

УТВЕРЖДАЮ

Руководитель ГЦИ СИ ФГУП  
«ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

Н. И. Ханов

« » 2013 г.



Анализаторы воды автоматические  
Testomat 2000, Testomat ECO, Titromat TH,  
Testomat 2000 CLT, Testomat 2000 CLF

Методика поверки  
МП 242-1601-2013

СОГЛАСОВАНО

Руководитель научно-исследовательского отдела  
государственных эталонов  
в области физико-химических измерений  
ГЦИ СИ ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

Л.А. Конопелько

" " 2013 г.

Разработал

Руководитель лаборатории

В.И. Суворов

Санкт-Петербург  
2013 г.

Настоящая методика распространяется на анализаторы воды автоматические: Testomat 2000, Testomat ECO, Titromat TH, Testomat 2000 CLT, Testomat 2000 CLF предназначены для непрерывного измерения общей и карбонатной жесткости воды и массовых концентраций общего остаточного и свободного остаточного хлора в воде в проточном режиме.

Анализаторы подлежат первичной и периодической поверке.

Интервал между поверками – 1 год.

## 1. Операции поверки

Объем и последовательность операций поверки указаны в табл.1.

Таблица 1

Наименование операции	Наименование документа, в котором изложена методика поверки	Обязательность проведения операции	
		При первичной поверке	При периодической поверке
1. Внешний осмотр	п. 6.1	Да	Да
2. Опробование	п. 6.2	Да	Да
3. Подтверждение соответствия программного обеспечения	п. 6.3	Да	Да
4. Определение метрологических характеристик:			
4.1. Определение метрологических характеристик канала измерений молярной концентрации ионов $\text{Ca}^{2+}$ и $\text{Mg}^{2+}$ (общая жесткость)	п.6.4.1	Да	Да
4.2. Определение метрологических характеристик канала измерений молярной концентрации ионов $\text{CO}_3^{2-}$ и $\text{HCO}_3^-$ (карбонатная жесткость)	п.6.4.2	Да	Да
4.3. Определение метрологических характеристик канала измерений массовой концентрации свободного остаточного хлора ( $\text{HClO} + \text{ClO}^- + \text{Cl}_2$ )	п.6.4.3	Да	Да
4.4. Определение метрологических характеристик канала измерений массовой концентрации общего остаточного хлора ( $\text{Cl}_2 + \text{HClO} + \text{ClO}^- + \text{NH}_3\text{-Cl}_n + \text{R-NH}_2\text{-Cl}_n$ )	п.6.4.3	Да	Да

## 2. Средства поверки

2.1 При проведении поверки применяются следующие средства измерений и оборудование:

Таблица 2

Наименование	Характеристики оборудования
1. Весы лабораторные ХР205	Наибольший предел взвешивания 220 г, погрешность $\pm 1\text{мг}$
2. ГСО общей жесткости воды	ГСО 7680-99
3. Двууглекислый натрий	по ГОСТ 2156-76
4. Калий йодистый раствор с массовой долей 10 %.	по ГОСТ 4232
5. Кислота серная раствор концентрации $(1/2 \text{H}_2\text{SO}_4)=1\text{ моль/дм}^3$	по ГОСТ 4204,
6. Калий фосфорнокислый однозамещенный безводный х.ч.	по ГОСТ 4198

7. Натрий фосфорнокислый двузамещенный безводный	по ГОСТ 11773
8. Вода дистиллированная	по ГОСТ 6709
9. Поверочные растворы гипохлорита натрия по ГОСТ 11086-76 с массовой концентрацией свободного и общего хлора, установленной по аттестованной М-МВИ-156-07	Диапазон, мг/дм <sup>3</sup> : от 0,05 до 6; относительная погрешность, %: $\pm 5$ при доверительной вероятности $P = 0,95$
10. Колбы мерные 2-го класса точности	по ГОСТ 1770
11. Пипетки мерные 2-го класса точности	по ГОСТ 29169

2.2. Допускается применять средства, не приведенные в перечне, но обеспечивающие определение метрологических характеристик с требуемой точностью.

2.3. Все средства поверки должны иметь действующие свидетельства о поверке.

2.4. Методика выполнения измерений массовой концентрации свободного и общего хлора в водных растворах гипохлорита натрия М-МВИ-156-07 (Приложение Г настоящей методики поверки) прошла метрологическую аттестацию. Свидетельство об аттестации МВИ № 242/100-2007 от 19.10.07, выданное ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева».

### 3. Требования безопасности

3.1. При проведении поверки должны быть соблюдены следующие требования безопасности:

3.2. К работе с приборами, используемые при поверке, допускаются лица, прошедшие инструктаж по технике безопасности при работе с электро- и радиоизмерительными приборами.

3.3. Перед включением должен быть проведен внешний осмотр приборов с целью определения исправности и электрической безопасности включения их в сеть.

3.4. Перед включением в сеть приборов, используемых при поверке, они должны быть заземлены в соответствии с требованиями, указанными в эксплуатационной документации.

3.5. Помещение, в котором проводятся испытания, должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004-91 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009-83.

### 4. Условия поверки

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С: от 10 до 40;
- относительная влажность воздуха, %: от 15 до 90;
- атмосферное давление, кПа: от 70 до 106;
- температура пробы, °С: от 10 до 40;
- диапазон активности ионов водорода (рН): от 4 до 10,5;
- массовая концентрация ионов меди не выше, мг/дм<sup>3</sup>: от 0,1;
- массовая концентрация ионов алюминия не выше, мг/дм<sup>3</sup>: от 0,1;
- массовая концентрация CO<sub>2</sub>, мг/дм<sup>3</sup>: от 100

### 5. Подготовка к поверке

5.1. Подготовить анализатор к работе в соответствии с технической документацией фирмы-изготовителя.

При подготовке к поверке необходимо:

- осуществить прогрев анализатора в соответствии с эксплуатационной документацией;
- проверить работоспособность анализатора в режиме измерения
- проверить отсутствие на дисплее анализатора предупреждающих сообщений;

5.2. Для проведения поверки анализаторов и Titromat ТН, после включения анализатора, нажать кнопку вызова меню «М» и с помощью управляющих клавиш и кнопки ввода «Enter» перейти в меню «Основные Настройки» -> «Сервис II» -> «Калибровка».

В анализаторах Testomat ECO и Testomat 2000 отсутствует меню «Калибровка», поэтому поверка проводится в режиме измерений, путем сравнения значений, показанных на анализаторе, с расчетными значениями поверочных растворов.

Далее вручную заполнить измерительную камеру раствором, приготовленным по соответствующему приложению, с заданной расчетной концентрацией, после чего ввести расчетную концентрацию приготовленного поверочного раствора и подтвердить значение кнопкой ввода «Enter».

5.3. Приготовить поверочные растворы, содержащие свободный хлор. Для этого 10 см<sup>3</sup> гипохлорита натрия по ГОСТ 11086-76 с температурой (20±2) °С переносят пипеткой в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, доводят объем раствора деионизированной водой до метки и тщательно перемешивают (раствор А). Поверочные растворы готовят путем последовательного разбавления гипохлорита натрия деионизированной водой. Требуемые аликвоты (V<sub>а</sub>, см<sup>3</sup>) гипохлорита натрия для приготовления поверочных растворов рассчитывают по формуле:

$$V_a = \frac{C \times V}{X \times 10^3}, \quad (1), \text{ где}$$

С – массовая концентрация свободного хлора в поверочном растворе (от 0,05 до 6,0) мг/дм<sup>3</sup>;

V – объем колбы, см<sup>3</sup>;

X – массовая концентрация свободного хлора в гипохлорите натрия, установленная в соответствии с приложением Г к настоящей методике.

Объем колбы выбирают таким образом, чтобы аликвота была не менее 1,0 см<sup>3</sup>.

Растворы используют в день приготовления.

## 6. Проведение поверки

### 6.1 Внешний осмотр.

При проведении внешнего осмотра установки проверяется на соответствие анализатора следующим требованиям:

- отсутствие внешних повреждений, влияющих на точность показаний;
- отсутствие отсоединившихся или слабо закреплённых элементов схемы (определяется на слух при наклонах изделия).
- отсутствие механических повреждений;
- соответствие комплектности анализатора технической документации;
- исправность органов управления и настройки;
- четкость надписей на лицевой панели.

Анализатор считается выдержавшим внешний осмотр, если он соответствует перечисленным выше требованиям.

Приборы с механическими повреждениями к поверке не допускаются.

### 6.2. Опробование.

При опробовании проверяется функционирование составных частей анализатора согласно технической документации фирмы-изготовителя, а также возможность плавного регулирования показаний с помощью органов управления и настройки.

### 6.3. Подтверждение соответствия ПО

При проведении поверки измерителей выполняют операцию «Подтверждение соответствия программного обеспечения». Операция «Подтверждение соответствия программного обеспечения» состоит в определении номера версии (идентификационного номера) программного обеспечения.

Просмотр номера версии встроенного программного обеспечения доступен при нажатии кнопки «I» - вызов меню «Информация», далее меню «Operation values», в котором в разделе «Software version» будет указана версия ПО.

Измеритель считается прошедшим поверку, если номер версии СИ совпадает с номером версии или выше номера версии, указанного в описании типа.

#### 6.4. Определение метрологических характеристик.

6.4.1. Определение метрологических характеристик канала измерений молярной концентрации ионов  $\text{Ca}^{2+}$  и  $\text{Mg}^{2+}$  (общая жесткость).

Поверка проводится с помощью поверочных растворов, приготовленных с использованием ГСО (методика приготовления указана в приложении А).

Приведенная погрешность измерений молярной концентрации ионов  $\text{Ca}^{2+}$  и  $\text{Mg}^{2+}$ , % рассчитывается по формуле:

$$\gamma = \frac{X_1 - X_0}{X_n} \cdot 100 \% \quad (2), \quad \text{где}$$

$X_1$  – показание полученное на анализаторе, ммоль/дм<sup>3</sup>;

$X_0$  – расчетное значение молярной концентрации ионов  $\text{Ca}^{2+}$  и  $\text{Mg}^{2+}$  в поверочном растворе, ммоль/дм<sup>3</sup>;

$X_n$  – верхний предел измерений, ммоль/дм<sup>3</sup>.

Анализаторы считают прошедшими поверку, если значение приведенной погрешности не превышает указанного в таблице 1 приложения Г.

6.4.2 Определение метрологических характеристик канала измерений молярной концентрации ионов  $\text{CO}_3^{2-}$  и  $\text{HCO}_3^-$  (карбонатная жесткость).

Поверка проводится с помощью поверочных растворов, приготовленных с использованием двууглекислого натрия по ГОСТ 2156-76 (методика приготовления указана в приложении Б).

Приведенная погрешность измерения молярной концентрации ионов  $\text{CO}_3^{2-}$  и  $\text{HCO}_3^-$  % рассчитывается по формуле:

$$\gamma = \frac{X_1 - X_0}{X_n} \cdot 100 \% \quad (2), \quad \text{где}$$

$X_1$  – показание полученное на анализаторе, ммоль/дм<sup>3</sup>;

$X_0$  – расчетное значение молярной концентрации ионов  $\text{CO}_3^{2-}$  и  $\text{HCO}_3^-$  в контрольном растворе, ммоль/дм<sup>3</sup>;

$X_n$  – верхний предел измерений, ммоль/дм<sup>3</sup>.

Анализаторы считают прошедшими поверку, если значение приведенной погрешности не превышает указанного в таблице 1 приложения Г.

6.4.3. Определение метрологических характеристик канала измерений массовой концентрации свободного остаточного хлора, общего остаточного хлора.

Определение метрологических характеристик канала измерений массовой концентрации свободного остаточного хлора, общего остаточного хлора проводится методом сличения показаний поверяемого анализатора с расчетным значение, соответствующих компонентов в поверочных растворах, приготовленных по приложению В.

Приведенную погрешность анализатора для каждой контролируемой точки диапазона измерений вычисляют по формуле:

$$\gamma = \frac{X_1 - X_0}{X_n} \cdot 100 \% \quad (3), \quad \text{где}$$

$X_1$  – показание анализатора, мг/дм<sup>3</sup>;

$X_0$  – расчетное значение массовой концентрации вещества в поверочном растворе, мг/дм<sup>3</sup>;

$X_n$  – верхний предел измерений, мг/дм<sup>3</sup>

Анализаторы считают прошедшими поверку, если значение приведенной погрешности не превышает указанного в таблице 1 приложения Г.

## **7. Оформление результатов поверки**

7.1. Результаты периодической поверки или поверки после ремонта оформляют документом, составленным метрологической службой предприятия.

7.2. Результаты поверки считаются положительными, если анализатор удовлетворяет всем требованиям настоящей методики.

7.3. Результаты считаются отрицательными, если при проведении поверки установлено несоответствие поверяемого анализатора, хотя бы одному из требований настоящей методики по каждому из измерительных каналов отдельно. Отрицательные результаты поверки оформляются путем выдачи извещений о непригодности с указанием причин непригодности. При этом запрещается выпуск анализатора в обращение и его применение.

**Инструкция по приготовлению поверочных растворов  
с заданной молярной концентрации ионов  $\text{Ca}^{2+}$  и  $\text{Mg}^{2+}$  (общая жесткость)**

С помощью ГСО общей жесткости воды 7680-99 готовят поверочные растворы с требуемой молярной концентрацией.

Диапазон измерений, ммоль/дм <sup>3</sup>			Молярная концентрация, контрольного раствора, ммоль/дм <sup>3</sup>	Относительная погрешность контрольного раствора, %
Testomat 2000	Testomat ECO	Titromat TH		
от 0,025 до 12,5	от 0,25 до 12,5		0,3	1,5
		от 1,25 до 25	2	2
			10	1,3
			20	1

ГСО общей жесткости воды 7680-99 представляет собой водный раствор смеси кальция хлористого и магния хлористого со значение общей жесткости воды 100 ммоль/л.

Для приготовления раствора необходимо обмыть ампулу со ГСО дистиллированной водой и высушить поверхность ампулы с помощью фильтровальной бумаги. Вскрыть ампулу и перелить содержимое в сухой химический стакан.

Для приготовления раствора с молярной концентрацией 0,3 ммоль/л надо отобрать 3 мл раствора ГСО и количественно перенести в литровую мерную колбу, довести раствор в мерной колбе до метки дистиллированной водой.

Для приготовления раствора с молярной концентрацией 2 ммоль/л надо отобрать 2 мл раствора ГСО и количественно перенести в мерную колбу объемом 100 мл, довести раствор в мерной колбе до метки дистиллированной водой.

Для приготовления раствора с молярной концентрацией 10 ммоль/л надо отобрать 10 мл раствора ГСО и количественно перенести в мерную колбу объемом 100 мл, довести раствор в мерной колбе до метки дистиллированной водой.

Для приготовления раствора с молярной концентрацией 20 ммоль/л надо отобрать 20 мл раствора ГСО и количественно перенести в мерную колбу объемом 100 мл, довести раствор в мерной колбе до метки дистиллированной водой.

После приготовления раствора колбу закрыть пробкой, содержимое колбы тщательно перемешать и подождать не менее часа для гомогенизации раствора.

**Инструкция по приготовлению поверочных растворов  
с заданной молярной концентрации ионов  $\text{CO}_3^{2-}$  и  $\text{HCO}_3^-$  (карбонатная жесткость)**

Поверочные растворы с требуемой молярной концентрацией готовят с помощью двууглекислого натрия по ГОСТ 2156-76.

Диапазон измерений, ммоль/дм <sup>3</sup>	Молярная концентрация, контрольного раствора, ммоль/дм <sup>3</sup>	Относительная погрешность контрольного раствора, %
от 0,25 до 10	0,41	1,5
	1,64	0,7
	6,56	0,7

**Б.1 Приготовление основного раствора с массовой концентрацией ионов  $[\text{HCO}_3]^-$  1000 мг/л.**

Навеску 1,3768 г двууглекислого натрия по ГОСТ 2156-76 высушенного при 150 °С, количественно переносят в мерную колбу на 1000 см<sup>3</sup>, растворяют в дистиллированной воде. Доводят объем дистиллированной водой до метки. Срок хранения раствора 1 месяц.

**Б.2 Приготовление поверочных растворов.**

Из основного раствора с массовой концентрацией  $[\text{HCO}_3]^-$  1000 мг/дм<sup>3</sup> готовят растворы с массовой концентрацией 25, 100 и 400 мг/дм<sup>3</sup>. Для этого отбирают мерной пипеткой (цилиндром) 2,5, 10, 40 см<sup>3</sup> основного раствора, переносят количественно в мерные колбы на 100 см<sup>3</sup> и доводят объем дистиллированной водой до метки.

После приготовления раствора колбу закрыть пробкой, содержимое колбы тщательно перемешать и подождать не менее часа для гомогенизации раствора.



**Методика выполнения измерений  
массовой концентрации свободного и общего хлора в водных растворах  
гипохлорита натрия  
М-МВИ-156-07**

## ВВЕДЕНИЕ

Настоящий документ устанавливает методику выполнения измерений массовой концентрации свободного и общего хлора в водных растворах гипохлорита натрия, предназначенных для поверки анализаторов свободного и общего хлора в диапазоне от 0,05 до 6 мг/дм<sup>3</sup>.

В тех случаях, когда нужно определять только свободный хлор измерения выполняют йодометрическим методом (п. 2.1), когда нужно определять свободный и общий хлор - методом Пейлина (п.2.2).

Для выполнения измерений необходимо не менее 500 см<sup>3</sup> раствора.

## 1. ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОГРЕШНОСТИ

Относительная расширенная неопределенность измерений массовой концентрации свободного и общего хлора составляет  $U=5\%$  при коэффициенте охвата, равном 2.

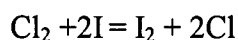
Соответствует границам относительной погрешности  $\pm 5\%$  при доверительной вероятности  $P=0,95$ .

## 2. МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ

### 2.1. Йодометрический метод

Метод основан на окислении иодида калия активным хлором до йода, который титруют тиосульфатом натрия. Озон, нитриты, окись железа и другие соединения в кислом растворе выделяют йод из йодистого калия, поэтому анализируемые растворы подкисляют буферным раствором с pH 4,5.

Протекающие процессы описываются уравнениями:



Выделившийся йод оттитровывают раствором тиосульфата натрия, который окисляется до тетрагидратата натрия  $\text{Na}_2\text{S}_4\text{O}_6$ :



### 2.2. Метод Пейлина

Метод основан на способности разных видов хлора превращать в определенных условиях восстановленную бесцветную форму диэтилпарафенилендиамина в полуокисленную окрашенную форму, которую восстанавливают опять до бесцветной ионами двухвалентного железа. Используется серия титрований раствором соли Мора для определения свободного хлора, монохлорамина и дихлорамина в присутствии диэтилпарафенилендиамина как индикатора.

Свободный хлор образует окраску индикатора в отсутствии йодистого калия, монохлорамин дает окраску в присутствии очень маленьких количеств йодистого калия (2-3 мг), а дихлорамин образует окраску лишь в присутствии больших количеств йодистого калия (около 1 г) и при стоянии раствора в течение 2 мин.

### 3. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА И РЕАКТИВЫ

- 3.1. Бюретка по ГОСТ 29227-91 исполнения 1 или 3 вместимостью 50 см<sup>3</sup>.
- 3.2. Колба коническая типа Кн по ГОСТ 25336-82 исполнения 1 или 2 вместимостью 250 см<sup>3</sup>.
- 3.3. Колба мерная по ГОСТ 1770-74 исполнения 2 вместимостью 250 см<sup>3</sup>.
- 3.4. Пипетка по ГОСТ 29227-91 исполнения 2 вместимостью 10 см<sup>3</sup>.
- 3.5. Цилиндр мерный по ГОСТ 1770-74 исполнения 1 или 3 вместимостью 25 см<sup>3</sup>.
- 3.6. Термометр любого типа с пределом измерения от 0 °С до 100 °С.
- 3.7. Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.
- 3.8. Калий йодистый по ГОСТ 4232-74.
- 3.9. Кислота серная по ГОСТ 4204-77, раствор концентрации С (1/2 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>)=1 моль/дм<sup>3</sup> (1 н.).
- 3.10. Крахмал растворимый по ГОСТ 10163-76.
- 3.11. Раствор натрия тиосульфата: ГСО 8198-2002 или стандарт-титр по ТУ 6-09-2540-87.
- 3.12. Деионизированная вода по ГОСТ Р 52501-2005.
- 3.13. Раствор соли закиси железа и аммония двойной сернокислой (соли Мора): ГСО 8201-2002 или стандарт-титр по ТУ 2642-001-4941-5344-99.
- 3.14. Калий фосфорнокислый однозамещенный безводный по ГОСТ 4198, х.ч.
- 3.15. Натрий фосфорнокислый двухзамещенный безводный по ГОСТ 11773
- 3.16. Раствор трилона Б: ГСО 8195-2002 или стандарт-титр ТУ 2642-001-07500602-97.
- 3.17. N, N – Диэтил-п-парафенилендиамин сернокислая соль, номер по каталогу Merck - CAS:6283-62-2.
3. 8. Кислота азотная по ГОСТ 4461-77, хч.
- 3.19. Натрий углекислый, ГОСТ 5100-85, хч.

### 4. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

При проведении измерений следует руководствоваться требованиями безопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.005-88, ГОСТ 12.1.007-76.

### 5. ТРЕБОВАНИЯ КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРА

Измерения может осуществлять инженер-химик-аналитик, прошедший специальную подготовку, а также изучивший правила по технике безопасности и освоивший настоящую методику.

### 6. УСЛОВИЯ ПРОВЕДЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

Температура окружающего воздуха, °С – (20±5);  
Относительная влажность, % - (75-85);  
Атмосферное давление, кПа - 84-106

### 7. ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

7.1 Непосредственно перед выполнением измерений (анализа) всю используемую посуду ополаскивают 10 %-ым раствором азотной кислоты, приготовленной по ГОСТ 4212.

Затем тщательно промыть дистиллированной водой.

7.2 Приготовление раствора тиосульфата натрия 0,1 моль/дм<sup>3</sup> (0,1 н.)

Готовят согласно инструкции по применению ГСО 8198-2002 или по ТУ 6-09-2540-87 на стандарт-титр . Срок хранения 1 месяц.

7.3 Приготовление раствора тиосульфата натрия 0,01 моль/дм<sup>3</sup> (0,1 н.)

100 см<sup>3</sup> раствора тиосульфата натрия с молярной концентрацией 0,1 моль/дм<sup>3</sup> вносят в мерную колбу на 1 дм<sup>3</sup>, добавляют 0,2 г углекислого натрия и доводят объем до 1 дм<sup>3</sup>

деионизированной водой. Раствор применяют при содержании активного хлора в пробе более 1 мг/дм<sup>3</sup>. Срок хранения 10 дней.

#### 7.4 Приготовление раствора крахмала с массовой долей 1,0 %

1,0 г. растворимого крахмала растворяют в 10 см<sup>3</sup> деионизированной воды. Полученную суспензию вливают в 90 см<sup>3</sup> 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.

#### 7.5 Приготовление раствора иодида калия с массовой долей 10 %

10 г иодида калия растворяют в 100 см<sup>3</sup> деионизированной воды. Раствор переливают в емкость из темного стекла. Срок хранения 1 месяц.

#### 7.6 Приготовление раствора соли Мора

Готовят согласно инструкции по применению ГСО 8201-2002 или по инструкции по применению стандарт-титра соли Мора.

1,0 см<sup>3</sup> раствора приготовленного раствора соответствует 0,1 мг активного хлора. Если определение проводится в 100 см<sup>3</sup> анализируемого раствора, то количество соли Мора в см<sup>3</sup>, израсходованное на титрование, соответствует массовой концентрации (в мг/дм<sup>3</sup>) хлора, монохлорамина, или дихлорамина. Срок хранения 1 месяц в темном месте.

#### 7.7 Приготовление фосфатного буфера

К 2,4 г фосфорнокислого натрия двузамещенного и 4,6 г фосфорнокислого калия однозамещенного приливают 10 см<sup>3</sup> 0,8 %-го раствора трилона Б и доводят деионизированной водой до 100 см<sup>3</sup>. Срок хранения 1 месяц.

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

0,15 г N, N – Диэтил-п-парафенилендиамин сернокислой соли растворяют в 100 см<sup>3</sup> деионизированной воды с добавлением 2 см<sup>3</sup> 10 %-го раствора серной кислоты, приготовленного по ГОСТ 4212. Срок хранения 1 месяц в темном месте.

## 8. ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

### 8.1. Выполнение измерений массовой концентрации свободного хлора йодометрическим методом.

10 см<sup>3</sup> анализируемого раствора переносят пипеткой в коническую колбу, прибавляют 10 см<sup>3</sup> раствора йодида калия с массовой долей 10 %, перемешивают, прибавляют 20 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты, вновь перемешивают, закрывают колбу крышкой и помещают в темное место.

Через 5 мин титруют выделившийся йод раствором тиосульфата натрия с молярной концентрацией 0,01 моль/дм<sup>3</sup> до светло-желтой окраски раствора, затем прибавляют 2-3 см<sup>3</sup> раствора крахмала и продолжают титровать до обесцвечивания раствора. Регистрируют объем тиосульфата натрия, пошедший на титрование -  $v_1$ , см<sup>3</sup>.

Аналогичным образом проводят титрование второй порции анализируемого раствора (параллельное титрование), регистрируя объем тиосульфата натрия  $v_2$ , см<sup>3</sup>.

Вычисляют среднее арифметическое значение  $v_{cp}$ .

$$v_{cp} = \frac{v_1 + v_2}{2} \quad (1)$$

и проверяют приемлемость результатов параллельных титрований по условию (2)

$$\frac{|v_1 - v_2|}{v_{cp}} * 100 \leq d_v \quad (2)$$

где  $d_v$  – норматив, %.

Для вероятности  $P=0,95$ , норматив равен 3,5 %.

При невыполнении условия 2 могут быть использованы методы проверки приемлемости промежуточных результатов согласно разделу 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002 (п.5.2).

Проводят холостой опыт: вместо анализируемого раствора используют деионизированную воду. Проводят два параллельных титрования и вычисляют средний объем тиосульфата натрия  $v^x$  (см<sup>3</sup>).

Массовую концентрацию свободного хлора в растворе ( $x_i$ ), мг/дм<sup>3</sup>, вычисляют по формуле:

$$X_i = \frac{(v_{cp} - v_x) \cdot 0,355 \cdot 1000}{V_p}, \quad (3)$$

где 0,355– масса свободного хлора (в мг) эквивалентная 1 см<sup>3</sup> раствора тиосульфата натрия с молярной концентрацией 0,01 моль/дм<sup>3</sup>;

$V_p$  – объем анализируемого раствора, см<sup>3</sup>;

8.2 Выполнение измерений массовой концентрации свободного хлора и общего хлора методом Пейлина.

#### 8.2.1 Определение содержания свободного хлора

В коническую колбу для титрования помещают 5 см<sup>3</sup> фосфатного буфера (п.7.7), 5 см<sup>3</sup> раствора N, N – Диэтил-п-парафенилендиамин сернокислой соли приливают 100 см<sup>3</sup> анализируемого раствора, раствор перемешивают. В присутствии свободного хлора раствор окрашивается в розовый цвет, его быстро титруют (не прекращая перемешивать) из микробюретки раствором соли Мора (п.7.6) до полного обесцвечивания. Фиксируют объем, пошедший на титрование.

#### 8.2.2 Определение содержания монохлорамина

В колбу с оттитрованным раствором (п.8.2.1) добавляют кристаллик (2-3 мг) йодистого калия, раствор перемешивают. В присутствии монохлорамина мгновенно появляется розовая окраска, которую тотчас же оттитровывают раствором соли Мора. Фиксируют объем, пошедший на титрование.

#### 8.2.3 Определение содержания дихлорамина

В колбу с оттитрованным раствором (п.8.2.2) добавляют около 1,0 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. Фиксируют объем, пошедший на титрование ( $v_d$ ).

8.2.4. Определения повторяют для второй порции раствора. Вычисляют средние значения объемов, пошедших на каждое из титрований:  $v_c$  – по п.8.2.1,  $v_m$  – по п.8.2.2,  $v_d$  – по п.8.2.3 - и проверяют приемлемость результатов титрования по условию (2).

8.2.5 Массовую концентрацию свободного хлора ( $X_n$ ), мг/дм<sup>3</sup>, вычисляют по формуле:

$$X_n = \frac{v_c \cdot 0,1 \cdot 1000}{V_p}, \quad (4)$$

где  $v^c$  –объем соли Мора, израсходованный на титрование свободного хлора (среднее значение), см<sup>3</sup>;

$V_p$  – объем анализируемого раствора, см<sup>3</sup>;

0,1 - количество свободного хлора, соответствующее 1 см<sup>3</sup> раствора соли Мора, мг.

Массовую концентрацию общего хлора ( $X_{общ.}$ ), мг/дм<sup>3</sup>, вычисляют по формуле:

$$X_{общ.} = \frac{(v_c + v_m + v_d) \cdot 0,1 \cdot 1000}{V_p} \quad (5)$$

где  $v_m$ ,  $v_d$  –объемы соли Мора, израсходованных на титрование монохлорамина и дихлорамина, соответственно, (средние значения) см<sup>3</sup>;

## 9. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Результат измерения округляют до 2-х значащих цифр и записывают в виде:

- для свободного хлора (йодометрический метод)  
 $(X_i \pm 0,05X_i), \text{ мг/дм}^3 \quad (k=2)$
- для свободного хлора (метод Пейлена)  
 $(X_{\text{п}} \pm 0,05 X_{\text{п}}), \text{ мг/дм}^3$
- для общего хлора  
 $(X_{\text{общ.}} \pm 0,05X_{\text{общ.}}), \text{ мг/дм}^3.$

## 10. КОНТРОЛЬ ТОЧНОСТИ

Контроль проводят в соответствии с принятым в лаборатории планом контроля.

Последовательно выполняют измерения массовой концентрации свободного хлора в одном анализируемом растворе йодометрическим методом и методом Пейлина.

Результаты контроля признают удовлетворительным (результаты измерений согласованными) при выполнении условия (6)

$$2 \frac{|X_i - X_P|}{X_i + X_P} * 100 \leq K, \quad (6)$$

где K – норматив контроля, K=7 % для P=0,95.

# ПРИЛОЖЕНИЕ Г

## Метрологические характеристики анализаторов

Таблица 1

Наименование характеристик	Значение характеристики				
	Testomat 2000	Testomat ECO	Titromat TH	Testomat 2000 CLT	Testomat 2000 CLF
Диапазон измерений молярной концентрации ионов $\text{Ca}^{2+}$ и $\text{Mg}^{2+}$ (общая жесткость), ммоль/дм <sup>3</sup> :	от 0,025 до 12,5	от 0,25 до 12,5	от 1,25 до 25	-	-
Диапазон измерений молярной концентрации ионов $\text{CO}_3^{2-}$ и $\text{HCO}_3^-$ (карбонатная жесткость), ммоль/дм <sup>3</sup>	от 0,25 до 10	-	-	-	-
Пределы допускаемой приведенной погрешности измерений общей и карбонатной жесткости воды, %:	± 10				
Диапазон измерений массовой концентрации свободного остаточного хлора ( $\text{HClO} + \text{ClO}^- + \text{Cl}_2$ ), мг/дм <sup>3</sup> :	-	-	-	-	от 0,05 до 2,5
Диапазон измерений массовой концентрации общего остаточного хлора ( $\text{Cl}_2 + \text{HClO} + \text{ClO}^- + \text{NH}_3\text{-Cl}_n + \text{R-NH}_2\text{-Cl}_n$ ), мг/дм <sup>3</sup> :	-	-	-	от 0,05 до 2,5	-
Пределы допускаемой приведенной погрешности измерений массовой концентрации свободного остаточного и общего остаточного хлора, %:	-	-	-	± 15	
Габаритные размеры преобразователя, мм: длина × ширина × высота	380×480×280				
Масса анализатора, кг:	9,5				
Напряжение питания, В/Частота, Гц:	100-240 В, 50/60 Гц				
Условия эксплуатации:					
- температура окружающей среды, °С:	от 10 до 40				
- относительная влажность воздуха, %:	от 15 до 90				
- атмосферное давление, кПа, не более:	106,7				
Вероятность безотказной работы комплекта за 1000 ч, не менее	0,99				
Средний срок службы, лет	10				
Наработка на отказ, ч	8000				
Потребляемая мощность, Вт, не более:	20				

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ

Анализаторы воды автоматические

Зав. № \_\_\_\_\_  
Модификация \_\_\_\_\_  
Дата выпуска \_\_\_\_\_  
Дата поверки \_\_\_\_\_

Условия поверки: температура окружающего воздуха \_\_\_\_\_ °С;  
атмосферное давление \_\_\_\_\_ кПа;  
относительная влажность \_\_\_\_\_ %.

РЕЗУЛЬТАТЫ ПОВЕРКИ

1. Результаты внешнего осмотра \_\_\_\_\_
2. Результаты опробования \_\_\_\_\_
3. Подтверждение соответствия ПО \_\_\_\_\_
4. Результаты определения погрешностей измерения:
  - молярной концентрации ионов  $\text{Ca}^{2+}$  и  $\text{Mg}^{2+}$  (общая жесткость)
  - молярной концентрации ионов  $\text{CO}_3^{2-}$  и  $\text{HCO}_3^-$  (карбонатная жесткость)
  - массовой концентрации свободного остаточного хлора
  - массовой концентрации общего остаточного хлора в воде

Заключение \_\_\_\_\_

Поверитель \_\_\_\_\_

Сведения о средствах поверки \_\_\_\_\_

Сведения о документе МП \_\_\_\_\_

Дата \_\_\_\_\_