

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

УТВЕРЖДАЮ

И.о. директора



ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

А.Н. Пронин

«05» июля 2019 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

Анализаторы комбинированные универсальные
МЗхх

Методика поверки

МП 209-070-2019

Руководитель лаборатории

В.И. Суворов

Научный сотрудник лаборатории

А.М. Смирнов

г. Санкт-Петербург
2019 г.

Настоящая методика распространяется на анализаторы комбинированные универсальные МЗхх (далее – анализаторы), предназначенные для измерений рН, окислительно-восстановительного потенциала (далее – ОВП), удельной электрической проводимости (далее – УЭП) жидкостей, массовых концентраций растворенного в воде кислорода, озона, общего органического углерода и температуры жидкости.

Анализаторы подлежат первичной и периодической поверке. Допускается проводить поверку отдельных измерительных каналов в соответствии с заявлением владельца СИ. Интервал между поверками – 1 год.

1 Операции поверки

Объем и последовательность операций поверки указаны в таблице 1.

Таблица 1

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Проведение операции при	
		Первичной поверке	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 абсолютной погрешности измерительного канала температуры	п. 6.4.1	Да	Да
4.2. Определение приведенной (к диапазону) погрешности измерительного канала массовой концентрации растворенного в воде кислорода	п. 6.4.2	Да	Да
4.3. Определение абсолютной погрешности измерительного канала рН	п. 6.4.3	Да	Да
4.4. Определение абсолютной погрешности измерительного канала ОВП	п. 6.4.4	Да	Да
4.5. Определение относительной погрешности измерительного канала УЭП	п. 6.4.5	Да	Да
4.6. Определение приведенной (к диапазону измерений) погрешности измерительного канала массовой концентрации растворенного в воде озона	п. 6.4.6	Да	Да
4.7. Определение относительной погрешности измерительного канала массовой концентрации общего органического углерода	п. 6.4.7	Да	Да

При получении отрицательных результатов при проведении той или иной операции дальнейшая поверка прекращается.

2 Средства поверки

2.1 При проведении поверки применяются рабочие эталоны, средства измерений, стандартные образцы и оборудование, представленное в таблице 2.

Таблица 2

Номер пункта методики поверки	Наименование и тип основного или вспомогательного средства поверки	Метрологические характеристики средства поверки
6.4.1	Термометр лабораторный электронный ЛТ-300 (рег № 61806-15), рабочий эталон 3 разряда единицы температуры согласно ГОСТ 8.558-2009	Диапазон измерений температуры от минус 50 до +199,99 °С, пределы допускаемой абсолютной погрешности $\pm 0,05$ °С
6.4.2	Стандартные образцы газовой смеси состава O ₂ +N ₂	ГСО 10531-2014
6.4.3	Стандарт-титры для приготовления буферных растворов - рабочих эталонов рН 2-го разряда (Рег. № 45142-10)	Диапазон воспроизведений рН при температуре 25 °С от 1,48 до 12,43, пределы допускаемой абсолютной погрешности $\pm 0,01$
6.4.4	Стандарт-титры СТ-ОВП-01 (рег № 61364-15)	Номинальное значение ОВП (при температуре 25 °С) 298 и 605 мВ, пределы допускаемой абсолютной погрешности воспроизведения ОВП ± 3 мВ
6.4.5	Кондуктометры лабораторные КЛ-С-1 (рег. № 46635-11), рабочий эталон 2 разряда единицы удельной электрической проводимости жидкостей согласно приказу № 2771 от 27.12.2018 г.	Диапазон измерений удельной электрической проводимости: от 10 ⁻⁴ до 50 См/м, пределы допускаемой относительной погрешности $\pm 0,25$ %
6.4.5	Калий хлористый (х.ч.)	по ГОСТ 4234-77
6.4.6	Синтезатор озона А-с-ГОКСФ-5-05-«ОЗОН», значение массовой концентрации озона в получаемой газовой смеси от 0 до 30 мг/дм ³	Методика приготовления растворов с массовой концентрацией озона в воде приведена в приложение В.
6.4.7	Калий фталевокислый кислый (бифталат калия), ГСО 2216-81	Интервал допускаемых аттестованных значений от 99,950 до 100,000 %; Допускаемая абсолютная расширенная неопределенность аттестованного значения (при k=2) 0,030 %; Границы допускаемой абсолютной погрешности аттестованного значения СО (при P=0,95) не превышает $\pm 0,030$ %
6.4.1-6.4.7	Термостат жидкостной ТW-2	Погрешность поддержания температуры $\pm 0,1$ °С, в диапазоне температур до 70°С;
6.4.1-6.4.7	Термогигрометр ИВА-6 (рег. № 4643411)	Погрешность измерений температуры в диапазоне от 0 до + 60 оС не превышает $\pm 0,3$ °С Погрешность измерений относительной влажности в диапа. от 0 до 98 % не превышает абс. ± 2 %; в диапа. св. 90 до 98 % абс. ± 3 % Погрешность измерений атмосферного давления в диапазоне от 700 до 1100 гПа не превышает $\pm 2,5$ гПа

2.2 Допускается применять средства измерений, стандартные образцы и оборудование, не приведенные в перечне, но обеспечивающие определение метрологических характеристик с требуемой точностью.

2.3 Все средства поверки должны иметь действующие свидетельства о поверке, все ГСО должны иметь действующие паспорта, испытательное оборудование действующие аттестаты.

3 Требования безопасности

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

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

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

3.4 Помещение, в котором проводится поверка, 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: 25 ± 5 ;
- относительная влажность воздуха, не более, %: 95;
- атмосферное давление, кПа: от 86 до 107;

5 Подготовка к поверке

Подготовить к работе анализатор в соответствии с руководством по эксплуатации, проверить работоспособность анализатора в режиме измерения, рабочие эталоны и вспомогательные средства измерений согласно эксплуатационной документации на них. На поверку предоставляется предварительно настроенный и откалиброванный анализатор в соответствии с руководством по эксплуатации.

6 Проведение поверки

6.1 Внешний осмотр.

При проведении внешнего осмотра анализатора проверяется на соответствие 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;

Анализатор считается выдержавшим внешний осмотр, если он соответствует перечисленным выше требованиям. Анализатор с механическими повреждениями к поверке не допускаются.

6.2 Опробование.

При опробовании проверяется функционирование составных частей анализатора согласно технической документации фирмы-изготовителя.

6.3 Подтверждение соответствия программного обеспечения.

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

Просмотр номера версии программного обеспечения измерителей комбинированных МЗхх доступен в подменю ISM→Модификация/версия ПО. В нем отображаются каталожный номер СИ, его заводской номер и номер версии программного обеспечения.

После подключения датчика ISM к анализатору в меню ISM→Sensor Info отображаются тип датчика и его версия ПО.

Анализатор считается прошедшим поверку, если номер версии СИ совпадает с номером версии или имеет номер выше версии, указанной в описании типа.

6.4 Определение метрологических характеристик.

6.4.1. Определение абсолютной погрешности измерительного канала температуры

Определение абсолютной погрешности измерений температуры проводить путем сравнения значений, полученных на анализаторе со значением эталонного термометра. Измерения проводить в трех точках, расположенных на начальном (5 °С), среднем (25 °С) и конечном (45 °С) участках диапазона.

Поместить эталонный термометр и датчик анализатора (по возможности ближе к месту установки термометра) в термостат, выдержать в рабочем объеме при установившейся температуре не менее 30 минут. В каждой точке проводить по три измерения с интервалом в 1 минуту.

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

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

где $t_{\text{изм}}$ – температура, измеренная анализатором, °С;

$t_{\text{эт.}}$ – температура, измеренная эталонным термометром, °С.

Результаты определения считать положительными, если значение абсолютной погрешности измерений температуры не превышает $\pm 0,1$ °С в диапазоне от 0 до 50 °С.

6.4.2. Определение приведенной (к диапазону) погрешности измерительного канала массовой концентрации растворенного в воде кислорода

Определение приведенной (к диапазону) погрешности измерений растворенного в воде кислорода проводить путем сравнения значений растворенного в воде кислорода в поверочных растворах, приготовленных в соответствии с приложением А, измеренных анализатором с расчетными значениями. В каждой точке проводят не менее трех независимых измерений.

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

$$\gamma_{\text{DO}} = \frac{C_{\text{изм}} - C_0}{C_n} \cdot 100 \% \quad (2)$$

где $C_{\text{изм}}$ – значение массовой концентрации растворенного в воде кислорода, измеренное анализатором, мг/дм³

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

C_n – верхний предел диапазона измерений, мг/дм³;

Результаты определения считаются положительными если значение приведенной (к диапазону) погрешности измерений массовой концентрации растворенного в воде кислорода не превышает $\pm 0,5$ % в диапазоне от 0 до 20 мг/дм³.

6.4.3. Определение абсолютной погрешности измерительного канала рН

Определение абсолютной погрешности измерений рН проводить путем сравнения значений рН рабочих эталонов рН 2-го разряда, измеренных анализатором, с аттестованными значениями эталонных растворов при температуре растворов 25 °С. В каждой точке проводят не менее трех независимых измерений.

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

$$\Delta pH = pH_{изм} - pH_{эт.} \quad (4),$$

где $pH_{изм}$ - значение рН измеренное системой сбора;

$pH_{эт.}$ - аттестованное значение рН эталонного раствора

Результаты определения считаются положительными, если значение абсолютной погрешности измерений рН не превышает $\pm 0,05$ в диапазоне от 1 до 14

6.4.4. Определение абсолютной погрешности измерительного канала ОВП

Определение абсолютной погрешности измерений ОВП проводить путем сравнения расчетных значений ОВП поверочных растворов, приготовленных по ГОСТ 8.639-2014, со значениями, полученными на системе сбора. Измерения проводить при температуре растворов 25 °С. В каждой точке проводят не менее трех независимых измерений.

Абсолютную погрешность измерений окислительно-восстановительного потенциала (ОВП) рассчитать для каждого измеренного значения по формуле:

$$\Delta OVP = OVP_{изм} - OVP_{эт.}$$

где $OVP_{изм}$ – значение ОВП, мВ;

$OVP_{эт.}$ – действительное значение ОВП, мВ.

Результаты определения считаются положительными, если значение абсолютной погрешности измерений ОВП не превышает ± 10 мВ в диапазоне -1500 до +1500 мВ.

6.4.5. Определение относительной погрешности измерительного канала УЭП

Определение относительной погрешности измерений УЭП проводить путем сравнения значений УЭП поверочных растворов КСl, измеренных анализатором со значениями, полученными на кондуктометре «КЛ-С-1». В каждой точке проводить не менее трех независимых измерений. Методика приготовления растворов указана в приложении Б.

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

$$\delta\chi = \frac{\chi_{изм} - \chi_0}{\chi_0} \cdot 100 \% \quad (5),$$

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

χ_0 – значение УЭП, полученные на кондуктометре «КЛ-4 Импульс», См/м;

Результаты испытания считаются положительными, если в процессе испытаний значение относительной погрешности измерений УЭП не превышает для

- 2-электродного датчика Cond2e ± 3 % в диапазоне от $0,02 \cdot 10^{-4}$ до 0,2 См/м;
- 4-электродного датчика Cond4e ± 5 % в диапазоне от $40 \cdot 10^{-4}$ до 65 См/м;
- 2-электродного датчика UniCond2e ± 3 % в диапазоне от $0,01 \cdot 10^{-4}$ до 5 См/м;
- 4-электродного датчика UniCond4e ± 4 % в диапазоне от $10 \cdot 10^{-4}$ до 100 См/м.

6.4.6. Определение приведенной (к диапазону измерений) погрешности измерительного канала массовой концентрации растворенного в воде озона

Приготовить раствор для титрования, для чего озono-воздушные газовые смеси, создаваемые синтезатором озона, пропустить через емкость с дистиллированной водой (с погруженным в эту же емкость датчиком озона) в течение 30 минут. Дождаться стабилизации показаний на дисплее анализатора, снять показание анализатора. Затем из этой емкости отобрать по 200-250 см³ воды в 2 конических колбы, подготовленных согласно п. 8 Приложения В. Провести 2 титрования, результаты занести в протокол.

Значения приведенной к верхнему пределу диапазона измерений погрешности измерений массовой концентрации растворенного озона рассчитывают по формуле:

$$\gamma_{O_3} = \frac{C_{O_3} - C_0}{C_n} \cdot 100 \% \quad (6),$$

где C_{O_3} – показание анализатора, мг/дм³;

C_0 – результат титрования согласно Приложению В, мг/дм³;

C_n – верхний предел измерений, мг/дм³.

Результаты определения считаются положительными, если в процессе испытаний значение приведенной погрешности измерений массовой концентрации озона не превышает $\pm 15\%$ в диапазоне от $1 \cdot 10^{-3}$ до 5 мг/дм³.

6.4.7. Определение относительной погрешности измерительного канала массовой концентрации общего органического углерода

Определение погрешности массовой концентрации углерода проводить путем сравнения расчетных значений массовой концентрации углерода в поверочных растворах со значениями, полученными на анализаторе. Процедура приготовления растворов представлена в приложении Г.

Для учета массовой концентрации общего углерода в «нулевом» растворе необходимо предварительно на анализаторе провести соответствующие измерения и рассчитать среднеарифметическое значение результатов измерений по формуле.

$$\bar{X}_1 = \frac{\sum_i^n X_i}{n} \quad (7)$$

где X_i – массовая концентрация общего углерода, мкг/дм³;

n – число измерений

Относительную погрешность измерений массовой концентрации углерода рассчитать для каждого измеренного значения по формуле:

$$\delta_c = \frac{X_c - (X_{c,i} + X_{c,0})}{(X_{c,i} + X_{c,0})} \cdot 100 \quad (8)$$

где X_c – значение массовой концентрации, измеренное анализатором, мкг/дм³;

$X_{c,0}$ – значение массовой концентрации углерода в «нулевом» растворе, рассчитанное по формуле 7, мкг/дм³

$X_{c,i}$ – расчетное значение массовой концентрации в i -м растворе, мкг/дм³;

Результаты определения считаются положительными, если значение относительной погрешности измерений массовой концентрации общего органического углерода не превышает $\pm 10\%$ в диапазоне от 50 до 1000 мкг/дм³.

7 Оформление результатов поверки

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

7.2. Результаты поверки оформляют в виде свидетельства о поверке или извещения о непригодности установленной формы.

7.3. Результаты поверки считаются положительными, если анализатор удовлетворяет всем требованиям настоящей методики. Положительные результаты поверки оформляются путем выдачи свидетельства о поверке. Знак поверки рекомендуется наносить на свидетельство о поверке.

7.4. Результаты считаются отрицательными, если при проведении поверки установлено несоответствие поверяемого анализатора, хотя бы одному из требований настоящей методики. Отрицательные результаты поверки оформляются путем выдачи извещений о непригодности с указанием причин непригодности.

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

Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы.

- ГСО-ПГС состава (O₂+N₂) ГСО 10531-2014
- термометр лабораторный электронный ЛТ-300 (Рег № 61806-15)
- термогигрометр ИВА-6Н-КП-Д (Рег № 46434-11)
- магнитная мешалка
- посуда мерная 2 класса точности ГОСТ 1770-74
- натрий сернистокислый по ГОСТ 195-77
- вода дистиллированная, ГОСТ 6709-72;

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

Колбу вместимостью 250 см³ промывают и наполняют его примерно на три четверти от объема дистиллированной водой по ГОСТ 6709-72.

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

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

Насыщение воды газовой поверочной смесью производят не менее 20 минут.

Расчетное значение концентрацией растворенного кислорода в растворе рассчитывается по формуле А.1. Растворы были термостатированы при температуре 25 °С, после чего проводились измерения растворенного в воде кислорода.

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

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

Таблица А.1.

№	Номинальное значение объемной доли O ₂ в азоте, C _н , %	Погрешность аттестованного значения ПГС, %, Δ, не более	Массовая концентрацией растворенного кислорода в поверочном растворе, C, мг/дм ³ *
1	0,505	0,008	0,2
2	5,04	0,05	1,988
3	34,85	0,14	13,75

* – при давлении 760 мм рт.ст. (1016 гПа) и температуре раствора 25 °С

Расчетное значение концентраций растворенного кислорода в растворе рассчитывается по формуле А.1

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

где P_{атм} – атмосферной давление, кПа;

P_н – нормальное давление, равное 101,3 кПа

X – значение объемной доли O₂ в ГСО-ПГС, %

X₀ – относительное объемное содержание кислорода в атмосфере, равное 20,94 %

A – растворимость (равновесная концентрация) кислорода, опубликованная ЮНЕСКО (ИСО 5813) в качестве справочного материала (приложение Г).

Приготовление растворов УЭП

Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы.

- калий хлористый х.ч., ГОСТ 4234-77;
- этиленгликоль ч.д.а., ГОСТ 10164-75;
- вода дистиллированная, ГОСТ 6709-72;
- установка кондуктометрическая поверочная КПУ-1 (№ госреестра 31468-06)
- весы лабораторные электронные МВ210-А (№ госреестра 26554-04)
- посуда мерная 2 класса точности ГОСТ 1770-74

1. Приготовление растворов УЭП в диапазоне 10^{-3} до 30 См/м

Поверочные растворы с требуемой массовой концентрацией готовят с помощью хлористого калия по ГОСТ 4234

Для приготовления растворов хлористого калия № 1-5 расчетную навеску соли (таблица А.1) взвешивают в стакане вместимостью 100 мл, растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды и без потерь переносят в мерную колбу вместимостью 500 мл, на 75 % объема заполненную дистиллированной водой, перемешивают, затем помещают в термостат и выдерживают в течение 30 минут при температуре 25,0 °С, после чего раствор в колбе доводят до метки дистиллированной водой с температурой 25,0 °С. Содержимое колбы тщательно перемешивают.

Для приготовления растворов хлористого калия № 6-9 расчетную навеску соли (таблица Б.1) взвешивают в стакане вместимостью 25 мл.

Раствор № 10 приготавливают методом объемного разбавления из раствора № 7, для чего отбирают пипеткой 50 мл раствора, помещают в мерную колбу вместимостью 500 мл, на 75 % объема заполненную дистиллированной водой. Содержимое колбы перемешивают и помещают в термостат и выдерживают в течение 30 минут при температуре 25,0 °С, после чего раствор в колбе доводят до метки дистиллированной водой с температурой 25,0 °С. Содержимое колбы тщательно перемешивают.

Растворы № 11 и 12 готовят аналогичным образом из растворов 8 и 9 соответственно.

Таблица Б.1.

Номер раствора	Молярная концентрация хлористого калия, моль/л	Массовая концентрация хлористого калия, г/л	Масса навески хлористого калия, г	УЭП раствора, См/м
1.	3	223,65	111,825	29,8
2.	2	149,10	74,55	20,5
3.	1	74,55	37,275	11,18
4.	0,5	37,275	18,6375	5,86
5.	0,3	22,365	11,1825	2,43
6.	0,1	7,455	3,7275	1,288
7.	0,05	3,7275	1,86375	0,67
8.	0,02	1,4910	0,7455	0,277
9.	0,01	0,7455	0,37275	0,1413
10.	0,005	0,3728	—	0,07182
11.	0,002	0,1491	—	0,02916
12.	0,001	0,0746	—	0,01469

2. Приготовление растворов УЭП в диапазоне св. 10^{-5} до 10^{-3} См/м

Приготовление растворов хлористого калия в этиленгликоле № 13, 14, 15 проводят аналогично с п.1 приложения Б в мерной колбе вместимостью 500 мл. Расчетные навески для приготовления растворов приведены в таблице Б.2.

Растворы № 16-20 готовят методом объемного разбавления из исходных растворов № 13-17 аналогично с п.1 приложения Б.

Таблица Б.2

Номер раствора	Молярная концентрация хлористого калия, моль/л	Массовая концентрация хлористого калия, г/л	Масса навески хлористого калия, г	УЭП раствора, См/м
13.	0,05	3,7275	1,86375	0,03991
14.	0,02	1,491	0,7455	0,01675
15.	0,01	0,7455	0,37275	0,00872
16.	0,005	0,37275	–	0,00444
17.	0,002	0,1491	–	0,00182
18.	0,001	0,07455	–	0,00093
19.	0,0005	0,037275	–	0,00047
20.	0,0002	0,01491	–	0,0002

3. Хранение

Стандартные растворы должны храниться в герметически закрытой посуде из стекла. Допускается хранение водных растворов хлористого калия в посуде из полиэтилена.

Стандартные растворы следует хранить при нормальных условиях. Срок годности не более трех месяцев с момента приготовления.

Методика измерений массовой концентрации озона в воде титриметрическим методом

1. Характеристики погрешности измерений

Относительная расширенная неопределенность измерений (при коэффициенте охвата $k=2$) составляет 5 %. Указанная неопределенность соответствует границам относительной погрешности результата измерений $\pm 5\%$ при доверительной вероятности 0,95.

2. Метод измерений

Метод основан на окислении озоном йодида калия до йода, который титруют раствором серноватистокислового натрия в сернокислой среде. Мешают определению: железо, нитриты и другие соединения, способные выделять йод из йодида калия. В методику вносят дополнительные процедуры по выделению озона из растворов.

3. Средства измерения, вспомогательные устройства, реактивы и материалы

Синтезатор озона А-с-ГОКСФ-5-05-«ОЗОН», значение массовой концентрации озона в получаемой газовой смеси от 0 до 30 мг/дм³;

Колбы мерные 2-го класса точности с притёртой пробкой по ГОСТ 1770-74

Цилиндр мерный 2-го класса точности по ГОСТ 1770-74

Весы лабораторные электронные «МВ210-А» (рег. № 26554-04)

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72

Термометр лабораторный электронный ЛТ-300 (рег. № 61806-15)

Микробюретки 2-3-2. или 2-3-5 по ГОСТ 29251-91

Пипетки 1-2-1; 1-2-2; 2-2-5; 2-2-10 по ГОСТ 29227-91

Цилиндр, объемом 200 см³ по ГОСТ 1770-74

Колбы конические вместимостью 250 см³ по ГОСТ 1770-74

Серная кислота, х.ч. по ГОСТ 4204-77

Калий йодистый ч.д.а, по ГОСТ 4232-74

Крахмал растворимый. По ГОСТ 10163-76

Натрий серноватистокислый (стандарт-титр) ТУ 609-2540-87

Салициловая кислота ТУ 25.11.1136-75

4. Требования безопасности

Оператор должен пройти инструктаж по технике безопасности, соблюдать все меры предосторожности при работе в химических лабораториях с токсичными веществами. При работе на предприятии оператор должен пройти инструктаж по ТБ и соблюдать правила ТБ, принятые на предприятии.

5. Требования к квалификации оператора

К выполнению измерений и обработке их результатов допускаются специалисты химии, имеющие высшее или среднее специальное химическое образование или опыт работы в химической лаборатории, прошедшие соответствующий инструктаж, освоившие метод в процессе тренировки и уложившиеся в нормативы оперативного контроля при выполнении процедур контроля погрешности.

6. Условия выполнения измерений

При выполнении измерений в лаборатории согласно ГОСТ 15150-69 должны быть соблюдены следующие условия:

атмосферное давление от 630 до 800 мм рт. ст.;

температура окружающего воздуха 20 ± 5 °С;

влажность окружающего воздуха не более 80 % при температуре 25 °С;

Объем проб воды для определения содержания озона должен быть не менее 1 дм³, измерение содержания озона проводить сразу же после отбора пробы, устойчивость растворов, содержащих озон, падает с повышением температуры и рН.

7. Подготовка к выполнению измерений

Приготовить основной стандартный титрующий 0,1Н раствор серноватистокислового натрия (в соответствии с инструкциями приготовления титр-раствора).

Приготовить рабочий стандартный 0,005Н раствор серноватистокислого натрия: 50см³ 0,1Н основного раствора внести в мерную колбу вместимостью 1 дм³, разбавить прокипяченной дистиллированной водой, добавить 0,2 г углекислого натрия и довести объем до 1 дм³. 1 см³ раствора содержит 0,120 мг озона.

Приготовить раствор йодистого калия: 20 г йодистого калия растворить в свежeproкипяченной и охлажденной дистиллированной воде, довести объем до 1 дм³. Используют только свежеприготовленный раствор.

Приготовить 1Н раствор серной кислоты: 28 г концентрированной серной кислоты осторожно небольшими порциями добавить к 750 см³ дистиллированной воды, охладить и довести до 1 дм³.

Приготовить 0,5% раствора крахмала: 5 г растворимого крахмала смешать с 50 см³ холодной дистиллированной воды и приливать к 950 см³ кипящей дистиллированной воды. Приготовленный реактив консервировать добавлением 1,25 г салициловой кислоты или 1-2 см хлороформа.

8. Выполнение анализа

В коническую колбу с притертой пробкой вносят 10 см 2,0 %-ого раствора йодистого калия, 20 см³ 1,0Н раствора серной кислоты и 200-250 см³ исследуемой воды.

Пользуясь бюреткой, титруют 0,005Н раствором серноватистокислого натрия до соломенно-желтой окраски раствора, прибавляют 2см³ крахмала и продолжают титровать до исчезновения синей окраски. Фиксируют объем раствора серноватистокислого натрия, пошедшего на титрование, и записывают полученный результат. Проводят не менее двух параллельных титрований.

Параллельно проводят холостой опыт на дистиллированной воде для обнаружения возможного загрязнения реактивов. Для этого к 200 см³ дистиллированной воды прибавляют 10 см³ раствора КУ, 20 см³ серной кислоты и 2 см³ крахмала. При появлении синей окраски титруют 0,005Н раствором серноватистокислого натрия до обесцвечивания.

9. Проверка приемлемости результатов титрования

Проверку осуществляют при каждом анализе отобранной пробы по величине разницы между двух результатов параллельных титрований. Результаты признаются приемлемыми при выполнении условия:

$$\frac{A_1 - A_2}{\bar{A}} \cdot 100 \leq d_a \quad \text{В.1}$$

где: A_1 и A_2 объем раствора серноватистокислого натрия, пошедший на титрование аликвоты пробы, см³;

\bar{A} – среднее арифметическое значение результатов титрования, см³;

d_a - норматив, %, $d_a=2$ %.

10. Вычисление результатов измерений

Содержание озона (C , г/м³) рассчитывают по формуле:

$$C = \frac{(\bar{A} - \bar{B}) \cdot N \cdot 24 \cdot 1000}{V} \quad \text{В.2}$$

где \bar{A} – средний объем раствора серноватистокислого натрия, пошедшего на титрование пробы, см³

\bar{B} – средний объем раствора серноватистокислого натрия, пошедшего на титрование холостой пробы, см³

N – нормальность молярной концентрации эквивалента раствора серноватистокислого натрия, моль/см³

24 – масса озона, соответствующая 1 см³ 1Н раствора серноватистокислого натрия, мг/моль

V – объем аликвоты пробы, взятой для титрования, см³.

11. Оформление результатов измерений

Результат измерения округляется до 2-х значащих цифр и записывается в виде:

$$(C \pm 0,05C) \text{ г/дм}^3 \quad \text{В.3}$$

**МЕТОДИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ ПОВЕРОЧНЫХ РАСТВОРОВ
ОБЩЕГО УГЛЕРОДА**

1. Оборудование и реактивы:

- Колбы мерные 2-го класса точности с притёртой пробкой по ГОСТ 1770-74
- Цилиндр мерный 2-го класса точности по ГОСТ 1770-74
- Весы лабораторные электронные «МВ210-А» (рег. № 26554-04)
- Воронка ВФ-1-40-ПОР10-ТСХ ГОСТ 25336-82
- Мешалка ММ-5 ТУ25-11-834-80
- Калий фталевокислый кислый (бифталат калия), ГСО 2216-81
- Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72
- Система очистки воды Prodeion, массовая концентрация общего углерода на выходе не более 5 мкг/дм³

1. Приготовление растворов массовой концентрацией общего углерода

Для приготовления основного раствора с массовой концентрации углерода 1000 мкг/дм³ предварительно высушенный (в течение 3 ч. при 105 °С) калия фталевокислого ГСО 2216-81 взвесить навеску 2 мг и перенести ее в мерную колбу объемом 2000 см³. Добавить приблизительно 1500 см³ чистой воды. Установить колбу на магнитную мешалку, и перемешивать содержимое до полного растворения навески. После полного растворения навески наполнить колбу чистой водой (до отметки).

Расчет объема основного раствора и объема дистиллированной воды, необходимых для получения раствора с требуемой концентрацией общего углерода производится по формуле Г.1

$$C_1 = C_0 \cdot \frac{V_0}{V_k} \quad \text{Г.1}$$

где C_0 – расчетное значение массовой доли общего углерода в основном растворе, мкг/дм³

V_0 – объем основного раствора, использованный для приготовления раствора, см³

V_k – общий объем приготовленного раствора, см³

3.2 При помощи мерного цилиндра переносят необходимый объем основного раствора в мерную колбу с притертой пробкой вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

Таблица Г.1.

Номер раствора	Объем основного раствора, использованный для приготовления, V_0 , см ³	Общий объем приготовленного раствора, V_k , см ³	Значение массовой концентрации общего углерода (C_1), мкг/дм ³
1	500	1000	500
2	250	1000	250
3	100	1000	100

Приготовленный раствор следует плотно закрыть и хранить в темном прохладном месте, срок годности – 1 недели. Относительная погрешность приготовленных растворов не превышает ±5 %.

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ

№ _____ от XX.XX.20XX г.

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

Вид поверки _____

Методика поверки _____

Средства поверки:

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

Условия поверки:

Параметры	Требования НД	Измеренные значения
Температура окружающей среды, °С	от 20 до 30	
Относительная влажность воздуха, %	не более 95	
Атмосферное давление, кПа	от 86 до 107	

Результаты поверки:

1. Внешний осмотр _____
2. Опробование _____
3. Определение метрологических характеристик (в соответствии с требованиями НД на методы и средства поверки)

Наименование параметра	Диапазон измерений	Полученная погрешность измерений

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

На основании результатов поверки выдано:

свидетельство о поверке № _____ от _____

Поверитель _____ от _____
 ФИО Подпись Дата