

**Федеральное государственное унитарное предприятие
«Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии
им. Д.И. Менделеева»
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»**

УТВЕРЖДАЮ

Генеральный директор
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

Генеральному директору
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»
Кривцов А.Н. Пронин
Доводим до сведения № 54/2021
12.2021
М.п. «05» февраля 2024 г.



Государственная система обеспечения единства измерений

Анализаторы качества воды scan

Методика поверки

МП 2450-006-2024

И.о. руководителя научно-исследовательской
лаборатории госэталонов в области
физико – химических свойств жидкостей

 М. В. Беднова

г. Санкт-Петербург
2024 г.

Содержание

1. Общие положения	3
2. Перечень операций поверки анализатора	4
3. Требования к условиям проведения поверки	5
4. Требования к специалистам осуществляющим поверку	5
5. Метрологические и технические требования к средствам поверки	5
6. Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки	8
7. Внешний осмотр анализатора	8
8. Подготовка к поверке и опробование анализатора	8
9. Проверка программного обеспечения	8
10. Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	9
11. Оформление результатов поверки	15
Приложение А	16
Приложение Б	17
Приложение В	18
Приложение Г	19
Приложение Д	22

1. Общие положения

Настоящий документ устанавливает методику первичной и периодической поверки анализаторов качества воды scan, состоящих из первичных преобразователей модификаций chlori lyser, pH lyser / redo lyser (pro), pH lyser / redo lyser (eco), condu lyser, i scan, spectro lyser, soli lyser, oxilyser, ammo lyser и вторичных преобразователей модификации con lyte, con nect, con cube (далее – анализаторы).

При определении метрологических характеристик в рамках проводимой поверки обеспечивается передача единицы:

удельной электрической проводимости жидкостей в соответствии с государственной поверочной схемой, утвержденной приказом Росстандарта от 27.12.2018 № 2771, подтверждающей прослеживаемость к государственному первичному эталону ГЭТ 132-2018;

температуры в соответствии с государственной поверочной схемой, утвержденной приказом Росстандарта от 23.12.2022 № 3253, подтверждающей прослеживаемость к государственному первичному эталону ГЭТ 34-2020;

показателя pH активности ионов водорода в водных растворах в соответствии с государственной поверочной схемой, утвержденной приказом Росстандарта от 09.02.2022 № 324, подтверждающей прослеживаемость к государственному первичному эталону ГЭТ 54-2019;

массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии в соответствии с государственной поверочной схемой, утвержденной приказом Росстандарта от 19.02.2021 № 148, подтверждающей прослеживаемость к государственному первичному эталону ГЭТ 176-2019;

Реализация методики поверки производится:

методом прямого измерения величин, воспроизводимых стандартами образцами и контрольными растворами в части измерительных каналов pH, ОВП, УЭП, массовой концентрации общего органического углерода, мутности, цветности, массовой концентрации ионов аммония, нитратов, нитритов, хлорид-ионов, свободного и общего остаточного хлора, растворенного кислорода, ХПК, БПК, ;

методом непосредственного сличения с эталонным термометром в части измерительного канала температуры.

Анализаторы подлежат первичной и периодической поверке. Допускается проведение периодической поверки отдельных измерительных каналов в соответствии с заявлением владельца СИ.

При использовании настоящей методики поверки целесообразно проверить действие ссылочных документов по соответствующему указателю стандартов, составленному по состоянию на «01» января текущего года и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

2. Перечень операций поверки анализатора

При проведении поверки должны быть выполнены следующие операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 – Перечень операций поверки

Наименование операции	Обязательность выполнения операций поверки при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
1. Внешний осмотр	Да	Да	п. 7
2. Опробование	Да	Да	п. 8
3. Подтверждение соответствия программного обеспечения	Да	Да	п. 9
4. Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям			
4.1 Определение абсолютной погрешности измерительного канала температуры	Да	Да	п. 10.1
4.2 Определение погрешности измерений УЭП	Да	Да	п. 10.2
4.3 Определение абсолютной погрешности канала измерений pH	Да	Да	п. 10.3
4.4 Определение абсолютной погрешности канала измерений ОВП	Да	Да	п. 10.4
4.5 Определение относительной погрешности канала измерений общего углерода	Да	Да	п. 10.5
4.6 Определение погрешности канала измерений мутности	Да	Да	п. 10.6
4.7 Определение относительной погрешности измерительного канала цветности (хром-кобальтовая шкала)	Да	Да	п. 10.7
4.8 Определение погрешности канала измерений ионов аммония	Да	Да	п. 10.8
4.9 Определение погрешности канала измерений массовой концентрации растворенного в воде кислорода	Да	Да	п. 10.9
4.10 Определение погрешности канала измерений ХПК, БПК	Да	Да	п. 10.10
4.11 Определение погрешности канала измерений массовой концентрации нитритов	Да	Да	п. 10.11
4.12 Определение погрешности канала измерений массовой концентрации нитратов	Да	Да	п. 10.12
4.13 Определение приведенной (к максимальному значению диапазона измерений) погрешности измерений массовой концентрации свободного и общего остаточного хлора	Да	Да	п. 10.13
4.14 Определение приведенной (к разности между максимальным и минимальным значениями диапазона измерений) и относительной погрешности измерений массовой концентрации хлорид-ионов	Да	Да	п. 10.14

При получении отрицательных результатах той или иной операций таблицы 1 дальнейшая поверка прекращается.

3 Требования к условиям проведения поверки

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С: 25±5;
- относительная влажность воздуха, %, не более: 90;
- атмосферное давление, кПа: от 86 до 106,7;

4. Требования к специалистам, осуществляющим поверку

К работе с анализатором и СИ, используемыми при поверке, допускаются лица, прошедшие инструктаж по технике безопасности при работе с электроизмерительными приборами и изучившие эксплуатационную документацию на анализаторы.

5. Метрологические и технические требования к средствам поверки

Таблица 2 – Перечень средств поверки

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
п. 3. Требования к условиям поверки	Средства измерений температуры окружающей среды от +20 °С до +30 °С с абсолютной погрешностью не более ±0,3 °С;	Термогигрометр ИВА-6, модификация ИВА-6Н-Д, рег. № 46434-11
	Средства измерений относительной влажности воздуха в диапазоне от 30 % до 98 % с абсолютной погрешностью не более 2 %	
	Средства измерений атмосферного давления в диапазоне от 840 до 1067 гПа, с абсолютной погрешностью не более 2,5 гПа;	
п. 8 Подготовка к поверке и опробование анализатора	Средства измерений температуры окружающей среды от +20 °С до +30 °С с абсолютной погрешностью не более ±0,3 °С;	Термогигрометр ИВА-6, модификация ИВА-6Н-Д, рег. № 46434-11
	Средства измерений относительной влажности воздуха в диапазоне от 30 % до 98 % с абсолютной погрешностью не более 2 %	
	Средства измерений атмосферного давления в диапазоне от 840 до 1067 гПа, с абсолютной погрешностью не более 2,5 гПа	
п. 10 Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	Средства измерений температуры жидких сред от +20 °С до +30 °С, с абсолютной погрешностью не более ±0,1 °С	Термометр лабораторный электронный ЛТ-300, рег. № 61806-15
	Средства измерений УЭП в диапазоне от $1 \cdot 10^{-4}$ См/м до 100 См/м, предел допускаемой относительной погрешности измерений 0,25%	Кондуктометр лабораторный КЛ-С-1, рег. № 46635-11
	Эталоны единицы рН, соответствующие требованиям к рабочим эталонам не ниже 2-го разряда по государственной поверочной схеме для	Стандарт-титры для приготовления

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
	средств измерений показателя pH активности ионов водорода в водных растворах, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 09.02.2022 № 324, воспроизводящие шкалу pH в диапазоне от 1 до 14 в интервале температуры от 0 °С до +95°С, пределы допускаемой абсолютной погрешности $\pm 0,01$	рабочих эталонов pH 2-го разряда СТ-pH, рег. № 45142-10
	Буферные растворы, воспроизводящие значения окислительно-восстановительного потенциала, пределы допускаемой абсолютной погрешности воспроизведения ОВП ± 3 мВ Растворы, воспроизводящие шкалу окислительно-восстановительных потенциалов по ГОСТ 8.450-81, в диапазоне от -135 до +1280 мВ	Стандарт-титры СТ-ОВП-01, мод. СТ-ОВП-01-1 и СТ-ОВП-01-2, рег. № 61364-15
	Стандартный образец состава калия фталевокислого кислого (бифталата калия), интервал допускаемых аттестованных значений массовой доли калия фталевокислого кислого от 99,950 до 100,000 %, пределы допускаемой абсолютной погрешности $\pm 0,030$ %	Стандартный образец состава калия фталевокислого кислого (бифталата калия) 1-го разряда ГСО 2216-81
	Стандартный образец мутности (формазиновая суспензия), интервал допускаемых аттестованных значений мутности по формазиновой шкале от 3800 до 4200 ЕМФ включительно, границы допускаемого значения относительной погрешности $\pm 2,0$ %	Стандартный образец мутности (формазиновая суспензия) ГСО 7271-96
	Стандартный образец цветности (хром-кобальтовая шкала), интервал допускаемых аттестованных значений цветности (хром-кобальтовая шкала) от 475 до 525 градусов цветности, границы допускаемого значения относительной погрешности $\pm 1,5$ %	Стандартный образец цветности (хром-кобальтовая шкала) ГСО 7853-2000
	Стандартный образец ионов аммония, интервал допускаемых аттестованных значений массовой концентрации ионов аммония, границы допускаемого значения относительной погрешности $\pm 1,0$ %	Стандартный образец ионов аммония ГСО 7747-99
	Стандартный образец состава искусственной газовой смеси на основе инертных и постоянных газов, интервалы допускаемых (номинальных) значений молярной доли кислорода (O_2), %: св. 0,1 до 1; св. 1 до 1; св. 20 до 50; допускаемое значение относительной расширенной неопределенности (при $k=2$), %: не более 1	Стандартный образец состава искусственной газовой смеси на основе инертных и постоянных газов ГСО 10531-2014

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
	Стандартный образец бихроматной окисляемости воды (химического потребления кислорода – ХПК), интервал допускаемых значений ХПК, мг/дм ³ : от 9500 до 10500, границы допускаемых значений относительный погрешности аттестованного значения (при P = 0,95), %: ±1,5	Стандартный образец бихроматной окисляемости воды (химического потребления кислорода – ХПК) ГСО 7425-97
	Стандартный образец состава водного раствора нитрит-ионов, интервал допускаемых аттестованных значений массовой концентрации нитрит-ионов, г/дм ³ : от 0,95 до 1,05, границы допускаемых значений относительный погрешности аттестованного значения (при P = 0,95), %: ±1,0	Стандартный образец состава водного раствора нитрит-ионов ГСО 7753-2000
	Стандартный образец состава водного раствора нитрат-ионов, интервал допускаемых аттестованных значений массовой концентрации нитрат-ионов, г/дм ³ : от 0,95 до 1,05, границы допускаемых значений относительный погрешности аттестованного значения (при P = 0,95), %: ±1,0	Стандартный образец состава водного раствора нитрат-ионов ГСО 7820-2000
	Стандартный образец состава водного раствора хлорид-ионов, интервал допускаемых аттестованных значений массовой концентрации хлорид-ионов, г/дм ³ : от 0,95 до 1,05, границы допускаемых значений относительный погрешности аттестованного значения (при P = 0,95), %: ±1,0	Стандартный образец состава водного раствора хлорид-ионов ГСО 7616-99
	Вспомогательные средства: Калий йодистый по ГОСТ 4232-74, раствор с массовой долей 10 %; Кислота серная по ГОСТ 4204-77, раствор концентрации C (1/2 H₂SO₄) = 1 моль/дм³ (1 н.); Крахмал растворимый по ГОСТ 10163-76, раствор с массовой долей 1 %; Натрий серноватистоокислый (тиосульфат натрия), стандарт-титр раствор концентрации C (Na₂S₂O₃*5H₂O) 0,1 моль/дм³ (0,1 н.) по ТУ 6-09-2540-87; Деионизированная вода по ТУ 6-09-2502-72; Двойная сернокислая соль закиси железа и аммония (соль Мора) по ГОСТ 4208-72 – стандарт-титр ТУ 2642-001-4941-5344-99; Калий фосфорнокислый однозамещенный безводный по ГОСТ 4198-75, х.ч; Натрий фосфорнокислый двузамещенный безводный по ГОСТ 11773-76; Трилон Б (комплексон III, динатриевая соль этилендиаминотетрауксусной кислоты) по ГОСТ 10652-73; Термостат медицинский TW-2, нестабильность поддержания температуры в течение 30 минут ±0,2 °С в диапазоне температур от +20 °С до +70 °С.	

Допускается применение средств поверки с метрологическими и техническими характеристиками, обеспечивающими требуемую точность передачи единиц величин поверяемому анализатору.

Средства поверки, указанные в таблице 2, должны быть поверены в установленном порядке с обязательным занесением сведений о положительных результатах поверки в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений.

Стандартные образцы (далее – СО), указанные в таблице 2, должны иметь паспорт установленного образца. Запрещается использовать СО с истекшим сроком годности.

Допускается проведение периодической поверки отдельных измерительных каналов анализатора по письменному заявлению владельца или лица, предоставившего средство измерений на поверку, с обязательным указанием в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений РФ информации об объеме проведенной поверки.

6. Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

6.1 Перед включением СИ, применяемых при поверке, должен быть проведен внешний осмотр приборов с целью определения исправности и электрической безопасности включения их в сеть. Также необходимо проверить, заземлены ли они в соответствии с требованиями, указанными в эксплуатационной документации.

6.2 При проведении поверки соблюдают требования техники безопасности.

- при работе с химическими реактивами - по ГОСТ 12.1.007-76 «МГС. Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности» и ГОСТ 12.4.021-75 «МГС. Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования».

- при работе с электроустановками - по ГОСТ 12.1.019 «МГС Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты» и ГОСТ 12.2.007.0-75 «МГС. Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности».

6.3 Помещение, в котором проводится поверка, должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004-91 «МГС. Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования» и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009-83 «МГС. Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание».

7. Внешний осмотр анализатора

При проведении внешнего осмотра анализатора проверяют:

- соответствие комплектности и внешнего вида анализатора приведенного в описании типа;
- наличие знака утверждения типа в соответствии с описанием типа;
- отсутствие дефектов, способных оказать влияние на безопасность проведения поверки и (или) на результат поверки анализатора;
- устранение выявленных дефектов до начала поверки анализатора.

Анализатор считается выдержавшим внешний осмотр, если он соответствует перечисленным выше требованиям. Анализаторы, не соответствующие указанным требованиям к поверке не допускаются.

8. Подготовка к поверке и опробование анализатора

8.1. Выдержать поверяемый анализатор в помещении при температуре, соответствующей условиям поверки, не менее 8 ч. В случае, если поверяемый анализатор находился при температуре ниже 0 °С, время выдержки должно быть не менее 24 ч.

8.2. Подготовить средства поверки и поверяемый анализатор к работе в соответствии с их эксплуатационной документацией (далее – ЭД).

8.3. На поверку предоставляется предварительно настроенный анализатор в соответствии с ЭД.

8.4 При опробовании проверяется функционирование составных частей анализатора согласно ЭД.

Результаты опробования считаются положительными, если функционирование анализатора соответствует ЭД и отсутствуют сообщения об ошибках или иные неисправности, влияющие на работоспособность поверяемого анализатора и препятствующие дальнейшему проведению поверки.

9. Проверка программного обеспечения

Проверка программного обеспечения состоит в определении номера версии (идентификационного номера) программного обеспечения.

Просмотр наименования встроенного ПО и номера версии доступны:

- после включения анализатора, анализатор выполняет самодиагностику, отображает версию ПО, а затем переходит в режим измерения;
- в разделе «Diagnostics» → «Identification».

Результаты подтверждения соответствия ПО считаются положительными, если номер версии СИ совпадает с номером версии или имеет номер выше версии, указанной в описании типа.

10. Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

10.1 Определение абсолютной погрешности измерительного канала температуры.

Определение абсолютной погрешности измерений температуры проводить путем сравнения значений, полученных на анализаторе, со значением, полученным с помощью термометра.

Поместить термометр и анализатор (по возможности ближе к месту установки термометра) в термостат, выдержать в рабочем объеме при установившейся температуре не менее 30 минут. В каждой точке проводить по три измерения с интервалом в 1 минуту. Точки должны быть расположены в начале, середине и конце диапазона измерений (10 %, 50 %, 90 % от диапазона измерений соответственно).

Абсолютную погрешность измерений температуры рассчитать для каждого измеренного значения по формуле:

$$\Delta t = t_{\text{изм}} - t \quad (1)$$

где $t_{\text{изм}}$ – температура, измеренная анализатором, °C;
 t – температура, измеренная термометром, °C.

Результаты определения считать положительными, если значение абсолютной погрешности измерений температуры не превышает $\pm 0,5$ °C в диапазоне от 0 до плюс 45 °C.

10.2 Определение погрешности измерительного канала УЭП

Определение погрешности измерений УЭП проводить путем сравнения значений УЭП контрольных растворов хлористого калия, измеренных анализатором со значениями, полученными с помощью кондуктометра. В каждой точке проводить не менее трех независимых измерений. Точки должны быть расположены в начале, середине и конце диапазона измерений (10 %, 50 %, 90 % от диапазона измерений соответственно). Контрольные растворы готовят в соответствии с приложением А.

Относительную погрешность измерений УЭП рассчитать для каждого измеренного значения по формуле:

$$\delta\chi = \frac{\chi_{\text{изм}} - \chi_0}{\chi_0} \cdot 100\% \quad (2),$$

где $\chi_{\text{изм}}$ – значение УЭП, измеренное анализатором, См/м;
 χ_0 – значение УЭП, измеренное кондуктометром, См/м.

Результаты определения считать положительными, если значение относительной погрешности измерений УЭП в диапазоне от $1 \cdot 10^{-6}$ до 50 См/м не превышает $\pm 1,0$ %.

10.3 Определение погрешности измерительного канала pH

Определение погрешности измерений pH проводить путем сравнения аттестованных значений pH буферных растворов, приготовленных в соответствии с ГОСТ 8.135-2004, со значениями, полученными с помощью анализатора, при номинальной температуре растворов плюс 25 °С. В каждой точке проводят не менее трех независимых измерений. Точки должны быть расположены в начале, середине и конце диапазона измерений (например, 1,65, 6,86 и 9,18).

Абсолютную погрешность измерений pH рассчитать для каждого измеренного значения по формуле:

$$\Delta_{\text{pH}} = \text{pH}_{\text{изм}} - \text{pH}_{\text{эт}}, \quad (3)$$

где $\text{pH}_{\text{изм}}$ - измеренное значение pH буферного раствора;

$\text{pH}_{\text{эт}}$ - значение pH буферного раствора по ГОСТ 8.135-2004.

Результаты определения считать положительными, если значение абсолютной погрешности не превышает $\pm 0,05$:

– в диапазоне от 0 до 14 для модификации pH lyser pro;

– в диапазоне от 2 до 12 для модификации pH lyser eco.

10.4 Определение погрешности измерительного канала ОВП

Определение погрешности измерений ОВП проводить путем сравнения показаний анализатора в контрольных растворах с действительными значениями ОВП в контрольных растворах согласно ГОСТ 8.450-81 при номинальной температуре растворов плюс 25 °С. В каждой точке проводят не менее трех независимых измерений. Определение абсолютной погрешности измерений ОВП осуществляется не менее чем по двум контрольным растворам, воспроизводящим значения ОВП (например, 298,0 мВ и 605,0 мВ).

Абсолютную погрешность измерений ОВП рассчитать для каждого измеренного значения по формуле:

$$\Delta_{\text{ОВП}} = R_{\text{изм}} - R_{\text{эт}}, \quad (4)$$

где $R_{\text{изм}}$ – измеренное значение ОВП контрольного раствора, мВ;

$R_{\text{эт}}$ – значение ОВП контрольного раствора по ГОСТ 8.450-81 (с учетом температуры контрольного раствора), мВ.

Результаты определения считаются положительными, если значение абсолютной погрешности измеренного ОВП в диапазоне от минус 2000 мВ до плюс 2000 мВ не превышает ± 10 мВ.

10.5 Определение относительной погрешности измерительного канала общего органического углерода

Определение относительной погрешности измерений массовой концентрации общего органического углерода проводить путем сравнения значений массовой концентрации общего органического углерода в контрольных растворах, приготовленных в соответствии с ГОСТ 31958-2012, измеренных анализатором с расчетными значениями. В каждой точке проводят не менее трех независимых измерений. Точки должны быть расположены в начале, середине и конце диапазона измерений (10 %, 50 %, 90 % от диапазона измерений соответственно).

Относительную погрешность измерений массовой концентрации общего органического углерода в диапазоне от 0,1 до 25 мг/дм³ рассчитать для каждого измеренного значения по формуле:

$$\delta = \frac{X_1 - X_0}{X_0} \cdot 100 \% \quad (5)$$

где X_1 – значение массовой концентрации общего органического углерода, измеренное анализатором, мг/дм³;

X_0 – расчетное значение массовой концентрации общего органического углерода в контрольном растворе, мг/дм³.

Результаты определения считаются положительными, если значение относительной погрешности измерений массовой концентрации общего органического углерода в диапазоне от 0,1 до 25 мг/дм³ не превышает $\pm 10\%$.

10.6 Определение погрешности измерительного канала мутности

Определение погрешности измерений мутности проводить путем сравнения значений мутности контрольных суспензий, приготовленных в соответствии с паспортом и инструкцией по применению на ГСО, измеренных анализатором, с расчетными значениями. Измерения проводят при номинальной температуре раствора плюс 25 °С. В каждой точке проводят не менее трех независимых измерений. Точки должны быть расположены в начале, середине и конце диапазона измерений (10 %, 50 %, 90 % от диапазона измерений соответственно).

Приведенную (к максимальному значению диапазона измерений) погрешность измерений мутности в диапазоне от 0,0 до 100,0 ЕМФ включ. рассчитать для каждого измеренного значения по формуле:

$$\gamma = \frac{X_1 - X_0}{X_d} \cdot 100\% \quad (6),$$

где X_1 – значение мутности, измеренное анализатором, ЕМФ;
 X_0 – расчетное значение мутности в контрольной суспензии, ЕМФ;
 X_d – максимальное значение диапазона измерений, ЕМФ.

Относительную погрешность измерений мутности (в диапазоне св. 100,0 до 800 ЕМФ) рассчитать для каждого измеренного значения по формуле:

$$\delta = \frac{X_1 - X_0}{X_0} \cdot 100\% \quad (7)$$

Результаты определения считаются положительными, если:

- значение приведенной (к максимальному значению диапазона измерений) погрешности измерений мутности в диапазоне от 0,0 до 100,0 ЕМФ включ. не превышает $\pm 5\%$;
- значение относительной погрешности измерений мутности в диапазоне св. 100,0 до 800 ЕМФ не превышает $\pm 5\%$.

10.7 Определение погрешности измерительного канала цветности

Определение погрешности измерений цветности проводить путем сравнения значений цветности контрольных растворов, приготовленных в соответствии с паспортом и инструкцией по применению на ГСО, измеренных анализатором, с расчетными значениями. Измерения проводят при номинальной температуре раствора плюс 25 °С. В каждой точке проводят не менее трех независимых измерений. Точки должны быть расположены в начале, середине и конце диапазона измерений (10 %, 50 %, 90 % от диапазона измерений соответственно).

Относительную погрешность измерений цветности в диапазоне от 0 до 500 градусов цветности рассчитать для каждого измеренного значения по формуле:

$$\delta = \frac{X_1 - X_0}{X_0} \cdot 100\% \quad (8)$$

где X_1 – значение цветности, измеренное анализатором, градусы цветности;
 X_0 – расчетное значение цветности в контрольном растворе, градусы цветности.

Результаты определения считаются положительными, если значение относительной погрешности измерений цветности в диапазоне от 0 до 500 градусов цветности не превышает $\pm 5\%$.

10.8 Определение погрешности измерительного канала массовой концентрации ионов аммония

Определение погрешности измерений массовой концентрации ионов аммония проводить путем сравнения значений массовой концентрации ионов аммония контрольных растворов,

приготовленных в соответствии с паспортом и инструкцией по применению на ГСО, измеренных анализатором, с расчетными значениями. Измерения проводят при номинальной температуре раствора плюс 25 °С. В каждой точке проводят не менее трех независимых измерений. Точки должны быть расположены в начале, середине и конце диапазона измерений (10 %, 50 %, 90 % от диапазона измерений соответственно).

Приведенную (к максимальному значению диапазона измерений) погрешность измерений массовой концентрации ионов аммония в диапазоне от 0,02 до 10,0 мг/дм³ рассчитать для каждого измеренного значения по формуле:

$$\gamma = \frac{X_1 - X_0}{X_d} \cdot 100 \% \quad (9),$$

где X_1 – значение массовой концентрации ионов аммония, измеренное анализатором, мг/дм³;

X_0 – расчетное значение массовой концентрации ионов аммония в контрольном растворе, мг/дм³;

X_d – максимальное значение диапазона измерений, мг/дм³.

Относительную погрешность измерений массовой концентрации ионов аммония в диапазоне св. 10 до 1000 мг/дм³ рассчитать для каждого измеренного значения по формуле:

$$\delta = \frac{X_1 - X_0}{X_0} \cdot 100 \% \quad (10)$$

где X_1 – значение массовой концентрации ионов аммония, измеренное анализатором, мг/дм³;

X_0 – расчетное значение массовой концентрации ионов аммония в контрольном растворе, мг/дм³.

Результаты определения считаются положительными, если значение

– приведенной (к максимальному значению диапазона измерений) погрешности измерений массовой концентрации ионов аммония в диапазоне от 0,02 до 10 мг/дм³ включ. не превышает $\pm 5 \%$;

– относительной погрешности измерений массовой концентрации ионов аммония в диапазоне св. 10 до 1000 мг/дм³ не превышает $\pm 5 \%$.

10.9 Определение абсолютной погрешности измерительного канала массовой концентрации растворенного в воде кислорода

Определение абсолютной погрешности измерений массовой концентрации растворенного в воде кислорода проводить путем сравнения значений массовой концентрации растворенного в воде кислорода в контрольных растворах, приготовленных в соответствии с приложением Б, измеренных анализатором, с расчетными значениями. В каждой точке проводят не менее трех независимых измерений. Точки должны быть расположены в начале, середине и конце диапазона измерений (10 %, 50 %, 90 % от диапазона измерений соответственно).

Абсолютную погрешность измерений массовой концентрации растворенного в воде кислорода рассчитать по формуле:

$$\Delta_{DO} = \left[\text{Sat} \cdot C_{nv} \cdot e^{a_1 + \frac{a_2 \cdot 100}{t+273,15} + a_3 \cdot \ln \frac{t+273,15}{100} + \frac{a_4 \cdot (t+273,15)}{100}} \right] - C_0, \quad (11)$$

где Sat – значение насыщения кислородом воды, полученное анализатором, %;

t – температура воды, измеренная анализатором, °С;

C_0 – расчетное значение массовой концентрации растворенного в воде кислорода в контрольном растворе, мг/дм³;

C_{nv} , a_1 , a_2 , a_3 , a_4 – коэффициенты растворимости кислорода в воде ($C_{nv}=1,428$, $a_1=-173,4292$, $a_2=249,6339$, $a_3=143,3483$, $a_4=-21,8492$).

Результаты считаются положительными, если значение абсолютной погрешности измерений массовой концентрации растворенного в воде кислорода в диапазоне от 0 до

20 мг/дм³ не превышает $\pm(0,05 + 0,025 \cdot C)$, где C – измеренная массовая концентрация растворенного кислорода, мг/дм³.

10.10 Определение погрешности измерительного канала ХПК и БПК

Определение погрешности измерений ХПК (БПК) проводить путем сравнения значений ХПК (БПК) контрольных растворов, приготовленных в соответствии с паспортом и инструкцией по применению на ГСО, измеренных анализатором, с расчетными значениями. За измеренное значение БПК принимается половина измеренного значения ХПК. Измерения проводят при номинальной температуре растворов плюс 25 °С. В каждой точке проводят не менее трех независимых измерений. Точки должны быть расположены в начале, середине и конце диапазона измерений (10 %, 50 %, 90 % от диапазона измерений соответственно).

Приведенную (к максимальному значению диапазона измерений) погрешность измерений ХПК и БПК в диапазоне от 0 до 100 мг/дм³ включ. в диапазоне рассчитать для каждого измеренного значения по формуле:

$$\gamma = \frac{X_1 - X_0}{X_d} \cdot 100 \% \quad (12),$$

где X_1 – значение ХПК (БПК), измеренное анализатором, мг/дм³;
 X_0 – расчетное значение ХПК (БПК) контрольных растворов, мг/дм³;
 X_d – максимальное значение диапазона измерений, мг/дм³.

Относительную погрешность измерений ХПК в диапазоне св. 100 до 800 мг/дм³ и БПК в диапазоне св. 100 до 400 мг/дм³ рассчитать для каждого измеренного значения по формуле:

$$\delta = \frac{X_1 - X_0}{X_0} \cdot 100 \% \quad (13)$$

Результаты определения считаются положительными, если:

- значение приведенной (к максимальному значению диапазона измерений) погрешности измерений ХПК в диапазоне от 0 до 100 мг/дм³ включ. не превышает ± 10 %;
- значение относительной погрешности измерений ХПК в диапазоне св. 100 до 800 мг/дм³ не превышает ± 5 %;
- значение приведенной (к максимальному значению диапазона измерений) погрешности измерений БПК в диапазоне от 0 до 100 мг/дм³ включ. не превышает ± 10 %;
- значение относительной погрешности измерений БПК в диапазоне св. 100 до 400 мг/дм³ не превышает ± 5 %.

10.11 Определение погрешности измерительного канала массовой концентрации нитритов

Определение погрешности измерений массовой концентрации нитритов проводить путем сравнения значений массовой концентрации нитритов контрольных растворов, приготовленных в соответствии с паспортом и инструкцией по применению на ГСО, измеренных анализатором, с расчетными значениями. Измерения проводят при номинальной температуре растворов плюс 25 °С. В каждой точке проводят не менее трех независимых измерений. Точки должны быть расположены в начале, середине и конце диапазона измерений (10 %, 50 %, 90 % от диапазона измерений соответственно).

Приведенную (к максимальному значению диапазона измерений) погрешность измерений массовой концентрации нитритов в диапазоне от 0,02 до 10,0 мг/дм³ включ. рассчитать для каждого измеренного значения по формуле:

$$\gamma = \frac{X_1 - X_0}{X_d} \cdot 100 \% \quad (14),$$

где X_1 – значение массовой концентрации нитритов, измеренное анализатором, мг/дм³;
 X_0 – расчетное значение массовой концентрации нитритов в контрольном растворе, мг/дм³;

X_d – максимальное значение диапазона измерений, мг/дм³.

Относительную погрешность измерений массовой концентрации нитритов в диапазоне св. 10 до 60 мг/дм³ рассчитать для каждого измеренного значения по формуле:

$$\delta = \frac{X_1 - X_0}{X_0} \cdot 100 \% \quad (15)$$

где X_1 – значение массовой концентрации нитритов, измеренное анализатором, мг/дм³;

X_0 – расчетное значение массовой концентрации нитритов в контрольном растворе, мг/дм³.

Результаты определения считаются положительными, если значение

- приведенной (к максимальному значению диапазона измерений) погрешности измерений массовой концентрации нитритов в диапазоне от 0,02 до 10 мг/дм³ включ. не превышает $\pm 5 \%$;

- относительной погрешности измерений массовой концентрации нитритов в диапазоне св. 10 до 60 мг/дм³ не превышает $\pm 5 \%$.

10.12 Определение погрешности измерительного канала массовой концентрации нитратов

Определение погрешности измерений массовой концентрации нитратов проводить путем сравнения значений массовой концентрации нитратов контрольных растворов, приготовленных в соответствии с паспортом и инструкцией по применению на ГСО, измеренных анализатором, с расчетными значениями. Измерения проводят при номинальной температуре растворов плюс 25 °С. В каждой точке проводят не менее трех независимых измерений. Точки должны быть расположены в начале, середине и конце диапазона измерений (10 %, 50 %, 90 % от диапазона измерений соответственно).

Приведенную (к максимальному значению диапазона измерений) погрешность измерений массовой концентрации нитратов в диапазоне от 0,02 до 10,0 мг/дм³ включ. рассчитать для каждого измеренного значения по формуле:

$$\gamma = \frac{X_1 - X_0}{X_d} \cdot 100 \% \quad (16),$$

где X_1 – значение массовой концентрации нитратов, измеренное анализатором, мг/дм³;

X_0 – расчетное значение массовой концентрации нитратов в контрольном растворе, мг/дм³;

X_d – максимальное значение диапазона измерений, мг/дм³.

Относительную погрешность измерений массовой концентрации нитратов в диапазоне св. 10 до 60 мг/дм³ рассчитать для каждого измеренного значения по формуле:

$$\delta = \frac{X_1 - X_0}{X_0} \cdot 100 \% \quad (17)$$

где X_1 – значение массовой концентрации нитратов, измеренное анализатором, мг/дм³;

X_0 – расчетное значение массовой концентрации нитратов в контрольном растворе, мг/дм³.

Результаты определения считаются положительными, если значение

- приведенной (к максимальному значению диапазона измерений) погрешности измерений массовой концентрации нитратов в диапазоне от 0,02 до 10 мг/дм³ включ. не превышает $\pm 5 \%$.

- относительной погрешности измерений массовой концентрации нитратов в диапазоне св. 10 до 60 мг/дм³ не превышает $\pm 5 \%$.

10.13 Определение погрешности измерительного канала массовой концентрации свободного и общего остаточного хлора в рабочем диапазоне температур анализируемой среды

Определение погрешности измерений массовой концентрации свободного и общего остаточного хлора проводить путем сравнения значений массовой концентрации свободного и общего остаточного хлора в контрольных растворах, измеренных анализатором, с результатами, полученными лабораторным методом, в соответствии с приложением Г.

Измерения проводят в трех точках: 2,5 мг/дм³, 10 мг/дм³, 16 мг/дм³.

Приведенную (к максимальному значению диапазона измерений) погрешность измерений массовой концентрации свободного и общего остаточного хлора рассчитать для каждого измеренного значения по формуле:

$$\gamma = \frac{X_1 - X_0}{X_d} \cdot 100 \% \quad (18)$$

где X_1 – значение массовой концентрации свободного остаточного (общего остаточного) хлора в контрольном растворе, измеренное анализатором, мг/дм³;

X_0 – расчетное значение массовой концентрации свободного остаточного (общего остаточного) хлора в контрольном растворе, мг/дм³.

X_d – максимальное значение диапазона измерений, мг/дм³.

Результаты определения считаются положительными, если в процессе определения значение приведенной (к максимальному значению диапазона измерений) погрешности измерений массовой концентрации свободного остаточного и общего остаточного хлора для каждого измерения не превышает $\pm 20 \%$ в диапазоне от 0 до 20 мг/дм³.

10.14 Определение приведенной (к разности между максимальным и минимальным значениями диапазона измерений) и относительной погрешности измерений массовой концентрации хлорид-ионов

Определение приведенной (к разности между максимальным и минимальным значениями диапазона измерений) и относительной погрешности измерений массовой концентрации хлорид-ионов проводится путем сравнения показаний анализатора с расчетными значениями массовой концентрации хлорид-ионов контрольных растворов, приготовленных в соответствии с паспортом стандартного образца.

Расчетные значения массовой концентрации хлорид-ионов контрольных растворов выбираются для каждого диапазона измерений массовой концентрации хлорид-ионов следующим образом:

– для диапазона измерений массовой концентрации хлорид-ионов от 1 до 10 мг/дм³ включ.: 2 мг/дм³, 4,5 мг/дм³, 9 мг/дм³;

– для диапазона измерений массовой концентрации хлорид-ионов св. 10 до 1000 мг/дм³: 90 мг/дм³, 450 мг/дм³, 900 мг/дм³.

В каждой точке проводят не менее 3 (трех) измерений.

Приведенную (к разности между максимальным и минимальным значениями диапазона измерений) погрешность измерений массовой концентрации хлорид-ионов в диапазоне от 1 до 10 мг/дм³ включ. рассчитать по формуле:

$$\gamma_{\text{прив.}} = \frac{X_i - X_{\text{эт}}}{X_v - X_n} \cdot 100\% \quad (19)$$

где X_i – значение массовой концентрации хлорид-ионов, измеренное анализатором, мг/дм³;

$X_{\text{эт}}$ – расчетное значение массовой концентрации хлорид-ионов контрольного раствора, мг/дм³;

X_v – максимальное значение диапазона измерений, мг/дм³;

X_n – минимальное значение диапазона измерений, мг/дм³.

Относительную погрешность измерений массовой концентрации хлорид-ионов в диапазоне св. 10 до 1000 мг/дм³ рассчитывают по формуле:

$$\delta_{\text{отн.}} = \frac{X_i - X_{\text{эт}}}{X_{\text{эт}}} \cdot 100\% \quad (20)$$

где X_i – значение массовой концентрации хлорид-ионов, измеренное анализатором, мг/дм³;
 $X_{эт}$ – расчетное значение массовой концентрации хлорид-ионов контрольного раствора, мг/дм³.

Результаты считаются положительными, если:

- приведенная (к разности между максимальным и минимальным значениями диапазона измерений) погрешность измерений массовой концентрации хлорид-ионов в диапазоне от 1 до 10 мг/дм³ включ. не превышает $\pm 5\%$;
- относительная погрешность измерений массовой концентрации хлорид-ионов в диапазоне св. 10 до 1000 мг/дм³ не превышает $\pm 5\%$.

11. Оформление результатов поверки

11.1 При проведении поверки составляется протокол результатов измерений по форме Приложения Д, в котором указывается о соответствии анализатора предъявляемым требованиям.

11.2 Сведения о результатах поверки СИ передаются в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений.

11.3 Свидетельство о поверке (при положительных результатах поверки) или извещение о непригодности к применению (при отрицательных результатах поверки) могут выдаваться по письменному заявлению владельца СИ или лица, предоставившего его на поверку. Свидетельство о поверке или извещение о непригодности к применению СИ оформляются в соответствии с действующими нормативно-правовыми актами.

Приготовление контрольных растворов удельной электропроводности

Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы.

- калий хлористый х.ч., ГОСТ 4234-77;
- вода дистиллированная, ГОСТ Р 58144-2018;
- весы 1-го класса точности по ГОСТ Р 53228-2008;
- посуда мерная 2 класса точности ГОСТ 1770-74.

Контрольные растворы хлористого калия

Контрольные растворы с требуемой массовой концентрацией готовят с помощью хлористого калия, предварительно высушенного до постоянного веса.

Для приготовления растворов расчетную навеску соли (согласно таблице А.1) взвешивают в стакане и растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды. Без потерь переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³ на 75 % объема заполненную дистиллированной водой, перемешивают, затем помещают в термостат и выдерживают в течение 30 минут при температуре плюс 25,0 °С, после чего раствор в колбе доводят до метки дистиллированной водой с температурой плюс 25,0 °С. Содержимое колбы тщательно перемешивают.

Таблица А.1

Номер раствора	Масса навески хлористого калия, г	Молярная концентрация хлористого калия, моль/л	УЭП контрольного раствора, См/м
1.	0,0746	0,0010	0,0147
2.	0,2584	0,0034	0,0500
3.	18,445	0,2474	3
4.	52,285	0,7013	8

**Методика приготовления контрольных растворов
массовой концентрацией растворенного в воде кислорода**

Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы.

- ГСО-ПГС состава (O_2+N_2) ГСО 10531-2014
- термометр лабораторный электронный ЛТ-300 (рег. № 61806-15);
- термогигрометр ИВА-6Н-КП-Д (рег. № 46434-11);
- посуда мерная 2 класса точности ГОСТ 1770-74;
- натрий сернистокислый по ГОСТ 195-77;
- вода дистиллированная, ГОСТ Р 58144-2018;
- магнитная мешалка.

С помощью ГСО-ПГС готовят контрольные растворы с требуемой массовой концентрацией растворенного в воде кислорода. Требуемые ГСО-ПГС указаны в таблице Б.1.

Колбу вместимостью 250 см³ промывают и наполняют ее примерно на три четверти от объема дистиллированной водой по ГОСТ Р 58144-2018.

При помощи соединительной трубки к барботеру через редуктор подсоединяют баллон с ПГС. Расход газовой смеси визуально устанавливают от 2 до 10 пузырьков в секунду.

В стакан опускают стержень магнитной мешалки, термометр и закрывают стакан крышкой и устанавливают необходимую (так чтобы не образовывалась воронка) скорость перемешивания.

Насыщение воды газовой поверочной смесью производят не менее 20 минут.

Расчетное значение концентрации растворенного кислорода в растворе рассчитывается по формуле Б.1. Перед измерением растворенного в воде кислорода, растворы должны быть термостатированы при температуре плюс 25 °С.

Проверка нуля зонда осуществляется с помощью раствора натрия сернистокислого, приготовленного в соответствии с п. 9.3. Р 50.2.045-2005 «ГСИ. Анализаторы растворенного в воде кислорода. Методика проверки».

Относительная погрешность приготовленных растворов не превышает ±1,75 %.

Таблица Б.1.

№	Номинальное значение объемной доли O_2 в азоте, C_n , %	Погрешность аттестованного значения ПГС, %, Δ , не более	Массовая концентрация растворенного кислорода в контрольном растворе, C , мг/дм ³ *
1	0,505	0,008	0,2
2	5,04	0,05	1,988
3	Кислород воздуха, 20,94	–	8,26
* – при давлении 760 мм рт.ст. (1013 гПа) и температуре раствора плюс 25 °С			

Расчетное значение концентрации растворенного кислорода в растворе рассчитывается по формуле Б.1

$$C = \frac{X \cdot P_{\text{атм}}}{X_0 \cdot P_n} \cdot A \quad (\text{Б.1}), \text{ где}$$

где $P_{\text{атм}}$ – атмосферное давление, кПа;

P_n – нормальное давление, равное 101,3 кПа;

X – значение объемной доли O_2 в ГСО-ПГС, %;

X_0 – относительное объемное содержание кислорода в атмосфере, равное 20,94 %;

A – растворимость (равновесная концентрация) кислорода (приложение В).

ПРИЛОЖЕНИЕ В
(справочное)

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

A \ t	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

Методика приготовления растворов с известной концентрацией
свободного и остаточного хлора

Средства измерений, вспомогательные устройства, приборы и реактивы

1. Бюретка по ГОСТ 29227-91 вместимостью 50 см³.
2. Колба коническая типа Кн по ГОСТ 25336-82 исполнения 1 или 2 вместимостью 250 см³.
3. Колба мерная по ГОСТ 1770-74 исполнения 2 вместимостью 250 см³.
4. Пипетка по ГОСТ 29169-91 вместимостью 10 см³.
5. Цилиндр мерный по ГОСТ 1770-74 исполнения 1 или 3 вместимостью 25 см³.
6. Термометр любого типа с пределом измерения от 0 до плюс 100 °С.
7. Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144-2018 или вода эквивалентной чистоты дехлорированная по ИСО 7393-1.
8. Калий йодистый по ГОСТ 4232-74, раствор с массовой долей 10 %.
9. Кислота серная по ГОСТ 4204-77, раствор концентрации $C(1/2 \text{ H}_2\text{SO}_4)=1$ моль/дм³ (1 н.).
10. Крахмал растворимый по ГОСТ 10163-76, раствор с массовой долей 1 %.
11. Натрий серноватистокислый 0,1 н., стандарт-титр, ТУ 6-09-2540-87
12. Деионизированная вода по ТУ 6-09-2502-72
13. Двойная сернокислая соль закиси железа и аммония (соль Мора) по ГОСТ 4208-72 – стандарт-титр ТУ 2642-001-4941-5344-99
14. Калий фосфорнокислый однозамещенный безводный по ГОСТ 4198-75, х.ч.
15. Натрий фосфорнокислый двузамещенный безводный по ГОСТ 11773-76
16. Трилон Б (комплексон III, динатриевая соль этилендиаминотетрауксусной кислоты) по ГОСТ 10652-73
17. Диэтилпарафенилендиамин оксалат или сульфат.

1 Подготовительные процедуры.

Непосредственно перед выполнением анализа всю используемую посуду ополоснуть раствором азотной кислоты, затем тщательно промыть дистиллированной водой

Приготовление 0,1 моль/дм³ (0,1 н.) раствора серноватистокислого натрия.

Готовят согласно инструкции по применению на стандарт-титр серноватистокислого натрия. Срок хранения 1 месяц.

Приготовление 0,01 моль/дм³ (0,01 н.) раствора серноватистокислого натрия.

100 мл 0,1 н. раствора тиосульфата натрия разбавляют деионизированной водой, добавляют 0,2 г углекислого натрия и доводят объем до 1 л. Раствор применяют при содержании активного хлора в пробе более 1 мг/л. Срок хранения 10 дней.

При необходимости концентрацию раствора, содержащего 0,01 моль/дм³ (0,01 н.) серноватистокислого натрия устанавливают через одни сутки после приготовления по раствору бихромата калия.

Приготовление 0,005 н. раствора серноватистокислого натрия.

50 мл 0,1 н. раствора тиосульфата натрия разбавляют деионизированной водой, добавляют 0,2 г углекислого натрия и доводят объем до 1 л. Раствор применяют при содержании активного хлора в пробе менее 1 мг/л. Срок хранения - используют свежеприготовленным.

Приготовление раствора крахмала с массовой долей 1,0 %.

1,0 г растворимого крахмала растворяют в 10 см³ деионизированной воды. Полученную суспензию вливают в 90 см³ кипящей деионизированной воды. Кипячение продолжают до тех пор, пока раствор не станет прозрачным. Охлажденный раствор переливают в бутылку с притертой пробкой и хранят в таком виде до заметного помутнения. Раствор используют в течение 24 часов.

Приготовление стандартного раствора соли Мора

Готовят согласно инструкции по применению на стандарт-титр соли Мора или 1,106 г соли Мора растворяют в деионизированной воде, подкисляют 1 см³ 25 %-го раствора серной кислоты и доводят деионизированной водой до 1 дм³.

1 см³ раствора соответствует 0,1 мг активного хлора. Если определение проводится в 100 см³ воды, то количество соли Мора в см³, израсходованное на титрование, соответствует мг/дм³ хлора или монохлорамина, или дихлорамина. Срок хранения 1 месяц в темном месте.

Приготовление фосфатного буфера

К 2,4 г фосфорнокислого натрия двузамещенного и 4,6 г фосфорнокислого калия однозамещенного приливают 10 см³ 0,8%-го раствора трилона Б и доводят деионизированной водой до 100 см³. Срок хранения 1 месяц.

Приготовление индикатора диэтиленпарафенилендиамина (оксалата или сульфата) 0,1 % раствора

0,1 г диэтиленпарафенилендиамина оксалата (или 0,15 г сульфата) растворяют в 100 см³ деионизированной воды с добавлением 2 см³ 10 %-го раствора серной кислоты. Срок хранения 1 месяц в темном месте.

2 Выполнение анализа.

10 см³ гипохлорита натрия по ГОСТ 11086-76 с температурой (20±2) °С переносят пипеткой в мерную колбу, доводят объем раствора деионизированной водой до метки и тщательно перемешивают (раствор А).

10 см³ полученного раствора А переносят пипеткой в коническую колбу, прибавляют 10 см³ раствора йодида калия, перемешивают, прибавляют 20 см³ раствора серной кислоты, вновь перемешивают, закрывают колбу крышкой и помещают в темное место.

Через 5 мин титруют выделившийся йод раствором серноватистокислого натрия до светло-желтой окраски раствора, затем прибавляют от 2 до 3 см³ раствора крахмала и продолжают титровать до обесцвечивания раствора. Проводят два параллельных титрования, фиксируют объемы, пошедшие на титрование v_1 и v_2 , проверяют приемлемость результатов.

Проверка приемлемости результатов параллельных определений.

Для двух параллельных определений объемов, пошедших на титрование, получают значения v_1 и v_2 и рассчитывают среднее арифметическое значение $v_{\text{ср}}$.

$$v_{\text{ср}} = \frac{v_1 + v_2}{2} \quad \text{Г.1}$$

Вычисляют расхождение между параллельными определениями (d, %).

$$d = \frac{|v_1 - v_2|}{v_{\text{ср}}} \cdot 100 \% \quad \text{Г.2}$$

Если расхождение между параллельными определениями удовлетворяет условию приемлемости $d \leq 3,5 \%$, то среднее арифметическое значение принимают за результат определения.

В противном случае анализ повторяют.

Массовую концентрацию свободного хлора в гипохлорите натрия (X), г/дм³, вычисляют по формуле:

$$X = \frac{v_{\text{ср}} \cdot 0.003546 \cdot 250 \cdot 1000}{10 \cdot 10} \quad \text{Г.3}$$

где $v_{\text{ср}}$ – среднее значение объемов раствора серноватистокислого натрия концентрации 0,1 моль/дм³, израсходованных на титрование, см³,

0,003546 – масса свободного хлора, соответствующая 1 см³ раствора серноватистокислого натрия концентрации 0,1 моль/дм³, г.

3 Приготовление растворов.

Растворы готовятся путем последовательного разбавления гипохлорита натрия деионизированной водой.

Требуемые аликвоты (А, см³) гипохлорита натрия для приготовления растворов рассчитываются по формуле:

$$A = \frac{C \times V}{X \times 10^3}$$

Г.4

где С – массовая концентрация раствора (от 0,05 до 6,0) мг/дм³;

V – объем колбы, см³;

X – массовая концентрация свободного хлора в гипохлорите натрия, полученная по формуле Г.1, г/дм³.

Примечание – Объем колбы выбирают таким образом, чтобы аликвота была не менее 1,0 см³.

Растворы используют в день приготовления.

4 Метод определения свободного хлора и связанного монохлорамина и дихлорамина по методу Пейлина в приготовленных растворах, а также суммарно общего хлора

Определение содержания свободного хлора

В коническую колбу для титрования помещают 5 см³ фосфатного буферного раствора, 5 см³ раствора диэтиленпарафенилендиамина оксалата или сульфата и приливают 100 см³ анализируемого раствора приготовленного по п. 3, раствор перемешивают. В присутствии свободного хлора раствор окрашивается в розовый цвет, его быстро титруют из микробюретки стандартным раствором соли Мора до исчезновения окраски, энергично перемешивая. Расход соли Мора на титрование (АС, см³) соответствует содержанию свободного хлора, мг/дм³. Проводят два параллельных титрования. Рассчитывают среднее значение.

Определение содержания монохлорамина

В колбу с оттитрованным раствором добавляют кристаллик (от 2 до 3 мг) йодистого калия, раствор перемешивают. В присутствии монохлорамина мгновенно появляется розовая окраска, которую тотчас же оттитровывают стандартным раствором соли Мора. Расход соли Мора на титрование (МС, см³) соответствует содержанию монохлорамина, мг/дм³. Проводят два параллельных титрования. Рассчитывают среднее значение.

Определение содержания дихлорамина

В колбу с оттитрованным раствором после определения монохлорамина добавляют около 1 г йодистого калия, раствор перемешивают до полного растворения соли. Появление розовой окраски свидетельствует о наличии в растворе дихлорамина. Раствор титруют стандартным раствором соли Мора до исчезновения окраски. Расход соли Мора на титрование (ДС, см³) соответствует содержанию дихлорамина, мг/дм³. Проводят два параллельных титрования. Рассчитывают среднее значение.

Массовую концентрацию общего хлора (X_{общ.}), г/дм³, вычисляют по формуле:

$$X_{\text{общ.}} = AC + MC + DC$$

Г.5

где АС – массовая концентрация свободного хлора, мг/дм³;

МС – массовая концентрация монохлорамина, мг/дм³;

ДС – массовая концентрация дихлорамина, мг/дм³;

Расширенная неопределенность приготовления растворов составляет ±5 % при коэффициенте охвата, равном 2, и соответствует границам относительной погрешности при доверительной вероятности Р=0,95.

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ

№ от XX.XX.20XX г.

Наименование прибора, тип	
Регистрационный номер в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений (ОЕИ)	
Заводской номер	
Изготовитель (если имеется информация)	
Год выпуска (если имеется информация)	
Заказчик (наименование и адрес)	
Серия и номер знака предыдущей поверки (если такие имеются)	

Вид поверки _____

Методика поверки

Средства поверки:

Наименование и регистрационный номер эталона, тип СИ, заводской номер, номер паспорта на СО	Метрологические характеристики

Условия поверки:

Параметры	Требования НД	Измеренные значения
Температура окружающей среды, °С		
Относительная влажность воздуха, %		
Атмосферное давление, кПа		

Результаты поверки:

1. Внешний осмотр_____
2. Опробование_____
3. Результаты идентификации ПО_____
4. Определение метрологических характеристик (в соответствии с требованиями НД на методы и средства поверки)_____

Наименование параметра	Диапазон измерений	Полученная погрешность измерений

5. Дополнительная информация (состояние объекта поверки, сведения о ремонте, юстировке) _____

На основании результатов поверки выдано:

свидетельство о поверке № _____ от _____

Поверитель	от	
ФИО	Подпись	Дата