

**Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии
УРАЛЬСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ –
ФИЛИАЛ ФЕДЕРАЛЬНОГО ГОСУДАРСТВЕННОГО УНИТАРНОГО ПРЕДПРИЯТИЯ
«ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ
ИМ. Д.И. МЕНДЕЛЕЕВА»
(УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»)**

Согласовано

Директор УНИИМ – филиала
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»



Е.П. Собина

04 2023 г.

**«ГСИ. Анализаторы жидкости промышленные
многопараметрические ЭКОСТАБ ПРО.
Методика поверки»
МП 15-241-2023**

Екатеринбург

2023

ПРЕДИСЛОВИЕ

1 РАЗРАБОТАНА Уральским научно-исследовательским институтом метрологии – филиалом Федерального государственного унитарного предприятия «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева» (УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»)

2 ИСПОЛНИТЕЛЬ Гольнец О.С.

3 СОГЛАСОВАНА директором УНИИМ - филиала ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева» в апреле 2023 г.

<p>Государственная система обеспечения единства измерений Анализаторы жидкости промышленные многопараметрические ЭКОСТАБ ПРО. Методика поверки</p>	<p>МП 15-241-2023</p>
-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------	------------------------------

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы жидкости промышленные многопараметрические ЭКОСТАБ ПРО (далее - анализаторы) производства ООО «ЭКОИНСТРУМЕНТ», г Москва и устанавливает методы и средства поверок.

1.2 При проведении поверки должна обеспечиваться прослеживаемость анализатора к:

ГЭТ 176-2019 «Государственному первичному эталону единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии» в соответствии с приказом Росстандарта от 19.02.2021 г. № 148;

ГЭТ 3-2020 «Государственному первичному эталону единицы массы (килограмму)» в соответствии с приказом Росстандарта от 04.07.2022 г. № 1622;

ГЭТ 216-2018 «Государственному первичному эталону единицы объема жидкости в диапазоне от $1,0 \cdot 10^{-9} \text{ м}^3$ до $1,0 \text{ м}^3$ » в соответствии с приказом Росстандарта от 26.09.2022 г. № 2356;

ГЭТ 54-2019 «Государственному первичному эталону единицы показателя рН активности ионов водорода в водных растворах» в соответствии с приказом Росстандарта от 09.02.2022 г. № 324;

ГЭТ 34-2020 «Государственному первичному эталону единицы температуры в диапазоне от 0 до 3200 °С» в соответствии с приказом Росстандарта от 23.12.2022 г. № 3253;

ГЭТ 212-2023 «Государственному первичному эталону единицы массовой концентрации кислорода и водорода в жидких средах» в соответствии с ГОСТ 8.652-2016 «ГСИ. Государственная поверочная схема для средств измерений массовой концентрации растворенных в воде газов (кислорода, водорода)»;

ГЭТ 132-2018 «Государственному первичному эталону единицы удельной электрической проводимости жидкостей в диапазоне от 0,001 до 50 См/м» в соответствии с приказом Росстандарта от 27.12.2018 г. № 2771;

ГЭТ 208-2019 «Государственному первичному эталону единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации органических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе жидкостной и газовой хромато-масс-спектрометрии с изотопным разбавлением и гравиметрии» в соответствии с приказом Росстандарта от 10.06.2021 г. № 988.

1.3 Метод, обеспечивающий реализацию методики поверки – косвенное измерение поверяемым средством измерений величины, воспроизводимой стандартным образцом.

1.4 Настоящая методика поверки применяется для поверки анализаторов, используемых в качестве рабочих средств измерений. В результате поверки должны быть подтверждены метрологические требования, приведенные в таблицах 1-9.

Таблица 1 - Метрологические характеристики измерений рН, ОВП

Наименование характеристик	Значения
Диапазон измерений* рН	от 0,00 до 14,00
Диапазон показаний электродвижущей силы электродной пары, мВ	от -2000 до 2000
Диапазон измерений* ОВП, мВ	от – 154 до 1300
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений рН	±0,05
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений ОВП, мВ	±5
Диапазон измерений температуры с датчиками рН и ОВП, °С: рН-СТАБ-I, мВ-СТАБ-I рН-СТАБ-II, мВ-СТАБ-II рН-СТАБ-III	от -10 до + 140 от -5 до +100 от 0 до +50
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений температуры с датчиками рН и ОВП, °С рН-СТАБ-I, мВ-СТАБ-I рН-СТАБ-II, мВ-СТАБ-II, рН-СТАБ-III, т-СТАБ	±1 ±0,5
<i>* Диапазоны измерения датчиков могут быть программно ограничены в соответствии с требованиями технологического процесса.</i>	

Таблица 2 - Метрологические характеристики измерений удельной электрической проводимости

Наименование характеристик	Значения
Диапазон показаний удельной электрической проводимости, См/м	от 10^{-6} до 200
Диапазоны измерений удельной электрической проводимости для датчиков кондуСТАБ-I со значениями постоянной ячейки k, См/м: k=0,01 см ⁻¹ ± 25% k=0,05 см ⁻¹ ± 25% k=0,1 см ⁻¹ ± 25% k=0,5 см ⁻¹ ± 25% k=1,0 см ⁻¹ ± 25% k=5,0 см ⁻¹ ± 25% k=10 см ⁻¹ ± 25%	от $4 \cdot 10^{-6}$ до $2 \cdot 10^{-2}$ от $5 \cdot 10^{-6}$ до 10^{-1} от 10^{-5} до $2 \cdot 10^{-1}$ от $5 \cdot 10^{-5}$ до 1 от 10^{-4} до 2 от 10^{-3} до 10 от 10^{-2} до 100
Диапазоны измерений удельной электрической проводимости для датчиков кондуСТАБ-II, мультиСТАБ, См/м	от 10^{-5} до 100
Диапазоны измерений удельной электрической проводимости для датчиков кондуСТАБ-III, См/м	от 10^{-3} до 100
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений удельной электрической проводимости, См/м, в поддиапазоне от $4 \cdot 10^{-6}$ до 10^{-4} См/м включ.	± $2 \cdot 10^{-6}$
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений удельной электрической проводимости, %, в поддиапазоне св. 10^{-4} См/м до 100 См/м	± 2
Диапазон измерений температуры с датчиками удельной электрической проводимости, °С	от 0 до + 100

Наименование характеристик	Значения
Предел допускаемой абсолютной погрешности измерений температуры с датчиками удельной электрической проводимости, °С	±0,5

Таблица 3 - Метрологические характеристики измерений температуры датчиком температуры

Наименование характеристик	Значения
Диапазон измерений температуры, °С	от -10 до +120
Предел абсолютной допускаемой погрешности измерений температуры, °С	± 0,2

Таблица 4 - Метрологические характеристики измерений массовой концентрации растворенного кислорода

Наименование характеристик	Значения		
	оксиСТАБ-I	мультиСТАБ, оксиСТАБ-II	оксиСТАБ-III
Диапазон измерений* массовой концентрации растворенного кислорода при использовании датчиков, мг/дм ³	от 0,4 до 20,0	от 0,1 до 40,0	от 0,005 до 10,0
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений массовой концентрации растворенного кислорода в поддиапазонах, мг/дм ³ до 1,0 включ. св. 1,0 до 10,0 включ. св. 10,0	±0,4	±0,05	±0,005
	±0,4	±0,1	±0,05
	±0,4	±0,2	±0,5

** Диапазоны измерения датчиков могут быть программно ограничены в соответствии с требованиями технологического процесса.*

Таблица 5 - Метрологические характеристики измерений мутности и массовой концентрации взвешенных веществ

Наименование характеристик	Значения
Диапазон показаний мутности, ЕМФ	от 0 до 10 000
Диапазоны измерений** мутности, ЕМФ, при использовании датчиков: турбиСТАБ-I, мультиСТАБ оптиСТАБ, турбиСТАБ-II турбиСТАБ-III ЭКОмак-VI	от 0,1 до 1000 от 1 до 1000 от 0,05 до 4000 от 0,02 до 100 от 1 до 100
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений мутности при использовании датчиков турбиСТАБ-I, мультиСТАБ в поддиапазонах, ЕМФ: от 0,1 до 100 включ. св. 100 до 1000 включ.	± (0,05 + 0,05·С)* ± 0,1·С
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений мутности при использовании датчиков турбиСТАБ-II, ЕМФ:	± (0,02 + 0,04·С)
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений мутности при использовании датчиков турбиСТАБ-III, в поддиапазонах, ЕМФ: от 0,02 до 40 включ. св. 40 до 100 включ.	± (0,01 + 0,04·С)* ± 0,06·С
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений мутности при использовании датчиков оптиСТАБ и ЭКОмак-VI, ЕМФ:	± (0,5 + 0,1·С)*
Диапазоны измерений массовой концентрации взвешенных веществ, мг/дм ³	от 0,5 до 10000

Наименование характеристик	Значения
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений массовой концентрации взвешенных веществ в поддиапазонах, мг/дм ³ : от 0,5 до 3 включ. св. 3 до 10000 включ.	± 0,3 ± 0,1·С*
* С – измеренное значение мутности, ЕМФ. ** Диапазоны измерения датчиков и аналитических модулей могут быть программно ограничены в соответствии с требованиями технологического процесса	

Таблица 6 - Метрологические характеристики измерений массовой концентрации нефтепродуктов

Наименование характеристик	Значения
Диапазоны измерений** массовой концентрации нефтепродуктов при использовании датчиков и аналитических модулей, мг/дм ³ : оилСТАБ-I оилСТАБ-II, оилСТАБ-III ЭКОмак III	от 0,8 до 80 от 0,3 до 200 от 0,03 до 200 от 0,02 до 500
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений массовой концентрации нефтепродуктов при использовании датчиков и аналитических модулей, мг/дм ³ : оилСТАБ-I оилСТАБ-II, оилСТАБ-III, ЭКОмак III	± (0,35 + 0,25·С)* ± (0,20 + 0,20·С)* ± (0,02 + 0,18·С)* ± (0,01 + 0,18·С)*
* С – измеренное значение массовой концентрации нефтепродуктов, мг/дм ³ . ** Диапазоны измерения датчиков и аналитических модулей могут быть программно ограничены в соответствии с требованиями технологического процесса.	

Таблица 7 - Метрологические характеристики измерений массовой концентрации ионов, отдельных веществ

Измеряемый параметр	Аналитический модуль [датчик]	Диапазон измерения** массовой концентрации, мг/дм ³	Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений массовой концентрации, мг/дм ³
Марганец (Mn)	ЭКОмак-I	от 0,0005 до 0,002 включ. св. 0,002 до 0,1 включ. св. 0,1 до 0,5 включ. св. 0,5 до 1000	± 0,00034 ± 0,17·С* ± 0,01+0,07·С* ± 0,09·С*
Медь (Cu)			
Кадмий (Cd)			
Свинец (Pb)			
Кремний (Si)			
Хром (Cr 6+, общий)			
Никель (Ni)			
Алюминий (Al)	ЭКОмак-II [1] +оптиСТАБ [2] +ионоСТАБ [3] +мультиСТАБ	от 0,006 до 0,1 включ. св. 0,1 до 1 включ. св. 1 до 1000	± 0,004+0,16·С* ± 0,01+0,10·С* ± 0,11·С*
Цинк (Zn)			
Бор (В)			
Железо			
Фосфат-ион (PO ₄)			
Сульфид-ион(S)			
Цианид-ионы			
Нитрит-ион (NO ₂) [1]			
Нитрат-ион (NO ₃) [1,2,3]			
Аммоний-ион (NH ₄) [2,3]	ЭКОмак-III	от 0,03 до 0,6 включ.	± 0,017+0,12·С*
Азот общий (TN)			
Общий фосфор (TP)			

Измеряемый параметр	Аналитический модуль [датчик]	Диапазон измерения** массовой концентрации, мг/дм ³	Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений массовой концентрации, мг/дм ³
Неионогенные ПАВ		св.0,6 до 600	± 0,15·С*
Анионные ПАВ			
Формальдегид			
Этиленгликоль			
Кальций (Са)	ЭКОмак-IV [1] +ионоСТАБ [2] +мультиСТАБ	от 0,1 до 5 включ. св.5 до 1000	± 0,05+0,10·С* ± 0,11·С*
Магний (Mg)			
Фторид ион (F)			
Хлорид ион (Cl) [1,2]			
Бромид ион (Br)			
Натрий (Na) [2]			
Калий (K) [1,2]			
Серебро (Ag)			
Мышьяк (As)	ЭКОмак-V [1] +дэзиСТАБ	от 0,015 до 1 включ. св. 1 до 5 включ. св.5 до 100	± 0,01+0,10·С* ± 0,05+0,06·С* ± 0,07·С*
Гидразин			
Монохлорамин			
Остаточный хлор [1]			
Диоксид хлора [1]			
Сульфат-ион (SO ₄)	ЭКОмак VI	от 5 до 200 включ. св.200 до 5000	± 3+0,08·С* ± 0,1·С*
Карбамид (мочевина)	ЭКОмак VI	от 2 до 200 включ. св.200 до 2000	± 1 + 0,13·С* ± 0,15·С*
Фенол (общий)	ЭКОмак VI	от 0,0002 до 0,005 включ. св. 0,005 до 0,1 включ. св. 0,1 до 5 включ. св.5 до 1000	± 0,00005+ 0,4·С* ± 0,001 +0,21·С* ± 0,005 +0,17·С* ± 0,25 + 0,12·С*
Перманганатная окисляемость (ПО)	ЭКОмак VI оптиСТАБ турбиСТАБ-III	от 0,05 до 1 включ. св.1 до 500	± 0,03+0,07·С* ± 0,10·С*
ХПК (химическое потребление кислорода или бихроматная окисляемость воды)	ЭКОмак VI оптиСТАБ турбиСТАБ-III	от 0,5 до 10 включ. св.10 до 10000	± 0,3+0,07·С* ± 0,10·С*
Общий органический углерод (ООУ)	ЭКОмак VI оптиСТАБ турбиСТАБ-III	от 0,003 до 0,01 включ. св. 0,01 до 5 включ. св.5 до 10000	± 0,002 ± 0,2·С* ± 0,3+0,14·С*

Таблица 8 - Метрологические характеристики измерений массовой концентрации озона

Измеряемый параметр	Аналитический модуль [датчик]	Диапазон измерения** массовой концентрации, мг/дм ³	Среднеквадратическое отклонение результатов измерений массовой концентрации, мг/дм ³
Озон [1]	ЭКОмак-V [1] +дэзиСТАБ	от 0,015 до 1 включ. св. 1 до 5 включ. св.5 до 100	0,01+0,05·С* 0,05+0,03·С* 0,04·С*
* С – измеренное значение массовой концентрации нефтепродуктов, мг/дм ³ . ** Диапазоны измерения датчиков и аналитических модулей могут быть программно ограничены в соответствии с требованиями технологического процесса.			

Таблица 9 - Метрологические характеристики измерений обобщенных показателей

Измеряемый параметр	Аналитический модуль [датчик]	Ед. изм.	Диапазон измерения** массовой концентрации, мг/дм ³	Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений массовой концентрации
Цветность	ЭКОмак VI оптиСТАБ турбиСТАБ-III	°	от 0,5 до 15 включ. св.15 до 500	$\pm 0,3 + 0,08 \cdot C^*$ $\pm 0,10 \cdot C^*$
Щелочность	ЭКОмак T	ммоль/дм ³	от 0,03 до 2 включ. св.2 до 500	$\pm 0,02 + 0,04 \cdot C^*$ $\pm 0,05 \cdot C^*$
Кислотность				
Жесткость	ЭКОмак VI	°Ж	от 0,00015 до 0,010 включ.	$\pm 0,00007 + 0,22 \cdot C^*$
	ЭКОмак T	°Ж	св. 0,007 до 0,2 включ. св.0,2 до 100	$\pm 0,004 + 0,08 \cdot C^*$ $\pm 0,01 + 0,05 \cdot C^*$

* C – измеренное значение массовой концентрации нефтепродуктов, мг/дм³.
 ** Диапазоны измерения датчиков и аналитических модулей могут быть программно ограничены в соответствии с требованиями технологического процесса.

2 Нормативные ссылки

В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

Приказ Минтруда России от 15.12.2020 г. № 903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок»

Приказ Росстандарта от 19.02.2021 г. № 148 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах»

Приказ Росстандарта от 04.07.2022 г. № 1622 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений массы»

Приказ Росстандарта от 26.09.2022 г. № 2356 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений массы и объема жидкости в потоке, объема жидкости и вместимости при статических измерениях, массового и объемного расходов жидкости»

Приказ Росстандарта от 09.02.2022 г. № 324 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений показателя рН активности ионов водорода в водных растворах»

Приказ Росстандарта от 23.12.2022 г. № 3253 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений температуры»

Приказ Росстандарта от 27.12.2018 г. № 2771 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений удельной электрической проводимости жидкостей»

Приказ Росстандарта от 10.06.2021 г. № 988 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания органических и элементоорганических

компонентов в жидких и твердых веществах и материалах (ФГУП "ВНИИМ им. Д.И.Менделеева")»

ГОСТ 12.2.007.0–75 Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности

ГОСТ 8.450-81 ГСИ. Шкала окислительных потенциалов водных растворов

ГОСТ Р 58144-2018 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ R OIML 76-1-2011 ГСИ. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ 1770-74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 2081-2010 Карбамид. Технические условия

ГОСТ 3118-77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4145-74 Реактивы. калий серноокислый. Технические условия

ГОСТ 4165-78 Реактивы. Медь II серноокислая 5-водная. Технические условия

ГОСТ 4172-76 Реактивы. Натрий фосфорноокислый двузамещенный 12-водный. Технические условия

ГОСТ 4198-75 Реактивы. Калий фосфорноокислый однозамещенный. Технические условия

ГОСТ 4201-79 Реактивы. Натрий углекислый. Технические условия

ГОСТ 4204-77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4232-74 Реактивы. Калий йодистый. Технические условия

ГОСТ 4328-77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 5583-78 Кислород газообразный технический и медицинский. Технические условия

ГОСТ 5841-74 Реактивы. Гидразин серноокислый

ГОСТ 9656-75 Реактивы. Кислота борная. Технические условия

ГОСТ 10164-75 Реактивы. Этиленгликоль. Технические условия

ГОСТ 10652-73 Реактивы. Соль динатриевая этилендиамин-N,N,N',N'-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б). Технические условия

ГОСТ 10929-79 Реактивы. Водорода пероксид. Технические условия

ГОСТ 11086-76 Гипохлорит натрия. Технические условия

ГОСТ 11773-76 Реактивы. Натрий фосфорно-кислый двузамещенный. Технические условия

ГОСТ 14262-78 Кислота серная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 19710-2019 Этиленгликоль. Технические условия

ГОСТ 25794.1-83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для кислотно-основного титрования

ГОСТ 25794.2-83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов

ГОСТ 29169-91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 29227-91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1.

Общие требования

Р 50.2.021-2002 ГСИ. Эталонные растворы. Удельной электрической проводимости жидкостей. Методика приготовления и первичной поверки

ТУ 2642-001-33813273 Стандарт-титры. Технические условия

3 Перечень операций поверки

3.1 При поверке должны быть выполнены операции, указанные в таблице 10.

Таблица 10 – Операции поверки

Наименование операции	Проведение операции при		Номер пункта методики поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
<i>1</i>	<i>2</i>	<i>3</i>	<i>4</i>
1 Внешний осмотр средства измерений	да	да	8
2 Подготовка к поверке и опробование средства измерений	да	да	9
3 Проверка программного обеспечения средства измерений	да	да	10
4 Определение метрологических характеристик средства измерений: Проверка диапазона измерений и абсолютной погрешности измерений рН и ОВП	да	да	11.1
Проверка диапазона измерений, абсолютной и относительной погрешности измерений удельной электрической проводимости	да	да	11.2
Проверка абсолютной погрешности измерений температуры с датчиками рН и ОВП, с датчиками УЭП и отдельным температурным датчиком	да	да	11.3
Проверка диапазона измерений и абсолютной погрешности измерений массовой концентрации растворенного кислорода	да	да	11.4
Проверка диапазона измерений и абсолютной погрешности измерений массовой концентрации компонента (ионов марганца, меди, кадмия, свинца, кремния, хрома (VI), общего хрома, никеля, алюминия, цинка, бора, железа, фосфат-ионов, сульфид-ионов, цианид-ионов, нитрит-ионов, натрат-ионов, ионов аммония, общего азота, общего фосфора, неионогенных ПАВ, анионных ПАВ, этиленгликоля, кальция, магния, фторид-ионов, хлорид-ионов, бромид-ионов, натрия, калия, серебра, мышьяка, гидразина, монохлорамина, остаточного хлора, диоксида хлора, сульфат-ионов, карбамида (мочевины),	да	да	11.5

Наименование операции	Проведение операции при		Номер пункта методики поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
<i>1</i>	<i>2</i>	<i>3</i>	<i>4</i>
фенола, а также абсолютной погрешности измерений перманганатной окисляемости (ПО), химического потребления кислорода (ХПК), общего органического углерода (ООУ), цветности, щелочности, кислотности, жесткости, мутности, массовой концентрации взвешенных веществ и массовой концентрации нефтепродуктов)			
Проверка диапазона измерений и среднеквадратического отклонения измерений массовой концентрации озона	да	да	11.6
Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	да	да	12

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций поверка прекращается, анализатор бракуется, и выполняются операции по п. 13.4.

3.3 На основании письменного заявления владельца анализатора или лица, представившего анализатор на поверку, оформленного в произвольной форме, допускается проведение периодической поверки для меньшего числа измеряемых величин и/или на меньшем числе поддиапазонов измерений (поверка в сокращенном объеме) с указанием в сведениях о поверке информации об объеме проведенной поверки.

4 Требования к условиям проведения поверки

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С от 20 до 25;
- относительная влажность воздуха, %, не более 80

5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

К проведению работ по поверке анализатора допускаются лица, прошедшие специальное обучение в качестве поверителя, инструктаж и обученные работе с анализатором.

6 Метрологические и технические требования к средствам поверки

6.1 При проведении поверки применяют средства поверки, приведенные в таблице 11.

Таблица 11 – Средства поверки

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
Раздел 9 и 11 Подготовка к поверке и опробование	средства измерений температуры окружающей среды в диапазоне измерений от 15 °С до 30 °С, с пределами допускаемой погрешности измерений температуры не более ±1,0 °С; Средства измерений относительной влажности воздуха в диапазоне от 10 % до 80 %, с пределами допускаемой погрешности измерений относительной влажности воздуха ±1,0 %	гигрометр Rotronic HygroPalm, рег. номер ФИФ 26379-04
Раздел 11 Определение метрологических характеристик средства измерений лор	буферные растворы 2-го разряда по ГОСТ 8.135, пределы допускаемой абсолютной погрешности воспроизведения рН ±0,01,	Стандарт-титры для приготовления буферных растворов - рабочих эталонов рН, рег. № 45142-10
	буферные растворы по ГОСТ 8.450-81, абсолютная погрешность воспроизведения ОВП ±3 мВ	Стандарт-титры СТ-ОВП-01, рег. № 61364-15
	диапазон измерений рН от 0 до 14, с пределами допускаемых значений абсолютной погрешности измерений рН ± 0,05	Титратор автоматический, рег. № 56289-14
	диапазон измерения УЭП от 1×10^{-6} См/м до 100 См/м, с пределами допускаемых значений относительной погрешности измерений УЭП ± 0,25 %	Установка кондуктометрическая поверочная КПУ-1-0,15Р, рег. № 31468-06
	Анализатор кислорода – рабочий эталон единицы массовой концентрации растворенного кислорода в воде, диапазон измерений от 0,1 до 20 мг/дм ³ , с пределами относительной погрешности измерений ±2,0 %	Анализатор жидкости многопараметрический inoLab, регистрационный номер рабочего эталона 3.7.АНИЮ.0001.2023
	весы I (специального) класса точности по ГОСТ OIML R 76-1 с абс. погрешностью ±0,5 мг	Весы лабораторные электронные LE 225D, рег. 28158-04
	Диапазон измерений температуры от 0 до +100 °С, пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений температуры ±0,1 °С	Термометр сопротивления платиновый вибропрочный ТСПВ-1.1, рег. № 50256-12
	Диапазон измерений температуры от минус 200 °С до 962 °С, абсолютная погрешность ± 0,1 °С	Измеритель температуры двухканальный прецизионный МИТ 2.05, рег. № 29933-05
	Интервал допускаемых аттестованных значений удельной электрической проводимости от 10,6 до 11,8 См/м, границы допускаемых значений относительной погрешности ±0,25 % (P=0,95)	СО удельной электрической проводимости водных сред (УЭП-1) ГСО 7374-97

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
	Интервал допускаемых аттестованных значений удельной электрической проводимости от 1,23 до 1,32 См/м, границы допускаемых значений относительной погрешности $\pm 0,25\%$ ($P=0,95$)	СО удельной электрической проводимости водных сред (УЭП-2) ГСО 7375-97
	Интервал допускаемых аттестованных значений удельной электрической проводимости от 0,134 до 0,148 См/м, границы допускаемых значений относительной погрешности $\pm 0,25\%$ ($P=0,95$)	СО удельной электрической проводимости водных сред (УЭП-3) ГСО 7376-97
	Интервал допускаемых аттестованных значений удельной электрической проводимости от 0,028 до 0,030 См/м, границы допускаемых значений относительной погрешности $\pm 0,25\%$ ($P=0,95$)	СО удельной электрической проводимости водных сред (УЭП-4) ГСО 7377-97
	Интервал допускаемых аттестованных значений удельной электрической проводимости от 0,0045 до 0,0049 См/м, границы допускаемых значений относительной погрешности $\pm 0,25\%$ ($P=0,95$)	СО удельной электрической проводимости водных сред (УЭП-5) ГСО 7378-97
	мутность по формазиневой шкале от 3800 до 4200 ЕМФ, границы допускаемых значений относительной погрешности $\pm 2,0\%$ при $P=0,95$	СО мутности (формазиновая суспензия) ГСО 7271-96
	диапазон аттестованных значений массовых концентраций нефтепродуктов от 0,475 до 0,525 мг/см ³ с границами допускаемой относительной погрешности аттестованного значения $\pm 0,5\%$ при $P=0,95$;	- СО состава раствора нефтепродуктов в водорастворимой матрице НВМ-9-ЭК ГСО 8654-2005
	Массовая концентрация ионов марганца от 0,95 до 1,05 мг/см ³ , границы допускаемых значений относительной погрешности $\pm 1,0\%$ ($P=0,95$)	СО состава раствора ионов марганца ГСО 7762-2000
	Массовая концентрация ионов меди от 0,95 до 1,05 мг/см ³ , границы допускаемых значений относительной погрешности $\pm 1,0\%$ ($P=0,95$)	СО состава раствора ионов меди ГСО 7764-2000
	Массовая концентрация ионов кадмия от 0,95 до 1,05 мг/см ³ , границы допускаемых значений относительной погрешности $\pm 1,0\%$ ($P=0,95$)	СО состава раствора ионов кадмия ГСО 7472-98

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
	Массовая концентрация ионов свинца от 0,95 до 1,05 мг/см ³ , границы допускаемых значений относительной погрешности ±1,0 % (P=0,95)	СО состава раствора ионов свинца ГСО 7252-96
	Массовая концентрация силикат-ионов (в пересчете на кремний) от 0,95 до 1,05 мг/см ³ , границы допускаемых значений относительной погрешности ±2 % (P=0,95)	СО состава раствора кремния ГСО 8212-2002
	Массовая концентрация ионов хрома от 0,95 до 1,05 г/дм ³ , границы допускаемых значений относительной погрешности ±1,0 % (P=0,95)	СО состава раствора ионов хрома (VI) ГСО 7834-2000
	Массовая концентрация ионов никеля от 0,95 до 1,05 г/дм ³ , границы допускаемых значений относительной погрешности ±1,0 % (P=0,95)	СО состава раствора ионов никеля ГСО 7873-2000
	Массовая концентрация ионов алюминия от 0,95 до 1,05 г/дм ³ , границы допускаемых значений относительной погрешности ±1,0 % (P=0,95)	СО состава раствора ионов алюминия ГСО 7927-2001
	Массовая концентрация ионов цинка от 0,95 до 1,05 мг/см ³ , границы допускаемых значений относительной погрешности ±1,0 % (P=0,95)	СО состава раствора ионов цинка ГСО 7770-2000
	Массовая концентрация борат-ионов от 0,95 до 1,05 г/дм ³ , границы допускаемых значений относительной погрешности ±1,0 % (P=0,95)	СО состава раствора ионов бора ГСО 7337-96
	Массовая концентрация ионов алюминия от 0,95 до 1,05 мг/см ³ , границы допускаемых значений относительной погрешности ±1,0 % (P=0,95)	СО состава раствора ионов железа (III) ГСО 7254-96
	Массовая концентрация фосфат-иона от 0,95 до 1,05 мг/см ³ , границы допускаемых значений относительной погрешности ±1,0 % (P=0,95)	СО состава раствора фосфат-иона ГСО 7018-93
	Массовая концентрация сульфид-ионов от 0,95 до 1,05 г/дм ³ , границы допускаемых значений относительной погрешности ±1,0 % (P=0,95)	СО состава раствора сульфид-ионов ГСО 7861-2000
	Массовая концентрация роданид-ионов от 0,95 до 1,05 г/дм ³ , границы допускаемых значений относительной погрешности ±1,0 % (P=0,95)	СО состава водного раствора роданид-ионов 7618-99
	Массовая концентрация нитрит-ионов от 0,95 до 1,05 г/дм ³ , границы допускаемых	СО состава нитрит-ионов ГСО 7021-93

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
	значений относительной погрешности $\pm 1,0\%$ ($P=0,95$)	
	Массовая концентрация нитрат-ионов от 0,95 до 1,05 г/дм ³ , границы допускаемых значений относительной погрешности $\pm 1,0\%$ ($P=0,95$)	СО состава нитрат-ионов ГСО 6696-93
	Массовая концентрация ионов аммония от 0,95 до 1,05 г/дм ³ , границы допускаемых значений относительной погрешности $\pm 1,0\%$ ($P=0,95$)	СО состава водного раствора ионов аммония ГСО 7015-93
	Массовая концентрация общего азота от 0,475 до 525 г/дм ³ , границы допускаемых значений относительной погрешности $\pm 1,0\%$ ($P=0,95$)	СО состава водных растворов общего азота ГСО 7193-95
	Массовая концентрация общего фосфора от 0,475 до 0,525 г/дм ³ , границы допускаемых значений относительной погрешности $\pm 2,0\%$ ($P=0,95$)	СО состава водного раствора общего фосфора (9А-1) ГСО 7241-96
	Массовая концентрация Неонола АФ 9-12 от 45,0 до 55,0 мг/см ³ , границы допускаемых значений относительной погрешности $\pm 3\%$ ($P=0,95$)	СО состава раствора Неонола АФ-12 ГСО 7421-97 (НПАВ)
	Массовая концентрация анионных ПАВ в растворе от 0,1 до 100,0 мг/см ³ , границы допускаемых значений относительной погрешности $\pm 3\%$ ($P=0,95$)	СО состава раствора анионных поверхностно-активных веществ (ПАВ) ГСО 8578-2004
	Массовая концентрация формальдегида от 0,95 до 1,05 г/дм ³ , границы допускаемых значений относительной погрешности $\pm 1,0\%$ ($P=0,95$)	СО состава раствора формальдегида ГСО 8639-2004
	Массовая концентрация ионов кальция от 0,95 до 1,05 г/дм ³ , границы допускаемых значений относительной погрешности $\pm 1,0\%$ ($P=0,95$)	СО состава водного раствора ионов кальция (19К-1) ГСО 8065-94
	Массовая концентрация ионов магния от 0,95 до 1,05 г/дм ³ , границы допускаемых значений относительной погрешности $\pm 1,0\%$ ($P=0,95$)	СО состава раствора ионов магния 7190-95 (20К-1)
	Массовая концентрация фторид-ионов от 0,95 до 1,05 г/дм ³ , границы допускаемых значений относительной погрешности $\pm 1,0\%$ ($P=0,95$)	СО состава фторид ионов ГСО 8125-2002
	Массовая концентрация хлорид-ионов от 9,5 до 10,5 г/дм ³ , границы допускаемых значений относительной погрешности $\pm 1,0\%$ ($P=0,95$)	СО состава раствора хлорид-ионов ГСО 7436-98

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
	Массовая концентрация бромид-ионов от 0,95 до 1,05 г/дм ³ , границы допускаемых значений относительной погрешности ±1,0 % (P=0,95)	СО состава раствора бромид-ионов ГСО 9329-2009
	Массовая концентрация ионов натрия от 0,95 до 1,05 г/дм ³ , границы допускаемых значений относительной погрешности ±1,0 % (P=0,95)	СО состава водного раствора ионов натрия ГСО 8062-94
	Массовая концентрация ионов натрия от 0,95 до 1,05 г/дм ³ , границы допускаемых значений относительной погрешности ±1,0 % (P=0,95)	СО состава водного раствора ионов калия (18К-1) ГСО 8092-94
	Массовая концентрация ионов натрия от 0,95 до 1,05 г/дм ³ , границы допускаемых значений относительной погрешности ±1,0 % (P=0,95)	СО состава раствора ионов серебра ГСО 9727-2010
	Массовая концентрация ионов мышьяка (III) от 0,095 до 0,105 мг/см ³ , границы допускаемых значений относительной погрешности ±1,0 % (P=0,95)	СО состава раствора ионов мышьяка ГСО 7264-96
	Массовая концентрация активного хлора от 200 до 1000 мг/дм ³ , границы допускаемых значений относительной погрешности ±2,0 % (P=0,95)	СО массовой концентрации активного хлора в воде (АХС СО УНИИМ) ГСО 10138-2012
	Массовая концентрация сульфат-ионов от 0,95 до 1,05 г/дм ³ , границы допускаемых значений относительной погрешности ±1,0 % (P=0,95)	СО состава раствора сульфат-ионов ГСО 6693-93 (4А-1)
	Массовая концентрация сульфат-ионов от 9,5 до 10,5 мг/см ³ , границы допускаемых значений относительной погрешности ±1,0 % (P=0,95)	СО состава раствора сульфат-ионов ГСО 7480-98
	Массовая доля мочевины от 99,00 % до 99,99 %, границы допускаемых значений относительной погрешности ±0,2 % (P=0,95)	СО состава мочевины (МЧ-ВНИИМ) ГСО 11918-2022
	Массовая концентрация фенола от 0,95 до 1,05 г/дм ³ , границы допускаемых значений относительной погрешности ±3 % (P=0,95)	СО состава раствора фенола в метаноле ГСО 7353-97
	Окисляемость перманганатная (расход кислорода на 1 см ³ образца) от 0,95 до 1,05 мг/см ³ , границы допускаемых значений относительной погрешности ±1,0 % (P=0,95)	СО перманганатной окисляемости воды ГСО 7797-2000
	Химическое потребление кислорода (ХПК) от 9500 до 10500 мг/дм ³ , границы	СО бихроматной окисляемости воды (ХПК) ГСО 7425-97

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
	допускаемых значений относительной погрешности $\pm 1,5\%$ ($P=0,95$)	
	Диапазон аттестованных значений массовой доли калия фталевокислого кислого от 99,950 % до 100,00 %, абсолютная погрешность $\pm 0,030\%$ при $P=0,95$	СО состава калия фталевокислого кислого (бифталата калия) 1-го разряда ГСО 2216-81
	Цветность (хром-кобальтовая шкала) от 4750 до 5250 градусов цветности, границы допускаемых значений относительной погрешности $\pm 1,5\%$ ($P=0,95$)	СО цветности водных растворов ГСО 8214-2000
	Массовая доля карбоната натрия от 99,950 до 100,000 %, границы допускаемых значений абсолютной погрешности $\pm 0,030\%$ ($P=0,95$)	СО массовой доли карбоната натрия в карбонате натрия высокой чистоты (Na_2CO_3 СО УНИИМ) ГСО 10450-2014
	Общая жесткость от 99 до 101 °Ж, границы допускаемых значений относительной погрешности $\pm 1,0\%$ ($P=0,95$)	СО общей жесткости воды ГСО 9118-2008
	Молярная концентрация ионов водорода в растворе соляной кислоты от 0,099 до 0,110 моль/дм ³ , границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения СО $\pm 0,05\%$ ($P=0,95$)	СО состава раствора соляной кислоты ГСО 9654-2010
	Массовая доля калия двуххромовокислого (бихромата калия) от 99,950 до 100,000, границы допускаемых значения абсолютной погрешности аттестованного значения СО $\pm 0,030\%$ ($P=0,95$)	СО состава калия двуххромовокислого (бихромата калия) 1-го разряда ГСО 2215-81

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
	<p>Вспомогательные средства поверки:</p> <p>колбы мерные, цилиндры II класса точности по ГОСТ 1770</p> <p>пипетки II класса точности по ГОСТ 29169, ГОСТ 29227</p> <p>вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144-2018</p> <p>кислород газообразный технический первого или второго сорта по ГОСТ 5583-78</p> <p>генератор озона, производительность 1000 мг/ч</p> <p>стандарт-титр йода, молярная концентрация 0,1 моль/дм³ (0,1 н) по ТУ 2642-001-33813273</p> <p>стандарт-титр пентагидрата тиосульфата натрия (Na₂S₂O₃·5H₂O), молярная концентрация 0,1 моль/дм³ (0,1 н) по ТУ 2642-001-33813273</p> <p>стандарт-титр серной кислоты, молярная концентрация 0,05 моль/дм³ по ТУ 2642-001-33813273</p> <p>йодид калия ч.д.а. по ГОСТ 4232</p> <p>кислота серная х.ч. по ГОСТ 4204</p> <p>кислота соляная х.ч. по ГОСТ 3118</p> <p>карбона натрия х.ч. по ГОСТ 4201</p> <p>этиленгликоль ч.д.а по ГОСТ 10164</p> <p>гидразин сернокислый ч.д.а по ГОСТ 5841</p> <p>гидроксид натрия х.ч. по ГОСТ 4328</p> <p>гипохлорит натрия марка А или Б по ГОСТ 11086</p> <p>гидрофосфат натрия ч.д.а. по ГОСТ 11773</p> <p>гидрофосфат натрия двенадцативодный ч.д.а. по ГОСТ 4172</p> <p>дигидрат натриевой соли этилендиамина тетра-уксусной кислоты дигидрат (трилон Б, ЭДТА) х.ч. по ГОСТ 10652</p> <p>кислота серная ос.ч по ГОСТ 14262</p> <p>кислота борная ч.д.а. или х.ч. по ГОСТ 9656</p> <p>пентагидрат сульфата меди ч.д.а. или х.ч. по ГОСТ 4165</p> <p>сульфат калия ч.д.а. или х.ч. по ГОСТ 4145</p> <p>перекись водорода ч.д.а. или х.ч. по ГОСТ 10929</p>	

6.2 Средства измерений, применяемые при поверке, должны быть поверены, стандартные образцы должны иметь действующий паспорт.

6.3 Допускается использовать при поверке другие средства измерений утвержденного типа и поверенные, другие стандартные образцы утвержденного типа в пределах срока годности с соответствующими аттестованными характеристиками, удовлетворяющие метрологическим требованиям, указанным в таблице 11.

7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

7.1 При проведении поверки должны быть соблюдены «Правила по охране труда при эксплуатации электроустановок», утвержденные Приказом Минтруда России №903н от 15 декабря 2020 г., требования ГОСТ 12.2.007.0.

8 Внешний осмотр средства измерений

8.1 При внешнем осмотре установить:

- соответствие внешнего вида анализатора сведениям, приведенным в описании типа;
- отсутствие видимых повреждений анализатора;
- соответствие комплектности, указанной в РЭ;
- четкость обозначений и маркировки;
- наличие установленных пломб.

8.2 В случае если при внешнем осмотре анализатора выявлены повреждения или дефекты, способные оказать влияние на безопасность проведения поверки или результаты поверки, то поверка может быть продолжена только после устранения этих повреждений или дефектов.

9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

9.1 Анализатор подготовить к работе в соответствии с РЭ.

9.2 Подготовить стандартные образцы утвержденных типов (далее – ГСО), предусмотренные в качестве средств поверки в соответствии с инструкциями по применению.

9.3 Опробование

Провести контроль условий поверки с помощью термогигрометра в соответствии с таблицей 3.

Включить анализатор и запустить пробную процедуру измерения дистиллированной воды или рабочего водного раствора. Убедиться, что анализатор функционирует и результаты измерения выводятся на дисплей анализатора.

10 Проверка программного обеспечения средства измерений

10.1 Провести проверку идентификационных данных ПО анализатора. Идентификационные данные отображаются при обращении к соответствующему подпункту меню анализатора.

- для ЭКОСТАБ ПРО, ЭКОСТАБ ПРО ЭКОМАК, ЭКОСТАБ ПРО ЭКОМАК Лаб: в главном меню выбрать "СЕРВИС", на экране "СЕРВИС" выбрать "О ПРОГРАММЕ", появится окно с наименованием и версией ПО.

- для ЭКОСТАБ ПРО мини: стрелками на экране выбрать пункт меню "НАСТРОЙКИ", в меню выбрать "ИНФОРМАЦИЯ", на экране появится версия и наименование текущего ПО

- для ЭКОСТАБ ПРО лайт: версия ПО отображается при включении прибора.

Идентификационные данные ПО должны соответствовать указанным в таблице 12.

Таблица 12 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные	Исполнение				
	ЭКОСТАБ ПРО	ЭКОСТАБ ПРО лайт	ЭКОСТАБ ПРО мини	ЭКОСТАБ ПРО ЭКОМАК	ЭКОСТАБ ПРО ЭКОМАК Лаб
Идентификационное наименование ПО	-	-	-	-	-
Номер версии ПО	не ниже 1.0	не ниже 1.0	не ниже 1.0	не ниже 1.0	не ниже 1.0
Цифровой идентификатор ПО	-	-	-	-	-

11 Определение метрологических характеристик средства измерений

11.1 Проверка диапазона измерений и абсолютной погрешности измерений pH и ОВП

11.1.1 Провести измерения pH четырех буферных растворов – рабочих эталонов pH, воспроизводящих значения pH=1,65, pH=4,01, pH=6,86 и pH=9,18 (допускается также использовать буферные растворы pH=7,00 и pH=10,00) при температуре растворов (25±0,2) °С. Измерения провести не менее трех раз на каждом буферном растворе.

11.1.2 Абсолютную погрешность измерений ОВП определить с использованием стандарт-титров СТ-ОВП-01 или с использованием рабочих проб, приготовленных в соответствии с ГОСТ 8.450.

Провести не менее пяти измерений ОВП в двух точках диапазона измерений ОВ: 298 мВ и 605 мВ.

11.2 Проверка диапазона измерений, абсолютной и относительной погрешности измерений удельной электрической проводимости

Проверку диапазонов измерений, абсолютной и относительной погрешности измерений УЭП провести с использованием стандартных образцов и с использованием установки кондуктометрической поверочной и рабочих растворов.

Подготовить растворы стандартных образцов УЭП к измерениям в соответствии с инструкцией по применению ГСО. Рабочие пробы приготовить в соответствии Р 50.2.021-2002 в части диапазона измерений удельной электрической проводимости, не закрываемой стандартными образцами УЭП.

Датчик измерения УЭП погрузить в первый приготовленный раствор. Провести не менее трех измерений УЭП. Повторить измерения и расчеты для других ГСО или рабочих проб.

11.3 Проверка абсолютной погрешности измерений температуры с датчиками pH и ОВП, с датчиками УЭП и отдельным температурным датчиком

Абсолютную погрешность измерения температуры жидкости определяют не менее чем на трех точках диапазона (начале, середине и в конце диапазона) с помощью воды дистиллированной и термометра ТЛ-4 или государственного эталона единицы температуры.

Провести измерения температуры контролируемой среды не менее трех раз при температуре примерно 15, 50, 80 °С.

11.4 Проверка диапазона измерений и абсолютной погрешности измерений массовой концентрации растворенного кислорода

Абсолютную погрешность измерений массовой концентрации растворенного кислорода определить с использованием рабочих проб и анализатора жидкости многопараметрического inoLab.

Примечание: рабочие пробы создать с помощью кислорода газообразного технического по ГОСТ 5583-77 путем пропускания его в воду дистиллированную.

Провести не менее трех измерений массовой концентрации растворенного кислорода в каждом поддиапазоне измерений на рабочих пробах с помощью испытываемого анализатора и анализатора жидкости многопараметрического inoLab.

11.5 Проверка диапазона измерений и абсолютной погрешности измерений массовой концентрации компонента (ионов марганца, меди, кадмия, свинца, кремния, хрома (VI), общего хрома, никеля, алюминия, цинка, бора, железа, фосфат-ионов, сульфид-ионов, цианид-ионов, нитрит-ионов, натрат-ионов, ионов аммония, общего азота, общего фосфора, неионогенных ПАВ, анионных ПАВ, этиленгликоля, кальция, магния, фторид-ионов, хлорид-ионов, бромид-ионов, натрия, калия, серебра, мышьяка, гидразина, монохлорамина, остаточного хлора, диоксида хлора, сульфат-ионов, карбамида (мочевина), фенола, а также абсолютной погрешности измерений перманганатной окисляемости (ПО), химического потребления кислорода (ХПК), общего органического углерода (ООУ), цветности, щелочности, кислотности, жесткости, мутности, массовой концентрации взвешенных веществ и массовой концентрации нефтепродуктов)

Для каждого компонента (показателя) и проверяемого диапазона измерений приготовить не менее двух контрольных растворов с аттестованными значениями массовой концентрации компонента (показателя), соответствующими началу и концу диапазона (при наличии поддиапазонов измерений необходимо обеспечить по одной точке в каждом поддиапазоне измерений).

Приложение А - метод последовательного разбавления из ГСО, процедуры приготовления контрольных растворов с известными значениями массовой концентрации взвешенных веществ, цветности, массовой концентрации общего органического углерода;

Приложение Б – процедура приготовления контрольных растворов с известными значениями мутности;

Приложение В – процедура приготовления контрольных растворов с известными значениями массовой концентрации гидразина и массовой концентрации этиленгликоля;

Приложение Г – процедура приготовления контрольных растворов с известными значениями кислотности и щелочности;

Приложение Д – процедура приготовления контрольных растворов с известными значениями массовой концентрации диоксида хлора;

Приложение Е – процедура приготовления контрольных растворов с известными значениями массовой концентрации карбамида (мочевины).

Провести не менее трех измерений массовой концентрации компонента (показателя) в каждом контрольном растворе.

11.6 Проверка диапазона измерений и среднеквадратического отклонения измерений массовой концентрации озона

Среднеквадратическое отклонение измерений массовой концентрации озона определить с использованием рабочих проб.

Примечание: рабочие пробы создать с помощью генератора озона путем пропускания озона в воду дистиллированную.

Провести пять измерений массовой концентрации озона рабочих проб с помощью испытываемого анализатора не менее, чем в двух точках диапазона измерений, соответствующих началу и концу диапазона измерений.

12 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

12.1 По результатам измерений, полученным по п. 11.1.1, для каждого раствора вычислить абсолютную погрешность измерений (ΔpH) по формуле

$$\Delta pH_{ij} = pH_{ij} - pH_{iэт}, \quad (1)$$

где pH_{ij} - j -е измеренное значение рН i -го буферного раствора;

$pH_{iэт}$ - значение рН, воспроизводимое i -ым буферным раствором при температуре 25 °С.

Значения абсолютной погрешности измерений рН должны удовлетворять требованиям, приведенным в таблице 1.

12.2 По результатам измерений, полученным по п. 11.1.2, для каждого раствора рассчитать абсолютную погрешность измерений ОВП определить по формуле

$$\Delta X_i = X_{измi} - X_{эти}, \quad (2)$$

где $X_{измi}$ - i -ое значение ОВП, измеренное анализатором, мВ;

$X_{эти}$ - i -ое значение ОВП, воспроизводимое стандарт-тиром ОВП или раствором, приготовленным в соответствии с ГОСТ 8.450, мВ;

Значения абсолютной погрешности измерений ОВП должны удовлетворять требованиям, приведенным в таблице 1.

12.3 По результатам измерений, полученным по п. 11.2, для каждого раствора рассчитать абсолютную и относительную погрешности измерения УЭП по формулам:

$$\Delta_{pi} = \kappa_{ij} - A_i, \quad (3)$$

$$\delta_{pi} = \frac{\kappa_{ij} - A_i}{A_i} \cdot 100, \quad (4)$$

где κ_{ij} - j -е измеренное значение УЭП i -го раствора, См/см;

A_i - аттестованное значение УЭП в i -ом стандартном образце в соответствии с паспортом или измеренное с помощью установки поверочной кондуктометрической, См/см.

Полученные значения абсолютной и относительной погрешности измерений УЭП должны удовлетворять требованиям, приведенным в таблице 2.

12.4 По результатам измерений, полученным по п. 11.3, рассчитать абсолютную погрешность измерений температуры по формуле

$$\Delta_{ti} = t_{изми} - t_{эти}, \quad (5)$$

где $t_{изми}$ - i -ое значение температуры жидкости, измеренное анализатором, °С;

$t_{эти}$ - i -ое значение температуры жидкости, измеренное с помощью термометра сопротивления платинового вибропрочного ТСРВ-1.1 и измерителя температуры двухканального прецизионного МИТ 2.05, °С.

Полученные значения Δ_i должны удовлетворять требованиям, приведенным в таблицах 1-3.

12.5 По результатам измерений, полученным по п. 11.4, рассчитать абсолютную погрешность измерений массовой концентрации растворенного кислорода по формуле

$$\Delta(O_2)_{Xi} = X(O_2)_{изми} - X(O_2)_{эти}, \quad (6)$$

где $X(O_2)_{изми}$ - i -ое значение массовой концентрации растворенного кислорода, мг/дм³;

$X(O_2)_{эти}$ - i -ое значение массовой концентрации растворенного кислорода, измеренное рабочим эталоном единицы растворенного кислорода, мг/дм³;

Полученные значения абсолютной погрешности измерений массовой концентрации растворенного кислорода должны удовлетворять требованиям, приведенным в таблице 4.

12.6 По результатам измерений, полученным по п. 11.5, рассчитать абсолютную погрешность измерений массовой концентрации компонента (ионов марганца, меди, кадмия,

свинца, кремния, хрома (VI), общего хрома, никеля, алюминия, цинка, бора, железа, фосфат-ионов, сульфид-ионов, цианид-ионов, нитрит-ионов, натрат-ионов, ионов аммония, общего азота, общего фосфора, неионогенных ПАВ, анионных ПАВ, этиленгликоля, кальция, магния, фторид-ионов, хлорид-ионов, бромид-ионов, натрия, калия, серебра, мышьяка, гидразина, монохлорамина, остаточного хлора, диоксида хлора, сульфат-ионов, карбамида (мочевины), фенола, а также абсолютной погрешности измерений перманганатной окисляемости (ПО), химического потребления кислорода (ХПК), общего органического углерода (ООУ), цветности, щелочности, кислотности, жесткости, мутности, массовой концентрации взвешенных веществ и массовой концентрации нефтепродуктов) по формуле

$$\Delta_{ij} = C_{ij} - C_{izm}, \quad (7)$$

где C_{ij} - j -ое измеренное значение массовой концентрации определяемого компонента (показателя) в i -ом контрольном растворе, мг/дм³ (°Ж) (ммоль/дм³) (ЕМФ);

C_{izm} - расчетное значение массовой концентрации определяемого компонента (показателя) в i -ом контрольном растворе, мг/дм³ (°Ж) (ммоль/дм³) (ЕМФ).

Полученные значения абсолютной погрешности измерений массовой концентрации компонента (показателя) должны удовлетворять требованиям, приведенным в таблицах 5-7, 9.

12.7 По результатам измерений, полученным по п. 11.6, рассчитать среднеквадратическое отклонение измерений массовой концентрации озона по формуле

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n=5} (X(O_3)_{izm i} - \bar{X}(O_3))^2}{n-1}}, \quad (8)$$

где $X(O_3)_{izm i}$ - i -ое значение массовой концентрации озона, мг/дм³;

$\bar{X}(O_3)$ - среднее арифметическое значение массовой концентрации озона, мг/дм³

Полученные значения среднеквадратического отклонения измерений массовой концентрации озона должны удовлетворять требованиям, приведенным в таблице 8.

13 Оформление результатов поверки

13.1 Оформляют протокол проведения поверки в произвольной форме.

13.2 При положительных результатах поверки анализатор признают пригодным к применению. Нанесение знака поверки на анализатор не предусмотрено.

13.3 При отрицательных результатах поверки анализатор признают непригодным к применению.

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

13.5 Сведения о результатах поверки передают в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в соответствии с установленным порядком. В сведениях о результатах поверки приводят данные об объеме проведенной поверки и о составе СИ.

и.о. зав. лаб. 241 УНИИМ – филиала
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»



О.С. Голынец

ПРИЛОЖЕНИЕ А

(обязательное)

Процедура приготовления растворов на основе метода последовательного разбавления ГСО

А.1 Приготовить ГСО в соответствии с его инструкцией по применению.

А.2 Для приготовления растворов заданной концентрации использовать коэффициент пересчета в соответствии с таблицей А.1

Таблица А.1. - Коэффициент для перевода концентрации

Указанная химическая форма СО	Требуемая химическая форма показаний прибора	Умножить на
Роданид-ион CNS^-	Цианид-ион CN^-	0,45

А.3 Последовательность приготовления растворов на основе разбавления ГСО с известными значениями массовой концентрации компонентов и жесткости.

Растворы готовятся путем последовательного разбавления стандартного образца.

А.3.1 В чистую, сухую мерную колбу отобрать аликвотную часть исходного ГСО объемом, вычисляемым по формуле

$$V = \frac{A_i V_z}{A_1}, \quad (\text{A.1})$$

где A_1 - значение массовой концентрации компонента в исходном ГСО (приведено в паспорте), мг/дм³; A_i - значение концентрации, которое необходимо приготовить, мг/дм³;

V_z - заданный объем мерной колбы, необходимый для проведения поверки анализатора, дм³.

А.3.2 Затем колбу заполнить дистиллированной водой, закрыть и тщательно перемешать.

А.3.3 Абсолютную погрешность аттестованного значения приготовленных растворов ($P=0,95$) рассчитать по формуле

$$\Delta A_i = A_i \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta A_1}{A_1}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V}{V}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V_z}{V_z}\right)^2}, \quad (\text{A.2})$$

где ΔA_1 - абсолютная погрешность массовой концентрации компонента в исходном ГСО (приведено в паспорте), мг/дм³; $\Delta V, \Delta V_z$ - погрешность используемой мерной посуды, дм³.

А.3.4 Растворы на основе разбавления ГСО применяют для поверки анализатора только в день приготовления.

А.4 Последовательность приготовления растворов с известным значением массовой концентрации взвешенных веществ

А.4.1 Приготовление исходного контрольного раствора

Для приготовления контрольных растворов используется стандартный образец ГСО 6541-92.

Мерную колбу вместимостью 100 см³ наполняют дистиллированной водой на треть, вносят навеску ГСО 6541-92, массой, рассчитанной по формуле А.3, и доводят до метки дистиллированной водой, тщательно перемешивают

Массу навески стандартного образца (г) рассчитывают по формуле

$$m = \frac{C_0 \cdot 100 \cdot V_k}{A \cdot 10^6}, \quad (\text{A.3})$$

где C_0 - значение массовой концентрации взвешенных веществ в приготавливаемом растворе (200 мг/дм³), мг/дм³;

V_k - объем мерной колбы, см³;

A - аттестованное значение массовой доли нерастворимых веществ каолина на твердой основе стандартного образца, приведено в паспорте на СО, %.

А.4.2 Последовательность приготовления растворов на основе разбавления исходного контрольного раствора с известным значением массовой концентрации взвешенных веществ провести аналогично п.п. А.3.1 – А.3.4.

А.5 Последовательность приготовления растворов с известным значением цветности

А.5.1 Приготовление исходного контрольного раствора известным значением цветности

Для приготовления контрольного раствора используется стандартный образец ГСО 8214-2002 цветности водных растворов.

Мерную колбу вместимостью 100 см³ наполняют дистиллированной водой на треть, вносят аликвоту ГСО 8214-2002, рассчитанную по формуле А.1, и доводят до метки дистиллированной водой, тщательно перемешивают.

А.5.3 Последовательность приготовления растворов на основе разбавления исходного контрольного раствора с известным значением цветности провести аналогично п.п. А.3.1 – А.3.4.

А.6 Последовательность приготовления растворов с известным значением массовой концентрации общего органического углерода

А.6.1 Приготовление исходного контрольного раствора с известным значением массовой концентрации общего органического углерода

Для приготовления контрольных растворов используется стандартный образец состава калия фталевокислого кислого ГСО 2216-81.

Мерную колбу вместимостью 100 см³ наполняют дистиллированной водой на треть, вносят навеску ГСО 2216-81, массой, рассчитанной по формуле А.4, и доводят до метки дистиллированной водой, тщательно перемешивают.

Массу навески стандартного образца (г) рассчитывают по формуле

$$m = \frac{C(OOU) \cdot V_{м.к.} \cdot 10^{-4}}{\omega} \cdot \frac{M_{C_8H_5O_4K}}{M_C}, \quad (A.4)$$

где $C(OOU)$ - значение массовой концентрации общего органического углерода (ООУ), которое соответствует верхнему значению диапазона измерений, мг/дм³;

ω - аттестованное значение массовой доли калия фталевокислого кислого, %;

$V_{м.к.}$ - заданный объем мерной колбы, см³;

$M_{C_8H_5O_4K}$ - молярная масса калия фталевокислого кислого (204,22 г/моль), г/моль;

M_C – молярная масса углерода (12,01 г/моль), г/моль.

А.6.2 Последовательность приготовления растворов на основе разбавления исходного контрольного раствора с известным значением массовой концентрации общего органического углерода провести аналогично п.п. А.3.1 – А.3.4.

ПРИЛОЖЕНИЕ Б
(обязательное)

Процедура приготовления растворов на основе разбавления ГСО

Б.1 Приготовление растворов с известными значениями мутности

Приготовление растворов с известными значениями мутности (путем последовательного разбавления исходного ГСО 7271-96 с аттестованным значением мутности 4000 ЕМФ:

- порядок приготовления растворов заключается в отборе в чистую мерную колбу аликвоты ГСО 7271-96 или раствора в соответствии с таблицей Б.1, доведения колбы до метки очищенной дистиллированной водой и тщательным перемешиванием содержимого колбы.

Таблица Б.1 Процедура приготовления растворов с известными значениями мутности

№	Наименование раствора	V_{al} , см ³	V_{mk} , см ³	Значение мутности A , ЕМФ	Абсолютная погрешность значения мутности ΔA , ЕМФ
1	ГСО 7271-96	-	-	4000,00	40,00
2	Раствор №1, готовится из ГСО 7271-96	25,0	100,00	1000,00	10,10*
3	Раствор №2, готовится из ГСО 7271-96	50,0	100,00	500,00	5,5*
4	Раствор №3, готовится из раствора № 2	10,00	100,00	50,00	0,40*
5	Раствор № 4, готовится из раствора № 3	4,00	100,00	2,00	0,25*
6	Раствор № 5, готовится из раствора № 4	2,50	100,00	0,50	0,05*

*Примечание: при расчете погрешности аттестованного значения учитывали: погрешность от процедуры приготовления; погрешность аттестованного значения ГСО 7271-96 или раствора; погрешность от разбавления исходного ГСО очищенной водой, величина мутности которой менее 0,05 ЕМФ (подтверждено измерениями мутности воды с помощью мутномеров)

. Формула для расчета погрешности аттестованного значения мутности в растворах

$$\Delta A = \sqrt{\left(\frac{V_{al}}{V_{mk}}\right)^2 \Delta A^2 + \left(\frac{A}{V_{mk}}\right)^2 \Delta V_{al}^2 + \left(\frac{A \cdot V_{al} + X_{H_2O} \cdot V_{H_2O}}{V_{mk}^2}\right)^2 \Delta V_{al}^2 + \left(\frac{V_{H_2O}}{V_{mk}}\right)^2 \Delta X_{H_2O}^2 + \left(\frac{X_{H_2O}}{V_{H_2O}}\right)^2 \Delta V_{H_2O}^2}$$

(Б.1)

где A - аттестованное значение мутности ГСО 7271-96 (приведено в паспорте) или раствора в соответствии с таблицей А1, ЕМФ; ΔA - погрешность значение мутности ГСО 7271-96 или раствора, в соответствии с таблицей А1, ЕМФ; V_{mk} - объем мерной колбы, см³; V_{al} - объем отбираемой аликвоты ГСО 7271-96 или раствора, см³; V_{H_2O} - объем очищенной воды, см³; $\Delta V_{mk} = \pm 0,2$ см³ - погрешность измерений объема мерной колбы, см³; $\Delta V_{al} = \pm 0,05$ см³ - погрешность измерений объема отбираемой аликвоты ГСО 7271-96 или раствора; X_{H_2O} - мутность очищенной воды, ЕМФ (в расчета принималась за нуль, что подтверждено измерениями мутности с помощью мутномера универсального 2100 N (Госреестр № 26091-03), имеющий абсолютную погрешность измерений мутности $\pm 0,05$ ЕМФ в диапазоне измерений (0,05 – 2,0) ЕМФ; $\Delta X_{H_2O} = \pm 0,05$ ЕМФ - погрешность измерений мутности очищенной воды с помощью мутномера универсального 2100 N.

ПРИЛОЖЕНИЕ В

(обязательное)

Процедура приготовления растворов на основе гидразина сернокислового и этиленгликоля

В.1 Процедура приготовления растворов на основе гидразина сернокислового ч.д.а.

В.1.1 Приготовление исходного контрольного раствора на основе гидразина сернокислового ч.д.а. по ГОСТ 5841 с номинальным значением массовой концентрации гидразина - 100 мг/дм³.

В мерную колбу вместимостью 1 дм³ внести навеску 0,40 г гидразина сернокислового, довести объем раствора до метки дистиллированной водой.

В.1.2 Действительное значение массовой концентрации гидразина в приготовленном растворе определяют с использованием титратора автоматического.

В.1.3 Методика измерений массовой концентрации гидразина в растворе титриметрическим методом

Сущность метода определения массовой концентрации гидразина заключается в том, что в нейтральной и щелочной среде йод реагирует с гидразином по реакции:



Для определения концентрации гидразина в щелочных и нейтральных растворах применяют метод прямого титрования раствором йода. Определению массовой концентрации гидразина в анализируемых растворах мешает присутствие ионов железа II и III, которое устраняется связыванием их в гидроксиды при добавлении раствора аммиака.

Средства измерения, реактивы:

- весы лабораторные I (специального) класса точности по ГОСТ OIML R 76-1 с абс. погрешностью $\pm 0,5$ мг (рег.номер в ФИФ 28158-04);
- титратор автоматический серии Excellence, диапазон измерений массовой доли веществ в пробе в режиме титрования с точкой эквивалентности или до заданного потенциала от 0,0001 до 100 %, отн. погрешность ± 3 % (рег.номер в ФИФ 65147-16);
- пипетки градуированные ГОСТ 29227;
- пипетки с одной меткой ГОСТ 29169;
- цилиндры вместимостью 25 см³, 100 см³ по ГОСТ 1770;
- стандартный образец состава калия двуххромовокислого (бихромата калия) 1-го разряда ГСО 2215-81 (массовая доля калия двуххромовокислого (бихромата калия) от 99,950 % до 100,000 %, абсолютная погрешность $\pm 0,030$ %);
- вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144;
- стандарт-титр йода с молярной концентрацией 0,1 моль/дм³ (0,1 н) для приготовления 500 см³ раствора по ТУ 2642-001-33813273;
- йодид калия, ч.д.а. по ГОСТ 4232;
- кислота серная по ГОСТ 4204, раствор с массовой долей 25 %;
- стандарт-титр пентагидрата тиосульфата натрия (Na₂S₂O₃·5H₂O) с молярной концентрацией 0,1 моль/дм³ (0,1 н) по ТУ 2642-001-33813273,
- кислота соляная по ГОСТ 3118, х.ч., раствор с молярной концентрацией (СНCl)=0,5 моль/дм³ (0,5 н.)
- карбона натрия х.ч. по ГОСТ 4201.

Определение молярной концентрации йода

Определение молярной концентрации раствора йода (C=(1/2 J₂) моль/дм³ (0,1 н) проводят в соответствии с ГОСТ 25794.2 п. 2.3 по раствору тиосульфата натрия (Na₂S₂O₃·5H₂O 0,1 моль/дм³ (0,1 н)), определение молярной концентрации которого осуществляют, в соответствии с ГОСТ 25794.2 п. 2.11 по стандартному образцу бихромата калия (ГСО 2215-81) в день проведения измерений.

Порядок выполнения измерений

В колбу для титрования вместимостью 250 см³ помещают аликвоту раствора гидразина объемом 10 см³, приготовленного по п. В.1. Приливают 5 см³ раствора соляной кислоты 0,5 моль/дм³, 20 см³ воды дистиллированной и добавляют (1,0 \pm 0,1) г карбоната натрия. Титруют

раствором йода, используя метод потенциометрического титрования с автоматическим определением конечной точки титрования, по максимуму на дифференциальной кривой (или до появления желтой окраски, не исчезающей в течение 2-3 минут).

Обработка результатов измерений

Массовую концентрацию гидразина (A , мг/дм³) вычисляют по формуле

$$A = \frac{C_{J_2} \cdot V_{J_2} \cdot M_{\text{экв}N_2H_4} \cdot 1000}{V_{N_2H_4}}, \quad (B.2)$$

где C_{J_2} - соляная концентрация раствора йода, моль/дм³;

V_{J_2} - объем раствора йода, пошедший на титрование, см³;

$M_{\text{экв}N_2H_4}$ - молярная масса эквивалента гидразина, г-экв/моль;

$V_{N_2H_4}$ - объем аликвоты раствора гидразина, см³.

За результат измерений принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений. Относительная погрешность измерений составляет не более $\pm 3\%$.

Допускается применение других методик измерений, аттестованных в установленном порядке, обеспечивающих запас по точности в полтора – два раза и обеспечивающих прослеживаемость до единиц СИ.

В.1.4 Последовательность приготовления растворов на основе разбавления исходного контрольного раствора с известным значением массовой концентрации гидразина провести аналогично п.п. А.3.1 – А.3.4.

В.2 Процедура приготовления растворов на основе этиленгликоля

В.2.1 Приготовление исходного контрольного раствора на основе этиленгликоля квалификации ч.д.а по ГОСТ 10164 с номинальным значением массовой концентрации этиленгликоля – 600 мг/дм³.

В мерную колбу вместимостью 1 дм³ внести навеску 0,6 г этиленгликоля, довести объем раствора до метки дистиллированной водой.

В.2.2 Действительное значение массовой концентрации этиленгликоля в приготовленном растворе определяют с использованием титратора автоматического.

В.2.3 Методика измерений массовой концентрации этиленгликоля в растворе титриметрическим методом

Сущность метода определения массовой концентрации этиленгликоля заключается в том, что этиленгликоль окисляется в кислом растворе дихроматом калия с образованием воды и углекислоты. Избыток дихромата калия оттитровывается обратно тиосульфатом натрия.

Средства измерения, реактивы:

- весы лабораторные I (специального) класса точности по ГОСТ OIML R 76-1 с абс. погрешностью $\pm 0,5$ мг (рег.номер в ФИФ 28158-04);

- титратор автоматический серии Excellence, диапазон измерений массовой доли веществ в пробе в режиме титрования с точкой эквивалентности или до заданного потенциала от 0,0001 до 100 %, отн. погрешность $\pm 3\%$ (рег.номер в ФИФ 65147-16);

- пипетки градуированные ГОСТ 29227;

- пипетки с одной меткой ГОСТ 29169;

- цилиндры вместимостью 25 см³, 100 см³ по ГОСТ 1770;

- стандартный образец состава калия двуххромовокислого (бихромата калия) 1-го разряда ГСО 2215-81 (массовая доля калия двуххромовокислого (бихромата калия) от 99,950 % до 100,000 %, абсолютная погрешность $\pm 0,030\%$);

- вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144;

- стандарт-титр пентагидрата тиосульфата натрия ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$) с молярной концентрацией 0,1 моль/дм³ (0,1 н) по ТУ 2642-001-33813273.

Приготовление раствора дихромата калия 0,1 моль/дм³ (точно)

Раствор приготовить из материала ГСО 2215-81, предварительно высушив его при температуре 180°C до постоянной массы. Отбирают навеску ГСО 2215-81 состава калия двуххромовокислого (бихромата калия) 1-го разряда массой, рассчитанной по формуле (В.3). Поместить навеску в мерную колбу, довести до метки водой дистиллированной.

$$m_{K_2Cr_2O_7} = \frac{C \cdot M_{\text{эвб}} \cdot V \cdot 100}{\omega \cdot 1000}, \quad (\text{В.3})$$

где C - молярная концентрация раствора дихромата калия (0,1 моль/дм³), моль/дм³;

M - молярная масса эквивалента дихромата калия, 294,185/6=49,0308 г-эвб/моль;

V - объем мерной колбы, см³;

ω - аттестованное значение ГСО 2215-81 – массовая доля дихромата калия- приведено в паспорте на ГСО, %.

Определение молярной концентрации тиосульфата натрия

Определение молярной концентрации раствора тиосульфата натрия проводят в соответствии с ГОСТ 25794.2 п. 2.11 с помощью стандартного образца бихромата калия (ГСО 2215-81) в день проведения измерений.

Порядок выполнения измерений

В колбу для титрования вместимостью 250 см³ помещают аликвоту раствора этиленгликоля объемом 5 см³, приготовленного по п. В.2. Приливают 50 см³ воды дистиллированной и 30 см³ раствора дихромата калия 0,1 моль/дм³. Оставляют на 30 минут для протекания реакции, затем титруют раствором тиосульфата натрия, используя метод потенциометрического титрования с автоматическим определением конечной точки титрования, по максимуму на дифференциальной кривой.

Обработка результатов измерений

Массовую концентрацию этиленгликоля (A , мг/дм³) вычисляют по формуле

$$A = \frac{(C_{K_2Cr_2O_7} \cdot V_{K_2Cr_2O_7} - C_{Na_2S_2O_3} \cdot V_{Na_2S_2O_3}) \cdot M_{\text{эвб}C_2H_4(OH)_2} \cdot 1000}{V_{C_2H_4(OH)_2}}, \quad (\text{В.4})$$

где $C_{K_2Cr_2O_7}$ - молярная концентрация дихромата калия (0,1 моль/дм³), моль/дм³;

$V_{K_2Cr_2O_7}$ - объем избытка раствора дихромата калия (30 см³), см³;

$C_{Na_2S_2O_3}$ - молярная концентрация тиосульфата натрия, моль/дм³;

$V_{Na_2S_2O_3}$ - объем раствора тиосульфата натрия, пошедший на титрование, см³;

$M_{\text{эвб}C_2H_4(OH)_2}$ - молярная масса эквивалента этиленгликоля, г/моль.

За результат измерений принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений. Относительная погрешность измерений составляет не более $\pm 3\%$.

Допускается применение других методик измерений, аттестованных в установленном порядке, обеспечивающих запас по точности в полтора – два раза и обеспечивающих прослеживаемость до единиц СИ.

В.2.4 Последовательность приготовления растворов на основе разбавления исходного контрольного раствора с известным значением массовой концентрации этиленгликоля провести аналогично п.п. А.3.1 – А.3.4.

ПРИЛОЖЕНИЕ Г

(обязательное)

Процедура приготовления растворов для определения щелочности и кислотности

Г.1 Приготовление растворов с известным значением щелочности

Г.1.1 В чистую, сухую мерную колбу поместить навеску гидроксида натрия квалификации х.ч. по ГОСТ 438 (m , г), вычисляемую по формуле

$$m = C \cdot M \cdot V \cdot 10^{-3}, \quad (\text{Г.1})$$

где C - требуемая молярная концентрация гидроксида натрия (500 ммоль/дм³), ммоль/дм³;

V - объем мерной колбы, дм³;

M - молярная масса гидроксида натрия, г/моль.

Примечание: Гидроксид натрия в процессе хранения подвергается воздействию углекислого газа воздуха с образованием карбонатной пленки. Один из способов удаления карбонатной пленки, покрывающей гидроксид, ополаскивание водой малыми порциями. В данном случае для приготовления раствора берут навеску вещества в количестве, превышающем рассчитанное.

Г.1.2 Затем колбу заполнить дистиллированной водой, закрыть и тщательно перемешать.

Действительное значение молярной концентрации гидроксида щелочи в приготовленном растворе определяют с использованием титратора автоматического.

Г.1.3 Методика измерений молярной концентрации гидроксида натрия (щелочности)

Сущность метода заключается в титровании приготовленных растворов гидроксида натрия стандартным образцом ГСО 9654-2010, который представляет собой раствор соляной кислоты.

Средства измерения, реактивы:

- весы лабораторные I (специального) класса точности по ГОСТ OIML R 76-1 с абс. погрешностью $\pm 0,5$ мг (рег.номер в ФИФ 28158-04);

- титратор автоматический серии Excellence, диапазон измерений массовой доли веществ в пробе в режиме титрования с точкой эквивалентности или до заданного потенциала от 0,0001 до 100 %, отн. погрешность ± 3 % (рег.номер в ФИФ 65147-16);

- пипетки градуированные ГОСТ 29227;

- пипетки с одной меткой ГОСТ 29169;

- цилиндры вместимостью 25 см³, 100 см³ по ГОСТ 1770;

- стандартный образец состава раствора соляной кислоты ГСО 9654-2010, с интервалом допускаемых аттестованных значений от 0,099 до 0,110 моль/дм³ и границами допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения $CO P=0,95 \pm 0,05$ %;

Порядок выполнения измерений

В колбу для титрования вместимостью 250 см³ помещают аликвоту раствора гидроксида натрия объемом 10 см³, приготовленного по п. Г.1. Приливают 50 см³ воды дистиллированной и титруют раствором соляной кислоты, используя метод потенциометрического титрования с автоматическим определением конечной точки титрования, по максимуму на дифференциальной кривой.

Обработка результатов измерений

Молярную концентрацию гидроксида натрия – щелочности (A , ммоль/дм³) вычисляют по формуле

$$A = \frac{(C_{HCl} \cdot V_{HCl}) \cdot 1000}{V_{NaOH}}, \quad (\text{Г.2})$$

где C_{HCl} - молярная концентрация раствора соляной кислоты – аттестованное значение ГСО 9654-2010, моль/дм³;

V_{HCl} - объем раствора соляной кислоты, пошедший на титрование, см³;

V_{NaOH} - объем гидроксида натрия, взятый на анализ, см³.

За результат измерений принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений. Относительная погрешность измерений составляет не более $\pm 3\%$.

Допускается применение других методик измерений, аттестованных в установленном порядке, обеспечивающих запас по точности в полтора – два раза и обеспечивающих прослеживаемость до единиц СИ.

Г.1.4 Последовательность приготовления растворов на основе разбавления исходного контрольного раствора с известным значением молярной концентрации гидроксида натрия провести аналогично п.п. А.3.1 – А.3.4.

Г.2 Определение растворов с известным значением молярной концентрации соляной кислоты (кислотности)

Г.2.1 В чистую, сухую мерную колбу поместить аликвоту соляной кислоты квалификации х.ч. по ГОСТ 3118-77 (V_0 , см³), вычисляемую по формуле

$$V_0 = \frac{C \cdot V}{C_0}, \quad (\text{Г.3})$$

где C - требуемая молярная концентрация соляной кислоты, (0,5 моль/дм³);

V - объем мерной колбы, дм³;

C_0 - молярная концентрация соляной кислоты, моль/дм³ (при плотности 1,19 г/см³ соответствует 12,5 моль/дм³).

Г.2.2 Действительное значение молярной концентрации соляной кислоты в приготовленном растворе определяют с использованием титратора автоматического.

Сущность метода заключается в титровании приготовленных растворов соляной кислоты раствором гидроксида натрия с точной установленной молярной концентрацией.

Средства измерения, реактивы:

- весы лабораторные I (специального) класса точности по ГОСТ OIML R 76-1 с абс. погрешностью $\pm 0,5$ мг (рег.номер в ФИФ 28158-04);

- титратор автоматический серии Excellence, диапазон измерений массовой доли веществ в пробе в режиме титрования с точкой эквивалентности или до заданного потенциала от 0,0001 до 100 %, отн. погрешность $\pm 3\%$ (рег.номер в ФИФ 65147-16);

- пипетки градуированные ГОСТ 29227;

- пипетки с одной меткой ГОСТ 29169;

- цилиндры вместимостью 25 см³, 100 см³ по ГОСТ 1770;

- стандартный образец состава раствора соляной кислоты ГСО 9654-2010, с интервалом допускаемых аттестованных значений от 0,099 до 0,110 моль/дм³ и границами допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения $CO P=0,95 \pm 0,05\%$;

Приготовление раствора гидроксида натрия 0,1 моль/дм³

Приготовление раствора гидроксида натрия молярной концентрацией 0,1 моль/дм³ и определение его молярной концентрации проводят в соответствии с требованиями ГОСТ 25794.1. Определение молярной концентрации гидроксида натрия проводят с использованием ГСО 9654-2010 СО состава раствора соляной кислоты.

Порядок выполнения измерений

В колбу для титрования вместимостью 250 см³ помещают аликвоту раствора соляной кислоты объемом 5 см³, приготовленного по п. Г.2. Приливают 50 см³ воды дистиллированной и титруют раствором гидроксида натрия 0,1 моль/дм³, используя метод потенциометрического титрования с автоматическим определением конечной точки титрования, по максимуму на дифференциальной кривой.

Обработка результатов измерений

Молярную концентрацию соляной кислоты –кислотности (A , ммоль/дм³) вычисляют по формуле

$$A = \frac{(C_{NaOH} \cdot V_{NaOH}) \cdot 1000}{V_{HCl}}, \quad (\text{Г.4})$$

где C_{NaOH} - молярная концентрация раствора гидроксида натрия, моль/дм³;

V_{HCl} - объем раствора гидроксида натрия, пошедший на титрование, см³;

V_{NaOH} - объем соляной кислоты, взятый на анализ, см³.

За результат измерений принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений. Относительная погрешность измерений составляет не более $\pm 3\%$.

Г.2.3 Допускается применение других методик измерений, аттестованных в установленном порядке, обеспечивающих запас по точности в полтора – два раза и обеспечивающих прослеживаемость до единиц СИ.

Г.2.4 Последовательность приготовления растворов на основе разбавления исходного контрольного раствора с известным значением молярной концентрации соляной кислоты провести аналогично п.п. А.3.1 – А.3.4.

ПРИЛОЖЕНИЕ Д

(обязательное)

Методика приготовления исходного раствора и измерения массовой концентрации диоксида хлора

Д.1 Приготовление исходного контрольного раствора с массовой концентрацией диоксида хлора 200 мг/дм³

Д.1.1 Для приготовления исходного раствора используют:

- весы лабораторные I (специального) класса точности по ГОСТ OIML R 76-1;
- колбы мерные 2-1000-2 ГОСТ 1770;
- пипетки 1-2-5 ГОСТ 29169;
- пипетки 1-2-25, 1-2-10 ГОСТ 29227;
- цилиндр 1-1000-2, 1-100-2 ГОСТ 1770;
- кислота серная х.ч. по ГОСТ 4204;
- гипохлорит натрия, 80 % по ГОСТ 11086;
- вода дистиллированная ГОСТ Р 58144;

Д.1.2 Готовят 64,8 %-ный раствор серной кислоты: 50 см³ концентрированной серной кислоты плотностью 1,83 кг/дм³ приливают к 44,3 см³ дистиллированной воды.

Д.1.3 Готовят 7,5 %-ный раствор хлорита натрия: 1 г хлорита натрия (с массовой долей основного вещества (77-83) %) растворяют в 10 см³ дистиллированной воды.

Д.1.4 Полученные растворы охлаждают до температуры (4–6) °С в холодильнике с целью снижения дегазации раствора диоксида хлора. Далее 5 см³ 64,8 %-ного раствора серной кислоты, охлажденного до (4–6) °С, помещают в открытый темный стеклянный сосуд, вместимость которого не должна превышать 20 см³. Пипеткой быстро добавляют 5 см³ 7,5 %-ного раствора хлорита натрия, охлажденного до (4–6) °С, и перемешивают. Накрывают смесь часовым стеклом и помещают на 15 минут в темное место.

Д.1.5 В мерную колбу вместимостью 1000 см³ наливают 700 см³ дистиллированной воды и приливают 10 см³ образовавшейся смеси по Д.1.4. Доводят объем раствора дистиллированной водой до метки.

Полученный исходный раствор хранят в темной стеклянной емкости с шлифованной пробкой в холодильнике. Раствор стабилен в течение 2 недель.

Д.2 Методика измерений массовой концентрации диоксида хлора в исходном растворе методом йодометрического титрования

Средства измерения, реактивы:

- весы лабораторные I (специального) класса точности по ГОСТ OIML R 76-1 с абс. погрешностью ±0,5 мг (рег.номер в ФИФ 28158-04);
- титратор автоматический серии Excellence, диапазон измерений массовой доли веществ в пробе в режиме титрования с точкой эквивалентности или до заданного потенциала от 0,0001 до 100 %, отн. погрешность ±3% (рег.номер в ФИФ 65147-16);
- пипетки градуированные ГОСТ 29227;
- пипетки с одной меткой ГОСТ 29169;
- цилиндры вместимостью 25 см³, 100 см³ по ГОСТ 1770;
- стандартный образец состава калия двуххромовокислого (бихромата калия) 1-го разряда ГСО 2215-81 (массовая доля калия двуххромовокислого (бихромата калия) от 99,950 % до 100,000 %, абсолютная погрешность ± 0,030 %);
- вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144;
- йодид калия, ч.д.а. по ГОСТ 4232;
- калий фосфорнокислый однозамещенный, ч.д.а. по ГОСТ 4198;
- натрий фосфорнокислый двузамещенный, ч.д.а. по ГОСТ 11773 или натрий фосфорнокислый двузамещенный двенадцативодный, ч.д.а. по ГОСТ 4172;
- соль динатриевая этилендиамин-N,N,N',N'-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б, ЭДТА), х.ч. по ГОСТ 10652;
- тиосульфат натрия, раствор молярной концентрации 0,1 моль/дм³ (0,1 н), приготовленный по ГОСТ 25794.2.

Приготовление фосфатного буфера

Растворяют 24,0 г натрия фосфорнокислого двузамещенного безводного (Na_2HPO_4) или 60,5 г двенадцативодного натрия фосфорнокислого двузамещенного ($\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 12 \text{H}_2\text{O}$) и 46 г калия фосфорнокислого однозамещенного KH_2PO_4 в 500 cm^3 дистиллированной воды. Добавляют 100 cm^3 дистиллированной воды, содержащей 800 мг ЭДТА. Доводят объем раствора дистиллированной водой до 1 dm^3 в мерной колбе.

Порядок выполнения измерений

Определение молярной концентрации раствора тиосульфата натрия проводят по стандартному образцу бихромата калия (ГСО 2215-81) в соответствии с ГОСТ 25794.2 в день проведения измерений.

В колбу для титрования вместимостью 250 cm^3 помещают 2 г йодида калия. Приливают 10 cm^3 фосфатного буферного раствора и 50 cm^3 исходного раствора диоксида хлора по Д.1. Выделившийся йод титруют раствором тиосульфата натрия с молярной концентрацией 0,1 моль/ dm^3 , используя метод потенциометрического титрования с автоматическим определением конечной точки титрования (по максимуму на дифференциальной кривой).

Обработка результатов измерений

Массовую концентрацию диоксида хлора (A , мг/ dm^3) вычисляют по формуле

$$A = \frac{C_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} \cdot V_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} \cdot M_{\text{ClO}_2} \cdot 1000}{V_{\text{ClO}_2}}, \quad (\text{Д.1})$$

где $C_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}$ – молярная концентрация тиосульфата натрия, моль/ dm^3 ;

$V_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}$ – объем тиосульфата натрия, пошедший на титрование, cm^3 ;

M_{ClO_2} – молярная масса диоксида хлора, г/моль, $M_{\text{ClO}_2} = 67,45$ г/моль;

V_{ClO_2} – объем аликвоты диоксида хлора, cm^3 .

За результат измерений принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений. Относительная погрешность измерений составляет не более $\pm 3\%$.

Д.2.1 Допускается применение других методик измерений, аттестованных в установленном порядке, обеспечивающих запас по точности в полтора – два раза и обеспечивающих прослеживаемость до единиц СИ.

Д.2.3 Последовательность приготовления растворов на основе разбавления исходного контрольного раствора с известным значением массовой концентрации диоксида хлора провести аналогично п.п. А.3.1 – А.3.4.

ПРИЛОЖЕНИЕ Е

(обязательное)

Процедура приготовления растворов для определения массовой концентрации карбамида (мочевина)

Е.1 Приготовление исходного контрольного раствора с массовой концентрацией карбамида 2000 мг/дм³

Е.2.1 Приготовление исходного контрольного раствора на основе карбамида высшего сорта по ГОСТ 2081 с номинальным значением массовой концентрации карбамида – 2000 мг/дм³.

В мерную колбу вместимостью 1000 см³ внести навеску карбамида, рассчитанную по формуле (Е.1), довести объем раствора до метки дистиллированной водой.

$$m = \frac{C \cdot V}{\omega \cdot 10^4}, \quad (\text{Е.1})$$

где C - массовая концентрация карбамида (2000 мг/дм³), мг/дм³;

V - мерная колба, см³; ω - массовая доля карбамида, %

Е.2.2 Действительное значение массовой доли карбамида в реактиве определяют с использованием титратора автоматического.

Е.2.3 Методика измерений массовой доли карбамида титриметрическим методом

Сущность метода:

Метод основан на минерализации карбамида концентрированной серной кислотой в присутствии катализатора с образованием сернокислого аммония, переведении его в аммиак, отгонке последнего в раствор борной кислоты, количественном учете аммиака титриметрическим методом и расчете массовой доли азота в анализируемой пробе.

Средства измерения, реактивы:

- весы лабораторные I (специального) класса точности по ГОСТ OIML R 76-1 с абс. погрешностью $\pm 0,5$ мг (рег.номер в ФИФ 28158-04);

- титратор автоматический серии Excellence, диапазон измерений массовой доли веществ в пробе в режиме титрования с точкой эквивалентности или до заданного потенциала от 0,0001 до 100 %, отн. погрешность ± 3 % (рег.номер в ФИФ 65147-16);

- пипетки градуированные ГОСТ 29227;

- пипетки с одной меткой ГОСТ 29169;

- цилиндры вместимостью 25 см³, 100 см³ по ГОСТ 1770;

- кислота серная концентрированная, ГОСТ 14262 плотностью 1830-1840 кг/м³, о.с.ч.;

- кислота борная, ГОСТ 9656, ч.д.а. или х.ч.;

- натрия гидроксид, ГОСТ 4328, ч.д.а. или х.ч.;

- медь (II) сернокислая пятиводная, ГОСТ 4165, ч.д.а. или х.ч.;

- калий сернокислый, ГОСТ 4145, ч.д.а. или х.ч.;

- водорода пероксид ГОСТ 10929, ч.д.а. или х.ч.;

- кислота серная, стандарт-титр, водный раствор с молярной концентрацией 0,05 моль/дм³;

- СО Массовой доли карбоната натрия в карбонате натрия высокой чистоты (Na₂CO₃ СО УНИИМ) ГСО 10450-2014;

- автоматический дистиллятор Behr S1 или другие;

- установка для разложения по методу Кьельдаля InKjel M или другие.

Приготовление водного раствора серной кислоты с молярной концентрацией 0,05 М

Используют стандарт-титр серной кислоты. Раствор готовят в соответствии с правилами, приложенными к комплекту.

Приготовление водного раствора борной кислоты массовой концентрацией 40 г/дм³

40,00 г. борной кислоты растворяют в 500 см³ дистиллированной воды температурой (45 \pm 5) $^{\circ}$ C в мерной колбе вместимостью 1000 см³. После охлаждения раствора до (20 \pm 5) $^{\circ}$ C объем в колбе доводят до метки водой и перемешивают.

Приготовление водного раствора гидроокиси натрия массовой концентрации 400 г/дм³

400,00 г гидроокиси натрия растворяют в фарфоровом стакане в 700 см³ дистиллированной воды, перемешивают до полного растворения, охлаждают раствор до (20±5)°С, мерную колбу, вместимостью 1000 см³, доводят объем до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Приготовление смешанного катализатора

Смешивают одну весовую часть сернокислой меди и 30 весовых частей сернокислого калия, тщательно растирают в ступке до получения мелкозернистого порошка.

Определение молярной концентрации серной кислоты по ГСО 10450-2014

Перед проведение измерений ГСО 10450-2014 карбоната натрия сушат в течение двух часов при температуре (270±10)°С, охлаждают в эксикаторе. Отбирают навеску ГСО массой (0,10 ± 0,01) г, помещают в колбу для титрования, добавляют дистиллированную воду, объемом около 50 см³ и титруют раствором серной кислоты ≈ 0,05 М, используя метод потенциометрического титрования с автоматическим определением конечной точки титрования (по максимуму на дифференциальной кривой).

Молярную концентрацию серной кислоты рассчитывают по формуле

$$N(H_2SO_4) = \frac{10 \cdot m(Na_2CO_3) \cdot \omega(Na_2CO_3)}{V(H_2SO_4) \cdot M_9(Na_2CO_3)}, \quad (E.2)$$

где $V(H_2SO_4)$ – объем раствора серной кислоты, израсходованной на титрование испытуемого раствора, см³; $m(Na_2CO_3)$ – масса навески натрия углекислого, г.;

$\omega(Na_2CO_3)$ – массовая доля основного вещества ГСО состава карбоната натрия, %;

$M_9(Na_2CO_3)$ – молярная масса эквивалента натрия углекислого, г-экв/моль.

Порядок выполнения измерений

В колбу Кьельдаля помещают навеску карбамида около 1 г, добавляют (1,5-2,0) г смешанного катализатора, 10 см³ концентрированной серной кислоты и 10 см³ раствора перекиси водорода. Колбу прикрывают насадкой и приступают к нагреванию. Устанавливают регулятор нагрева нагревательного прибора в среднее положение. Следят за тем, чтобы жидкость в колбе непрерывно кипела, и на стенках колбы не оставалось черных несгоревших частиц, смывая их легкими круговыми движениями. После того, как жидкость в колбе обесцветится, нагрев продолжают еще в течение минут 30. Затем нагрев прекращают, дают колбе остыть до (20±5)°С, к содержимому приливают, обмывая стенки колбы, от 20 до 30 см³ дистиллированной водой и приступают к отгонке аммиака с помощью автоматического дистиллятора. Пары аммиака улавливают раствором борной кислоты объемом 20 см³.

Содержимое приемной колбы титруют раствором серной кислоты, используя метод потенциометрического титрования с автоматическим определением конечной точки титрования (по максимуму на дифференциальной кривой).

Обработка результатов измерений

Массовую долю карбамида, W , % в испытуемой пробе вычисляют по формуле

$$W = \frac{V(H_2SO_4) \cdot N(H_2SO_4) \cdot M}{m \cdot 10}, \quad (E.3)$$

где $V(H_2SO_4)$ – объем раствора серной кислоты, израсходованной на титрование испытуемого раствора, см³;

$N(H_2SO_4)$ – молярная концентрация серной кислоты, г-экв/дм³;

m – масса навески, г; M – молярная масса эквивалента карбамида, г-экв/моль.

За результат измерений принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений. Относительная погрешность измерений составляет не более ±3 %.

Е.3 Допускается применение других методик измерений, аттестованных в установленном порядке, обеспечивающих запас по точности в полтора – два раза.

ДЕ.4 Последовательность приготовления растворов на основе разбавления исходного контрольного раствора с известным значением массовой концентрации карбамида провести аналогично п.п. А.3.1 – А.3.4.