

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



СОГЛАСОВАНО  
Генеральный директор  
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

А.Н. Пронин

«18» марта 2024 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

Титраторы автоматические потенциометрические Титройс Автоматик

**МЕТОДИКА ПОВЕРКИ  
МП 242-2567-2024**

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

Т.Б. Соколов

Ст. научный сотрудник  
А.Б. Копыльцова

Санкт-Петербург  
2024 г.

## 1 Общие положения

Настоящая методика поверки распространяется на титраторы автоматические потенциометрические Титровойс Автоматик (далее титраторы) производства ООО «Прагматех», РФ, и устанавливает методы их первичной поверки до ввода в эксплуатацию, после ремонта и периодической поверки в процессе эксплуатации.

Настоящая методика поверки обеспечивает прослеживаемость к государственным первичным эталонам:

- ГЭТ 176-2019 Государственный первичный эталон единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии с применением стандартных образцов в соответствии с Государственной поверочной схемой, утверждённой приказом Росстандарта от 19.02.2021 № 148, в режиме кислотно-основного титрования;

- ГЭТ 54-2019 Государственный первичный эталон показателя рН активности ионов водорода в водных растворах с применением средств измерений в соответствии с Государственной поверочной схемой, утверждённой приказом Росстандарта от 09.02.2022 № 324, в режиме измерений рН;

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

Метод, обеспечивающий реализацию методики поверки:

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

Примечания:

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

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

2) Методикой поверки предусмотрена возможность проведения периодической поверки для меньшего числа режимов титрования с обязательной передачей сведений об объеме проведенной поверки в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений.

## 2 Перечень операций поверки средства измерений

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

Таблица 1 – Операции поверки

Наименование операции поверки	Обязательность выполнения операций поверки при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Внешний осмотр СИ	да	да	7
Контроль условий поверки (при подготовке к поверке опробовании средства измерений)	да	да	8.1

Наименование операции поверки	Обязательность выполнения операций поверки при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Опробование (при подготовке к поверке и опробовании средства измерений)	да	да	8.5
Проверка программного обеспечения СИ	да	да	9
Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия СИ метрологическим требованиям	да	да	10

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

### 3 Требования к условиям проведения поверки

3.1 При проведении поверки следует соблюдать следующие условия:

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

### 4 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

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

### 5 Метрологические и технические требования к средствам поверки

5.1 При проведении поверки применяют средства<sup>1</sup>, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Средства поверки

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

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

Номер пункта методики поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки	
	погрешности по каналам: относительной влажности не более $\pm 3\%$ , температуры не более $\pm 1,0\text{ }^\circ\text{C}$	ОЕИ)	
10.2 Определение абсолютной погрешности измерений рН	буферные растворы (стандарт-титры) – рабочие эталоны рН, соответствующие требованиям к рабочим эталонам не ниже 2-го разряда в соответствии с приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 09.02.2022 г. № 324  вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144-2018	Стандарт-титры для приготовления рабочих эталонов рН 2-го и 3-го разрядов СТ-12 (рег. № 43928-10 в ФИФ ОЕИ) или стандарт-титры для приготовления буферных растворов - рабочих эталонов рН 1-го и 2-го разрядов СТ-рН (рег. № 45142-10 в ФИФ ОЕИ)	
10.3 Кислотно-основное титрование в водной или неводной среде, аргентометрическое титрование, окислительно-восстановительное титрование	стандартный образец состава раствора соляной кислоты с диапазоном аттестованных значений молярной концентрации ионов водорода в растворе соляной кислоты от 0,099 до 0,110 моль/дм <sup>3</sup> и с границами относительной погрешности аттестованного значения $\text{CO} \pm 0,05\%$ при $P=0,95$ ;	ГСО 9654-2010	
	стандартный образец массовой доли карбоната натрия в карбонате натрия высокой чистоты ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ) с диапазоном аттестованных значений массовой доли карбоната натрия от 99,95 % до 100,00 % и с границами абсолютной погрешности аттестованного значения $\text{CO} \pm 0,03\%$ при $P=0,95$ ;	ГСО 10450-2014	
	стандартный образец состава калия фталевокислого кислого (бифталата калия) с диапазоном аттестованных значений массовой доли калия фталевокислого кислого от 99,95 % до 100,00 % и с границами абсолютной погрешности аттестованного значения $\text{CO} \pm 0,03\%$ при $P=0,95$ ;	ГСО 2216-81	
	калий фталевокислый, ч.д.а., массовая доля основного вещества от 99,8 % до 100,2 % по ГОСТ 5858-68		
	стандарт-титр натрий хлористый 0,1 н (ТУ 2642-001-33813273-97)		
	кислота азотная, не ниже х.ч. по ГОСТ 4461-77 (раствор 0,1 моль/дм <sup>3</sup> в дистиллированной воде)		
	кислота серная не ниже х.ч. по ГОСТ 4204-77 (раствор 0,1 моль/дм <sup>3</sup> в дистиллированной воде)		
	серебро азотнокислое ( $\text{AgNO}_3$ ), ч.д.а., массовая доля основного вещества не менее 99,8 % по ГОСТ 1277-75		

Номер пункта методики поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
	стандарт титр серебра азотнокислого (AgNO <sub>3</sub> ) 0,1 н по ТУ 2642-001-33813273-97	
	кислота соляная (HCl), ч.д.а., массовая доля основного вещества от 35 % до 38 % по ГОСТ 3118-77	
	калия гидроксид (KOH), ч.д.а. по ГОСТ 24363-80	
	натрия гидроксид (NaOH), ч.д.а. по ГОСТ 25794.1-83	
	стандарт-титры Йод (0,1 н) по ТУ 20.59-046-79640352-2018	
	стандарт-титр йод 0,1 н по ТУ 2642-001-33813273-97	
	стандарт-титр тиосульфат натрия, 0,1 н по ТУ 2642-581-00205087-2007	
<b>Вспомогательное оборудование и средства</b>		
10 Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия СИ метрологическим требованиям	весы лабораторные класса точности «специальный» по ГОСТ OIML R 76-1-2011 с максимальным пределом взвешивания не менее 200 г;	Весы лабораторные ВЛА-220С-0 (рег. № 73040-18 в ФИФ ОЕИ)
	термометр с диапазоном измерений не менее чем от 0 °С до 50 °С с ценой деления не более 0,1°С;	Термометры стеклянные лабораторные ТЛ-2м, ТЛ-4м серии "Labtex" (рег. № 28208-09 в ФИФ ОЕИ)
	пипетки 1-1-2-0,5 (аналогично вместимостью 2,0; 5,0; 10,0 см <sup>3</sup> ) по ГОСТ 29227-91;	-
	колбы мерные 2-100-2 (аналогично вместимостью 25,0; 50,0 см <sup>3</sup> ) по ГОСТ 1770-74;	-
	микрошприцы для хроматографии (М-10 или МШ-10, МШ-100), относительная погрешность дозирования ±1%;	-
	средства обеспечения стабильности температуры раствора (например, термостат жидкостной, нестабильность поддержания температуры не более 0,2 °С)	Термостат лабораторный циркуляционный типа LT или FT

5.2 Допускается применение не перечисленных в таблице 2:

- средств измерений с метрологическими характеристиками, соответствующими метрологическим требованиям таблицы 2;

- стандартных образцов, реактивов, контрольных растворов и вспомогательного оборудования, обеспечивающих соотношение погрешности средств поверки (СО, реактивы, контрольные растворы) и поверяемого титратора не более 1/2.

5.3 Все средства измерений, должны быть поверены<sup>1</sup>; стандартные образцы – иметь действующие паспорта.

## 6 Требования по обеспечению безопасности проведения поверки

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

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

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

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

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

## **7 Внешний осмотр средства измерений**

7.1 При внешнем осмотре устанавливают соответствие титраторов следующим требованиям:

- соответствие комплектности (при первичной поверке) и маркировки требованиям эксплуатационной документации;
- отсутствие механических повреждений, влияющих на работоспособность;
- исправность органов управления.

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

## **8 Подготовка к поверке и опробование средства измерений**

8.1 Контроль условий поверки

8.1.1 Перед проведением поверки необходимо выполнить следующие подготовительные работы:

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

8.1.2 Внести в программное обеспечение для нижеперечисленных задач последовательность действий и формулы расчёта в качестве отдельной программы («Метод № ХУ»). При проведении периодической или внеочередной поверки допускается использовать комплект электродов, реактивов и материалов для установленной рабочей методики (кислотно-основное, argentометрическое или окислительно-восстановительное титрование), применяя соответствующий СО из таблицы 2. Перед началом работ на титраторе необходимо проверить, что проведены следующие операции:

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

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

8.1.4 Для определения концентрации титранта в титровальный стакан вносят навеску или аликвоту раствора контрольного вещества. Добавляют примерно 100 см<sup>3</sup> растворителя для титрования так, чтобы погрузить электроды в раствор на 2-3 см. Устанавливают титровальный стакан на стенде титрования, закрепляют на стенде наконечник дозирующей трубки, электроды в

соответствии с РЭ. Проводят три последовательных определения концентрации титранта (установление титра). Находят среднее значение концентрации (титр) и вводят его в виде соответствующей константы при создании метода титрования.

## 8.2 Опробование

8.2.1 При опробовании проверяют работоспособность титратора.

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

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

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

## 9 Проверка программного обеспечения средства измерений

9.1 Для проверки соответствия ПО выполняют следующие операции:

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

Таблица 3 – Идентификационные данные ПО

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

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

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

10.1 Поверка титраторов проводится для электродов или электродных пар, которые входят в комплект конкретного титратора или указаны в заявке на проведение поверки. В зависимости от используемого электрода или электродной пары выбирается стандартный образец и соответствующий ему титрант в соответствии с пунктами 10.3.1 – 10.3.3; рекомендации по программированию приведены в Приложении 1.

10.2 Определение абсолютной погрешности измерений рН.

Проводится с комбинированным стеклянным электродом, входящим в комплект поставки.

Определение абсолютной погрешности измерения рН осуществляется не менее чем по трем буферным растворам рН 2-го разряда, например: рН4 фталатный буфер (рН 4,01 при 25 °С), рН7 нейтральный фосфатный буфер (рН 6,86 при 25 °С), рН9 боратный буфер (рН 9,18 при 25 °С).

Абсолютную погрешность измерения рН рассчитывают по формуле

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

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

### 10.3 Кислотно-основное титрование в водной или неводной среде, аргентометрическое титрование, окислительно-восстановительное титрование

Определение относительной погрешности титрования проводят по одному из перечисленных ниже типов титрования (кислотно-основное, аргентометрическое или окислительно-восстановительное).

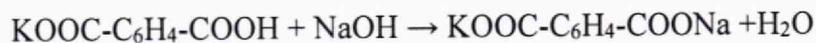
#### 10.3.1 Кислотно-основное титрование

Проводится с комбинированным стеклянным электродом, входящим в комплект поставки.

Растворяют навеску  $m$  (от 6 до 8 г) калия фталевокислого кислого в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью  $V=0,25$  дм<sup>3</sup> (исходный раствор) и вносят расчетную массу контрольного вещества в виде аликвоты исходного раствора ( $v$ ) в размере от 1 до 25 см<sup>3</sup> (например, 1,0; 10,0 и 25,0).

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

Титруют внесенные навески до точки эквивалентности 0,1 моль/дм<sup>3</sup> раствором гидроксида натрия. Уравнение аналитической реакции приведено ниже.



Проводят серию не менее чем из 5 измерений. Полученные результаты отображаются на терминале или выводятся на печатающее устройство. Фиксируют результат с точностью до третьего знака после запятой.

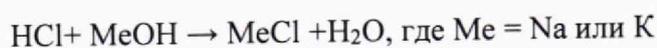
Относительная погрешность ( $\delta$ ) титрования рассчитывается для каждого результата титрования по формуле

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

где  $R_i$  - результат  $i$ -ого титрования в серии: эквивалентное количество определяемого компонента, г (для навески сухого вещества);  
 $C_{ам}$  - навеска определяемого компонента, г.

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

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



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

Относительная погрешность ( $\delta$ ) титрования рассчитывается для каждого результата

титрования по формуле (2), где

$R_i$  - результат  $i$ -ого титрования в серии: объем затраченного титранта, см<sup>3</sup>;

$C_{ам}$  - объем раствора стандарт-титра определяемого компонента, внесенного в ячейку, см<sup>3</sup>.

### 10.3.2 Аргентометрическое титрование

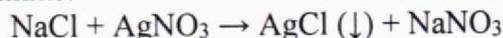
Проводится с электродной парой (серебряный электрод и электрод стеклянный) или с комбинированным серебряным электродом, в зависимости от комплекта поставки.

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

Допустимо вместо раствора серной кислоты использовать свежеприготовленный 0,1 моль/дм<sup>3</sup> раствор азотной кислоты в дистиллированной воде (срок годности 7 суток).

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

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



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

Относительная погрешность ( $\delta$ ) титрования рассчитывается для каждого результата титрования по формуле (2), где

$R_i$  - результат  $i$ -ого титрования в серии: объем затраченного титранта (эквивалентен найденному объему стандарт-титра натрия хлористого), см<sup>3</sup>;

$C_{ам}$  - объем раствора стандарт-титра определяемого компонента, внесенного в ячейку, см<sup>3</sup>.

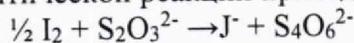
### 10.3.3 Окислительно-восстановительное титрование

Проводится с электродной парой: платиновый электрод и электрод сравнения, входящие в комплект поставки.

Приготовление растворов для окислительно-восстановительного титрования йода ( $1/2 \text{I}_2$ ) с помощью титранта раствора натрия серноватистоокислого 0,1 моль/дм<sup>3</sup> (0,1 Н) проводят в соответствии с рекомендациями ГОСТ 25794.2-83 «ГСИ. Методы приготовления титрованных растворов для окислительно-восстановительного титрования», и инструкциями по приготовлению растворов для титрования, приложенных к стандарт-титрам соответствующих веществ.

В титровальный стакан с помощью пипетки вводят аликвоту  $v$  раствора стандарт-титра йода ( $1/2 \text{I}_2$ ) 0,1 моль/дм<sup>3</sup> (0,1 Н) в размере от 0,5 до 5,0 см<sup>3</sup> (например, 0,5; 1,0; 2,0; 5,0), пипеткой добавляют 5,0 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты 0,1 моль/дм<sup>3</sup> в дистиллированной воде, приблизительно 100 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, так чтобы индикаторный электрод был погружен в раствор минимум на 2-3 см и титруют раствором натрия серноватистоокислого 0,1 моль/дм<sup>3</sup> (0,1 Н) до точки эквивалентности.

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



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

Относительная погрешность ( $\delta$ ) титрования рассчитывается для каждого результата титрования по формуле (2), где

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

$C_{ам}$  - объем раствора стандарт-титра определяемого компонента, внесенного в ячейку, см<sup>3</sup>.

#### 10.4 Определение СКО случайной составляющей погрешности.

Случайную составляющую погрешности определяют по результатам измерений по п. 10.3.1-10.3.3, как относительное среднеквадратическое отклонение (ОСКО) результатов единичного измерения по формуле

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

где  $n$  - число измерений.

10.5 Результат определения метрологических характеристик титратора считается положительным, если значения, полученные по п. 10 не превышают пределов, приведенных в таблице 4.

Таблица 4 – Метрологические требования

Наименование характеристики	Значение
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерения рН	±0,05
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой доли веществ в пробе при потенциометрическом титровании <sup>1)</sup> , %	±3
Предел допускаемого относительного среднеквадратического отклонения (ОСКО) результатов измерений, %	1,5

<sup>1)</sup> Определены с применением стандартного образца состава калия фталевокислого кислого (бифталата калия) ГСО 2216-81

## 11 Оформление результатов поверки

11.1 При проведении поверки оформляют протокол результатов поверки. Рекомендуемая форма протокола поверки приведена в приложении 2.

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

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

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

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

Ниже приведены настройки методов для выполнения анализов по п 10.3.1, 10.3.2 и 10.3.3.

Параметр	Номер пункта Методики поверки		
	10.3.1	10.3.2	10.3.3
Название	Метод 1	Метод 2	Метод 3
Единица измерения	mV	mV	mV
Описание	Аликвоту калия бифталата титровать NaOH 0,1	Аликвоту натрия хлористого титровать AgNO <sub>3</sub> 0.1	Аликвоту йода титровать Na <sub>2</sub> SO <sub>3</sub> 0.1
<b>Константа 1*</b>	<b>0.9978</b>	null	null
Константа 2	null	null	null
Константа 3	null	null	null
Переменных	null	null	null
R1	V1×0.1×k1×204.23/1000	V1	V1
единица	г	г	г
R2	V1	null	null
единица	мл	мл	мл
R3	null	null	null
единица	null	null	null
Остановка после EQP	true	true	true
Порог ΔE/ΔV	800	300	300
Стабилизация ΔE/ΔV	6	3	3
Искать максимумы	TRUE	null	null
Максимальный объем	5	5	5
EQP:			
dV1	0.1	0.15	0.15
dE1	150	-150	-150
dV2	0.02	0.03	0.03
EP:			
dV1			
E			
dV2			
Ek			
* В качестве константы k1 предполагается занести заранее установленное значение коэффициента поправки титранта			

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ № \_\_\_\_\_

Титратор автоматический потенциометрический Титровойс Автоматик,  
заводской № \_\_\_\_\_

Документ на поверку: МП 242-2567-2024 «ГСИ. Титраторы автоматические  
потенциометрические Титровойс Автоматик. Методика поверки»

**Информация об использованных средствах поверки:**

---

**Условия проведения поверки:**

температура, °С \_\_\_\_\_,  
относительная влажность окружающего воздуха \_\_\_\_\_ %.

Результаты внешнего осмотра

---

Результаты опробования

---

Результаты проверки ПО

---

**Определение метрологических характеристик**

Таблица 1 - Результаты определения абсолютной погрешности измерения *pH*.

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

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

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

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

Результат проведения поверки:

---

Поверитель:

---