

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



СОГЛАСОВАНО

Генеральный директор

ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

А.Н. Пронин

«22» мая 2026 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

Титраторы автоматические потенциометрические Титровойс Автоматик

**МЕТОДИКА ПОВЕРКИ
МП 242-2567-2026**

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

А.В. Колобова

Ст. научный сотрудник

А.Б. Копыльцова

Санкт-Петербург
2026 г.

1 Общие положения

Настоящая методика поверки распространяется на титраторы автоматические потенциометрические Титровойс Автоматик (далее - титраторы) и устанавливает средства и методы их поверки.

Настоящая методика поверки обеспечивает прослеживаемость к государственным первичным эталонам:

- ГЭТ 176-2026 Государственный первичный эталон единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии с применением стандартных образцов в соответствии с Государственной поверочной схемой (далее - ГПС), утверждённой приказом Росстандарта от 23.03.2026 № 534, в режиме кислотно-основного титрования и титрования с фотометрическим контролем точки эквивалентности;

- ГЭТ 54-2019 Государственный первичный эталон показателя pH активности ионов водорода в водных растворах с применением рабочих эталонов в соответствии с ГПС, утверждённой приказом Росстандарта от 09.02.2022 № 324, в режиме измерений pH;

- ГЭТ 3-2020 Государственный первичный эталон единицы массы - килограмма с применением средств измерений в соответствии с ГПС, утверждённой приказом Росстандарта от 04.07.2022 № 1622, в режиме осадительного и окислительно-восстановительного титрования.

Метод, обеспечивающий реализацию методики поверки:

- прямое измерение поверяемым средством измерений величины, воспроизводимой мерой или стандартным образцом.

Примечания:

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

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.

2) Методикой поверки предусмотрена возможность проведения периодической поверки для меньшего числа режимов титрования.

2 Перечень операций поверки средства измерений

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

Таблица 1 – 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 СИ	да	да	7
Контроль условий поверки (при подготовке к поверке опробовании средства измерений)	да	да	8.1

Наименование операции поверки	Обязательность выполнения операций поверки при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Опробование (при подготовке к поверке и опробовании средства измерений)	да	да	8.2
Проверка программного обеспечения СИ	да	да	9
Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия СИ метрологическим требованиям	да	да	10

2.2 Если при проведении одной из операций получен отрицательный результат, дальнейшая поверка прекращается.

3 Требования к условиям проведения поверки

3.1 При проведении поверки следует соблюдать следующие условия:

- температура окружающей среды, °C от +15 до +25;
- относительная влажность воздуха, % от 30 до 80

4 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

4.1 К работе с титраторами и проведению поверки допускаются поверители, ознакомленные с руководством по эксплуатации поверяемого титратора (далее – РЭ), инструкцией по применению стандартных образцов (далее – СО) и прошедшие инструктаж по технике безопасности. Для получения данных, необходимых для поверки, допускается участие операторов, обслуживающих титратор (под контролем поверителя).

5 Метрологические и технические требования к средствам поверки

5.1 При проведении поверки применяют средства¹, указанные в таблице 2 или в Приложении А.

Таблица 2 – Средства поверки

Номер пункта методики поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
8 Подготовка к поверке и опробование средства измерений	средства измерений параметров окружающей среды: диапазон измерений температуры от +15 °C до +25 °C, относительной влажности от 10 % до 80 %, пределы допускаемой абсолютной	Прибор комбинированный Testo 622 (per. № 53505-13 в ФИФ

¹ Средства поверки выбираются в зависимости от комплектации конкретного экземпляра СИ для одного из типов титрования по п 10.

Номер пункта методики поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
	погрешности по каналам: относительной влажности не более $\pm 3\%$, температуры не более $\pm 1,0\text{ }^{\circ}\text{C}$	ОЕИ)
10.2 Определение абсолютной погрешности измерений pH	буферные растворы (стандарт-титры) – рабочие эталоны pH, соответствующие требованиям к рабочим эталонам не ниже 2-го разряда в соответствии с ГПС, утверждённой приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 09.02.2022 г. № 324	Стандарт-титры pH для приготовления буферных растворов - рабочих эталонов pH 1-го и 2-го разрядов (рег. № 91680-24 в ФИФ ОЕИ) или стандарт-титры для приготовления рабочих эталонов pH 2-го разряда СТ-12 (рег. № 43928-10 в ФИФ ОЕИ)
	вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144-2018	
10.3 Определение относительной погрешности и относительного среднеквадратичного отклонения результатов измерений	стандартный образец состава раствора соляной кислоты с диапазоном аттестованных значений молярной концентрации ионов водорода в растворе соляной кислоты от 0,099 до 0,110 моль/дм ³ и с границами относительной погрешности аттестованного значения $\text{CO} \pm 0,05\%$ при $P=0,95$;	ГСО 9654-2010
	стандартный образец состава калия фталевокислого кислого (бифталата калия) с диапазоном аттестованных значений массовой доли калия фталевокислого кислого от 99,95 % до 100,00 % и с границами абсолютной погрешности аттестованного значения $\text{CO} \pm 0,03\%$ при $P=0,95$;	ГСО 2216-81
	калий фталевокислый, ч.д.а., массовая доля основного вещества от 99,8 % до 100,2 % по ТУ 6-09-4433-77	
	кислота соляная (HCl), ч.д.а., массовая доля основного вещества от 35 % до 38 % по ГОСТ 3118-77 или стандарт-титр соляной кислоты по ТУ 2642-001-33813273-97	
	калия гидроокись (KOH), ч.д.а. по ГОСТ 24363-80	
	натрия гидроокись (NaOH), ч.д.а. по ГОСТ 25794.1-83	
Вспомогательное оборудование и средства		
10 Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия СИ метрологическим	весы лабораторные класса точности «специальный» по ГОСТ OIML R 76-1-2011 с максимальным пределом взвешивания не менее 200 г	Весы лабораторные ВЛА-220С-0 (рег. № 73040-18 в ФИФ ОЕИ)
	термометр с диапазоном измерений от 0 $^{\circ}\text{C}$ до 50 $^{\circ}\text{C}$ с ценой деления не более 0,1 $^{\circ}\text{C}$	Термометры стеклянные лабораторные

Номер пункта методики поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
требованиям		ТЛ-2м, ТЛ-4м серии "Labtex" (рег. № 28208-09 в ФИФ ОЕИ)
	средства обеспечения стабильности температуры раствора (например, термостат жидкостной, нестабильность поддержания температуры не более 0,2 °С)	Термостат лабораторный циркуляционный типа LT или FT
	пипетки 1-1-2-0,5 (аналогично вместимостью 2,0; 5,0; 10,0 см ³) по ГОСТ 29227-91	
	колбы мерные 2-100-2 (аналогично вместимостью 25,0; 50,0 см ³) по ГОСТ 1770-74	
	микрошприцы для хроматографии (М-10 или МШ-10, МШ-100), относительная погрешность дозирования ± 1 %	

5.2 Допускается применение не перечисленных в таблице 2:

- средств измерений с метрологическими характеристиками, соответствующими метрологическим требованиям таблицы 2;
- стандартных образцов, реактивов, контрольных растворов и вспомогательного оборудования, обеспечивающих соотношение погрешности средств поверки (СО, реактивы, контрольные растворы) и поверяемого титратора не более 1/2.

5.3 Все средства измерений, должны быть поверены¹; стандартные образцы – иметь действующие паспорта.

6 Требования по обеспечению безопасности проведения поверки

6.1 Помещение, в котором проводят поверку, должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией.

6.2 Концентрации вредных компонентов в воздухе рабочей зоны должны соответствовать требованиям ГОСТ 12.1.005-88.

6.3 Должны выполняться требования охраны труда для защиты персонала от поражения электрическим током согласно классу I ГОСТ 12.2.007.0-75.

6.4 Требования безопасности должны соответствовать рекомендациям, изложенным в эксплуатационной документации (ЭД) на титраторы.

7 Внешний осмотр средства измерений

7.1 При внешнем осмотре устанавливают соответствие титраторов следующим требованиям:

- соответствие внешнего вида поверяемого СИ описанию и изображению, приведенному в Описании типа СИ;
- соответствие комплектности (при первичной поверке) и маркировки требованиям эксплуатационной документации;
- отсутствие механических повреждений, влияющих на работоспособность;
- исправность органов управления.

7.2 Титратор считают выдержавшим внешний осмотр, если он соответствует указанным выше требованиям.

¹ Сведения о результатах поверки средств измерений доступны в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений.

8 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

8.1 Контроль условий поверки

8.1.1 Перед проведением поверки необходимо выполнить следующие подготовительные работы:

- проверить соответствие требованиям п. 3.1;
- выполнить мероприятия по обеспечению условий безопасности;
- проверить наличие паспортов и сроки годности СО, подготовить СО в соответствии с РЭ;
- при необходимости подготовить реактивы: просушить калий фталевокислый кислый (калия бифталат) в сушильном шкафу при температуре 105 °С до постоянной массы;
- приготовить буферные растворы (рабочие эталоны не ниже 2-го разряда) pH в соответствии с инструкцией;
- выдержать титраторы при температуре поверки не менее 2 ч;
- подготовить титраторы к работе в соответствии с РЭ;
- подготовить титранты и контрольные растворы на основе СО (в зависимости от объёма и содержания работ по поверке) в соответствии с ГОСТ 25794.1-83 «Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для кислотно-основного титрования» и/или ГОСТ 25794.2-83 «Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для окислительно-восстановительного титрования», и/или ГОСТ 25794.3-83 «Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для титрования осаждением, неводного титрования и других методов», и/или ГОСТ 4919.1-2016 «Реактивы и особо чистые вещества, и/или с п. 10 настоящей методики поверки.

8.1.2 Внести в программное обеспечение (далее - ПО) для нижеперечисленных задач последовательность действий и формулы расчёта в качестве отдельной программы («Метод № XY»). При проведении периодической или внеочередной поверки допускается использовать комплект электродов, реактивов и материалов для установленной рабочей методики (кислотно-основное, осадительное, окислительно-восстановительное титрование, или титрование с фотометрическим контролем точки эквивалентности), применяя соответствующие СО и реактивы по рекомендациям Приложения А. Перед началом работ на титраторе необходимо проверить, что проведены следующие операции:

- заполнена титровальная бутылка титрантом и промыта система не менее 3 раз для полного удаления воздуха из бюретки, подающих и дозирующих трубок;
- подготовлены рабочие электроды.

8.1.3 Для выполнения измерений контрольное вещество вносится аликвотой приготовленного раствора СО.

8.1.4 Для определения концентрации титранта в титровальный стакан вносят навеску или аликвоту раствора контрольного вещества. Добавляют примерно 100 см³ растворителя для титрования так, чтобы погрузить электроды в раствор на 2-3 см. Устанавливают титровальный стакан на стенде титрования, закрепляют на стенде наконечник дозирующей трубки, электроды в соответствии с РЭ. Проводят три последовательных определения концентрации титранта (установление титра). Находят среднее значение концентрации (титр) и вводят его в виде соответствующей константы при создании метода титрования.

8.2 Опробование

8.2.1 При опробовании проверяют работоспособность титратора.

Проверка работоспособности титратора производится автоматически при включении электрического питания согласно эксплуатационной документации.

8.2.2 Результаты опробования считают положительными, если по окончании времени прогрева:

- на терминале выводятся сообщения о готовности в соответствии с РЭ;
- отсутствует сигнализация об ошибках и неисправностях.

9 Проверка программного обеспечения средства измерений

9.1 Для проверки соответствия ПО выполняют следующие операции:

- проводят визуальную оценку идентификационных данных ПО титратора. Номер версии ПО отображается путём нажатия кнопки «? Версия» на боковой панели основного меню;
- сравнивают полученные данные с идентификационными данными, установленными при проведении испытаний в целях утверждения типа (см. Описание типа титраторов) и в таблице 3.

Таблица 3 – Идентификационные данные (признаки) ПО

Идентификационные данные (признаки) ПО	Значение
Идентификационное наименование ПО	Titrovoice
Номер версии (идентификационный номер) ПО	3.x.x *
Цифровой идентификатор ПО (контрольная сумма исполняемого кода)	-
Алгоритм вычисления цифрового идентификатора ПО	-
* Первый символ номера версии ПО указывает на метрологически значимую часть ПО, а «х» (арабская цифра от 0 до 9) описывает метрологически незначимые модификации ПО, которые не влияют на МХ СИ (интерфейс, устранение незначительных программных ошибок и т.п.).	

9.2 Результат подтверждения соответствия ПО титраторов считают положительным, если идентификационные данные ПО соответствуют указанным в таблице 3.

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

10.1 Первичная поверка титраторов проводится с комбинированным стеклянным электродом для кислотно-основного титрования в водной среде, входящим в комплект поставки титратора. На основании письменного запроса владельца или лица, предоставившего титратор на поверку, периодическая поверка может проводиться для электродов или электродных пар, которые входят в комплект конкретного титратора или указаны в заявке на проведение поверки. В зависимости от используемого электрода или электродной пары выбирается стандартный образец и соответствующий ему титрант (рекомендации по используемым стандартным образцам и соответствующим титрантам и рекомендации по программированию методов титрования приведены в Приложении А).

10.2 Определение абсолютной погрешности измерений pH.

Проводится с комбинированным стеклянным электродом, входящим в комплект поставки.

Определение абсолютной погрешности измерений pH осуществляется не менее чем по трем буферным растворам pH 2-го разряда, например: pH4 фталатный буфер (pH 4,01 при 25 °C), pH7 нейтральный фосфатный буфер (pH 6,86 при 25 °C), pH9 боратный буфер (pH 9,18 при 25 °C).

Абсолютную погрешность измерений pH рассчитывают по формуле

$$\Delta pH = pH_{изм} - pH_{эт}, \quad (1)$$

где ΔpH - абсолютная погрешность титратора при измерении pH;
 $pH_{эт}$ - значение pH контрольного буферного раствора;
 $pH_{изм}$ - показания прибора.

10.3 Определение относительной погрешности и относительного среднеквадратичного отклонения результатов измерений

10.3.1 Определение относительной погрешности

Проводится с комбинированным стеклянным электродом, входящим в комплект поставки титратора.

Рекомендации по программированию метода титрования приведены в таблице 4.

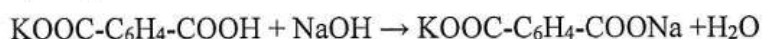
Таблица 4 – Рекомендации по программированию кислотно-основного титрования в водной среде

Параметр	Значение
Название	Метод 1
Единица измерения	mV
Описание	Аликвоту калия бифталата титровать NaOH 0,1. k1 – коэффициент поправки титранта.
Константа 1* В качестве константы k1 предполагается занести заранее установленное значение коэффициента поправки титранта	0.9978
Константа 2	null
Константа 3	null
Переменных	null
R1	$V1 \times 0.1 \times k1 \times 204.23 / 1000$
единица	г
R2	V1
единица	мл
R3	null
единица	null
Остановка после EQP	true
Порог $\Delta E / \Delta V$	500
Стабилизация $\Delta E / \Delta V$	5
Искать максимумы	null
Максимальный объем	5
EQP:	-
dV1	0.1
dE1	-150
dV2	0.02
EP:	-
dV1	-
E	-
dV2	-
Ek	-

Растворяют навеску m (от 6 до 8 г) калия фталевокислого кислого в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью $V=0,25 \text{ дм}^3$ (исходный раствор) и вносят расчетную массу контрольного вещества в виде аликвоты исходного раствора (v) в размере от 1 до 25 см^3 .

Расчётная масса контрольного вещества C_{am} определяется по формуле $C_{am} = \frac{m \times v}{V}$, где m – навеска калия фталевокислого кислого, взятая для приготовления исходного раствора, г, v и V – объём аликвоты и вместимость колбы для приготовления исходного раствора, см^3 .

Титруют до точки эквивалентности 0,1 моль/ дм^3 раствором гидроокиси натрия. Уравнение аналитической реакции приведено ниже.



Проводят серию не менее чем из 5 измерений. Полученные результаты отображаются на

терминале или выводятся на печатающее устройство. Фиксируют результат с точностью не менее, чем до второго знака после запятой.

Относительная погрешность (δ), %, титрования рассчитывается для каждого результата титрования по формуле

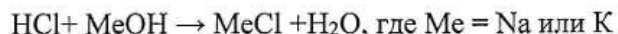
$$\delta = \frac{R_i - C_{am}}{C_{am}} \times 100 \quad (2)$$

где R_i - результат i -ого титрования в серии: эквивалентное количество определяемого компонента, г (для навески сухого вещества);

C_{am} - навеска определяемого компонента, г.

Допускается замена кислотно-основного титрования калия фталевокислого кислого на аналогичное титрование раствора стандарт-титра соляной кислоты 0,1 н титрантом 0,1 н раствором стандарт-титров гидроокиси натрия или гидроокиси калия.

В титровальный стакан с помощью пипетки вводят заданную аликвоту v раствора стандарт-титра соляной кислоты 0,1 н объемом от 0,5 до 10,0 см³, добавляют дистиллированной воды, так чтобы электроды были полностью погружены в раствор минимум на 2-3 см. В качестве результата титрования программой выдается объем титранта, пошедшего на титрование (R_i). В соответствии со стехиометрией реакции соотношение объемов аликвоты и титранта должно быть равно 1; его вариации связаны с погрешностью результатов измерений. Уравнение аналитической реакции приведено ниже.



Проводят серию не менее чем из 5 измерений. Полученные результаты отображаются на терминале или выводятся на печатающее устройство. Фиксируют результат измерений.

Относительная погрешность (δ) титрования рассчитывается для каждого результата титрования по формуле (2), где

R_i - результат i -ого титрования в серии: объем затраченного титранта, см³;

C_{am} - объем раствора стандарт-титра определяемого компонента, внесенного в ячейку, см³.

10.3.2 Определение относительного среднеквадратичного отклонения результатов измерений

Случайную составляющую погрешности определяют по результатам измерений по п. 10.3.1, как относительное среднеквадратическое отклонение (ОСКО) результатов измерений по формуле

$$\text{ОСКО} = \frac{1}{\bar{R}} \times \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (R_i - \bar{R})^2}{(n-1)}} \times 100, \quad (3)$$

где n - число измерений.

10.4 Результаты определения метрологических характеристик титратора считаются положительным, если значения, полученные по п. 10, не превышают пределов, приведенных в таблице 5.

Таблица 5 – Метрологические требования

Наименование характеристики	Значение
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений pH	$\pm 0,03$
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой доли веществ в пробе при потенциометрическом титровании ¹⁾ , %	± 2

Наименование характеристики	Значение
Предел допускаемого относительного среднеквадратического отклонения (ОСКО) результатов измерений, %	1
¹⁾ Определены с применением раствора стандарт-титра соляной кислоты 0,1 н	

11 Оформление результатов поверки

11.1 При проведении поверки оформляют протокол результатов поверки. Рекомендуемая форма протокола поверки приведена в приложении Б. При проведении периодической поверки для меньшего числа режимов титрования сведения об объеме проведенной поверки в обязательном порядке передаются в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений.

11.2 Титраторы, удовлетворяющие требованиям настоящей методики поверки, признают годными к применению, вносят результаты поверки в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений, по требованию владельца титратора или лица, представляющего владельца титратора, выдают свидетельство о поверке установленной формы.

При отрицательных результатах титраторы не допускают к применению, вносят результаты поверки в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений, по требованию владельца или лица, представляющего владельца титратора, выдают извещение о непригодности установленной формы, с указанием причин непригодности.

11.3 Знак поверки наносится на свидетельство о поверке (при его оформлении) или в паспорт титратора.

**Рекомендации по программированию методов
для поверки титраторов автоматических потенциометрических Титровойс Автоматик**

А.1 Аргентометрическое (осадительное) титрование

Проводится с электродной парой (серебряный электрод и электрод стеклянный) или с комбинированным серебряным электродом, в зависимости от комплекта поставки. Рекомендации по программированию метода титрования приведены в таблице А.1. При проведении поверки применяют следующие средства:

- стандарт-титр натрий хлористый 0,1 н (ТУ 2642-001-33813273-97);
- кислота азотная, не ниже х.ч. по ГОСТ 4461-77 (раствор 0,1 моль/дм³ в дистиллированной воде), или кислота серная не ниже х.ч. по ГОСТ 4204-77 (раствор 0,1 моль/дм³ в дистиллированной воде);
- серебро азотнокислое (AgNO₃), ч.д.а., массовая доля основного вещества не менее 99,8 % по ГОСТ 1277-75, или стандарт титр серебра азотнокислого (AgNO₃) 0,1 н по ТУ 2642-001-33813273-97;
- вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144-2018

Таблица А.1 – Рекомендации по программированию аргентометрического титрования

Параметр	Значение
Название	Метод 2
Единица измерения	mV
Описание	Аликвоту натрия хлористого титровать AgNO ₃ 0.1
Константа 1* В качестве константы k1 предполагается занести заранее установленное значение коэффициента поправки титранта	0,9978
Константа 2	null
Константа 3	null
Переменных	null
R1	V1
единица	мл
R2	null
единица	мл
R3	null
единица	null
Остановка после EQP	true
Порог $\Delta E/\Delta V$	500
Стабилизация $\Delta E/\Delta V$	5
Искать максимумы	null
Максимальный объем	5
EQP:	-
dV1	0.1
dE1	-150

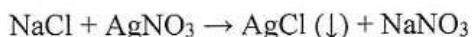
Параметр	Значение
dV2	0.02
EP:	-
dV1	-
E	-
dV2	-
Ek	-

В титровальный стакан с помощью пипетки вводят заданную аликвоту v раствора стандарт-титра натрия хлористого 0,1 н объемом от 0,5 до 10,0 см³ (например, 0,5; 1,0; 2,0; 5,0; 10,0), добавляют дистиллированной воды так, чтобы электроды были полностью погружены в раствор минимум на 2-3 см и прибавляют 5,0 см³ раствора серной кислоты 0,1 моль/дм³ в дистиллированной воде.

Допустимо вместо раствора серной кислоты использовать свежеприготовленный 0,1 моль/дм³ раствор азотной кислоты в дистиллированной воде (срок годности 7 суток).

Титруют раствором серебра азотнокислого 0,1 н до точки эквивалентности.

В качестве результата титрования программой выдается объем титранта, пошедшего на титрование (R_i). В соответствии со стехиометрией реакции соотношение объемов аликвоты и титранта должно быть равно 1; его вариации связаны с погрешностью результатов измерений. Уравнение аналитической реакции приведено ниже.



Проводят серию не менее чем из 5 измерений. Полученные результаты отображаются на термине титратора или выводятся на печатающее устройство. Фиксируют результат измерений.

Относительная погрешность (δ), %, титрования рассчитывается для каждого результата титрования по формуле (2), где

R_i - результат i -ого титрования в серии: объем затраченного титранта (эквивалентен найденному объему стандарт-титра натрия хлористого), см³;

$C_{ам}$ - объем раствора стандарт-титра определяемого компонента, внесенного в ячейку, см³.

Случайную составляющую погрешности определяют по результатам измерений, как ОСКО результатов измерений по формуле (3).

А.2 Окислительно-восстановительное титрование

Проводится с электродной парой: платиновый электрод и электрод сравнения. Рекомендации по программированию метода титрования приведены в таблице А.2. При проведении поверки применяют следующие средства:

- стандарт-титры Йод (0,1 н) по ТУ 20.59-046-79640352-2018, или стандарт-титр йод 0,1 н по ТУ 2642-001-33813273-97;
- кислота серная не ниже х.ч. по ГОСТ 4204-77 (раствор 0,1 моль/дм³ в дистиллированной воде);
- стандарт-титр тиосульфат натрия, 0,1 н по ТУ 2642-581-00205087-2007;
- вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144-2018

Таблица А.2 – Рекомендации по программированию окислительно-восстановительного титрования

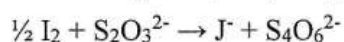
Параметр	Значение
Название	Метод 3
Единица измерения	mV
Описание	Аликвоту йода титровать Na ₂ SO ₃ 0.1
Константа 1*	0,9978

Параметр	Значение
В качестве константы k1 предполагается занести заранее установленное значение коэффициента поправки титранта	
Константа 2	null
Константа 3	null
Переменных	null
R1	V1
единица	мл
R2	null
единица	null
R3	null
единица	null
Остановка после EQP	true
Порог $\Delta E/\Delta V$	500
Стабилизация $\Delta E/\Delta V$	5
Искать максимумы	null
Максимальный объем	5
EQP:	-
dV1	0.1
dE1	-150
dV2	0.02
EP:	-
dV1	-
E	-
dV2	-
Ek	-

Приготовление растворов для окислительно-восстановительного титрования йода ($1/2 I_2$) с помощью титранта раствора натрия серноватистокислого $0,1 \text{ моль/дм}^3$ ($0,1 \text{ Н}$) проводят в соответствии с рекомендациями ГОСТ 25794.2-83 «ГСИ. Методы приготовления титрованных растворов для окислительно-восстановительного титрования», и инструкциями по приготовлению растворов для титрования, приложенных к стандарт-титрам соответствующих веществ.

В титровальный стакан с помощью пипетки вводят аликвоту v раствора стандарт-титра йода ($1/2 I_2$) $0,1 \text{ моль/дм}^3$ ($0,1 \text{ Н}$) объемом от $0,5$ до $5,0 \text{ см}^3$ (например, $0,5$; $1,0$; $2,0$; $5,0$), пипеткой добавляют $5,0 \text{ см}^3$ раствора серной кислоты $0,1 \text{ моль/дм}^3$ в дистиллированной воде, приблизительно 100 см^3 дистиллированной воды, так чтобы индикаторный электрод был погружен в раствор минимум на $2-3 \text{ см}$ и титруют раствором натрия серноватистокислого (тиосульфата натрия) $0,1 \text{ моль/дм}^3$ ($0,1 \text{ Н}$) до точки эквивалентности.

В качестве результата титрования программой выдается объем титранта, пошедшего на титрование. В соответствии со стехиометрией реакции соотношение объемов аликвоты и титранта, пошедшего на титрование (R_i) должно быть равно 1; его вариации связаны с погрешностью результатов измерений. Уравнение аналитической реакции приведено ниже.



Проводят серию не менее чем из 5 измерений. Полученные результаты отображаются на терминале титратора или выводятся на печатающее устройство. Фиксируют результат измерений.

Относительная погрешность (δ), %, титрования рассчитывается для каждого результата

титрования по формуле (2), где

R_i - результат i -ого титрования в серии: объем затраченного титранта (эквивалентен найденному объёму раствора стандарт-титра йода), см^3 ;

$S_{\text{ит}}$ - объем раствора стандарт-титра определяемого компонента, внесенного в ячейку, см^3 .

Случайную составляющую погрешности определяют по результатам измерений, как ОСКО результатов измерений по формуле (3).

А.3 Титрование с фотометрическим контролем точки эквивалентности

Проводится с использованием фотометрического электрода на 620 нм. Рекомендации по программированию метода титрования приведены в таблице А.3. При проведении поверки применяют следующие средства:

- ГСО 7680-99 Стандартный образец общей жесткости воды с диапазоном аттестованных значений общей жесткости воды от 95 до 105 °Ж и пределами допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения $\text{CO} \pm 1,0 \%$ ($P = 0,95$);
- стандарт-титр натрия хлористого или натрий хлористый по ГОСТ 4233-77 кв. х.ч. или ч.д.а;
- стандарт-титры для приготовления рабочих эталонов pH 2-го разряда СТ-12 (рег. № 43928-10 в ФИФ ОЕИ);
- фенолфталеин (чда) по ТУ 6-09-53-60-88, или эриохром чёрный Т (чда) по ТУ 6-09-1760-87;
- трилон Б 0,1 М (титрованный раствор) по ТУ 20.59.59.-008-62931140-2018;
- вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144-2018

Таблица А.3 – Рекомендации по программированию фотометрического титрования

Параметр	Значение
Название	Метод 4
Единица измерения	mV
Описание	Аликвоту ГСО 7680-99 титровать Трилоном Б с индикатором Эриохром
Константа 1* В качестве константы k_1 предполагается занести заранее установленное значение коэффициента поправки титранта	0,9978
Константа 2	null
Константа 3	null
Переменных	1
R1	$V1 \cdot 0.01 \cdot k_1 \cdot 1000 \cdot 2 / m1$
единица	мл
R2	null
единица	null
R3	null
единица	null
Остановка после EQR	true
Порог $\Delta E / \Delta V$	500
Стабилизация $\Delta E / \Delta V$	5
Искать максимумы	null
Максимальный объем	5
EQR:	-
dV1	0.1

Параметр	Значение
dE1	-150
dV2	0.02
EP:	-
dV1	-
E	-
dV2	-
Ek	-

Фотометрический электрод промывают дистиллированной водой, осторожно удаляют излишки воды с поверхности электрода салфеткой. Готовят из ГСО 7680-99 контрольный раствор, разбавляют СО в 100 раз в соответствии с п. «Инструкция по применению» паспорта СО. В стакан для титрования пипеткой добавляют 50 см³ контрольного раствора, добавляют 3 см³ буферного раствора со значением рН, равным 9,18, добавляют дистиллированной воды, так чтобы электроды были полностью погружены в раствор минимум на 2-3 см, добавляют несколько капель индикатора и титруют раствором трилона Б до точки эквивалентности. Жесткость пробы, °Ж, рассчитывается программой титратора с учётом коэффициента разбавления СО.

Проводят серию не менее чем из 5 измерений. Полученные результаты отображаются на терминале титратора или выводятся на печатающее устройство. Фиксируют результат измерений.

Относительная погрешность (δ), %, титрования рассчитывается для каждого результата титрования по формуле (2), где

R_i - результат i -го титрования в серии, °Ж;

$C_{ам}$ - действительное значение жесткости i -ой пробы, °Ж.

Случайную составляющую погрешности определяют по результатам измерений, как ОСКО результатов измерений по формуле (3).

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ № _____

Титратор автоматический потенциометрический Титровойс Автоматик,
заводской № _____

Документ на поверку: МП 242-2567-2026 «ГСИ. Титраторы автоматические
потенциометрические Титровойс Автоматик. Методика поверки»

Информация об использованных средствах поверки:

Условия проведения поверки:

температура, °C _____,
относительная влажность окружающего воздуха _____ %.

Результаты внешнего осмотра _____

Результаты опробования _____

Результаты проверки ПО _____

Определение метрологических характеристик

Таблица 1 - Результаты определения абсолютной погрешности измерения pH .

№ п/п	Значение pH , воспроизведенное буферным раствором - рабочим эталоном pH	Значение pH , измеренное титратором	Абсолютная погрешность измерений pH	Соответствие требованиям Да (+), Нет (-)
1				
2				
3				

Таблица 2 - Результаты определения относительного среднеквадратического отклонения и
относительной погрешности результатов титрования

№	Результаты титрований	Отн. СКО результатов титрований, %	Нормируемые значения отн. СКО результатов титрований, %	Отн. погрешность титрований, %	Нормируемые значения отн. погрешности результатов титрований, %
1					
2					
3					
4					
5					

Результат проведения поверки: _____

Поверитель: _____