭП

приготовленных рабочих растворов при помощи кондуктометрической поверочной установки КПУ-1-0,15Р.

В диапазоне измерений УЭП свыше 100 См/м проверку относительной погрешности провести с использованием магазина сопротивления Р4831. При помощи магазина сопротивлений подобрать значение сопротивления R_x , Ом, соответствующее значению УЭП 120 См/м и 170 См/м. Полученные значения сопротивления, Ом, должны лежать в диапазонах:

$$3,466 \leq R_{120} \leq 3,732$$

$$2,132 \leq R_{170} \leq 2,311$$

Для выполнения измерений необходима проволока с сопротивлением, не превышающим 0,002 Ом.

11.3 Проверка диапазона измерений и абсолютной погрешности измерений солесодержания

Проверку диапазона измерений и абсолютной погрешности измерений солесодержания провести в трех точках диапазона измерений, соответствующих началу, середине и концу диапазона измерений, соответствующих примерно 20 %, 50% и 80% диапазона измерений. Проверку абсолютной погрешности провести на основании измерения УЭП контрольных растворов. Измерения УЭП выполнить с помощью установки кондуктометрической поверочной КПУ-1-0,15Р. Расчет значения солесодержания в растворе проводить по таблице 7 на основании измеренного значения УЭП раствора, приведенного к температуре + 25°C. Если в таблице отсутствует точное значение УЭП раствора, то расчет значения общего солесодержания в растворе проводить методом линейной интерполяции по двум ближайшим значениям из таблицы 7.

Таблица 7 – Расчет значения солесодержания контрольных растворов на основании результатов измерений УЭП

Значения УЭП, мкСм/см	Солесодержание, г/дм ³	Значения УЭП, мкСм/см	Солесодержание, г/дм ³	Значения УЭП, мкСм/см	Солесодержание, г/дм ³
0,055	0	20	$9,36 \cdot 10^{-3}$	6000	3,18
0,1	$2,10 \cdot 10^{-5}$	25	$1,17 \cdot 10^{-2}$	8000	4,32
0,2	$6,80 \cdot 10^{-5}$	30	$1,41 \cdot 10^{-2}$	10000	5,46
0,25	$9,10 \cdot 10^{-5}$	40	$1,87 \cdot 10^{-2}$	12000	6,74
0,3	$1,15 \cdot 10^{-4}$	50	$2,34 \cdot 10^{-2}$	15000	8,79
0,4	$1,62 \cdot 10^{-4}$	60	$2,81 \cdot 10^{-2}$	20000	12,13
0,5	$2,09 \cdot 10^{-4}$	80	$3,76 \cdot 10^{-2}$	25000	15,49
0,6	$2,56 \cdot 10^{-4}$	100	$4,71 \cdot 10^{-2}$	30000	18,86

Значения УЭП, мкСм/см	Солесодержание, г/дм ³	Значения УЭП, мкСм/см	Солесодержание, г/дм ³	Значения УЭП, мкСм/см	Солесодержание, г/дм ³
0,7	$3,03 \cdot 10^{-4}$	120	$5,67 \cdot 10^{-2}$	40000	25,6
0,8	$3,50 \cdot 10^{-4}$	150	$7,22 \cdot 10^{-2}$	50000	32,33
0,9	$3,96 \cdot 10^{-4}$	200	$9,56 \cdot 10^{-2}$	60000	39,07
1,0	$4,43 \cdot 10^{-4}$	250	$1,20 \cdot 10^{-1}$	80000	52,77
1,1	$4,90 \cdot 10^{-4}$	300	$1,44 \cdot 10^{-1}$	100000	70,3
1,2	$5,37 \cdot 10^{-4}$	400	$1,93 \cdot 10^{-1}$	120000	87,82
1,5	$6,78 \cdot 10^{-4}$	500	$2,42 \cdot 10^{-1}$	140000	105,3
2	$9,12 \cdot 10^{-4}$	600	$2,91 \cdot 10^{-1}$	150000	116,4
2,5	$1,15 \cdot 10^{-3}$	800	$3,92 \cdot 10^{-1}$	160000	128,1
3	$1,38 \cdot 10^{-3}$	1000	$4,91 \cdot 10^{-1}$	170000	139,8
4	$1,85 \cdot 10^{-3}$	1200	$5,97 \cdot 10^{-1}$	180000	151,5
5	$2,32 \cdot 10^{-3}$	1500	$7,49 \cdot 10^{-1}$	190000	163,1
6	$2,79 \cdot 10^{-3}$	2000	1,00	200000	178,8
8	$3,73 \cdot 10^{-3}$	2500	1,27	210000	196
10	$4,67 \cdot 10^{-3}$	3000	1,54	230000	231,1
12	$5,60 \cdot 10^{-3}$	4000	2,08	250000	296,5
15	$7,01 \cdot 10^{-3}$	5000	2,62	-	-

11.4 Проверка диапазона измерений и относительной погрешности измерений массовой концентрации компонента (мутности, массовой концентрации нефтепродуктов, массовой концентрации ионов аммония, нитрат-ионов, фторид-ионов, хлорид-ионов, ионов кальция, ионов калия, диоксида хлора, озона)

Проверку диапазонов измерений и относительной погрешности измерений массовой концентрации компонента провести с использованием:

- СО мутности (формазиновая суспензия) ГСО 7271-96;
- СО состава раствора нефтепродуктов в водорастворимой матрице НВМ-9-ЭК ГСО 8654-2005;
- СО состава водного раствора ионов аммония ГСО 7015-93;
- СО состава нитрат-ионов ГСО 6696-93;
- СО состава фторид ионов ГСО 8125-2002;
- СО состава раствора хлорид-ионов ГСО 7436-98;
- СО состава натрия хлористого ГСО 4391-88;
- СО состава водного раствора ионов кальция (19К-1) ГСО 8065-94;
- СО состава водного раствора ионов калия (18К-1) ГСО 8092-94;
- контрольных растворов с известным значением массовой концентрации диоксида хлора;

- контрольных растворов озона с известным значением массовой концентрации озона.

Для каждого компонента и проверяемого диапазона измерений приготовить не менее двух контрольных растворов с известными значениями массовой концентрации компонента (показателя), соответствующими началу и концу диапазона (при наличии поддиапазонов измерений необходимо обеспечить по одной точке в каждом поддиапазоне измерений).

Приложение Б - метод последовательного разбавления из ГСО;

Приложение В – процедура приготовления контрольных растворов с известными значениями мутности;

Приложение Г – процедура приготовления контрольных растворов с известными значениями массовой концентрации диоксида хлора;

Приложение Д – процедура приготовления контрольных растворов с известным значением массовой концентрации озона.

Приложение Е - процедура приготовления контрольных растворов с известным значением массовой концентрации хлорид-иона в диапазоне свыше 1000 мг/дм³.

Провести не менее трех измерений массовой концентрации компонента (показателя) в каждом контрольном растворе.

11.5 Проверка диапазона измерений и абсолютной погрешности измерений массовой концентрации растворенного кислорода

Проверку абсолютной погрешности измерений массовой концентрации растворенного кислорода провести с помощью рабочих растворов, путем сличений показаний поверяемого анализатора и рабочего эталона единицы массовой концентрации растворенного кислорода (далее – эталонный оксиметр).

Проверяют фоновые показания раствора с помощью анализатора при температуре $(20 \pm 1)^\circ\text{C}$. Для этого подготавливают раствор без содержания растворенного кислорода («нулевой» раствор) растворением 125 мг сульфита натрия в 1000 см³ дистиллированной воды, бутыль с приготовленным раствором закрывают пробкой и выдерживают не менее 1 часа.

Приготовленный раствор заливают в термостатируемый стакан, в который помещают (погружают) датчики поверяемого анализатора, эталонного оксиметра и термометра.

Снимают показания эталонного оксиметра и поверяемого анализатора. Фоновые показания «нулевого» раствора должны не превышать 0,1 мг/дм³.

Проводят измерения массовой концентрации кислорода, мг/дм³ в поверочных растворах, приготовленных в соответствии с Приложением Ж.

Насыщение приготовленных растворов контролируют по стабилизации показаний поверяемого анализатора в процессе измерений. После стабилизации показаний проводят

регистрацию 5 (пяти) показаний поверяемого анализатора и рабочего эталона в течении 3 мин для каждой точки.

11.6 Проверка диапазона измерений и абсолютной погрешности измерений массовой концентрации взвешенных веществ

Проверку диапазонов измерений и абсолютной погрешности измерений массовой концентрации взвешенных веществ провести с использованием стандартного образца массовой доли нерастворимых веществ каолина в твердой основе МНВ-20 ГСО 6541-92.

Приготовить контрольные растворы с известным значением ГСО 6541 в соответствии с инструкцией по применению и приложением И. Приготовить контрольные растворы с известными значениями массовой концентрации взвешенных веществ, обеспечивая не менее одной точки в каждом поддиапазоне измерений.

Провести не менее трех измерений массовой концентрации взвешенных веществ в каждом контрольном растворе.

11.7 Проверка диапазона измерений и относительной погрешности измерений массовой доли химических веществ (соляной кислоты, серной кислоты, серной кислоты (концентрированной), гидроксида калия, гидроксида натрия, хлорида натрия, азотной кислоты, фтороводородной кислоты)

Проверку диапазонов измерений и относительной погрешности измерений массовой доли соляной кислоты, серной кислоты, серной кислоты (концентрированной), гидроксида калия, гидроксида натрия, хлорида натрия, азотной кислоты, фтороводородной кислоты провести с использованием контрольных растворов, приготовленных из:

- кислота соляная х.ч. по ГОСТ 3118;
- кислота серная х.ч. по ГОСТ 4204;
- гидроксид натрия х.ч. по ГОСТ 4328;
- гидроксид калия х.ч. по ГОСТ 24363;
- азотная кислота х.ч. по ГОСТ 4461;
- фтороводородная кислота х.ч. по ГОСТ 10484;
- СО состава натрия хлористого ГСО 4391-88.

Действительное значение массовой доли соляной кислоты, серной кислоты, серной кислоты (концентрированной), гидроксида калия, гидроксида натрия, хлорида натрия, азотной кислоты, фтороводородной кислоты определить в соответствии с приложением К.

Приготовить не менее двух контрольных растворов с известными значениями массовой доли соляной кислоты, серной кислоты, серной кислоты (концентрированной), гидроксида калия,

гидроксида натрия, хлорида натрия, азотной кислоты, фтороводородной кислоты, соответствующими началу и концу диапазона измерений.

Провести не менее трех измерений массовой доли соляной кислоты, серной кислоты, серной кислоты (концентрированной), гидроксида калия, гидроксида натрия, хлорида натрия, азотной кислоты, фтороводородной кислоты в каждом контрольном растворе.

11.8 Проверка диапазона измерений и относительной погрешности измерений массовой концентрации хлорноватистой кислоты, хлора общего, хлора свободного

Проверку диапазонов измерений и относительной погрешности измерений массовой концентрации хлорноватистой кислоты провести с использованием контрольных растворов, приготовленных из гипохлорита натрия, марка А или Б по ГОСТ 11086. Действительное значение хлорноватистой кислоты определить в соответствии с приложением Л.

Проверку диапазонов измерений и относительной погрешности измерений массовой концентрации хлора общего и хлора свободного провести с использованием СО массовой концентрации активного хлора в воде (АХС СО УНИИМ) ГСО 10138-2012. Растворы приготовить методом последовательного разбавления в соответствии с приложением Л.

Приготовить контрольные растворы с известными значениями хлорноватистой кислоты, хлора общего, хлора свободного, обеспечивая не менее двух точек, соответствующих началу и концу диапазона измерений.

Провести не менее трех измерений хлорноватистой кислоты, хлора общего, хлора свободного в каждом контрольном растворе.

11.9 Проверка диапазона измерений и абсолютной погрешности измерений температуры

Абсолютную погрешность измерения температуры жидкости определяют не менее чем в трех точках диапазона (начале, середине и в конце диапазона измерений температуры) измеряя температуру воды дистиллированной термометром сопротивления платиновым вибропрочным ТСРВ-1.1 и измерителем температуры двухканальным прецизионным МИТ 2.05, °С.

12 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

12.1 По результатам измерений, полученным по п. 11.1.1, для каждого раствора вычислить абсолютную погрешность измерений (ΔpH) по формуле

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

где pH_{ij} - j -е измеренное значение рН i -го буферного раствора;

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

Значения абсолютной погрешности измерений pH должны удовлетворять требованиям, приведенным в таблице 1.

12.2 По результатам измерений, полученным по п. 11.1.2, для каждого раствора рассчитать абсолютную погрешность измерений ОВП определить по формуле

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

где X_{izm} - i -ое значение ОВП, измеренное анализатором, мВ;

$X_{эти}$ - i -ое значение ОВП, воспроизводимое стандарт-тиром ОВП или раствором, приготовленным в соответствии с ГОСТ 8.450, мВ.

Значения абсолютной погрешности измерений ОВП должны удовлетворять требованиям, приведенным в таблице 1.

12.3 По результатам измерений, полученным по п. 11.2, для каждого раствора рассчитать приведенную или относительную погрешности измерения УЭП по формулам:

$$\delta_{pi} = \frac{\kappa_{ij} - A_i}{\gamma} \cdot 100, \quad (3)$$

$$\delta_{pi} = \frac{\kappa_{ij} - A_i}{A_i} \cdot 100, \quad (4)$$

где κ_{ij} - j -е измеренное значение УЭП i -го раствора, См/см;

γ - верхнее значение поддиапазона измерений, См/м;

A_i - аттестованное значение УЭП в i -ом стандартном образце в соответствии с паспортом, или измеренное с помощью установки поверочной кондуктометрической, или воспроизводимое с помощью магазина сопротивления, См/см.

Полученные значения приведенной и относительной погрешности измерений УЭП должны удовлетворять требованиям, приведенным в таблице 1.

12.4 По результатам измерений, полученным по п. 11.3, рассчитать абсолютную погрешность измерений содержания по формуле

$$\Delta \zeta_{ji} = \zeta_{izmj} - \zeta_{эти}, \quad (5)$$

где ζ_{izmj} - j -е измеренное значение содержания в i -ом контрольном растворе, мг/дм³;

$\zeta_{эти}$ - i -ое значение солесодержания раствора, приготовленного по таблице 7, мг/дм³.

Полученные значения $\Delta\zeta_{ji}$ должны удовлетворять требованиям, приведенным в таблице 1.

12.5 По результатам измерений, полученным по п. 11.4, рассчитать относительную погрешность измерений массовой концентрации компонента (мутности, массовой концентрации нефтепродуктов, массовой концентрации ионов аммония, нитрат-ионов, фторид-ионов, хлорид-ионов, ионов кальция, ионов калия, диоксида хлора, озона) по формуле

$$\delta_{ij} = \frac{C_{ij} - C_{изм}}{C_{изм}}, \quad (6)$$

где C_{ij} - j -ое измеренное значение массовой концентрации определяемого компонента (показателя) в i -ом контрольном растворе, мг/дм³ (ЕМФ);

$C_{изм}$ - расчетное значение массовой концентрации определяемого компонента (показателя) в i -ом контрольном растворе, мг/дм³ (ЕМФ).

Полученные значения относительной погрешности измерений массовой концентрации компонента (показателя) должны удовлетворять требованиям, приведенным в таблицах 1 и 2.

12.6 По результатам измерений, полученным по п. 11.5, рассчитать абсолютную погрешность измерений массовой концентрации растворенного кислорода по формуле

$$\Delta X(O_2)_i = X(O_2)_{измij} - X(O_2)_{эти}, \quad (7)$$

где $X(O_2)_{измij}$ - j -е измеренное значение массовой концентрации растворенного кислорода в i -ом контрольном растворе, мг/дм³;

$X(O_2)_{эти}$ - i -ое значение массовой концентрации растворенного кислорода, измеренное рабочим эталоном единицы растворенного кислорода, мг/дм³.

Полученные значения абсолютной погрешности измерений массовой концентрации растворенного кислорода должны удовлетворять требованиям, приведенным в таблице 1.

12.7 По результатам измерений, полученным по п. 11.6, рассчитать абсолютную погрешность измерений массовой концентрации взвешенных веществ по формуле

$$\Delta C_i = C_{измij} - C_{эти}, \quad (10)$$

где $C_{измij}$ - j -ое значение массовой концентрации взвешенных веществ в i -ом растворе, измеренное анализатором, мг/дм³;

$C_{эти}$ - i -ое значение массовой концентрации взвешенных веществ в контрольной растворе, приготовленном по приложению И, мг/дм³.

Полученные значения абсолютной погрешности измерений массовой концентрации взвешенных веществ (ΔC) должны удовлетворять требованиям, приведенным в таблице 1.

12.8 По результатам измерений, полученным по п. 11.7, рассчитать относительную погрешность измерений массовой доли химических веществ (соляной кислоты, серной кислоты, серной кислоты (концентрированной), гидроксида калия, гидроксида натрия, хлорида натрия, азотной кислоты, фтороводородной кислоты) по формуле

$$\delta_{ij} = \frac{W_{ij} - W_{изм}}{W_{изм}} \cdot 100, \quad (11)$$

где W_{ij} - j -ое измеренное значение массовой доли определяемого компонента в i -ом контрольном растворе, %;

$W_{изм}$ - значение массовой доли компонента в i -ом контрольном растворе, приготовленном по приложению К, %.

Полученные значения относительной погрешности измерений массовой доли соляной кислоты, серной кислоты, серной кислоты (концентрированной), гидроксида калия, гидроксида натрия, хлорида натрия, азотной кислоты, фтороводородной кислоты должны удовлетворять требованиям, приведенным в таблице 1.

12.9 По результатам измерений, полученным по п. 11.8, для каждого раствора рассчитать приведенную (к верхнему значению диапазона измерений) погрешность измерения массовой концентрации хлорноватистой кислоты, хлора общего и хлора свободного по формулам:

$$\delta_{pi} = \frac{C_{ij} - C_{эти}}{\gamma} \cdot 100, \quad (12)$$

где C_{ij} - j -е измеренное значение массовой концентрации хлорноватистой кислоты, хлора общего или хлора свободного i -го раствора, мг/дм³;

γ - верхнее значение диапазона измерений, мг/дм³;

$C_{эти}$ - значение массовой концентрации хлорноватистой кислоты, хлора общего или хлора свободного i -го раствора, приготовленной по приложению Л, мг/дм³.

Полученные значения приведенной погрешности измерений массовой концентрации хлорноватистой кислоты, хлора общего и хлора свободного должны удовлетворять требованиям, приведенным в таблице 3.

12.10 По результатам измерений, полученным по п. 11.9, рассчитать абсолютную погрешность измерений температуры по формуле

$$\Delta_{ti} = t_{измi} - t_{эти}, \quad (13)$$

где $t_{измi}$ - i-ое значение температуры жидкости, измеренное анализатором, °С;

$t_{эти}$ - i-ое значение температуры жидкости, измеренное с помощью термометра сопротивления платинового вибропрочного ТСРВ-1.1 и измерителя температуры двухканального прецизионного МИТ 2.05, °С.

Полученные значения Δ_i должны удовлетворять требованиям, приведенным в таблице 1.

13 Оформление результатов поверки

13.1 Оформляют протокол проведения поверки в произвольной форме.

13.2 При положительных результатах поверки анализатор признают пригодным к применению. Нанесение знака поверки на анализатор не предусмотрено.

13.3 При отрицательных результатах поверки анализатор признают непригодным к применению.

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

13.5 Сведения о результатах поверки передают в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в соответствии с установленным порядком. В сведениях о результатах поверки приводят данные об объеме проведенной поверки и о составе СИ.

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



М.П. Крашенинина

ПРИЛОЖЕНИЕ А

(обязательное)

Методика приготовления рабочих растворов серной кислоты, предназначенных для воспроизведения значений УЭП для поверки в диапазоне св. 20 до 100 См/м

А.1 Приготовление контрольных растворов серной кислоты, предназначенных для воспроизведений УЭП в диапазоне св. 20 до 100 См/м.

А.1.1 Контрольные растворы готовят из серной кислоты х.ч. по ГОСТ 4207 и мерной посуды, средств измерений по таблице А.1.

Таблица А.1 - Перечень рекомендуемых средств измерений и мерной посуды, применяемых для приготовления контрольных растворов на основе ГСО

Перечень рекомендуемых средств испытаний	Метрологические требования
Весы I (специального) класса точности	ГОСТ OIML R 76-1
Пипетки с одной меткой 2-го класса точности, вместимостью 10, 20, 25, 50, 100 см ³	ГОСТ 29169
Колбы мерные вместимостью 100, 200, 250, 500, 1000, 2000 см ³	ГОСТ 1770
Вода дистиллированная	ГОСТ Р 58144
Пипетки градуированные 2-го класса точности 1, 2, 5, 10, 25 см ³	ГОСТ 29227
Стакан лабораторный вместимостью 250, 600, 5000 см ³	ГОСТ 25336
Примечание - Допускается использование средств измерений с аналогичными или лучшими метрологическими характеристиками. Средства измерений должны быть поверены в установленном порядке.	

А.1.2 Номера контрольных растворов, их УЭП и другие характеристики, необходимые для приготовления растворов, приведены в таблице А.2 (при 25 °С).

Таблица А.2 - Пример приготовления растворов с известным значением массовой концентрации свободного / общего хлора

№ р-ра	Концентрация серной кислоты H ₂ SO ₄ (ω, %)	Плотность (ρ, г/см ³)	Удельная электрическая проводимость (χ, мкСм/см)	Удельная электрическая проводимость (χ, См/м)
1	5	1,030	230000	23,0
2	10	1,064	430000	43,0
3	15	1,099	590000	59,0
4	20	1,137	710000	71,0
5	25	1,175	790000	79,0
6	30	1,215	825000	82,5
7	35	1,256	810000	81,0
8	40	1,299	770000	77,0

А.1.3 Растворы кислоты с определенной массовой долей готовят разбавлением кислот большей концентрации. Объем концентрированной кислоты X, см³, необходимый для приготовления 1 дм³ раствора, рассчитывают по формуле

$$V_{H_2SO_4} = \frac{\omega \cdot \rho_{25^\circ C} \cdot 1000}{\omega' \cdot \rho_{25^\circ C}}, \quad (A.1)$$

где ω - требуемая массовая доля кислоты в растворе, %;

ρ_{25°С} - требуемая плотность раствора кислоты, г/см³;

ω' - массовая доля исходной кислоты, %;

$\rho_{25^{\circ}\text{C}}$ - плотность исходной кислоты, г/см³;

1000 – вместимость мерной колбы, см³.

Таблица А.3 - Пример приготовления растворов объемом 1000 см³:

№ р-ра	ω , %	$V_{\text{к-ты 40\%}}$, см ³	$V_{\text{воды}}$, 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

А.1.4 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.1.5 Контрольные растворы для других точек проверяемого диапазона измерений готовят путем объемного разбавления или укрепления исходных растворов.

Если УЭП контрольного 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.1.6 УЭП приготовленного контрольного раствора проверяют с помощью кондуктометрической поверочной установки или с помощью лабораторного кондуктометра с погрешностью измерения не более 1,0 %.

А.2 Применение и хранение контрольных растворов.

А.2.1 Контрольные водные растворы серной кислоты хранят в герметично закрытой промаркированной посуде из стекла не более 1 мес. с момента приготовления.

А.2.2 Приготовленные контрольные растворы могут быть использованы в течение срока годности многократно при сохранении их чистоты и периодическом контроле их УЭП.

Плотность водных растворов серной кислоты при различных температурах

%	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	0.9998	0.9944	0.9885	0.9779	0.9645
2	1.0147	1.0138	1.0129	1.0118	1.0104	1.0087	1.0059	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	1.0755	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	1.2022	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
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	1.4310	1.4228	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	1.5045	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

ПРИЛОЖЕНИЕ Б

(обязательное)

Процедура приготовления растворов на основе метода последовательного разбавления ГСО

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

Б.2 Перечень рекомендуемых средств измерений и мерной посуды, применяемых для приготовления контрольных растворов на основе ГСО приведен в таблице А.1.

Б.3 Последовательность приготовления растворов на основе разбавления ГСО с известными значениями массовой концентрации компонентов.

Растворы готовятся путем последовательного разбавления стандартного образца.

Б.3.1 В чистую, сухую мерную колбу отобрать аликвотную часть исходного ГСО объемом, вычисляемым по формуле

$$V = \frac{A_i \cdot V_z}{A_1} \quad (\text{Б.1})$$

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

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

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

Б.3.2 Затем колбу заполнить дистиллированной водой, закрыть и тщательно перемешать.

Б.3.3 Абсолютную погрешность аттестованного значения приготовленных растворов ($P=0,95$) рассчитать по формуле

$$\Delta A_i = A_i \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta A_1}{A_1}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V}{V}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V_z}{V_z}\right)^2}, \quad (\text{Б.2})$$

где ΔA_1 - абсолютная погрешность массовой концентрации компонента в исходном ГСО (приведено в паспорте), мг/дм³;

$\Delta V, \Delta V_z$ - пределы допускаемой погрешности используемой мерной посуды, дм³.

Б.3.4 Растворы на основе разбавления ГСО применяют для поверки анализатора только в день приготовления.

ПРИЛОЖЕНИЕ В

(обязательное)

Процедура приготовления растворов с известным значением мутности

В.1 Приготовление растворов с известными значениями мутности

Приготовление растворов с известными значениями мутности (путем последовательного разбавления исходного ГСО 7271-96 с аттестованным значением мутности 4000 ЕМФ):

- порядок приготовления растворов заключается в отборе в чистую мерную колбу аликвоты ГСО 7271-96 или раствора в соответствии с таблицей В.1, доведения колбы до метки очищенной дистиллированной водой и тщательным перемешиванием содержимого колбы.

Таблица В.1 Процедура приготовления растворов с известными значениями мутности

№	Наименование раствора	V_d , см ³	V_{mk} , см ³	Значение мутности A , ЕМФ	Абсолютная погрешность значения мутности ΔA , ЕМФ
1	ГСО 7271-96	-	-	4000,00	40,00
2	Раствор №1, готовится из ГСО 7271-96	25,0	100,00	1000,00	10,10*
3	Раствор №2, готовится из ГСО 7271-96	50,0	100,00	500,00	5,5*
4	Раствор №3, готовится из раствора № 2	10,00	100,00	50,00	0,40*
5	Раствор № 4, готовится из раствора № 3	4,00	100,00	2,00	0,25*
6	Раствор № 5, готовится из раствора № 4	2,50	100,00	0,50	0,05*

*При расчете погрешности аттестованного значения учитывали: погрешность от процедуры приготовления, погрешность аттестованного значения ГСО 7271-96.

В.2 Формула для расчета погрешности аттестованного значения мутности в растворах

$$\Delta A = A \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta A}{A}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V_{mk}}{V_{mk}}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V_{al}}{V_{al}}\right)^2}, \quad (B.1)$$

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_{mk} - объем мерной колбы, см³;

V_d - объем отбираемой аликвоты ГСО 7271-96 или раствора, см³;

ПРИЛОЖЕНИЕ Г

(обязательное)

Методика приготовления исходного раствора и измерения массовой концентрации диоксида хлора

Г.1 Приготовление исходного контрольного раствора с массовой концентрацией диоксида хлора 200 мг/дм³

Г.1.1 Для приготовления исходного раствора используют хлорит натрия, 80 %, кислоту серную х.ч. по ГОСТ 4204 и мерную посуду, средства измерений по таблице А.1.

Г.1.2 Готовят 64,8 %-ный раствор серной кислоты: 50 см³ концентрированной серной кислоты плотностью 1,83 кг/дм³ приливают к 44,3 см³ дистиллированной воды.

Г.1.3 Готовят 7,5 %-ный раствор хлорита натрия: 1 г хлорита натрия (с массовой долей основного вещества (77-83) %) растворяют в 10 см³ дистиллированной воды.

Г.1.4 Полученные растворы охлаждают до температуры от 4 °С до 6 °С в холодильнике с целью снижения дегазации раствора диоксида хлора. Далее 5 см³ 64,8 %-ного раствора серной кислоты, охлажденного до температуры от 4 °С до 6 °С, помещают в открытый темный стеклянный сосуд, вместимость которого не должна превышать 20 см³. Пипеткой быстро добавляют 5 см³ 7,5 %-ного раствора хлорита натрия, охлажденного до температуры от 4 °С до 6 °С, и перемешивают. Накрывают смесь часовым стеклом и помещают на 15 минут в темное место.

Г.1.5 В мерную колбу вместимостью 1000 см³ наливают 700 см³ дистиллированной воды и приливают 10 см³ образовавшейся смеси по Г.1.4. Доводят объем раствора дистиллированной водой до метки.

Полученный исходный раствор хранят в темной стеклянной емкости с пришлифованной пробкой в холодильнике. Раствор стабилен в течение 2 недель.

Г.2 Методика измерений массовой концентрации диоксида хлора в исходном растворе методом йодометрического титрования

Средства измерения, реактивы:

- весы лабораторные I (специального) класса точности по ГОСТ OIML R 76-1 с абс. погрешностью $\pm 0,5$ мг (рег.номер в ФИФ 28158-04);

- титратор автоматический серии Excellence, диапазон измерений массовой доли веществ в пробе в режиме титрования с точкой эквивалентности или до заданного потенциала от 0,0001 до 100 %, отн. погрешность ± 3 % (рег.номер в ФИФ 65147-16) или бюретка 2-го класса точности вместимостью 2, 10 и 25 см³ по ГОСТ 29251;

- пипетки градуированные ГОСТ 29227;

- пипетки с одной меткой ГОСТ 29169;

- цилиндры вместимостью 25 см³, 100 см³ по ГОСТ 1770;

- стандартный образец состава калия двуххромовокислого (бихромата калия) 1-го разряда ГСО 2215-81 (массовая доля калия двуххромовокислого (бихромата калия) от 99,950 % до 100,000 %, абсолютная погрешность $\pm 0,030$ %);

- вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144;

- йодид калия, ч.д.а. по ГОСТ 4232;

- калий фосфорнокислый однозамещенный, ч.д.а. по ГОСТ 4198;

- натрий фосфорнокислый двузамещенный, ч.д.а. по ГОСТ 11773 или натрий фосфорнокислый двузамещенный двенадцативодный, ч.д.а. по ГОСТ 4172;

- соль динариевая этилендиамин-N,N,N',N'-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б, ЭДТА), х.ч. по ГОСТ 10652;

- тиосульфат натрия, раствор молярной концентрации 0,1 моль/дм³ (0,1 н), приготовленный по ГОСТ 25794.2.

Приготовление фосфатного буфера

Растворяют 24,0 г натрия фосфорнокислого двузамещенного безводного (Na₂HPO₄) или 60,5 г двенадцативодного натрия фосфорнокислого двузамещенного (Na₂HPO₄ · 12 H₂O) и 46 г калия фосфорнокислого однозамещенного KH₂PO₄ в 500 см³ дистиллированной воды. Добавляют

100 см³ дистиллированной воды, содержащей 800 мг ЭДТА. Доводят объем раствора дистиллированной водой до 1 дм³ в мерной колбе.

Порядок выполнения измерений

Определение молярной концентрации раствора тиосульфата натрия проводят по стандартному образцу бихромата калия (ГСО 2215-81) в соответствии с ГОСТ 25794.2 в день проведения измерений.

В колбу для титрования вместимостью 250 см³ помещают 2 г йодида калия. Приливают 10 см³ фосфатного буферного раствора и 50 см³ исходного раствора диоксида хлора по Д.1. Выделившийся йод титруют раствором тиосульфата натрия с молярной концентрацией 0,1 моль/дм³, используя метод потенциометрического титрования с автоматическим определением конечной точки титрования (по максимуму на дифференциальной кривой).

Обработка результатов измерений

Массовую концентрацию диоксида хлора (A , мг/дм³) вычисляют по формуле

$$A = \frac{C_{Na_2S_2O_3} \cdot V_{Na_2S_2O_3} \cdot M_{ClO_2} \cdot 1000}{V_{ClO_2}}, \quad (B.1)$$

где $C_{Na_2S_2O_3}$ – молярная концентрация тиосульфата натрия, моль/дм³;

$V_{Na_2S_2O_3}$ – объем тиосульфата натрия, пошедший на титрование, см³;

M_{ClO_2} – молярная масса диоксида хлора, г/моль, $M_{ClO_2} = 67,45$ г/моль;

V_{ClO_2} – объем аликвоты диоксида хлора, см³.

За результат измерений принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений. Относительная погрешность измерений составляет не более ± 3 %.

Г.2.1 Допускается применение других методик измерений, аттестованных в установленном порядке, обеспечивающих запас по точности в полтора – два раза и обеспечивающих прослеживаемость до единиц СИ.

Г.2.3 Последовательность приготовления растворов на основе разбавления исходного контрольного раствора с известным значением массовой концентрации диоксида хлора провести аналогично п.п. Б.3.1 – Б.3.4.

ПРИЛОЖЕНИЕ Д

(обязательное)

Методика приготовления контрольных растворов с известным значением массовой концентрации озона

Д.1 Последовательность приготовления растворов с известным значением массовой концентрации озона

Д.1.1 Приготовление исходного раствора

Создают рабочие пробы, насыщенные озоном с помощью генератора озона, путем пропускания (барботирования) озono-воздушной газовой смеси через емкость с дистиллированной водой объемом не менее 1 дм³ в течение 30 мин. Растворимость озона в воде составляет 49 см³ (98 мг при 20°C) на 100 г воды (см. «Краткий справочник химика» под общей редакцией Б. В. Некрасова, М. 1956 г., стр. 34). Поскольку плотность воды при 20 °C равна 0,998 г/см³, считаем, что численное значение массовой доли, выраженное в млн⁻¹ равно численному значению массовой концентрации, выраженному в мг/дм³.

Д.1.2 Отбирают аликвоту озонированной воды перед датчиком озона и определяют в ней содержание озона йодометрическим титрованием, учитывая время полураспада растворенного озона.

Таблица Д.1 – Время полураспада растворенного в воде озона в зависимости от температуры

Температура, °C	Время полураспада растворенного озона, мин
15	30
20	20
25	15
30	12
35	8

Д.2 Методика измерений массовой концентрации озона в исходном растворе методом йодометрического титрования

Средства измерения, реактивы:

- весы лабораторные I (специального) класса точности по ГОСТ OIML R 76-1 с абс. погрешностью $\pm 0,5$ мг (рег.номер в ФИФ 28158-04);

- титратор автоматический серии Excellence, диапазон измерений массовой доли веществ в пробе в режиме титрования с точкой эквивалентности или до заданного потенциала от 0,0001 до 100 %, отн. погрешность ± 3 % (рег.номер в ФИФ 65147-16) или бюретка 2-го класса точностью вместимостью 2, 10, 25 см³ по ГОСТ 29251;

- пипетки градуированные ГОСТ 29227;

- пипетки с одной меткой ГОСТ 29169;

- цилиндры вместимостью 25 см³, 100 см³ по ГОСТ 1770;

- стандартный образец состава калия двуххромовокислого (бихромата калия) 1-го разряда ГСО 2215-81 (массовая доля калия двуххромовокислого (бихромата калия) от 99,950 % до 100,000 %, абсолютная погрешность $\pm 0,030$ %);

- вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144;

- йодид калия, ч.д.а. по ГОСТ 4232;

- серная кислота, х.ч. по ГОСТ

- тиосульфат натрия, раствор молярной концентрации 0,005 моль/дм³ (0,005 н), приготовленный по ГОСТ 25794.2.

Приготовление раствора иодида калия

20,0 г иодида калия растворяют в воде дистиллированной и доводят объем до 1 дм³.

Приготовление 1 н раствора серной кислоты

28 см³ концентрированной серной кислоты осторожно, небольшими порциями, добавляют к 750 см³ дистиллированной воды, охлаждают и доводят объем до 1 дм³.

Порядок выполнения измерений

Определение молярной концентрации раствора тиосульфата натрия проводят по стандартному образцу бихромата калия (ГСО 2215-81) в соответствии с ГОСТ 25794.2 в день проведения измерений.

Определение проводят сразу же после отбора пробы, учитывая время полураспада растворенного в воде озона в зависимости от температуры воды.

В колбу для титрования вносят 10 см³ 2 % раствора иодида калия, 20 см³ 1 н раствора серной кислоты и 200 см³ исследуемой пробы воды. Титруют 0,005 моль/дм³ раствором тиосульфата натрия используя метод потенциометрического титрования с автоматическим определением конечной точки титрования (по максимуму на дифференциальной кривой).

Массовую концентрацию озона (A , мг/дм³) вычисляют по формуле

$$A = \frac{C_{Na_2S_2O_3} \cdot V_{Na_2S_2O_3} \cdot M(O_3) \cdot 1000}{V}, \quad (Д.1)$$

где $C_{Na_2S_2O_3}$ – молярная концентрация тиосульфата натрия, моль/дм³;

$V_{Na_2S_2O_3}$ – объем тиосульфата натрия, пошедший на титрование, см³;

$M(O_3)$ – молярная масса эквивалента озона, г/моль;

V – объем пробы, взятый на проведение измерений, см³.

За результат измерений принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений. Относительная погрешность измерений составляет не более ± 3 %.

ПРИЛОЖЕНИЕ Е

(обязательное)

Приготовление контрольных растворов с известным значением массовой концентрации хлорид-ионов в диапазоне св. 1000 мг/дм³

Е.1 Последовательность приготовления растворов с известным значением массовой концентрации хлорид-ионов.

Е.1.1 Приготовление исходного контрольного раствора

Для приготовления исходного контрольного раствора с массовой концентрацией солёности 35000 мг/дм³ используется стандартный образец состава хлорида натрия ГСО 4391-88, а также мерная посуда, средства измерений по таблице А.1.

Мерную колбу вместимостью 250 см³ наполняют дистиллированной водой на треть, вносят навеску ГСО 4391-88, массой, рассчитанной по формуле Е.1, и доводят до метки дистиллированной водой, тщательно перемешивают

Массу навески стандартного образца (г) рассчитывают по формуле

$$m = \frac{C_0 \cdot 100 \cdot V_k}{A \cdot 10^3}, \quad (\text{Е.1})$$

где C_0 - значение массовой концентрации хлорид-ионов в приготавливаемом растворе (35000 мг/дм³), мг/дм³;

V_k - объем мерной колбы, см³;

A - аттестованное значение массовой доли хлорида натрия, приведено в паспорте на СО, %.

Относительная погрешность приготовления исходного контрольного раствора не превышает 0,5 %.

Е.1.2 Последовательность приготовления растворов на основе разбавления исходного контрольного раствора с известным значением массовой концентрации хлорид-ионов провести аналогично п.п. Б.3.1 – Б.3.4.

ПРИЛОЖЕНИЕ Ж

(обязательное)

Приготовление контрольных растворов растворенного кислорода

Ж.1 С помощью ГСО-ПГС приготавливают не менее трех поверочных растворов с различным содержанием растворенного кислорода.

Ж.2 Датчики поверяемого анализатора и эталонного оксиметра помещают в сосуд с термостатированной дистиллированной водой (20 ± 1) °С, туда же помещают трубку с насадкой для барботирования (капиллярную трубку), соединенную с вентилем тонкой регулировки (редуктором) баллона с ГСО-ПГС. Плавно открывая вентиль, подают ПГС при помощи капилляра к мембране датчика. В стакан опускают стержень магнитной мешалки, термометр и закрывают стакан крышкой и устанавливают необходимую (так чтобы не образовывалась воронка) скорость перемешивания. Расход газовой смеси визуально устанавливают от 2 до 10 пузырьков в секунду. Барботируют ГСО-ПГС (насыщение воды газовой поверочной смесью) не менее 40 минут

Ж.3 Насыщение приготовленных растворов контролируют по стабилизации показаний поверяемого анализатора в процессе измерений. После стабилизации показаний проводят регистрацию 5 (пяти) показаний поверяемого анализатора и рабочего эталона в течении 3 мин (например) для каждой точки.

Ж.4 Поверочные растворы приготавливают непосредственно перед измерениями, начиная с меньшей концентрации.

Содержание кислорода (C_0) в дистиллированной воде, насыщенной газовой смесью при температуре t (°С), в (млн⁻¹), рассчитывают по формуле

$$C_0 = S_t \cdot C_n \cdot \frac{P}{20,95 \cdot 101,3}, \quad (\text{Ж.1})$$

где S_t – массовая доля кислорода в дистиллированной воде, насыщенной атмосферный воздухом при температуре t (°С) и давлении 101,3 кПа, млн⁻¹, табл. ниже;

C_n – объемная доля кислорода в ГСО-ПГС, %;

P – атмосферное давление, кПа.

Значения равновесных концентраций кислорода
при насыщении воды атмосферным воздухом
при нормальном атмосферном давлении 101,325 кПа (760 мм рт.ст.)
в зависимости от температуры, мг/дм³

T, °C	0,0	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	0,6	0,7	0,8	0,9
0,0	14,62	14,58	14,54	14,50	14,46	14,42	14,38	14,34	14,30	14,26
1,0	14,22	14,18	14,14	14,10	14,06	14,02	13,98	13,94	13,90	13,87
2,0	13,83	13,79	13,75	13,72	13,68	13,64	13,60	13,57	13,53	13,49
3,0	13,46	13,42	13,39	13,35	13,32	13,28	13,24	13,21	13,17	13,14
4,0	13,11	13,07	13,04	13,00	12,97	12,93	12,90	12,87	12,83	12,80
5,0	12,77	12,74	12,70	12,67	12,64	12,61	12,57	12,54	12,51	12,48
6,0	12,45	12,41	12,38	12,35	12,32	12,29	12,26	12,23	12,20	12,17
7,0	12,14	12,11	12,08	12,05	12,02	11,99	11,96	11,93	11,90	11,87
8,0	11,84	11,81	11,79	11,76	11,73	11,70	11,67	11,64	11,62	11,59
9,0	11,56	11,53	11,51	11,48	11,45	11,42	11,40	11,37	11,34	11,32
10,0	11,29	11,26	11,24	11,21	11,18	11,16	11,13	11,11	11,08	11,06
11,0	11,03	11,00	10,98	10,95	10,93	10,90	10,88	10,85	10,83	10,81
12,0	10,78	10,76	10,73	10,71	10,68	10,66	10,64	10,61	10,59	10,56
13,0	10,54	10,52	10,49	10,47	10,45	10,42	10,40	10,38	10,36	10,33
14,0	10,31	10,29	10,27	10,24	10,22	10,20	10,18	10,15	10,13	10,11
15,0	10,08	10,06	10,04	10,02	10,00	9,98	9,96	9,94	9,92	9,90
16,0	9,87	9,85	9,83	9,81	9,79	9,77	9,75	9,73	9,71	9,69
17,0	9,66	9,64	9,62	9,60	9,58	9,56	9,54	9,52	9,50	9,49
18,0	9,47	9,45	9,43	9,41	9,39	9,37	9,36	9,34	9,32	9,30
19,0	9,28	9,26	9,24	9,22	9,21	9,19	9,17	9,15	9,13	9,11
20,0	9,09	9,08	9,06	9,04	9,02	9,01	8,99	8,97	8,95	8,93
21,0	8,91	8,89	8,87	8,86	8,85	8,83	8,81	8,80	8,78	8,76
22,0	8,74	8,73	8,71	8,69	8,68	8,66	8,64	8,63	8,61	8,60
23,0	8,58	8,56	8,55	8,53	8,51	8,50	8,48	8,47	8,45	8,43
24,0	8,42	8,40	8,39	8,37	8,36	8,34	8,32	8,31	8,29	8,28
25,0	8,26	8,25	8,23	8,22	8,20	8,19	8,17	8,16	8,14	8,13
26,0	8,11	8,10	8,08	8,07	8,05	8,04	8,02	8,01	7,99	7,98
27,0	7,97	7,95	7,94	7,92	7,91	7,89	7,88	7,87	7,85	7,84
28,0	7,83	7,81	7,80	7,78	7,77	7,76	7,74	7,73	7,71	7,70
29,0	7,69	7,67	7,66	7,65	7,63	7,62	7,61	7,59	7,58	7,57
30,0	7,56	7,54	7,53	7,52	7,50	7,49	7,48	7,46	7,45	7,44
31,0	7,44	7,44	7,43	7,42	7,41	7,39	7,38	7,37	7,36	7,35
32,0	7,33	7,32	7,31	7,30	7,29	7,28	7,26	7,25	7,24	7,23
33,0	7,22	7,21	7,19	7,18	7,17	7,16	7,15	7,14	7,13	7,11
34,0	7,10	7,09	7,08	7,07	7,06	7,05	7,04	7,03	7,01	7,00
35,0	6,99	6,98	6,97	6,96	6,95	6,94	6,93	6,92	6,90	6,89

ПРИЛОЖЕНИЕ И **(обязательное)**

Методика приготовления исходного контрольного раствора с известным значением массовой концентрации взвешенных веществ

И.1 Последовательность приготовления растворов с известным значением массовой концентрации взвешенных веществ

И.1.1 Приготовление исходного контрольного раствора

Для приготовления исходного контрольного раствора с известным значением массовой концентрации взвешенных веществ используется стандартный образец ГСО 6541-92, а также мерная посуда, средства измерений по таблице А.1.

Мерную колбу вместимостью 1000 см³ наполняют дистиллированной водой на треть, вносят навеску ГСО 6541-92, массой, рассчитанной по формуле Д.1, и доводят до метки дистиллированной водой, тщательно перемешивают

Массу навески стандартного образца (г) рассчитывают по формуле

$$m = \frac{C_0 \cdot 100 \cdot V_k}{A \cdot 10^6}, \quad (\text{И.1})$$

где C_0 - значение массовой концентрации взвешенных веществ в приготавливаемом растворе (20000 мг/дм³), мг/дм³;

V_k - объем мерной колбы, см³;

A - аттестованное значение массовой доли нерастворимых веществ каолина на твердой основе стандартного образца, приведено в паспорте на СО, %.

Относительная погрешность приготовления исходного контрольного раствора не превышает 4,0 %.

И.1.2 Последовательность приготовления растворов на основе разбавления исходного контрольного раствора с известным значением массовой концентрации взвешенных веществ провести аналогично п.п. Б.3.1 – Б.3.4.

ПРИЛОЖЕНИЕ К

(обязательное)

Методика приготовления контрольных растворов с известными значениями массовых долей соляной кислоты, серной кислоты, гидроксида калия, гидроксида натрия, хлорида натрия, азотной кислоты, фтороводородной кислоты

К.1 Контрольные растворы веществ приготовить с использованием мерной посуды, средств измерений по таблице А.1, а также следующих реактивов:

- кислота соляная х.ч. по ГОСТ 3118;
- кислота серная х.ч. по ГОСТ 4204;
- гидроксид натрия х.ч. по ГОСТ 4328;
- гидроксид калия х.ч. по ГОСТ 24363;
- азотная кислота х.ч. по ГОСТ 4461;
- фтороводородная кислота х.ч. по ГОСТ 10484-78;
- СО состава хлорида натрия ГСО 4391-88.

К.2 В таблице К.1 приведены рекомендации по приготовлению контрольных растворов.

К.3 Действительное значение массовой доли кислот и щелочей в приготовленных растворах определяют с использованием титратора автоматического или при помощи кислотно-основного титрования с использованием бюретки.

Таблица К.1 – Рекомендации по приготовлению растворов

Вещество	Диапазон измерений, %	Номинальное значение массовой доли кислоты, %	Масса навески вещества, г	Масса воды, г	Нормативный документ на вещество или ГСО	Массовая доля вещества в соответствии с нормативным документом, %
HCl Соляная кислота	от 0,1 до 39	35,00	233	20	ГОСТ 3118, массовая доля соляной кислоты х.ч. (35-38) %	38
		15,02	98	150		
		2,15	12	200		
H ₂ SO ₄ Серная кислота	от 0,1 до 30	28,0	62	150	ГОСТ 4204, массовая доля серной кислоты х.ч. (93,6-95,6) %	95,6
		15,0	28	150		
		2,4	5,2	200		
H ₂ SO ₄ Серная кислота	от 92 до 100	95,6	100	0	ГОСТ 4204, массовая доля серной кислоты х.ч. (93,6-95,6) %	95,6
		92,7	158,3	5		
		91,0	98,9	5		
KOH Гидроксид калия	от 0,1 до 42	44,0	16	20	ГОСТ 24363, массовая доля гидроксида калия х.ч. 86 %	86
		24,8	50	150		
		1,9	4	200		
NaOH Гидроксид натрия	от 0,1 до 50	35,00	233	20	ГОСТ 4328, массовая доля гидроксида натрия х.ч. 99 %	99
		15,02	98	150		
		2,15	12	200		
HNO ₃ Азотная кислота	от 0,1 до 30	27,9	113	150	ГОСТ 4461-77, массовая доля азотной кислоты х.ч. 65 %	65
		15,0	30	100		
		5,0	8,3	100		
HNO ₃ Азотная кислота	от 35 до 96	90	104	10	ГОСТ 701-89, марка А	98,6
		50	51	50		
		39	65	100		
HF Фтороводородная кислота	от 0,1 до 30	28	164,7	100	ГОСТ 10484-78, массовая доля фтороводородной кислоты х.ч. 45 %	45
		14	67,7	150		
		2	7	150		
NaCl Хлорид натрия	от 0,1 до 25	25,0	50	150	ГСО 4391-88 СО состава натрия	99,965

Вещество	Диапазон измерений, %	Номинальное значение массовой доли кислоты, %	Масса навески вещества, г	Масса воды, г	Нормативный документ на вещество или ГСО	Массовая доля вещества в соответствии с нормативным документом, %
		2,0	4	200	хлористого с интервалом допускаемых аттестованных значений от 99,900 до 100,000 %	
Примечание -Гидроксид натрия и калия 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.						

К.3.1 Методика измерений массовых долей гидроксида натрия и гидроксида калия

Сущность метода заключается в титровании приготовленных растворов гидроксида натрия и гидроксида калия стандартным образцом ГСО 9654-2010, который представляет собой раствор соляной кислоты.

Средства измерения, реактивы:

- весы лабораторные I (специального) класса точности по ГОСТ OIML R 76-1 с абс. погрешностью $\pm 0,5$ мг (рег.номер в ФИФ 28158-04);
- титратор автоматический серии Excellence, диапазон измерений массовой доли веществ в пробе в режиме титрования с точкой эквивалентности или до заданного потенциала от 0,0001 до 100 %, отн. погрешность ± 3 % (рег.номер в ФИФ 65147-16) бюретка 2-го класса точностью вместимостью 25 см³ по ГОСТ 29251;
- пипетки градуированные ГОСТ 29227;
- пипетки с одной меткой ГОСТ 29169;
- цилиндры вместимостью 25 см³, 100 см³ по ГОСТ 1770;
- стандартный образец состава раствора соляной кислоты ГСО 9654-2010, с интервалом допускаемых аттестованных значений от 0,099 до 0,110 моль/дм³ и границами допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения $CO P=0,95 \pm 0,05$ %.

Порядок выполнения измерений

В колбу для титрования вместимостью 250 см³ помещают массу навески гидроксида натрия или гидроксида калия. Рекомендуемые массы навески в зависимости от предполагаемого значений массовых долей гидроксида калия или гидроксида натрия приведены в таблице К.2. Приливают 50 см³ воды дистиллированной и титруют раствором соляной кислоты, используя метод потенциометрического титрования с автоматическим определением конечной точки титрования, по максимуму на дифференциальной кривой.

Таблица К.2 – Рекомендуемые массы навесок в зависимости от предполагаемого значения массовой доли гидроксида натрия или гидроксида калия

Вещество	Номинальное значение массовой доли щелочи, %	Значение молярной концентрации, соответствующее массовой доле, моль/дм ³ *	Масса навески щелочи, которую надо взять на титрование, г
КОН Гидроксид калия	40,01	10,07	0,14
	19,85	4,195	0,28
	2,38	0,433	2,36
NaOH Гидроксид натрия	44,00	16,23	0,09
	24,75	7,824	0,16
	1,94	0,494	2,06

*Ю.Ю. Лурье справочник по аналитической химии

Обработка результатов измерений

Массовую долю гидроксида натрия или гидроксида калия (W , %) вычисляют по формуле

$$W_{NaOH} = \frac{(C_{HCl} \cdot V_{HCl}) \cdot M_{NaOH}}{m_{NaOH} \cdot 10}, \quad (K.1)$$

$$W_{KOH} = \frac{(C_{HCl} \cdot V_{HCl}) \cdot M_{KOH}}{m_{KOH} \cdot 10}, \quad (K.2)$$

где C_{HCl} - молярная концентрация раствора соляной кислоты – аттестованное значение ГСО 9654-2010, моль/дм³;

V_{HCl} - объем раствора соляной кислоты, пошедший на титрование, см³;

m_{NaOH} - масса навески гидроксида натрия, взятая на анализ, см³;

$m_{\text{кон}}$ - масса навески гидроксида калия, взятая на анализ, см³.

За результат измерений принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений. Относительная погрешность измерений составляет не более $\pm 3\%$.

Допускается применение других методик измерений, аттестованных в установленном порядке, обеспечивающих запас по точности в полтора – два раза и обеспечивающих прослеживаемость до единиц СИ.

К.3.2 Методика измерений массовых долей соляной кислоты, серной кислоты, азотной кислоты, фтороводородной кислоты

Сущность метода заключается в титровании приготовленных растворов кислот стандартизованным раствором гидроксида натрия.

Средства измерения, реактивы:

- весы лабораторные I (специального) класса точности по ГОСТ OIML R 76-1 с абс. погрешностью $\pm 0,5$ мг (рег.номер в ФИФ 28158-04);

- титратор автоматический серии Excellence, диапазон измерений массовой доли веществ в пробе в режиме титрования с точкой эквивалентности или до заданного потенциала от 0,0001 до 100 %, отн. погрешность $\pm 3\%$ (рег.номер в ФИФ 65147-16) или бюретка 2-го класса точностью вместимостью 25 см³ по ГОСТ 29251 ;

- пипетки градуированные ГОСТ 29227;

- пипетки с одной меткой ГОСТ 29169;

- цилиндры вместимостью 25 см³, 100 см³ по ГОСТ 1770;

- стандартный образец состава раствора соляной кислоты ГСО 9654-2010, с интервалом допускаемых аттестованных значений от 0,099 до 0,110 моль/дм³ и границами допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения $CO P=0,95 \pm 0,05\%$;

Приготовление раствора гидроксида натрия 0,1 моль/дм³

Приготовление раствора гидроксида натрия молярной концентрацией 0,1 моль/дм³ и определение его молярной концентрации проводят в соответствии с требованиями ГОСТ 25794.1. Определение молярной концентрации гидроксида натрия проводят с использованием ГСО 9654-2010 СО состава раствора соляной кислоты.

Порядок выполнения измерений

В колбу для титрования вместимостью 250 см³ помещают навеску соляной кислоты или серной кислоты. Рекомендуемые массы навески в зависимости от предполагаемого значений массовых долей соляной или серной кислот приведены в таблице К.3. Приливают 50 см³ воды дистиллированной и титруют раствором гидроксида натрия 0,1 моль/дм³, используя метод потенциометрического титрования с автоматическим определением конечной точки титрования, по максимуму на дифференциальной кривой.

Таблица К.3 – Рекомендуемые массы навесок в зависимости от предполагаемого значения массовых долей соляной кислоты, серной кислоты, азотной кислоты, фтороводородной кислоты

Вещество	Номинальное значение массовой доли кислоты, %	Значение молярной концентрации, соответствующее массовой доле, моль/дм ³	Масса кислоты, которую надо взять на титрование, г
HCl Соляная кислота	35,00	11,34*	0,16
	15,02	4,565*	0,24
	2,15	0,6547*	1,54
H ₂ SO ₄ Серная кислота	27,96	3,481*	0,35
	15,04	1,735*	0,64
	2,42	2,485*	0,41
HNO ₃ Азотная кислота	28	5,132*	0,23
	15	2,605*	0,42
	5	0,8*	1,28
HNO ₃ Азотная кислота	90	21*	0,07
	50	10,39*	0,13

Вещество	Номинальное значение массовой доли кислоты, %	Значение молярной концентрации, соответствующее массовой доле, моль/дм ³	Масса кислоты, которую надо взять на титрование, г
	39	7,679*	0,16
HF	28	15,33**	0,07
Фтороводородная кислота	14	7,347**	0,14
	2	1,0046**	1,0
* Лурье Ю.Ю. Справочник по аналитической химии			
** Рабинович В.А., Хавин З.Я. Краткий химический справочник.			

Обработка результатов измерений

Массовую долю соляной или серной кислоты (W , %) вычисляют по формуле

$$W_{HCl} = \frac{(C_{NaOH} \cdot V_{NaOH}) \cdot M_{HCl}}{m_{HCl} \cdot 10}, \quad (K.3)$$

$$W_{H_2SO_4} = \frac{(C_{NaOH} \cdot V_{NaOH}) \cdot M_{H_2SO_4}}{m_{H_2SO_4} \cdot 10}, \quad (K.4)$$

$$W_{HNO_3} = \frac{(C_{NaOH} \cdot V_{NaOH}) \cdot M_{HNO_3}}{m_{HNO_3} \cdot 10}, \quad (K.5)$$

$$W_{HF} = \frac{(C_{NaOH} \cdot V_{NaOH}) \cdot M_{HF}}{m_{HF} \cdot 10}, \quad (K.6)$$

где C_{NaOH} - молярная концентрация раствора гидроксида натрия, моль/дм³;

V_{NaOH} - объем раствора гидроксида натрия, пошедший на титрование, см³;

M_{HCl} - молярная масса соляной кислоты, г/моль;

$M_{H_2SO_4}$ - молярная масса серной кислоты, г/моль;

M_{HNO_3} - молярная масса азотной кислоты, г/моль;

M_{HF} - молярная масса фтороводородной кислоты, г/моль.

За результат измерений принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений. Относительная погрешность измерений составляет не более ± 3 %.

Допускается применение других методик измерений, аттестованных в установленном порядке, обеспечивающих запас по точности в полтора – два раза и обеспечивающих прослеживаемость до единиц СИ.

ПРИЛОЖЕНИЕ Л

(обязательное)

Методика приготовления контрольных растворов с известными значениями массовых концентраций хлора общего, хлора свободного и хлорноватистой кислоты

Л.1 Приготовление контрольных растворов свободного хлора, общего хлора

Л.1.1 Контрольные растворы с известными значениями массовой концентрации свободного и общего хлора готовят из ГСО 10138-2012 СО и мерной посуды, средств измерений по таблице А.1.

Л.1.2 Пример приготовления растворов приведен в таблице Л.1

Таблица Л.1 - Пример приготовления растворов с известным значением массовой концентрации свободного / общего хлора

Объем аликвоты, см ³	Объем мерной колбы, см ³	Номинальная массовая концентрация свободного/общего хлора, мг/дм ³	Абсолютная погрешность приготовления раствора, мг/дм ³	Относительная погрешность приготовления раствора, %
20	250	17,2	0,26	1,5
50	100	8,6	0,13	1,6
10	100	0,9	0,014	1,6
10	100	0,09	0,0014	1,7

Л.2 Приготовление контрольных растворов с известным значением массовой концентрации хлорноватистой кислоты

Л.2.1 Контрольные растворы с известным значением массовой концентрации хлорноватистой кислоты готовят из гипохлорита натрия по марка А или Б по ГОСТ 11086 и средств измерений по таблице А.1.

Л.2.2 В чистую сухую мерную колбу вместимостью 250 см³ помещают аликвотную часть исходного раствора гипохлорита натрия объемом (см³), вычисляемым по формуле

$$V = \frac{A_1 \cdot V_z}{A_i}, \quad (\text{Л.1})$$

где A_1 - значение массовой концентрации гипохлорита натрия в исходном растворе (по п. Ж.3), мг/дм³;

A_i - значение массовой концентрации гипохлорита натрия, которое необходимо приготовить, мг/дм³;

V_z - заданный объем мерной колбы, необходимый для проведения поверки анализатора, см³.

Л.2.3 Затем колбу заполняют до метки водой дистиллированной, закрывают пробкой и тщательно перемешивают.

Л.2.4 Растворы на основе исходного раствора используют только в день приготовления.

Л.3 Методика измерений массовой концентрации хлорноватистой кислоты в исходном растворе методом йодометрического титрования

Средства измерения, реактивы:

- весы лабораторные I (специального) класса точности по ГОСТ OIML R 76-1 с абс. погрешностью $\pm 0,5$ мг (рег.номер в ФИФ 28158-04);

- титратор автоматический серии Excellence, диапазон измерений массовой доли веществ в пробе в режиме титрования с точкой эквивалентности или до заданного потенциала от 0,0001 до 100 %, отн. погрешность ± 3 % (рег.номер в ФИФ 65147-16) или бюретка 2-го класса точностью вместимостью 2, 10, 25 см³ по ГОСТ 29251;

- пипетки градуированные ГОСТ 29227;
- пипетки с одной меткой ГОСТ 29169;
- цилиндры вместимостью 25 см³, 100 см³ по ГОСТ 1770;
- стандартный образец состава калия двуххромовокислого (бихромата калия) 1-го разряда ГСО 2215-81 (массовая доля калия двуххромовокислого (бихромата калия) от 99,950 % до 100,000 %, абсолютная погрешность ± 0,030 %);
- вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144;
- йодид калия, ч.д.а. по ГОСТ 4232;
- калий фосфорнокислый однозамещенный, ч.д.а. по ГОСТ 4198;
- натрий фосфорнокислый двузамещенный, ч.д.а. по ГОСТ 11773 или натрий фосфорнокислый двузамещенный двенадцативодный, ч.д.а. по ГОСТ 4172;
- соль динатриевая этилендиамин-N,N,N',N'-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б, ЭДТА), х.ч. по ГОСТ 10652;
- тиосульфат натрия, раствор молярной концентрации 0,1 моль/дм³ (0,1 н), приготовленный по ГОСТ 25794.2.

Приготовление фосфатного буфера

Растворяют 24,0 г натрия фосфорнокислого двузамещенного безводного (Na₂HPO₄) или 60,5 г двенадцативодного натрия фосфорнокислого двузамещенного (Na₂HPO₄ · 12 H₂O) и 46 г калия фосфорнокислого однозамещенного KH₂PO₄ в 500 см³ дистиллированной воды. Добавляют 100 см³ дистиллированной воды, содержащей 800 мг ЭДТА. Доводят объем раствора дистиллированной водой до 1 дм³ в мерной колбе.

Порядок выполнения измерений

Определение молярной концентрации раствора тиосульфата натрия проводят по стандартному образцу бихромата калия (ГСО 2215-81) в соответствии с ГОСТ 25794.2 в день проведения измерений.

В колбу для титрования вместимостью 250 см³ помещают 2 г йодида калия. Приливают 10 см³ фосфатного буферного раствора и 20 см³ исходного раствора гипохлорита натрия. Выделившийся йод титруют раствором тиосульфата натрия с молярной концентрацией 0,1 моль/дм³, используя метод потенциометрического титрования с автоматическим определением конечной точки титрования (по максимуму на дифференциальной кривой).

Обработка результатов измерений

Массовую концентрацию гипохлорита натрия (А, мг/дм³) вычисляют по формуле

$$A = \frac{C_{Na_2S_2O_3} \cdot V_{Na_2S_2O_3} \cdot M_{HClO} \cdot 1000}{V_{NaClO}}, \quad (Л.2)$$

где $C_{Na_2S_2O_3}$ – молярная концентрация тиосульфата натрия, моль/дм³;

$V_{Na_2S_2O_3}$ – объем тиосульфата натрия, пошедший на титрование, см³;

M_{HClO} – молярная масса хлорноватистой кислоты, г/моль;

V_{NaClO} – объем аликвоты гипохлорита натрия, см³.

За результат измерений принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений. Относительная погрешность измерений составляет не более ±3 %.

Допускается применение других методик измерений, аттестованных в установленном порядке, обеспечивающих запас по точности в полтора – два раза.