

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. Собина

« 28

» 02

РСТ

2023 г.



ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА
ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

Титраторы потенциометрические 905 Titrando

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 98-223-2023

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

3 СОГЛАСОВАНА

Директором УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» 28.12.2023 г.

СОДЕРЖАНИЕ

1 ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ.....	4
2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ.....	5
3 ПЕРЕЧЕНЬ ОПЕРАЦИЙ ПОВЕРКИ.....	6
4 ТРЕБОВАНИЯ К УСЛОВИЯМ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ.....	7
5 ТРЕБОВАНИЯ К СПЕЦИАЛИСТАМ, ОСУЩЕСТВЛЯЮЩИМ ПОВЕРКУ.....	7
6 МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ И ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ К СРЕДСТВАМ ПОВЕРКИ.....	7
7 ТРЕБОВАНИЯ (УСЛОВИЯ) ПО ОБЕСПЕЧЕНИЮ БЕЗОПАСНОСТИ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ.....	11
8 ВНЕШНИЙ ОСМОТР СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ.....	11
9 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ И ОПРОБОВАНИЕ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ.....	12
10 ПРОВЕРКА ПРОГРАММНОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ.....	12
11 ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК.....	12
12 ПОДТВЕРЖДЕНИЕ СООТВЕТСТВИЯ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ МЕТРОЛОГИЧЕСКИМ ТРЕБОВАНИЯМ.....	16
13 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ.....	19
ПРИЛОЖЕНИЕ А (ОБЯЗАТЕЛЬНОЕ) ИНСТРУКЦИЯ ПО ПРИГОТОВЛЕНИЮ ТИТРАНТОВ, ТИТРУЕМЫХ И ВСПОМОГАТЕЛЬНЫХ РАСТВОРОВ.....	20
ПРИЛОЖЕНИЕ Б (ОБЯЗАТЕЛЬНОЕ) СХЕМЫ УСТАНОВОК ДЛЯ ВЫПОЛНЕНИЯ ПОВЕРКИ.....	21

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика распространяется на титраторы потенциометрические 905 Titrando (далее — титраторы), зав. №№ 1905001042318, 1905002040363, 1905002040354, 1905002040380, 1905002040360, изготовленные «Metrohm AG», Швейцария, предназначенные для измерений объема титранта, pH, электродвижущей силы (ЭДС), температуры, молярной концентрации компонентов в водных и неводных растворах.

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

1.3 При проведении поверки должна обеспечиваться прослеживаемость титратора:

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

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

- к Государственному первичному эталону единицы массы — килограмма (ГЭТ 3-2020) согласно Приказу Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 1622 от 4.07.2022 г. «Об утверждении государственной поверочной схемы для средств измерений массы» и к Государственному первичному эталону единицы температуры в диапазоне от 0 до 3200 °C (ГЭТ 34-2020) согласно Приказу Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 3253 от 23 декабря 2022 г. «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений температуры» путем применения эталонов, согласно Приказу Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 2536 от 26.09.2022 г. «Об утверждении государственной поверочной схемы для средств измерений массы и объема жидкости в потоке, объема жидкости и вместимости при статических измерениях, массового и объемного расходов жидкости»;

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

- к Государственному первичному эталону единицы температуры в диапазоне от 0 до 3200 °C (ГЭТ 34-2020) согласно Приказу Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 3253 от 23 декабря 2022 г. «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений температуры».

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

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

Таблица 1 – Метрологические характеристики измерительного канала ЭДС

Наименование характеристики	Значение
Диапазон измерений ЭДС, мВ	от -1200 до +1200
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений ЭДС, мВ	$\pm 0,5$

Таблица 2 – Метрологические характеристики измерительного канала pH

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

* В комплекте с электродной системой.

Таблица 3 – Метрологические характеристики измерительного канала объема титранта

Наименование характеристики	Значение
Диапазон измерений объема титранта, см ³	от 0,1 до 5 от 0,1 до 10 от 0,1 до 20
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений объема титранта (относительная погрешность дозирования), %	
- в поддиапазоне от 0,1 до 0,5 см ³ включ.	$\pm 1,5^*$
- в поддиапазоне св. 0,5 до 5 (10; 20) см ³ включ.	$\pm 0,3^*$

* Границы диапазона измерений, пределы допускаемой относительной погрешности измерений установлены для титранта с плотностью близкой к 1 г/см³.

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

Наименование характеристики	Значение
Диапазон измерений молярной концентрации компонентов, моль/дм ³	от 0,001 до 2
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений молярной концентрации компонентов, %	± 3

Таблица 5 - Метрологические характеристики измерительного канала температуры

Наименование характеристики	Значение
Диапазон измерений температуры, °C	от -5 до +100
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений температуры, °C	$\pm 0,5$

2 Нормативные ссылки

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

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

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

ГОСТ 12.2.091-2012 Безопасность электрического оборудования для измерения, управления и лабораторного применения. Часть 1. Общие требования

Приказ Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 148 от 19.02.2021 «Об утверждении государственной поверочной схемы для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидкких и твердых веществах и материалах»

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

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

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

Приказ Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 2536 от 26.09.2022 г. «Об утверждении государственной поверочной схемы для средств измерений массы и объема жидкости в потоке, объема жидкости и вместимости при статических измерениях, массового и объемного расходов жидкости»

Приказ Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 3253 от 23 декабря 2022 г. «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений температуры»

Приказ Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 1622 от 4.07.2022 г. «Об утверждении государственной поверочной схемы для средств измерений массы»

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

Причание — При пользовании настоящей методикой поверки целесообразно проверить действие ссылочных документов по соответствующему указателю стандартов, составленному по состоянию на 1 января года проведения поверки и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в году проведения поверки.

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

3 Перечень операций поверки

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

Таблица 6 — Операции поверки

Наименование операции поверки	Обязательность выполнения операций поверки при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Внешний осмотр	Да	Да	8
Подготовка к поверке и опробование средства измерений	Да	Да	9.2
Проверка программного обеспечения (ПО) средства измерений	Да	Да	10
Определение метрологических характеристик титраторов:	Да	Да	11
- определение абсолютной погрешности измерений ЭДС	Да	Да	11.1
- определение абсолютной погрешности измерений pH	Да	Да	11.2
- определение относительной погрешности измерений объема титранта (относительной погрешности дозирования)	Да	Да	11.3

Наименование операции поверки	Обязательность выполнения операций поверки при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
- определение относительной погрешности измерений молярной концентрации компонентов	Да	Да	11.4 – 11.6
- определение абсолютной погрешности измерений температуры	Да	Да	11.7
Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	Да	Да	12

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

3.3 Допускается проводить поверку (первичную или периодическую) по заявлению владельца титратора применительно к отдельным измерительным каналам из состава общей конфигурации титратора.

Операции поверки по 9.2, 10, 11.1, 11.3 выполняют при любой конфигурации титратора.

В случае проведения поверки применительно к отдельным измерительным каналам из состава общей конфигурации титратора, в сведениях о поверке указывают измерительные каналы, с которыми проводилась поверка.

4 Требования к условиям проведения поверки

При проведении поверки соблюдаются следующие условия:

– температура окружающей среды, °С от плюс 15 до плюс 25;
 – относительная влажность воздуха, %, не более 90;
 – атмосферное давление, кПа от 84 до 106,7.

5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

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

6 Метрологические и технические требования к средствам поверки

6.1 При проведении поверки применяют средства поверки согласно таблице 7.

Таблица 7 — Метрологические требования к средствам поверки

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
Раздел 9 Подготовка к поверке и опробование средств измерений	Средство измерений температуры, относительной влажности, атмосферного давления с диапазонами измерений, охватывающими условия по п. 4. Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений относительной влажности $\pm 2\%$, пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений температуры $\pm 0,3$ °С, пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений атмосферного давления $\pm 0,25$ кПа	Термогигрометр ИВА-6А-КП-Д (регистрационный номер в ФИФ ОЕИ 46434-11)

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
11.1	<p>Рабочий эталон, предназначенный для воспроизведения, компарирования напряжений постоянного тока в диапазоне от 10 нВ до 10 В.</p> <p>Рабочий эталон 2-го разряда в соответствии с Государственной поверочной схемой, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 28 июля 2023 года № 1520 «Об утверждении государственной поверочной схемы для средств измерений постоянного электрического напряжения и электродвижущей силы».</p> <p>Имитатор электродной системы, R_u 0; 500; 1000 МОм, ПГО $\pm 10\%$, R_v 0; 10; 20 кОм, ПГО $\pm 1\%$</p>	<p>Компаратор-калибратор универсальный КМ300, мод. КМ300Р (регистрационный номер в ФИФ ОЕИ 54727-13) (рег. № 37463.08.2Р.79742)</p> <p>Имитатор электродной системы И-02 (регистрационный номер в ФИФ ОЕИ 5517-76)</p>
11.2	<p>Стандарт-титры для приготовления буферных растворов – рабочих эталонов pH 2-го разряда в соответствии с Государственной поверочной схемой для средств измерений pH, утвержденной Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 9 февраля 2022 года № 324 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений показателя pH активности ионов водорода в водных растворах».</p> <p>Диапазон воспроизведения pH от 1,65 до 10,00.</p> <p>Термометр лабораторный, диапазон измерений от 15 °C до 30 °C, пределы допускаемой основной абсолютной погрешности измерений температуры $\pm 0,2\text{ }^{\circ}\text{C}$.</p> <p>Дистиллированная вода или вода для лабораторного анализа по ГОСТ Р 58144-2018.</p> <p>Колбы мерные вместимостью 1000 см³, 2 класс точности.</p>	<p>Стандарт-титры для приготовления буферных растворов – рабочих эталонов pH 2-го разряда СТ-рН-2 (регистрационный номер в ФИФ ОЕИ 45142-10)</p> <p>Термометр электронный Амур, Амур-02 (регистрационный номер в ФИФ ОЕИ 87987-23).</p> <p>Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144-2018.</p> <p>Колбы 2-1000-2 по ГОСТ 1770-74.</p>

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
11.3	<p>Весы лабораторные I класса точности по ГОСТ OIML R 76-1-2011, максимальная нагрузка не менее 100 г, минимальная нагрузка 10 мг.</p> <p>Дистиллированная вода или вода для лабораторного анализа по ГОСТ Р 58144-2018.</p> <p>Термометр лабораторный, диапазон измерений от 15 °C до 30 °C, пределы допускаемой основной абсолютной погрешности измерений температуры ±0,2 °C.</p>	<p>Весы неавтоматического действия МСА, МСЕ, МСА524S-20RU-I (регистрационный номер в ФИФ ОЕИ 79348-20).</p> <p>Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144-2018.</p> <p>Термометр электронный Амур, Амур-02 (регистрационный номер в ФИФ ОЕИ 87987-23).</p>
11.4	<p>Стандартный образец (СО) массовой доли карбоната натрия в карбонате натрия высокой чистоты, массовая доля карбоната натрия от 99,950 % до 100,000 %, границы допускаемой абсолютной погрешности аттестованного значения СО ±0,030 % (Р=0,95).</p> <p>СО состава раствора соляной кислоты, молярная концентрация ионов водорода в растворе соляной кислоты от 0,099 до 0,110 моль/дм³, границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения СО ±0,05 % (Р=0,95).</p> <p>Пипетки вместимостью 2, 10, 20 см³ 2 класса точности.</p> <p>Мерный цилиндр вместимостью 250 см³ 2 класса точности.</p> <p>Колбы мерные вместимостью 100, 1000 см³ 2 класса точности.</p> <p>Весы лабораторные класса точности I, максимальная нагрузка 520 г, минимальная нагрузка 10 мг.</p> <p>Дистиллированная вода или вода для лабораторного анализа по ГОСТ Р 58144-2018.</p>	<p>СО массовой доли карбоната натрия в карбонате натрия высокой чистоты (Na₂CO₃ СО УНИИМ) – ГСО 10450-2014</p> <p>СО состава раствора соляной кислоты – ГСО 9654-2010</p> <p>Пипетки 2-2-2, 2-2-10, 2-2-20 по ГОСТ 29169-91</p> <p>Цилиндр 2-250-2 по ГОСТ 1770-74</p> <p>Колбы 2-100-2, 2-1000-2 по ГОСТ 1770-74.</p> <p>Весы неавтоматического действия МСА, МСЕ, МСА524S-20RU-I (регистрационный номер в ФИФ ОЕИ 79348-20).</p> <p>Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144-2018.</p>

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
11.5	<p>СО состава калия двухромовокислого, массовая доля калия двухромовокислого от 99,950 % до 100,000 %, границы допускаемой абсолютной погрешности аттестованного значения СО $\pm 0,030\%$ ($P=0,95$).</p> <p>Стандарт-титр 0,1 Н соли закиси железа и аммония двойной сернокислой (соли Мора).</p> <p>Пипетки вместимостью 2, 10, 20 см³ 2 класса точности.</p> <p>Мерный цилиндр вместимостью 250 см³ 2 класса точности.</p> <p>Колбы мерные вместимостью 100, 1000 см³ 2 класса точности.</p> <p>Весы лабораторные класс точности I, максимальная нагрузка 520 г, минимальная нагрузка 10 мг.</p> <p>Кислота серная, ос. ч.</p> <p>Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144-2018.</p>	<p>СО состава калия двухромовокислого (бихромата калия) 1-го разряда – ГСО 2215-81.</p> <p>Стандарт-титр 0,1 Н соли закиси железа и аммония двойной сернокислой (соли Мора) для приготовления раствора молярной концентрации $C(FeSO_4(NH_4)_2SO_4) 0,1$ моль/дм³ по ТУ 2642-002-62931140-2014.</p> <p>Пипетки 2-2-2, 2-2-10, 2-2-20 по ГОСТ 29169-91</p> <p>Цилиндр 2-250-2 по ГОСТ 1770-74</p> <p>Колбы 2-100-2, 2-1000-2 по ГОСТ 1770-74.</p> <p>Весы неавтоматического действия МСА, МСЕ, МСА524S-2ORU-I (регистрационный номер в ФИФ ОЕИ 79348-20).</p> <p>Кислота серная, ос. ч. по ГОСТ 14262-78.</p> <p>Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144-2018.</p>

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
11.6	<p>СО состава натрия хлористого, массовая доля натрия хлористого от 99,900 % до 100,00 %, границы допускаемой абсолютной погрешности аттестованного значения СО $\pm 0,030 \%$ ($P=0,95$).</p> <p>Стандарт-титр 0,1 Н серебра азотнокислого.</p> <p>Пипетки вместимостью 2, 10, 20 см³ 2 класса точности.</p> <p>Мерный цилиндр вместимостью 250 см³ 2 класса точности.</p> <p>Колбы мерные вместимостью 100, 1000 см³ 2 класса точности.</p> <p>Весы лабораторные класс точности I, максимальная нагрузка не менее 100 г, минимальная нагрузка 10 мг.</p> <p>Кислота серная, ос. ч.</p> <p>Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144-2018.</p>	<p>СО состава натрия хлористого 1-го разряда - ГСО 4391-88.</p> <p>Стандарт-титр 0,1 Н серебра азотнокислого для приготовления раствора молярной концентрации $C(AgNO_3)$ 0,1 моль/дм³ по ТУ 2642-002-62931140-2014.</p> <p>Пипетки 2-2-2, 2-2-10, 2-2-20 по ГОСТ 29169-91</p> <p>Цилиндр 2-250-2 по ГОСТ 1770-74</p> <p>Колбы 2-100-2, 2-1000-2 по ГОСТ 1770-74.</p> <p>Весы неавтоматического действия МСА, МСЕ, МСА524S-20RU-I (регистрационный номер в ФИФ ОЕИ 79348-20).</p> <p>Кислота серная, ос. ч. по ГОСТ 14262-78.</p> <p>Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144-2018.</p>
11.7	Магазин сопротивлений, диапазон от 0,01 до 111111,10 Ом, класс точности 0,02/2·10 ⁻⁶	Магазин сопротивлений Р4831 (регистрационный номер в ФИФ ОЕИ 6332-77).

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

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

7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

7.1 При проведении поверки должны быть соблюдены требования ГОСТ 12.1.005, ГОСТ 12.1.007, ГОСТ 12.2.091, а также требования, предусмотренные эксплуатационной документацией на поверяемый титратор.

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

8 Внешний осмотр средства измерений

8.1 При проведении внешнего осмотра необходимо установить:

- четкость и правильность маркировки (обозначение титратора, наименование предприятия-изготовителя, заводской номер, обозначение органов управления, соединителей и гнезд).
- соответствие комплектности титратора требованиям ЭД, а также наличие первичных измерительных преобразователей (ПИП) и ячеек, необходимых для поверки;
- целостность корпуса основного блока титратора, ПИП, ячеек, гибких трубок, емкостей для титранта и титруемого раствора, соединительных проводов (кабелей), а также отсутствие механических повреждений, препятствующих нормальному функционированию титратора;
- чистота и целостность соединителей и гнезд;
- функционирование органов управления титратором;
- соответствие внешнего вида сведениям, приведенным в описании типа.

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

9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

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

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

9.3 Буферные растворы – рабочие эталоны pH готовят из стандарт-титров СТ-pH в соответствии с их инструкцией непосредственно перед проведением измерений.

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

9.5 Установки для выполнения операций поверки по 11.1 и 11.2 собирают в соответствии со схемами, приведенными на рисунках приложения Б.

9.6 Непосредственно перед проверкой по 9.7 и определением характеристик по 11 проводят контроль условий поверки.

9.7 Проводят опробование титратора.

Опробование титратора происходит в автоматическом режиме самотестирования при включении титратора.

Результат опробования считают положительным, если при завершении самотестирования на дисплее отобразится главное меню управления титратором.

Если при завершении самотестирования на дисплее отобразится сообщение об ошибке, титраторы бракуют и дальнейшие операции поверки не выполняют.

10 Проверка программного обеспечения средства измерений

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

Результаты проверки считают положительными, если отображаемые на дисплее идентификационные данные (признаки) ПО соответствуют данным (признакам), приведенным в таблице 8.

Таблица 8 – Идентификационные данные (признаки) ПО

Идентификационные данные (признаки) ПО	Значение
Идентификационное наименование ПО	ti amo™
Номер версии (идентификационный номер) ПО, не ниже	3.0

11 Определение метрологических характеристик средства измерений

11.1 Определение абсолютной погрешности измерений ЭДС

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

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

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

Последовательно устанавливают на компараторе напряжений следующие значения ЭДС ($E_{уст}$, мВ): минус 1200,0; минус 1000,0; минус 500,0; минус 100,0; 0,0; 100,0; 500,0; 1000,0 и 1200,0.

После установления стабильных показаний фиксируют измеренные титратором значения ЭДС ($E_{изм}$, мВ) для каждого установленного на компараторе значения ЭДС ($E_{уст}$, мВ).

11.2 Определение абсолютной погрешности измерений pH

11.2.1 Измерения проводят на установке, собранной по схеме, приведённой на рисунке Б.2 приложения Б, с использованием буферных растворов – рабочих эталонов pH, воспроизводящих значения pH 1,65, 6,86; 10,00 при температуре плюс 25 °C. Между измерениями электроды 6, 7, термометр 4, стакан 2 и погруженные детали мешалки 5 тщательно промывают дистиллированной водой.

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

11.2.3 Устанавливают в терmostате температуру плюс 25 °C.

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

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

11.2.5 Проводят не менее трех измерений pH каждого буферного раствора – рабочего эталона pH при температуре плюс 25 °C (значения pH 1,65; 6,86; 10,00)

Температура буферного раствора, измеренная термометром 4, должна составлять плюс 25,0 °C. При достижении заданной температуры мешалку отключают и после стабилизации показаний (дрейф не должен превышать $\pm 0,03$ pH за 30 секунд) фиксируют результат измерений pH буферного раствора (pH_i).

11.3 Определение относительной погрешности измерений объема титранта (относительной погрешности дозирования)

Определение относительной погрешности измерений объема титранта (относительной погрешности дозирования) проводят с использованием весов I класса точности по ГОСТ OIML R 76-1-2011 путем дозирования дистиллированной воды.

Устанавливают стаканчик для взвешивания на весы. На титраторе задают требуемое значение объема дозы. Проводят тарирование весов. Выполняют не менее трех измерений объема дозы в следующих точках диапазона:

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

- от 0,5 до 1,3 см³ включ.; от 1,5 до 3,5 см³ включ.; от 3,8 до 5,0 см³ включ.; (для поддиапазона св. 0,5 до 5 см³);

- от 1,0 до 2,5 см³ включ.; от 3,0 до 7,0 см³ включ. от 7,5 до 10 см³ включ. (для поддиапазона св. 0,5 до 10 см³);

- от 2,0 до 5,0 см³ включ.; от 6,0 до 14 см³ включ.; от 15 до 20 см³ включ. (для поддиапазона св. 0,5 до 20 см³).

Для введения поправки на плотность воды одновременно проводят измерения температуры воды и атмосферного давления.

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

11.4 Определение относительной погрешности измерений молярной концентрации компонентов в режиме потенциометрического кислотно-основного титрования

11.4.1 Определение относительной погрешности измерений молярной концентрации компонентов в режиме потенциометрического кислотно-основного титрования проводят при титровании раствора карбоната натрия молярной концентрации $C(Na_2CO_3)0,1$ моль/дм³ (титруемого раствора № 1) раствором соляной кислоты молярной концентрации $C(HCl) 0,1$ моль/дм³ (титрантом № 1) с потенциометрической регистрацией точки эквивалентности. Инструкция по приготовлению титрантов и титруемых растворов приведена в приложении А.

В соответствии с руководством по эксплуатации подготавливают титратор к работе в режиме потенциометрического кислотно-основного титрования с титрантом № 1.

Устанавливают лабораторный стакан вместимостью 50 см³ (ёмкость для титруемого раствора) на магнитную мешалку титратора, пипеткой вместимостью 2 см³ вносят в стакан 2 см³ титруемого раствора № 1, приливают в стакан примерно 30 см³ дистиллированной воды, помещают в стакан магнитный мешальник и включают перемешивание. Перемешивают содержимое стакана не менее 1 минуты.

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

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

Нажимают кнопку «Старт» и проводят титрование. После регистрации первой волны (с перегибом в районе pH=9) останавливают титрование, выполняют обработку кривой титрования и фиксируют значение объема титранта № 1, пошедшего на титрование до первой точки эквивалентности ($V_{T1,i}$, см³).

11.4.2 Проводят три измерения по 11.4.1.

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

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

В соответствии с руководством по эксплуатации подготавливают титратор к работе в режиме потенциометрического окислительно-восстановительного титрования с титрантом № 2.

Устанавливают лабораторный стакан вместимостью 50 см³ (ёмкость для титруемого раствора) на магнитную мешалку титратора, пипеткой вместимостью 2 см³ вносят в стакан 2 см³ титруемого раствора № 2, приливают в стакан примерно 30 см³ дистиллированной воды, пипеткой осторожно вносят в стакан 2 см³ серной кислоты, помещают в стакан магнитный мешальник и включают перемешивание. Перемешивают содержимое стакана не менее 1 минуты.

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

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

Нажимают кнопку «Старт» и проводят титрование. После регистрации волны останавливают титрование, выполняют обработку кривой титрования и фиксируют значение объема титранта № 2, последнего на титрование до точки эквивалентности ($V_{T2,i}$, см^3).

11.5.2 Проводят три измерения по 11.5.1.

11.6 Определение относительной погрешности измерений молярной концентрации компонентов в режиме потенциометрического осадительного титрования

11.6.1 Определение относительной погрешности результатов измерений молярной концентрации компонентов в режиме потенциометрического осадительного титрования проводят при титровании раствора натрия хлористого молярной концентрации $C(NaCl)$ 0,1 моль/дм³ (титруемого раствора № 3) раствором серебра азотнокислого молярной концентрации $C(AgNO_3)$ 0,1 моль/дм³ (титрантом № 3) в кислой среде с потенциометрической регистрацией точки эквивалентности. Инструкция по приготовлению титрантов и титруемых растворов приведены в приложении А.

В соответствии с руководством по эксплуатации подготавливают титратор к работе в режиме потенциометрического осадительного титрования с титрантом № 3.

Устанавливают лабораторный стакан вместимостью 50 см^3 (ёмкость для титруемого раствора) на магнитную мешалку титратора, пипеткой вместимостью 2 см^3 вносят в стакан 2 см^3 титруемого раствора № 3, приливают в стакан примерно 30 см^3 дистиллированной воды, пипеткой осторожно вносят в стакан 0,5 см^3 серной кислоты, помещают в стакан магнитный мешалка и включают перемешивание. Перемешивают содержимое стакана не менее 1 минуты.

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

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

Нажимают кнопку «Старт» и проводят титрование. После регистрации волны останавливают титрование, выполняют обработку кривой титрования и фиксируют значение объема титранта № 3, последнего на титрование до точки эквивалентности ($V_{T3,i}$, см^3).

11.6.2 Проводят три измерения по 11.6.1.

11.7 Определение абсолютной погрешности измерений температуры

Подключают магазин сопротивлений к титратору. В соответствии с руководством по эксплуатации входят в режим измерения температуры.

Устанавливают на магазине сопротивлений последовательно значения сопротивления $R_{(уст)}_i$, соответствующие значениям температуры минус 5, 0, 20, 40, 60, 80, 100 °C, согласно таблице 9.

Таблица 9 - Устанавливаемые на магазине сопротивлений и соответствующие им значения температуры

№ п.п.	$R(ycm)_i, \text{Ом}$	$t_b, ^\circ\text{C}$
1	980,0	-5
2	1000,0	0
3	1077,0	20
4	1154,0	40
5	1231,0	60
6	1308,0	80
7	1385,0	100

Измеряют температуру в каждой точке и после установления показаний титратора фиксируют значения $t_{\text{изм}}(i)$. При каждом измерении отмечают одно (наиболее отклоняющееся от установленного значения) из двух одинаково часто появляющихся на дисплее показаний.

12 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

12.1 Проверка критериев соответствия абсолютной погрешности измерений ЭДС

Абсолютную погрешность измерений ЭДС ($\Delta_E, \text{мВ}$) рассчитывают для каждого измерения по формуле

$$\Delta_E = E_{\text{изм}} - E_{\text{уст}}, \quad (1)$$

где $E_{\text{изм}}$ – измеренное титратором значение ЭДС, мВ;

$E_{\text{уст}}$ – значение ЭДС, установленное на компараторе напряжений, мВ.

Абсолютная погрешность измерения ЭДС должна находиться в интервале $\pm 0,5 \text{ мВ}$.

12.2 Проверка критериев соответствия абсолютной погрешности измерений pH

Абсолютную погрешность измерений pH (ΔpH_j) рассчитывают по формуле

$$\Delta pH_j = pH_{ij} - pH_{dj}, \quad (2)$$

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

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

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

12.3 Проверка критериев соответствия относительной погрешности измерений объема титранта (относительной погрешности дозирования)

Относительную погрешность дозирования рассчитывают по формуле

$$\delta_{Vj} = \frac{V_{ij} - V_{\text{ном}j}}{V_{\text{ном}j}} \cdot 100. \quad (3)$$

где $V_{\text{ном}j}$ – заданное значение объема дозирования в j -той точке, см^3 ;

V_{ij} – результат i -го измерения действительного объема дозы в j -той, см^3 , рассчитываемое по формуле

$$V_{ij} = Z \cdot m_{ij}, \quad (4)$$

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

Z – поправочный коэффициент по ISO 8655-6:2022, учитывающий атмосферное давление, при котором проводилась поверка, температуру жидкости, использованной для дозирования, и приведенный в таблице 10.

Таблица 10 – Поправочные коэффициенты для удобства пересчета массы дистиллированной воды в объем

Температура, °C	Атмосферное давление, кПа						
	80	85	90	95	100	101,3	105
20,0	1,0026	1,0027	1,0027	1,0028	1,0028	1,0029	1,0029
20,5	1,0027	1,0028	1,0028	1,0029	1,0029	1,0030	1,0030
21,0	1,0028	1,0029	1,0029	1,0030	1,0031	1,0031	1,0031
21,5	1,0030	1,0030	1,0031	1,0031	1,0032	1,0032	1,0032
22,0	1,0031	1,0031	1,0031	1,0032	1,0033	1,0033	1,0033
22,5	1,0032	1,0032	1,0033	1,0033	1,0034	1,0034	1,0034
23,0	1,0033	1,0033	1,0034	1,0034	1,0035	1,0035	1,0036
23,5	1,0034	1,0035	1,0035	1,0036	1,0036	1,0036	1,0037
24,0	1,0035	1,0036	1,0036	1,0037	1,0037	1,0038	1,0038
24,5	1,0037	1,0037	1,0038	1,0038	1,0039	1,0039	1,0039
25,0	1,0038	1,0038	1,0039	1,0039	1,0040	1,0040	1,0040

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

Относительная погрешность дозирования в поддиапазоне от 0,1 до 0,5 см³ включ. должна находиться в интервале $\pm 1,5 \%$. Относительная погрешность дозирования в поддиапазоне выше 0,5 до 5 (10, 20) см³ должна находиться в интервале $\pm 0,3 \%$.

12.4 Проверка критериев соответствия относительной погрешности измерений молярной концентрации компонентов в режиме потенциометрического (кислотно-основного) титрования

Рассчитывают значение молярной концентрации карбоната натрия в титруемом растворе ($C(Na_2CO_3)_i$, моль/дм³) по формуле

$$C(Na_2CO_3)_i = \frac{C(HCl) \cdot V_{T1,i}}{V_{TP1}}, \quad (5)$$

где $C(HCl)$ – молярная концентрация соляной кислоты в титранте, моль/дм³ (указана в паспорте ГСО 9654-2010);

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

V_{TP1} – объем титруемого раствора № 1, взятого на титрование, см³.

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

$$\delta_{C,пкотi} = \frac{C(Na_2CO_3)_i - C(Na_2CO_3)_d}{C(Na_2CO_3)_d} \cdot 100, \quad (6)$$

где $C(Na_2CO_3)_i$ – молярная концентрация карбоната натрия в титруемом растворе, рассчитанная для каждого i-го титрования по формуле (5), моль/дм³;

$C(Na_2CO_3)_d$ – значение молярной концентрации карбоната натрия в титруемом растворе, рассчитанное в соответствии с приложением А, моль/дм³.

Значение относительной погрешности измерений молярной концентрации компонентов в режиме потенциометрического кислотно-основного титрования ($\delta_{C, \text{пкот}_i}$) должно находиться в интервале $\pm 3 \%$.

12.5 Проверка критериев соответствия относительной погрешности измерений молярной концентрации компонентов в режиме потенциометрического (окислительно-восстановительного) титрования

Рассчитывают значение молярной концентрации соли закиси железа и аммония двойной сернокислой в титруемом растворе ($C(FeSO_4(NH_4)_2SO_4)_i$, моль/дм³) по формуле

$$C(FeSO_4(NH_4)_2SO_4)_i = \frac{C(1/6 K_2Cr_2O_7) \cdot V_{T2,i}}{V_{TP4}}, \quad (7)$$

где $C(1/6 K_2Cr_2O_7)$ – молярная концентрация калия двухромовокислого в титранте, моль/дм³ (в данном случае $C(1/6 K_2Cr_2O_7) = 0,1$ моль/дм³);

$V_{T2,i}$ – i -е измеренное значение объема титранта № 2, пошедшего на титрование до точки эквивалентности, см³;

V_{TP4} – объем титруемого раствора № 2, взятого на титрование, см³.

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

$$\delta_{o/vt} = \frac{C(FeSO_4(NH_4)_2SO_4)_i - C(FeSO_4(NH_4)_2SO_4)_d}{C(FeSO_4(NH_4)_2SO_4)_d} \cdot 100, \quad (8)$$

где $C(FeSO_4(NH_4)_2SO_4)_i$ – значение молярной концентрации соли закиси железа и аммония двойной сернокислой в титруемом растворе, рассчитанное по формуле (7), моль/дм³;

$C(FeSO_4(NH_4)_2SO_4)_d$ – действительное значение молярной концентрации соли закиси железа и аммония двойной сернокислой в титруемом растворе, моль/дм³ (в данном случае $C(FeSO_4(NH_4)_2SO_4)_d = 0,1$ моль/дм³).

Относительная погрешность измерений молярной концентрации компонентов в режиме потенциометрического окислительно-восстановительного титрования должна находиться в интервале $\pm 3 \%$.

12.6 Проверка критериев соответствия относительной погрешности измерений молярной концентрации компонентов в режиме потенциометрического (осадительного) титрования

Рассчитывают значение молярной концентрации натрия хлористого в титруемом растворе ($C(NaCl)_i$, моль/дм³) по формуле

$$C(NaCl)_i = \frac{C(AgNO_3) \cdot V_{T3,i}}{V_{TP5}}, \quad (9)$$

где $C(AgNO_3)$ – номинальная молярная концентрация серебра азотнокислого в титранте, моль/дм³ (в данном случае $C(AgNO_3) = 0,1$ моль/дм³);

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

V_{TP5} – объем титруемого раствора № 3, взятого на титрование, см^3 .

Относительную погрешность измерений молярной концентрации компонентов в режиме потенциометрического осадительного титрования ($\delta_{oc/ti}$, %) рассчитывают по формуле

$$\delta_{oc/ti} = \frac{C(NaCl)_i - C(NaCl)_{\Delta}}{C(NaCl)_{\Delta}} \cdot 100, \quad (10)$$

где $C(NaCl)_i$ – значение молярной концентрации натрия хлористого в титруемом растворе, рассчитанное по формуле (9), моль/дм³;

$C(NaCl)_{\Delta}$ – значение молярной концентрации натрия хлористого в титруемом растворе, рассчитанное в соответствии с приложением А, моль/дм³.

Относительная погрешность измерений молярной концентрации компонентов в режиме потенциометрического осадительного титрования должна находиться в интервале $\pm 3\%$.

12.7 Проверка критериев соответствия абсолютной погрешности измерений температуры

Основную абсолютную погрешность каждого измерения температуры Δt_i рассчитывают по формуле

$$\Delta t_i = t(\text{изм})_i - t_i, \quad (11)$$

где t_i – значение температуры, соответствующее установленному значению $R(\text{уст})_i$ в соответствии с таблицей 10, $^{\circ}\text{C}$;

$t(\text{изм})_i$ – значение температуры, измеренное титратором, $^{\circ}\text{C}$.

Абсолютная погрешность измерений температуры должна находиться в интервале $\pm 0,5\,^{\circ}\text{C}$.

13 Оформление результатов поверки

13.1 Результаты поверки оформляются протоколом в произвольной форме.

13.2 При положительных результатах поверки СИ признают пригодным к применению.

13.3 Нанесение знака поверки на СИ не предусмотрено.

13.4 При отрицательных результатах поверки СИ признают непригодным к применению.

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

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

ПРИЛОЖЕНИЕ А (обязательное)

Инструкция по приготовлению титрантов, титруемых и вспомогательных растворов

A.1 Приготовление титрантов

A.1.1 Титрант № 1

В качестве титранта № 1 используют ГСО 9654-2010 (молярная концентрация 0,1 моль/дм³) или приготовленный из него раствор (молярная концентрация 0,01 моль/дм³).

Для приготовления раствора соляной кислоты молярной концентрации 0,01 моль/дм³ в мерную колбу вместимостью 100 см³, наполовину заполненную дистиллированной водой, помещают 10 см³ ГСО 9654-2010, объем раствора доводят до метки дистиллированной водой. Раствор перемешивают.

A.1.2 Титрант № 2

В качестве титранта № 2 используют раствор, приготовленный из ГСО 2215-81. Навеску ГСО 2215-81 массой $m_{K_2Cr_2O_7}$ количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, растворяют в дистиллированной воде, доводят объем до метки дистиллированной водой.

$$m_{K_2Cr_2O_7} = \frac{4,903 \cdot 100}{A_{K_2Cr_2O_7}}, \quad (A.1)$$

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

A.1.3 Титрант № 3 готовят из стандарт-титра 0,1 Н серебра азотнокислого (молярная концентрация 0,1 моль/дм³).

Раствор с молярной концентрацией 0,1 моль/дм³ готовят из стандарт-титра 0,1 Н серебра азотнокислого в соответствии с прилагаемой к нему инструкцией.

A.2 Приготовление титруемых растворов

A.2.1 Титруемый раствор № 1

Готовят раствор карбоната натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм³ из ГСО 10450-2014. Навеску ГСО 10450-2014 массой $m_{Na_2CO_3(1)}$ количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, растворяют в дистиллированной воде, доводят объем до метки дистиллированной водой и перемешивают.

$$m_{Na_2CO_3(1)} = \frac{10,599 \cdot 100}{A_{Na_2CO_3}}, \quad (A.2)$$

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

A.2.2 Титруемый раствор № 2 готовят из стандарт-титра 0,1 Н соли закиси железа и аммония двойной сернокислой (соли Мора) (молярная концентрация 0,1 моль/дм³) в соответствии с прилагаемой к нему инструкцией, растворяя содержимое стандарт-титра в мерной колбе в растворе серной кислоты с молярной концентрацией С(H₂SO₄) – 0,5 моль/дм³ и доводя данным раствором до метки.

A.2.3 Титруемый раствор № 3 готовят из ГСО 4391-88. Навеску ГСО 4391-88 массой m_{NaCl} количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, растворяют в дистиллированной воде, доводят объем до метки дистиллированной водой.

$$m_{NaCl} = \frac{5,843 \cdot 100}{A_{NaCl}}, \quad (A.3)$$

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

ПРИЛОЖЕНИЕ Б (обязательное)

Схемы установок для выполнения поверки

Б.1 Установка для определения абсолютной погрешности измерений ЭДС

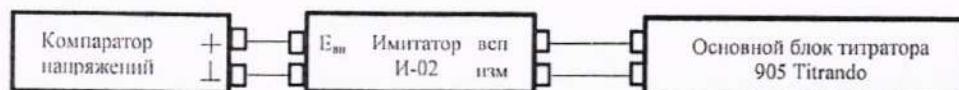
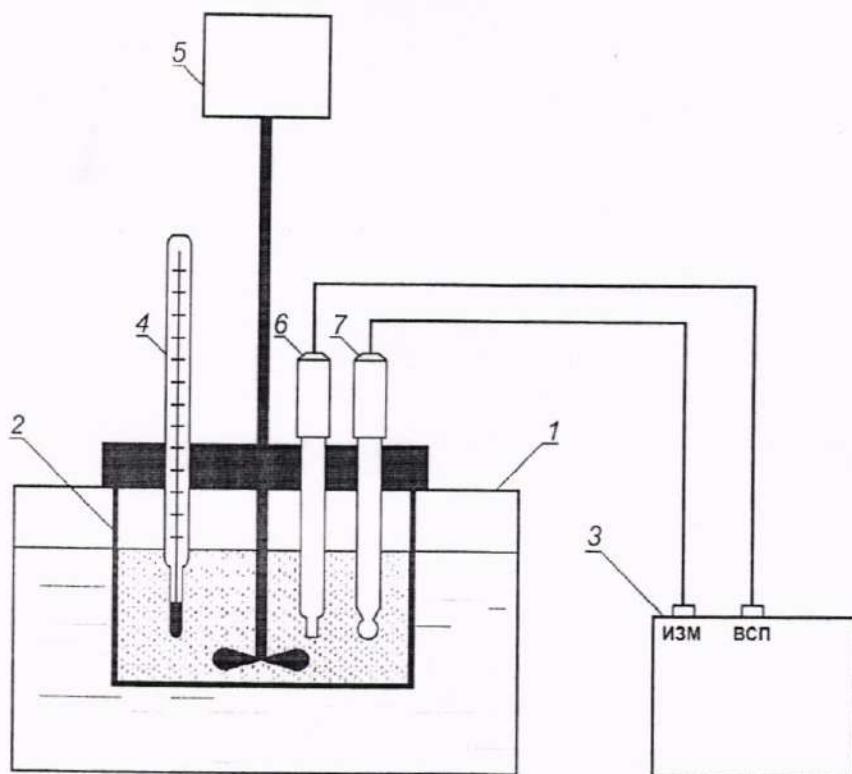


Рисунок Б.1 – Схема установки для определения абсолютной погрешности измерений ЭДС

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

Б.2 Установка для определения абсолютной погрешности измерений pH



- 1 – водянной термостат;
2 – стакан с анализируемой жидкостью;
3 – основной блок автоматического титратора 905 Titrando;
4 – термометр ртутный;
5 – мешалка пропеллерная;
6 – вспомогательный электрод (электрод сравнения) из комплекта титратора;
7 – измерительный электрод (стеклянный pH-электрод) из комплекта титратора.

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

Примечания

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

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