

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

СОГЛАСОВАНО

Генеральный директор

ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

А.Н. Пронин

«22» сентября 2022 г.



Государственная система обеспечения единства измерений

Титраторы автоматические GT

**МЕТОДИКА ПОВЕРКИ
242-2489-2022**

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

А.В. Колобова

Ст. научный сотрудник

А.Б. Копыльцова

Санкт-Петербург
2022 г.

1. Общие положения

Настоящая методика поверки распространяется на титраторы автоматические GT производства «Nittoseiko Analytech Co., Ltd.», Япония (далее титраторы) и устанавливает методы их первичной поверки до ввода в эксплуатацию, после ремонта и периодической поверки в процессе эксплуатации.

Настоящая методика поверки должна обеспечивать прослеживаемость к:

- ГЭТ 3-2020 Государственный первичный эталон единицы массы - килограмма;

- ГЭТ 54-2019 Государственный первичный эталон показателя рН активности ионов водорода в водных растворах;

- ГЭТ 208-2019 Государственный первичный эталон 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.

- ГЭТ 176-2017 Государственный первичный эталон (ГПЭ) единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии.

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 измеряемых величин с обязательным указанием в свидетельстве о поверке информации об объеме проведенной поверки. Перечень измеряемых величин определяется перечнем блоков титрования (GT-310MST, GT-310STR или CA-310STR) и электродов, входящих в состав конкретного образца СИ.

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	Номер пункта методики поверки	Обязательность проведения	
		при первичной поверке	при периодической поверке
1 Внешний осмотр	7	да	да
2 Подготовка к поверке и опробование средства измерений	8	да	да
3 Проверка программного обеспечения	9	да	да
4 Определение метрологических характеристик	10	да	да
5 Подтверждение соответствия СИ метрологическим требованиям	11	да	да

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, % не более 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), имеющие квалификацию не ниже инженера 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, 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
8.1	Средства измерений параметров окружающей среды: диапазон измерений температуры от 10 до 40 °С, относительной влажности от 10 до 95 %, атмосферного давления от 90,0 до 104,6 кПа, пределы допускаемой абсолютной погрешности по каналам: относительной влажности не более ±3 %, температуры не более ±1,0 °С, абсолютного давления ±0,5 кПа	Прибор комбинированный Testo 622 (рег. № 53505-13)
10 ¹	<ul style="list-style-type: none"> - буферные растворы рН 2-го разряда по ГОСТ 8.135-2004, рекомендованные значения рН: 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) или другие; - весы лабораторные класса точности I «специальный» по ГОСТ OIML R 76-1-2011 с пределом взвешивания не менее 200 г; - термометр с диапазоном измерений не менее чем (0...50)°С с ценой деления не более 0,1°С; - пипетки 1-1-2-0,5 (аналогично вместимостью 2,0; 5,0; 10,0 см³) по ГОСТ 29227; - колбы мерные 2-100-2 (аналогично вместимостью 25,0; 50,0 см³) по ГОСТ 1770; - Микрошприцы для хроматографии (М-10 или МШ-10, МШ-100), относительная погрешность дозирования ± 1%; - стандартный образец состава раствора соляной кислоты с диапазоном аттестованных значений от 0,099 моль/дм³ до 0,110 моль/дм³ и с границами относительной погрешности измерений ±0,05 % при Р=0,95; - стандартный образец массовой доли карбоната натрия в карбонате натрия высокой чистоты (Na₂CO₃) с диапазоном аттестованных значений от 99,95 до 100,00 % и с границами 	<ul style="list-style-type: none"> Весы лабораторные ВЛА-220С-0 (рег. № 73040-18) ТЛ-4м (рег. № 28208-09) ГСО 9654-2010 ГСО 10450-2014

Номер пункта методики поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
	<p>абсолютной погрешности измерений $\pm 0,03$ % при $P=0,95$;</p> <ul style="list-style-type: none"> - стандартный образец состава калия дихромовокислого (бихромата калия) 1-го разряда с диапазоном аттестованных значений от 99,95 до 100,00 % и с границами абсолютной погрешности измерений $\pm 0,03$ % при $P=0,95$; - стандартный образец состава калия фталевокислого (бифталата калия) 1-го разряда с диапазоном аттестованных значений от 99,95 до 100,00 % и с границами абсолютной погрешности измерений $\pm 0,03$ % при $P=0,95$; - стандартный образец состава трилона Б 1-го разряда с диапазоном аттестованных значений от 99,7 до 100,0 % и с границами абсолютной погрешности измерений $\pm 0,03$ % при $P=0,95$; - стандартный образец состава натрия хлористого 1-го разряда с диапазоном аттестованных значений от 99,9 до 100,0 % и с границами абсолютной погрешности измерений $\pm 0,03$ % при $P=0,95$; - стандартный образец состава калия хлористого с диапазоном аттестованных значений от 99,50 до 100,00 % и с границами абсолютной погрешности измерений $\pm 0,03$ % при $P=0,95$; - стандартный образец массовой доли воды в органической жидкости с диапазоном аттестованных значений от 0,5% до 5,0% и относительной погрешностью аттестованного значения $\pm 1,5$ % при $P=0,95$; - Стандартный образец массовой доли воды в органической жидкости (СО ВФ-ПА-2) с диапазоном аттестованных значений от 0,05% до 2% и допускаемой относительной расширенной неопределённостью $\pm 1,5$ % при $P=0,95$; - Стандартный образец массовой доли воды в органической жидкости (МТ-НWS-1.0) с диапазоном аттестованных значений от 0,090% до 0,105% и относительной погрешностью аттестованного значения ± 2 % при $P=0,95$; - стандартный образец состава водного раствора ионов магния с аттестованным значением массовой концентрации ионов магния $1,0 \text{ г/дм}^3$ пределом относительной погрешности аттестованного значения ± 1 % при $P=0,95$ (флаконы емкостью от 40 до 100 мл); - кислота серная не ниже х.ч. по ГОСТ 4204-77; - кислота азотная не ниже х.ч. по ГОСТ 4461-77; - серебро азотнокислородное (AgNO_3) по ГОСТ 1277-75, ч.д.а., массовая доля основного вещества, не менее 99,8 %; - натрия гидроксид (NaOH) по ГОСТ 4328-77, ч.д.а., массовая доля основного вещества, не менее 98 %; - калия гидроксид (KOH) по ГОСТ 24363-80, ч.д.а., массовая доля гидроксида калия не менее 85 %; - калий йодистый по ГОСТ 4232-2004, ч.д.а. в виде раствора KI, 30,0 % масс.; - натрий хлорид (NaCl) по ГОСТ 4233-77, ч.д.а., массовая доля основного вещества, не менее 99,9 % 	<p>ГСО 2215-81</p> <p>ГСО 2216-81</p> <p>ГСО 2960-84</p> <p>ГСО 4391-88</p> <p>ГСО 9969-2011</p> <p>ГСО 10798-2016</p> <p>ГСО 9922-2011</p> <p>ГСО 9233-2008</p> <p>ГСО 7681-99 МСО 0196:2001</p>

Номер пункта методики поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
	<ul style="list-style-type: none"> - калий хлористый (KCl) по ГОСТ 4568-95, сорт 2, массовая доля калия в пересчете на K₂O, не менее 58 %; - кислота соляная (HCl) по ГОСТ 3118-77, чда, массовая доля основного вещества (35 - 38) %; - кислота уксусная (CH₃COOH) по ГОСТ 61-75, чда, массовая доля основного вещества, не менее 99,5 %; - натрий серноватисто-кислый (натрия тиосульфат) (Na₂S₂O₃·5H₂O) по ГОСТ 27068-86, ч.д.а., массовая доля основного вещества (99,5...100,5) %; - 2-пропанол (изопропиловый спирт) по ТУ 6-09-402-85, хч, массовая доля основного вещества, не менее 99,8 %; - спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962-2013; - индикатор фенолфталеин ч.д.ч. по ТУ 6-09-5360-88; - индикатор эриохром черный ч.д.а. по ТУ 6-09-1760-87; - аммиак водный по ГОСТ 3760-79; - аммоний хлористый по ГОСТ 3773-92; - калий хлористый по ГОСТ 4234-77; - калий фталевокислый по ГОСТ 5858-68, ч.д.а., массовая доля основного вещества (99,8-100,2) %; - раствор серной кислоты, 20,0 % масс.; - раствор азотной кислоты, 2,0 моль/дм³; - буферный раствор рН=10±0,1. Приготовление: в мерную колбу вместимостью 500 см³ помещают 10,0 г хлорида аммония, добавляют 100 см³ дистиллированной воды для его растворения и 50 см³ 25%-ного водного аммиака, тщательно перемешивают и доводят до метки дистиллированной водой; - раствор индикатора эриохром черный Т: в стакан вместимостью не менее 100 см³ помещают 0,5 г индикатора эриохром черный Т, добавляют 20,0 см³ буферного раствора, тщательно перемешивают и добавляют 80,0 см³ этилового спирта; - раствор 0,05 моль/дм³ (0,1 н) ЭДТА готовят из стандарт-титра или по ГОСТ 10398—2016. Допускается использовать растворы ЭДТА иной концентрации, например, 0,01 моль/дм³ (0,02 н); - вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144-2018 	
<p>¹ Средства поверки выбираются в зависимости от комплектации конкретного образца СИ в соответствии с рекомендациями Приложения 1.</p>		

5.2 Допускается применение средств поверки, реактивов, стандартных образцов и материалов, не перечисленных в таблице 2, обеспечивающих определение метрологических характеристик титратора с требуемой точностью.

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

6 Требования по обеспечению безопасности проведения поверки

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

¹⁾ Сведения о поверке средств измерений доступны в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений.

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 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; бромид калия (KBr) и бромат калия (KBrO₃) сушат в сушильном шкафу при температуре 105 °С в течение 30 мин;
- выдержать титраторы при температуре поверки в течение не менее 2 ч;
- в соответствии с РЭ осуществить сборку титратора и бюретки;
- подготовить титранты в зависимости от объема и содержания работ по поверке в соответствии с ГОСТ 25794-83.1 «Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для кислотно-основного титрования» и/или ГОСТ 25794-83.2 «Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для окислительно-восстановительного титрования», и/или ГОСТ 25794-83.3 «Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для титрования осаждением, неводного титрования и других методов» или рабочими методиками выполнения измерений.

8.2 Подробные рекомендации по программированию нижеперечисленных задач приведены в Приложении 2. Перед началом работ на титраторе необходимо проверить, что проведены следующие операции:

- регистрация титранта;
- регистрация формул для расчета поправочного коэффициента для титранта (фактора), расчета массы контрольного вещества, расчета относительной погрешности титрования;
- созданы программы титрования для определения поправочного коэффициента для титранта (factor) и для определения количества контрольного вещества;
- создан файл последовательности, включающий в себя 3 определения поправочного коэффициента для титранта или программируют 3 единичных определения (средний титр вычисляется автоматически);
- создан файл последовательности, включающий в себя не менее 5 определений количества контрольного вещества, или программируют не менее 5 единичных определений;
- заполнена титровальная бутылка титрантом и промыта система не менее 3 раз для полного удаления воздуха из бюретки, подающих и дозирующих трубок;
- подготовлены рабочие электроды и проведена их градуировка не менее чем по двум буферным растворам в соответствии с РЭ.

8.3 Опробование

8.3.1 При опробовании проверяют работоспособность титратора.

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

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

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

8.4 Для выполнения титрований контрольное вещество вносится аликвотой приготовленного раствора; ее вместимость берут так, чтобы на титрование уходило около половины бюретки, например:

≈ 10,0 см³ в случае использования на титраторе бюреток вместимостью 20,0 см³,

≈ 5,0 см³ в случае использования на титраторе бюреток вместимостью 10,0 см³.

8.5 Для определения поправочного коэффициента (титра) в титровальный стакан вносят пипеткой аликвоту раствора контрольного вещества. Добавляют примерно 50 см³ растворителя для титрования так, чтобы погрузить электроды в раствор на 2-3 см. Опускают наконечник бюретки, электроды, магнитную мешалку в раствор и устанавливают скорость перемешивания «Умеренная». Проводят три последовательных определения поправочного коэффициента титра. Используя функцию внутренней статистики результатов, находят среднее значение поправочного коэффициента и вводят его в раздел «Параметры титранта».

9 Проверка программного обеспечения средства измерений

9.1 Для проверки соответствия ПО выполняют следующие операции:

- проводят визуализацию идентификационных данных ПО титратора. Номер версии ПО титратора GT-200 выводится на экран при включении титратора. Номер версии ПО титратора GT-310 идентифицируется по номеру версии мультиконтроллера (Multi Controller) и блока титрования (GT или CA). Номер версии определяется во вкладке «Настройки системы (System setting) – Монитор соединения (Connection monitor)». Версии прошивок блока титрования, бюреток и иных периферических устройств не принимают во внимание.

- сравнивают полученные данные с идентификационными данными, установленными при проведении испытаний для целей утверждения типа и указанными в Описании типа систем и в таблице 3.

Таблица 3 - Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные (признаки)	Значение				
	GT-200	GT-310			
Идентификационное наименование ПО	-	Мульти-контроллер CA-310MC	Блок титрования GT-310STR	Блок титрования GT-310MST	Блок титрования по Карлу Фишеру CA-310STR
Номер версии (идентификационный номер) ПО	не ниже 2.01	не ниже 8.10	не ниже 1.00	не ниже 1.00	не ниже 1.10

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

10 Определение метрологических характеристик средства измерений

10.1 При проведении первичной или периодической поверки на титраторе, предназначенном для выполнения определений в соответствии со стандартной методикой (ГОСТ, ASTM, ISO, UOP, EN, IP, методики Минздрава РФ и другие) допускается использование титранта, указанного в соответствующей стандартной методике.

10.2 Проверка абсолютной погрешности измерений рН².

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

Абсолютную погрешность измерения рН рассчитывают по формуле (1):

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

где ΔpH - абсолютная погрешность титратора при измерении рН;

$pH_{эт}$ - значение рН контрольного буферного раствора;

$pH_{изм}$ - показания прибора.

10.3 Определение относительной погрешности титрования.

В зависимости от используемого электрода или электродной пары выбирается стандартный образец и соответствующий ему титрант в соответствии с Приложением 1. Рекомендации по программированию процедуры титрования при проведении поверки с использованием различных электродов и электродных пар приведены в Приложении 2. Проводят серию не менее чем из 5 измерений. Полученные результаты отображаются на дисплее или выводятся на печатающее устройство. Фиксируют результат с точностью до третьего знака.

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

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

где R_i - результат i -ого титрования в серии: объем, см³ (для растворов стандарт-титров или СО); или эквивалентное количество определяемого компонента, г (для навески сухого вещества); или массовая/объемная концентрация % (мг/кг, мг/дм³ и др. для СО массовой /объемной концентрации вещества);

$C_{ам}$ - объем раствора стандарт-титра определяемого компонента, внесенного в ячейку, см³, или навеска определяемого компонента в случае внесения в ячейку сухого вещества, г, или аттестованное значение массовой/объемной доли вещества, % (мг/кг, мг/дм³ и др.).

10.4 Определение СКО случайной составляющей погрешности.

Случайную составляющую погрешности определяют по результатам измерений по п. 10.3.1 как относительное среднеквадратическое отклонение (СКО) результатов единичного измерения по формуле (3):

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

где n - число измерений.

² Проводится при комплектации титратора следующими типами электродов: GTPH1B, GTRE10B, GTRS10B, GTPC1B, GTPC1C.

11 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

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

Таблица 4 – Метрологические требования

Наименование характеристики	Значение для моделей	
	GT-200	GT-310
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений рН	±0,05	
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений, %:		
- массовой доли веществ в пробе	±2,0	±2,0
- массовой доли воды по К. Фишеру	-	±3,0
Предел допускаемого относительного среднеквадратического отклонения результатов титрования, %		
- массовой доли веществ в пробе	1,0	1,0
- массовой доли воды по К. Фишеру	-	1,5

12 Оформление результатов поверки

12.1 При проведении поверки оформляют протокол результатов поверки. Рекомендуемая форма протокола поверки приведена в приложении 3.

12.2 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 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 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.

Приготовление контрольных образцов

В зависимости от вида титрования, типа стандартного образца или способа приготовления контрольного раствора аттестованное значение $C_{ам}$ может быть выражено в:

- единицах массы (навеска контрольного образца), г;
- единицах объема (аликвота контрольного раствора, эквимольного титранту), см³;
- единицах массовой/объемной доли или массовой/объемной концентрации контрольного вещества (СО в форме растворов с аттестованным содержанием контрольного вещества), %, мл⁻¹, мг/кг, мг/дм³, др.

1 Кислотно-основное титрование

В зависимости от типа используемого титранта допускается проведение основного или кислотного титрования.

1.1 Кислотное титрование.

В случае первичной поверки без последующей постановки рабочих методов титрования, в качестве титранта используют контрольные растворы соляной кислоты ГСО 9654-2010 с диапазоном аттестованных значений от 0,099 до 0,110 моль/дм³ или раствор 0,1 моль/дм³ НСl, приготовленный из концентрированной кислоты или стандарт-титра в соответствии с ГОСТ 25794.1-83³.

Для титрантов на основе водных или спиртовых растворов соляной и серной кислот используют в качестве контрольного вещества стандартный образец массовой доли карбоната натрия в реактиве карбоната натрия высокой чистоты (Na₂CO₃ СО УНИИМ) ГСО 10450-2014 или реактив, подготовленный по п. 8 настоящей методики поверки.

Для титранта на основе уксуснокислого раствора хлорной кислоты используют в качестве контрольного вещества стандартный образец состава калия фталевокислого (бифталата калия) 1-го разряда ГСО 2216-81 или раствор реактива, подготовленного по п. 8 настоящей методики поверки.

Для выполнения титрований контрольное вещество допустимо вносить в виде аликвоты предварительно приготовленного раствора с концентрацией, эквивалентной титранту или непосредственно в виде навески контрольного вещества. В первом случае предварительно готовится раствор с концентрацией, эквивалентной титранту и рассчитывается масса контрольного вещества в аликвоте, как доля аликвоты контрольного раствора v к общей вместимости мерной колбы для его приготовления V ($C_{ам} = mv/V$). Навеску контрольного вещества m , г для приготовления контрольного раствора рассчитывают по формуле (1) данного приложения:

$$m = \frac{V \cdot MB \cdot C}{n} \quad (2),$$

где: MB – молекулярный вес контрольного вещества: 105,99 г/моль для Na₂CO₃ или

204,23 г/моль для бифталата калия (КНPh);

C – концентрация титранта, моль/дм³;

V – вместимость мерной колбы, дм³;

n – стехиометрический коэффициент; ($n = 2$ для Na₂CO₃ и соляной кислоты, $n = 1$ для Na₂CO₃ и серной кислоты, $n = 1$ для КНPh и хлорной кислоты.)

Рекомендованные навески контрольного вещества для $V = 0,25$ дм³ приведены в таблице 1 данного приложения.

Навеску контрольного вещества взвешивают на аналитических весах с пределом погрешности $\pm 0,0005$ г, помещают в мерную колбу вместимостью $V = 0,25$ дм³, растворяют в дистиллированной воде (или в тёплой уксусной кислоте в случае неводного титрования бифталата калия хлорной кислотой), приводят к комнатной температуре и доводят растворителем до метки.

³ Периодическую поверку допустимо проводить по стандартной методике измерений, используя соответствующие СО и контрольные растворы из таблицы 2 раздела 5 настоящей методики.

Таблица 1 – рекомендуемые массы контрольного вещества для приготовления исходного раствора для кислотного титрования при $V=0,25 \text{ дм}^3$

Титрант	Контрольное вещество	Масса, г	Растворитель для титрования
0,1 М НСl	Na_2CO_3	от 1,20 до 1,40	дист. вода
0,2 М НСl	Na_2CO_3	от 2,50 до 2,70	дист. вода
0,5 М НСl	Na_2CO_3	от 6,50 до 6,70	дист. вода
0,1 М H_2SO_4	Na_2CO_3	от 2,50 до 2,70	дист. вода
0,2 М H_2SO_4	Na_2CO_3	от 5,10 до 5,30	дист. вода
0,5 М H_2SO_4	Na_2CO_3	от 13,10 до 13,30	дист. вода
0,1 М HClO_4 уксуснокислый раствор	KHPH	от 5,00 до 5,20	уксусная кислота : хлорбензол = 1:2

Допускается использовать мерные колбы другой вместимости V и аликвоты другого размера v .

При внесении контрольного вещества в виде навески непосредственно в титровальную ячейку объем воды выбирают так, чтобы электроды были погружены в раствор минимум на 2-3 см.

Титрование проводят в соответствии с п. 8.3-8.4. Для автоматических расчетов допустимо вводить рассчитанную массу контрольного вещества ($C_{\text{ат}}$ в формуле (1)), с точностью до четвертого знака, в предварительно подготовленные файлы последовательностей определения количества контрольного вещества.

Результатом каждого определения R_i является: масса контрольного вещества, г. В случае эквимольной концентрации контрольного раствора и титранта допустимо в качестве R_i и $C_{\text{ат}}$, использовать объем титранта, пошедший на титрование до точки эквивалентности или заданного потенциала и объем аликвоты раствора контрольного вещества, внесённого в ячейку, см^3 .

1.2 Основное титрование.

В случае первичной поверки без последующей постановки рабочих методов титрования, в качестве титранта следует использовать раствор 0,1 моль/ дм^3 NaOH , приготовленный из гидроксида натрия или стандарт-титра по ГОСТ 25794.1-83, или из реактива (таблица 2), подготовленного по п.8 настоящей методики поверки⁴.

Испытание проводят в два этапа: определение поправочного коэффициента для титранта и определение количества контрольного вещества.

В качестве контрольного вещества используют стандартный образец состава калия фталевокислого кислого (бифталата калия) 1-го разряда ГСО 2216-81 или навеску реактива (таблица 2), подготовленного по п. 8 настоящей методики поверки.

Для выполнения титрований контрольное вещество допустимо вносить в виде аликвоты предварительно приготовленного раствора с концентрацией, эквивалентной титранту или непосредственно в виде навески контрольного вещества. В первом случае предварительно готовится раствор с концентрацией, эквивалентной титранту и рассчитывается масса контрольного вещества в аликвоте, как доля аликвоты контрольного раствора v к общей вместимости мерной колбы для его приготовления V ($C_{\text{ат}} = mv/V$). Навеску контрольного вещества m , г для приготовления контрольного раствора рассчитывают по формуле (1) данного приложения, где:

MV - молекулярный вес бифталата калия (KHPH) 204,23 г/моль;

C - концентрация титранта, моль/ дм^3 ;

$n = 1$

Рекомендованные навески контрольного вещества для $V=0,25 \text{ дм}^3$ приведены в таблице 2

⁴ Периодическую поверку допустимо проводить по стандартной методике измерений, используя соответствующие СО и контрольные растворы из таблицы 2 раздела 5 настоящей методики.

данного приложения.

Навеску бифталата калия взвешивают на аналитических весах с точностью $\pm 0,0005$ г, помещают в мерную колбу вместимостью $V=0,25$ дм³, растворяют в свежеперегнанной дистиллированной воде, свободной от CO₂, охлаждают до комнатной температуры и доводят до метки.

Таблица 2 - Навеска контрольного вещества для приготовления исходного раствора для основного титрования при $V=0,25$ дм³

Титрант	Контрольное вещество	Масса навески, г	Растворитель для титрования
0,01 М NaOH (KOH)	КНPh	от 0,50 до 0,52	дист. вода
0,1 М NaOH (KOH)	КНPh	от 5,0 до 5,2	дист. вода
0,2 М NaOH (KOH)	КНPh	от 10,1 до 10,3	дист. вода

Допускается использование мерных колб другой вместимости V.

При внесении контрольного вещества в виде навески непосредственно в титровальную ячейку объем воды выбирают так, чтобы электроды были погружены в раствор минимум на 2-3 см.

Проводят не менее пяти определений массы контрольного вещества. Титрование проводят в соответствии с п. 8.3-8.4. Допустимо вводить рассчитанную массу контрольного вещества ($M_{\text{тт}}$), с точностью до четвертого знака, в предварительно подготовленные файлы последовательностей определения количества контрольного вещества.

Допускается использовать в качестве поверочного раствора ГСО 9654-2010 (раствор соляной кислоты) или контрольный 0,1 моль/дм³ раствор HCl, приготовленный из реактива (таблица 2). Для определения поправочного коэффициента (титра) и проведения контрольных измерений используют такой объем соляной кислоты, чтобы на титрование уходило около половины бюретки. Допускается использовать 0,01 моль/дм³ HCl при использовании в качестве титранта растворов NaOH с концентрацией 0,01 моль/дм³.

Результатом каждого определения R_i является: масса контрольного вещества, г. В случае эквимоллярной концентрации контрольного раствора и титранта допустимо в качестве R_i и $C_{\text{ам}}$, использовать объем титранта, пошедший на титрование до точки эквивалентности или заданного потенциала и объем аликвоты раствора контрольного вещества, внесённого в ячейку, см³.

2 Аргентометрическое титрование (титрование раствором серебра азотнокислого AgNO₃)

В случае первичной поверки без последующей постановки рабочих методов титрования, в качестве титранта следует использовать раствор 0,1 моль/дм³ AgNO₃, приготовленный в соответствии с ГОСТ 25794.3-83⁵.

В качестве контрольного вещества используют стандартный образец состава натрия хлористого 1-го разряда ГСО 4391-88 или стандартный образец состава калия хлористого ГСО 9969-2011, или водные растворы соответствующих реактивов, подготовленных по п. 8 настоящей методики поверки.

Для выполнения титрований контрольное вещество допустимо вносить в виде аликвоты предварительно приготовленного раствора с концентрацией, эквивалентной титранту или непосредственно в виде навески контрольного вещества. В первом случае предварительно готовится раствор с концентрацией, эквивалентной титранту и рассчитывается масса контрольного вещества в аликвоте, как доля аликвоты контрольного раствора v к общей вместимости мерной колбы для его приготовления V ($C_{\text{ам}} = mv/V$). Навеску контрольного вещества m , г для приготовления контрольного раствора рассчитывают по формуле (1) данного приложения, где: MB - молекулярный вес, при использовании натрия хлористого 58,44 г/моль (при использовании калия хлористого 74,55 г/моль), C - концентрация титранта, моль/дм³; $n=1$.

Рекомендованные навески контрольного вещества приведены в таблице 3 данного приложения.

⁵ Периодическую поверку допустимо проводить по стандартной методике измерений, используя соответствующие СО и контрольные растворы из таблицы 2 раздела 5 настоящей методики.

Навеску натрия или калия хлористого взвешивают аналитических весах с точностью $\pm 0,0005$ г, помещают в мерную колбу вместимостью $V=0,25$ дм³, растворяют в дистиллированной воде, охлаждают до комнатной температуры и доводят дистиллированной водой до метки.

Таблица 3 - Рекомендуемая навеска контрольного вещества для приготовления раствора для argentometric titration при $V=0,25$ дм³

Титрант	Контрольное вещество	Масса, г	Растворитель для титрования
0,01 М AgNO ₃ (водный, спиртовой или азотнокислый аммиакат серебра)	NaCl	от 0,14 до 0,17	дист. вода + 2 см ³ 2 М HNO ₃
0,01 М AgNO ₃ (водный, спиртовой или азотнокислый аммиакат серебра)	KCl	от 0,18 до 0,21	
0,1 М AgNO ₃	NaCl	от 1,4 до 1,7	
0,1 М AgNO ₃	KCl	от 1,8 до 2,1	

Допускается использование мерных колб другой вместимости V.

При внесении контрольного вещества в виде навески непосредственно в титровальную ячейку объем воды выбирают так, чтобы электроды были погружены в раствор минимум на 2-3 см.

Проводят не менее пяти определений массы контрольного вещества. Титрование проводят в соответствии с п. 8.3-8.4. Допустимо вводить рассчитанную массу контрольного вещества ($M_{\text{итт}}$), с точностью до четвертого знака, в предварительно подготовленные файлы последовательностей определения количества контрольного вещества.

Проводят не менее пяти определений. Результатом каждого определения R_i является: масса контрольного вещества, г. В случае эквимолярной концентрации контрольного раствора и титранта допустимо в качестве R_i и $C_{\text{ам}}$, использовать объем титранта, пошедший на титрование до точки эквивалентности или заданного потенциала и объем аликвоты раствора контрольного вещества, внесённого в ячейку, см³.

3 Йодометрическое титрование (титрование растворами йода, J₂).

В качестве титранта используют раствор 0,1 моль/дм³ натрия серноватисто-кислого Na₂S₂O₃ (тиосульфата натрия), приготовленный в соответствии с ГОСТ 25794.2-83 или в соответствии со стандартной методикой (ГОСТ, ASTM, ISO, UOP, EN, IP, методики Минздрава РФ и другие).

В качестве контрольного вещества используют стандартный образец состава калия двуххромовокислого (бихромата калия) 1-го разряда ГСО 2215-81 или раствор, приготовленный из реактива (таблица 2). Рассчитывается масса контрольного вещества в аликвоте, как доля аликвоты контрольного раствора v к общей вместимости мерной колбы для его приготовления V ($C_{\text{ам}} = mv/V$). Навеску контрольного вещества m , г для приготовления контрольного раствора рассчитывают по формуле (1) данного приложения, где: $M_B = 294,185$ - молекулярный вес бихромата калия, г/моль;

C - концентрация раствора тиосульфата натрия, моль/дм³; $n=6$ - стехиометрический коэффициент (число моль тиосульфата натрия, эквивалентное одному молю бихромата калия в реакции окисления).

Рекомендованные навески контрольного вещества приведены в таблице 6.

Навеску бихромата калия взвешивают аналитических весах с точностью $\pm 0,0005$ г, помещают в мерную колбу вместимостью $V=0,25$ дм³, растворяют в дистиллированной воде, охлаждают до комнатной температуры и доводят дистиллированной водой до метки.

Таблица 4. Навески контрольного вещества для приготовления исходного раствора для йодометрического титрования при $V=0,25$ дм³

Титрант	Контрольное вещество	Масса, г	Растворитель для титрования
0,1 моль/дм ³ Na ₂ S ₂ O ₃	K ₂ Cr ₂ O ₇	от 1,2 до 1,3	Дист. вода

Допускается использование мерных колб другой вместимости V.

Титрование проводят в соответствии с п. 8.3-8.4. Допустимо вводить рассчитанную массу контрольного вещества ($C_{ам}$), с точностью до четвертого знака, в предварительно подготовленные файлы последовательностей определения количества контрольного вещества.

Проводят не менее пяти определений. Результатом каждого определения R_i является: масса контрольного вещества, г. В случае эквимольной концентрации контрольного раствора и титранта допустимо в качестве R_i и $C_{ам}$, использовать объем титранта с учетом стехиометрического коэффициента n, пошедший на титрование до точки эквивалентности или заданного потенциала и объем аликвоты раствора контрольного вещества, внесённого в ячейку, см³.

4 Комплексометрическое титрование с использованием раствора Трилона Б.

В качестве титранта следует использовать раствор 0,05 моль/дм³ (0,1 Н) Трилона Б, приготовленный в соответствии с ГОСТ 10398-2016 или в соответствии с официальной методикой (ГОСТ, ASTM, ISO, UOP, EN, IP, методики Минздрава РФ и другие) из ГСО 2960-84 состава трилона Б или стандарт-титра трилона Б или дигидрата динатриевой соли этилендиамина-N,N,N',N'-тетрауксусной кислоты по ГОСТ 10652-73.

Массу контрольного вещества $m_{атт}$ рассчитывают по формуле (2) данного приложения:

$$m_{атт} = \frac{C_{атт} \cdot V_{ал}}{1000} \quad (2)$$

где $C_{атт}$ - аттестованное значение массовой концентрации ионов магния в СО или контрольном растворе, г/дм³;

$V_{ал}$ - объем аликвоты, мл.

Подготовку титратора проводят по п.8.3-8.4.

Проводят не менее пяти определений массы контрольного вещества. Результатом каждого определения R_i является: масса контрольного вещества, г.

5 Определение бромного числа 10%-ного раствора циклогексена в 1,1,1-трихлорэтаноле.

5.1 При поверке в качестве титранта используют раствор бромид-бромат калия (0,25 М в пересчете на Br₂). Подготовку реактивов бромид калия (KBr) и бромат калия (KBrO₃) проводят по п.8.1. Для приготовления титранта берут 51,0 г бромид калия (KBr) и 13,92 г бромата калия (KBrO₃) растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1000 см³ и доводят до дистиллированной водой до метки.

В мерную колбу вместимостью 1000 см³ помещают 150,0 г йодистого калия, растворяют в дистиллированной воде и объем раствора доводят до метки.

5.2 Определение поправочного коэффициента (титра) раствора бромид-бромата.

Поправочный коэффициент (фактор, молярность) приготовленного титранта определяют титрованием 0,1 М раствором тиосульфата натрия (Na₂S₂O₃). Для приготовления последнего в мерной колбе вместимостью 1000 см³ растворяют в дистиллированной воде 25,00 г тиосульфата натрия (Na₂S₂O₃·5H₂O) и добавляют 0,01 г карбоната натрия (Na₂CO₃) для стабилизации раствора. Доводят дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают.

Помещают 50 см³ ледяной уксусной кислоты и 1 см³ концентрированной соляной кислоты в колбу вместимостью 500 см³. Охлаждают раствор в ледяной бане в течение 10 минут и, постоянно помешивая, добавляют с помощью бюретки вместимостью 10 см³ 5,00±0,01 мл раствора бромид-бромата со скоростью 1...2 капли в секунду. После этого закрывают колбу пробкой, перемешивают содержимое, помещают в ледяную баню и добавляют 5 см³ раствора KI. Сильно встряхивают колбу, добавляют 100 см³ воды так, чтобы ополоснуть пробку и стенки колбы и быстро титруют раствором тиосульфата натрия. Ближе к концу титрования добавляют 1 см³ индикаторного раствора крахмала и продолжают титровать до исчезновения синего цвета. Концентрацию раствора бромид-бромата, моль/дм³ рассчитывают по формуле (3):

$$M_1 = \frac{A \times M_2}{5 \times 2}, \quad (3)$$

где M_1 – концентрация раствора бромид-бромата, моль/дм³;

A – количество см³ раствора Na₂S₂O₃, пошедших на титрование раствора бромид-бромата;

M_2 – концентрация раствора Na₂S₂O₃;

5 – объем раствора бромид-бромата, моль/дм³;

2 – число электронов, перенесенных в процессе окислительно-восстановительного титрования бромид-броматным раствором.

5.3 Приготовление растворителя.

Готовят растворитель для титрования, смешав 714 см³ ледяной уксусной кислоты, 134 см³ 1,1,1-трихлорэтана, 134 см³ метанола и 18 см³ H₂SO₄ (1+5). Растворитель необходимо выдержать в течение 3-х дней.

5.4 Проводят холостой опыт для растворителя, используя 5 см³ 1,1,1-трихлорэтана вместо порции раствора образца. На титрование должно пойти не более 0,1 см³ раствора бромид-бромата.

5.5 Готовят 10% (по массе) раствор циклогексена в 1,1,1-трихлорэтаноле.

5.6 Запускают программу определения бромного числа. Взвешивают образец с точностью ±0,0002 г. Проводят не менее пяти измерений бромного числа 10%-го раствора циклогексена. Полученные значения бромного числа должны быть в интервале от 18 до 20.

6 Определение воды по Карлу Фишеру кулонометрическим или волюметрическим методом.

6.1 Перед определением метрологических характеристик следует убедиться, что ячейка для титрования и электроды чистые, без повреждений, ячейка для титрования заполнена свежими катодным (только для генерирующего электрода с диафрагмой) и анодным растворами.

Запускают программу титрования, дожидаются стабильной величины дрейфа (менее 0,3 мкг/сек, обычно 0,05-0,1 мкг/сек).

Для определения относительной погрешности титрования и среднеквадратического отклонения рекомендуется использовать ГСО 9322-2008 «Стандартный образец массовой концентрации воды в органической жидкости (MT-HWS-1.0)» или дистиллированную воду по ГОСТ Р 58144-2018.

Вскройте ампулу с ГСО, промойте шприц приблизительно 0,5 мл ГСО. Наберите в шприц оставшееся содержимое ампулы, оботрите иглу, взвесьте шприц с образцом. Введите 0,5-1 мл стандартного образца в ячейку для титрования. Допускается использование ГСО другого типа. При использовании ГСО другого типа обратитесь к таблице 5 для выбора оптимальной навески. Массу введенного СО Δm , г рассчитывают по разности масс шприца до и после дозирования. Массу воды $C_{ам}$ в аликвоте ГСО рассчитывают по формуле (4):

$$C_{ам} = 0,01 * C_{СО} * \Delta m \quad (4)$$

,где $C_{СО}$ – массовая доля воды в ГСО, %

Для ввода в ячейку дистиллированной воды используют микрошприцы для хроматографии М-10 или МШ-10, МШ-100 (1 мкл дистиллированной воды имеет массу 0,9982 мг при 20 °С).

Таблица 7. Рекомендуемый объем пробы при определении воды по Карлу Фишеру.

Массовая доля воды, %	Кулонометрический метод, г	Волюметрический метод, г
100	От $1 \cdot 10^{-3}$ до $1 \cdot 10^{-2}$	От $5 \cdot 10^{-3}$ до $1 \cdot 10^{-1}$
1	0,05-0,1	1-3
0,1	0,5-1	2-5
0,01	4-5	Не применимо

Проводят не менее пяти определений. Результатом каждого определения R_i является: масса контрольного вещества, г или $г \cdot 10^{-6}$ (мкг).

Рекомендации по программированию методов для поверки титратора GT-200

Приведенные ниже параметры титрования носят рекомендательный характер. Пользователи могут использовать иные параметры титрования, обеспечивающие требуемую точность определения.

A1. Кислотное титрование.

Таблица A1.1 Регистрация титрантов в таблице Titration Reagent Registration

Титрант	Номер в таблице Titration Reagent Registration	Концентрация, моль/л	Эквивалент
0.1 М HCl	01	0,1	1
0.1 М H ₂ SO ₄	10 или больше	0,1	2
0.1 М HClO ₄ /AcOH	9	0,1	1

Таблица A1.2 Регистрация расчетных формул в таблице Calculation Formula Registration

Описание	Формула расчета в базе данных титратора	Номер в таблице Calculation Formula Registration
Расчет поправочного коэффициента для титранта (фактора)	$1000 \cdot S / ((A1 - BL) \cdot M \cdot E \cdot FW)$	06
Расчет массы контрольного вещества	$FW \cdot A1 \cdot M \cdot f \cdot E / 1000$	09 или больше
Расчет относительной погрешности титрования	$100 \cdot (S - C1) / S$	10 или больше

Таблица А1.3 Рекомендуемые параметры при титровании 0.1 М HCl

Файл титрования для определения поправочного коэффициента титранта	Файл титрования для определения массы контрольного вещества и относительной погрешности титрования
Titr File No:03 <0.1m HCl factor > Mode :INF Detect :pH BRT No :1 Reagent: 1 WTint :10 [sec] DetCnt :6 Vup :400 [ul] Vlow :10 [ul] dE :1 [pH] dT :2 [sec] DL :10 [pH/ml] End1 : 4 [pH] End1 Width: 3 [pH] Vmax :20 [ml] Vover :1 [ml] P1-Mode: No use C1:1000*S/((A1-BL)*M*f*E*FW) [f] BL:0 [ml] FW:52.995	Titr File No:04<Mass Na ₂ CO ₃ > Mode :INF Detect :pH BRT No :1 Reagent: 1 WTint :10 [sec] DetCnt :6 Vup :400 [ul] Vlow :10 [ul] dE :1 [pH] dT :2 [sec] DL :10 [pH/ml] End1 : 4 [pH] End1 Width: 3 [pH] Vmax :20 [ml] Vover :1 [ml] P1-Mode: No use C1:FW*A1*M*f*E/1000 [g] C2:100*(S-C1)/S [%] FW:52.995

Таблица А1.4 Рекомендуемые параметры при титровании 0.1 М H₂SO₄

Файл титрования для определения поправочного коэффициента титранта	Файл титрования для определения массы контрольного вещества и относительной погрешности титрования
Titr File No:05 <0.1m H ₂ SO ₄ factor > Mode :INF Detect :pH BRT No :1 Reagent: 10 WTint :10 [sec] DetCnt :6 Vup :400 [ul] Vlow :10 [ul] dE :1 [pH] dT :3 [sec] DL :2 [pH/ml] End1 : 4 [pH] End1 Width: 3 [pH] Vmax :20 [ml] Vover :1 [ml] P1-Mode: No use C1:1000*S/((A1-BL)*M*f*E*FW) [f] BL:0 [ml] FW:52.995	Titr File No:06<Mass Na ₂ CO ₃ > Mode :INF Detect :pH BRT No :1 Reagent: 10 WTint :10 [sec] DetCnt :6 Vup :400 [ul] Vlow :10 [ul] dE :1 [pH] dT :3 [sec] DL :2 [pH/ml] End1 : 4 [pH] End1 Width: 3 [pH] Vmax :20 [ml] Vover :1 [ml] P1-Mode: No use C1:FW*A1*M*f*E/1000 [g] C2:100*(S-C1)/S [%] FW:52.995

A2. Основное титрование.

Таблица A2.1 Регистрация титрантов в таблице Titration Reagent Registration

Титрант	Номер в таблице Titration Reagent Registration	Концентрация, моль/л	Эквивалент
0.1 М NaOH	02	0,1	1
0.1 М KOH/IPA	07	0,1	1

Таблица A2.2 Регистрация расчетных формул в таблице Calculation Formula Registration

Описание	Формула расчета в базе данных титратора	Номер в таблице Calculation Formula Registration
Расчет поправочного коэффициента для титранта (фактора)	$1000 * S / ((A1 - BL) * M * E * FW)$	06
Расчет массы контрольного вещества	$FW * A1 * M * f * E / 1000$	09 или больше
Расчет относительной погрешности титрования	$100 * (S - C1) / S$	10 или больше

Таблица A2.3 Рекомендуемые параметры при титровании 0.1 М NaOH

Файл титрования для определения поправочного коэффициента титранта	Файл титрования для определения массы контрольного вещества и относительной погрешности титрования
Titr File No:01 <0.1m NaOH factor > Mode :INF Detect :pH BRT No :1 Reagent: 2 WTint :10 [sec] DetCnt :6 Vup :400 [ul] Vlow :10 [ul] dE :1 [pH] dT :2 [sec] DL :10 [pH/ml] End1 : 7 [pH] End1 Width: 7 [pH] Vmax :20 [ml] Vover :1 [ml] P1-Mode: No use C1:1000*S/((A1-BL)*M*E*FW) [f] BL:0 [ml] FW:204.23	Titr File No:02<Mass KHP > Mode :INF Detect :pH BRT No :1 Reagent: 2 WTint :10 [sec] DetCnt :6 Vup :400 [ul] Vlow :10 [ul] dE :1 [pH] dT :2 [sec] DL :10 [pH/ml] End1 : 7 [pH] End1 Width: 7 [pH] Vmax :20 [ml] Vover :1 [ml] P1-Mode: No use C1:FW*A1*M*f*E/1000 [g] C2:100*(S-C1)/S [%] FW:204.23

А3. Аргентометрическое титрование.

Таблица А3.1 Регистрация титрантов в таблице Titration Reagent Registration

Титрант	Номер в таблице Titration Reagent Registration	Концентрация, моль/л	Эквивалент
0.1 М AgNO ₃	05	0,1	1
0.01 М AgNO ₃	10 или больше	0,1	1

Таблица А3.2 Регистрация расчетных формул в таблице Calculation Formula Registration

Описание	Формула расчета в базе данных титратора	Номер в таблице Calculation Formula Registration
Расчет поправочного коэффициента для титранта (фактора)	$1000 * S / ((A1 - BL) * M * E * FW)$	06
Расчет массы контрольного вещества	$FW * A1 * M * f * E / 1000$	09 или больше
Расчет относительной погрешности титрования	$100 * (S - C1) / S$	10 или больше

Таблица А3.3 Рекомендуемые параметры при титровании 0.1 М AgNO₃

Файл титрования для определения поправочного коэффициента титранта	Файл титрования для определения массы контрольного вещества и относительной погрешности титрования
Titr File No:01 <0.1m AgNO ₃ factor > Mode :INF Detect :mV BRT No :1 Reagent: 5 WTint :10 [sec] DetCnt :6 Vup :400 [ul] Vlow :10 [ul] dE :1 [mV] dT :3 [sec] DL :100 [mV/ml] End1 : 500 [mV] End1 Width: 500 [mV] Vmax :20 [ml] Vover :1 [ml] P1-Mode: No use C1:1000*S/((A1-BL)*M*E*FW) [f] BL:0 [ml] FW:58.443	Titr File No:02<Mass NaCl > Mode :INF Detect :mV BRT No :1 Reagent: 5 WTint :10 [sec] DetCnt :6 Vup :400 [ul] Vlow :10 [ul] dE :1 [mV] dT :3 [sec] DL :100 [mV/ml] End1 : 500 [mV] End1 Width: 500 [mV] Vmax :20 [ml] Vover :1 [ml] P1-Mode: No use C1:FW*A1*M*f*E/1000 [g] C2:100*(S-C1)/S [%] FW:58.443

Таблица А3.4 Рекомендуемые параметры при титровании 0.01 М AgNO₃

Файл титрования для определения поправочного коэффициента титранта	Файл титрования для определения массы контрольного вещества и относительной погрешности титрования
Titr File No:01 <0.01m AgNO ₃ factor > Mode :INF Detect :mV BRT No :1 Reagent: 10 WTint :10 [sec] DetCnt :6 Vup :400 [ul] Vlow :10 [ul] dE :1 [mV] dT :3 [sec] DL :30 [mV/ml] End1 : 500 [mV] End1 Width: 500 [mV] Vmax :20 [ml] Vover :1 [ml] P1-Mode: No use C1:1000*S/((A1-BL)*M*f*E*FW) [f] BL:0 [ml] FW:58.443	Titr File No:02<Mass NaCl > Mode :INF Detect :mV BRT No :1 Reagent: 10 WTint :10 [sec] DetCnt :6 Vup :400 [ul] Vlow :10 [ul] dE :1 [mV] dT :3 [sec] DL :30 [mV/ml] End1 : 500 [mV] End1 Width: 500 [mV] Vmax :20 [ml] Vover :1 [ml] P1-Mode: No use C1:FW*A1*M*f*E/1000 [g] C2:100*(S-C1)/S [%] FW:58.443

А4. Йодометрическое титрование.

Таблица А4.1 Регистрация титрантов в таблице Titration Reagent Registration

Титрант	Номер в таблице Titration Reagent Registration	Концентрация, моль/л	Эквивалент
0.1 М Na ₂ S ₂ O ₃	04	0,1	1

Таблица А4.2 Регистрация расчетных формул в таблице Calculation Formula Registration

Описание	Формула расчета в базе данных титратора	Номер в таблице Calculation Formula Registration
Расчет поправочного коэффициента для титранта (фактора)	1000*S/((A1-BL)*M*f*E*FW)	06
Расчет массы контрольного вещества	FW*A1*M*f*E/1000	09 или больше
Расчет относительной погрешности титрования	100*(S-C1)/S	10 или больше

Таблица А4.3 Рекомендуемые параметры при титровании 0.1 М Na₂S₂O₃

Файл титрования для определения поправочного коэффициента титранта	Файл титрования для определения массы контрольного вещества и относительной погрешности титрования

Titr File No:01 <0.1m Na2S2O3 factor > Mode :INF Detect :mV BRT No :1 Reagent: 4 WTint :10 [sec] DetCnt :6 Vup :100 [ul] Vlow :10 [ul] dE :1 [mV] dT :3 [sec] DL :200 [mV/ml] End1 : 500 [mV] End1 Width: 500 [mV] Vmax :20 [ml] Vover :1 [ml] P1-Mode: No use C1:1000*S/((A1-BL)*M*f*FW) [f] BL:0 [ml] FW: 49.03083	Titr File No:02< Mass K2Cr2O7 > Mode :INF Detect :mV BRT No :1 Reagent: 4 WTint :10 [sec] DetCnt :6 Vup :100 [ul] Vlow :10 [ul] dE :1 [mV] dT :3 [sec] DL :200 [mV/ml] End1 : 500 [mV] End1 Width: 500 [mV] Vmax :20 [ml] Vover :1 [ml] P1-Mode: No use C1:FW*A1*M*f*E/1000 [g] C2:100*(S-C1)/S [%] FW: 49.03083
---	---

A5. Комплексонометрическое титрование с фотометрическим электродом.

Таблица A5.1 Регистрация титрантов в таблице Titration Reagent Registration

Титрант	Номер в таблице Titration Reagent Registration	Концентрация, моль/л	Эквивалент
0.05 M EDTA	10 или больше	0,05	1

Таблица A5.2 Регистрация расчетных формул в таблице Calculation Formula Registration

Описание	Формула	Номер в таблице Calculation Formula Registration
Расчет поправочного коэффициента для титранта (фактора)	$1000*S/((A1-BL)*M*f*FW)$	06
Расчет массы контрольного вещества	$FW*A1*M*f*E/1000$	09 или больше
Расчет относительной погрешности титрования	$100*(S-C1)/S$	10 или больше

Таблица A5.3 Рекомендуемые параметры при титровании 0.05 M EDTA

Файл титрования для определения поправочного коэффициента титранта	Файл титрования для определения массы контрольного вещества и относительной погрешности титрования
--	--

<p>Titr File No:01 <0.05M EDTA factor > Mode : CROSS B Detect :mV BRT No :1 Reagent: 10 WTint :10 [sec] DetCnt :10 Vup :200 [ul] Vlow :20 [ul] dE :1 [mV] dT :3 [sec] DL :200 [mV/ml] End1 : 500 [mV] End1 Width: 500 [mV] Vmax :20 [ml] Vover :1 [ml] P1-Mode: No use C1:1000*S/((A1-BL)*M*f*FW) [f] BL:0 [ml] FW: 24.305</p>	<p>Titr File No:02< Mass Mg2+ > Mode : CROSS B Detect :mV BRT No :1 Reagent: 10 WTint :10 [sec] DetCnt :10 Vup :200 [ul] Vlow :20 [ul] dE :1 [mV] dT :3 [sec] DL :200 [mV/ml] End1 : 500 [mV] End1 Width: 500 [mV] Vmax :20 [ml] Vover :1 [ml] P1-Mode: No use C1:FW*A1*M*f*E/1000 [g] C2:100*(S-C1)/S [%] FW: 24.305</p>
---	--

Рекомендации по программированию методов для поверки титратора GT-310

Приведенные ниже параметры титрования носят рекомендательный характер. Пользователи могут использовать иные параметры титрования, обеспечивающие требуемую точность определения.

1 Рекомендуемые параметры для кислотно-основного титрования. Титрант – 0,1М HCl

Установка титра по Na ₂ CO ₃	Определение Na ₂ CO ₃
Parameter No : 1	Parameter No : 2
Parameter name : Titer 0.1M HCl	Parameter name : massa Na2CO3 r-r
Unit : GT-310STR	Unit : GT-310STR
Titration mode : General titration	Titration mode : General titration
Detector : pH	Detector : pH
Titrant : 01_0.1M HCl	Titrant : 01_0.1M HCl
Buret number : 1	Buret number : 1
Initial fill rate : 100 [%]	Initial fill rate : 100 [%]
Injection speed : 500 [µL/s]	Injection speed : 500 [µL/s]
Aspiration speed : 600 [µL/s]	Aspiration speed : 600 [µL/s]
Initial wait time : 30 [s]	Initial wait time : 0 [s]
Drop volume control : Individual	Drop volume control : Individual
Max. drop volume : 300 [µL]	Max. drop volume : 300 [µL]
Min. drop volume : 10 [µL]	Min. drop volume : 5 [µL]
Gain : 0	Gain : 0
Drop break threshold : 0 [pH]	Drop break threshold : 0 [pH]
Drop portions : 1 [-]	Drop portions : 1 [-]
Stability criteria : Individual	Stability criteria : Individual
Fixed wait time : 0 [s]	Fixed wait time : 0 [s]
Delta potential : 0.2 [pH]	Delta potential : 0.2 [pH]
Delta time : 3 [s]	Delta time : 3 [s]
End point 1 : Inflection	End point 1 : Inflection
E1 potential : 10 [pH]	E1 potential : 10 [pH]
E1 potential width : 2 [pH]	E1 potential width : 2 [pH]
E1 derivative threshold : 2 [pH/mL]	E1 derivative threshold : 2 [pH/mL]
E1 evaluation points : 6	E1 evaluation points : 6
Detection thld volume : [mL]	Detection thld volume : [mL]
Max. titration volume : 20 [mL]	Max. titration volume : 20 [mL]
Overtitration volume : 1 [mL]	Overtitration volume : 1 [mL]
Cutoff potential : 6 [pH]	Cutoff potential : [pH]
Calculation formula1 : $W \cdot 1000 / 105.99 / Q / A1$	Calculation formula1 :
Calculation form1 unit : f	$Q \cdot f \cdot A1 \cdot 105.99 / 1000 \cdot 250 / 25$
Rounding1 : 5signif (Round)	Calculation form1 unit : g
	Rounding1 : 5signif (Round)

2 Рекомендуемые параметры для кислотно-основного титрования. Титрант – 0,1М NaOH

Установка титра по бифталату калия	Определение массы бифталата калия
Parameter No : 3 Parameter name : NaOH 0.1N / f KHPH Unit : GT-310STR Titration mode : General titration Detector : pH Titrant : 18_NaOH 0.1N / f KHPH Buret number : 1 Initial fill rate : 100 [%] Injection speed : 500 [μ L/s] Aspiration speed : 600 [μ L/s] Initial wait time : [s] Drop volume control : Individual Max. drop volume : 200 [μ L] Min. drop volume : 10 [μ L] Gain : 20 Drop break threshold : 0.1 [pH] Drop portions : 1 [-] Stability criteria : Normal End point 1 : Inflection E1 potential : 7 [pH] E1 potential width : 7 [pH] E1 derivative threshold : 20 [pH/mL] E1 evaluation points : 6 Detection thld volume : [mL] Max. titration volume : 20 [mL] Overtitration volume : 0.5 [mL] Cutoff potential : 12 [pH] Calculation formula1 : $W*1000/204.23*10/A1/Q/250$ Calculation form1 unit : f Rounding1 : 5signif (Round)	Parameter No : 4 Parameter name : GSO BIFTALAT KALIAY Unit : GT-310STR Titration mode : General titration Detector : pH Preset 1 : Preset-V P1 buret number : 1 P1 initial wait time : [s] P1 injection volume : 8 [mL] Titrant : 18_NaOH 0.1N / f KHPH Buret number : 1 Initial fill rate : 100 [%] Injection speed : 500 [μ L/s] Aspiration speed : 600 [μ L/s] Initial wait time : [s] Drop volume control : Individual Max. drop volume : 200 [μ L] Min. drop volume : 10 [μ L] Gain : 15 Drop break threshold : 1 [pH] Drop portions : 1 [-] Stability criteria : Normal End point 1 : Inflection E1 potential : 7 [pH] E1 potential width : 7 [pH] E1 derivative threshold : 20 [pH/mL] E1 evaluation points : 6 Detection thld volume : [mL] Max. titration volume : 20 [mL] Overtitration volume : 0.5 [mL] Cutoff potential : 12 [pH] Calculation formula1 : $Q*f*A1*250/1000/10*204.23$ Calculation form1 unit : g Rounding1 : 5signif (Round)

3 Рекомендуемые параметры для аргентометрического титрования. Титрант 0,1M AgNO₃

Определение титра по NaCl	Определение массы NaCl
Parameter No : 5 Parameter name : 0.1M AgNO ₃ Unit : GT-310STR Titration mode : General titration Detector : mV1 Preset 1 : Preset-V P1 buret number : 2 P1 initial wait time : 0 [s] P1 injection volume : 7 [mL] Titrant : 07_0.1M AgNO ₃ Buret number : 2 Initial fill rate : 100 [%] Injection speed : 500 [μL/s] Aspiration speed : 600 [μL/s] Initial wait time : 10 [s] Drop volume control : Individual Max. drop volume : 200 [μL] Min. drop volume : 5 [μL] Gain : 10 Drop break threshold : 0 [mV] Drop portions : 1 [-] Stability criteria : Normal End point 1 : Inflection E1 potential : 350 [mV] E1 potential width : 1000 [mV] E1 derivative threshold : 500 [mV/mL] E1 evaluation points : 6 Detection thld volume : [mL] Max. titration volume : 20 [mL] Overtitration volume : 0.5 [mL] Cutoff potential : [mV] Calculation formula1 : $1000 * W / ((A1 - B) * Q * E * FW)$ Calculation form1 unit : f Rounding1 : 5signif (Round)	Parameter No : 6 Parameter name : massa NaCl r-r Unit : GT-310STR Titration mode : General titration Detector : mV1 Preset 1 : Preset-V P1 buret number : 2 P1 initial wait time : [s] P1 injection volume : 12 [mL] Titrant : 07_0.1M AgNO ₃ Buret number : 2 Initial fill rate : 100 [%] Injection speed : 500 [μL/s] Aspiration speed : 600 [μL/s] Initial wait time : 5 [s] Drop volume control : Individual Max. drop volume : 300 [μL] Min. drop volume : 5 [μL] Gain : 10 Drop break threshold : 1 [mV] Drop portions : 1 [-] Stability criteria : Normal End point 1 : Inflection E1 potential : 0 [mV] E1 potential width : 2000 [mV] E1 derivative threshold : 500 [mV/mL] E1 evaluation points : 6 Detection thld volume : [mL] Max. titration volume : 25 [mL] Overtitration volume : 0.5 [mL] Cutoff potential : [mV] Calculation formula1 : $Q * f * A1 * 58.44 / 1000 / 25 * 250$ Calculation form1 unit : g Rounding1 : 5signif (Round)

4 Рекомендуемые параметры для йодометрического титрования. Титрант 0,1M Na₂S₂O₃

Определение титра по K ₂ Cr ₂ O ₇	Определение массы K ₂ Cr ₂ O ₇
Parameter No : 7 Parameter name : 0.1N Na ₂ S ₂ O ₃ Unit : GT-310STR Titration mode : General titration Detector : mV1 Preset 1 : Preset-V P1 buret number : 1 P1 initial wait time : [s] P1 injection volume : 8.5 [mL] Titrant : 05_0.1M Na ₂ S ₂ O ₃ Buret number : 1 Initial fill rate : 100 [%] Injection speed : 500 [μL/s] Aspiration speed : 600 [μL/s] Initial wait time : 2 [s] Drop volume control : Individual Max. drop volume : 200 [μL] Min. drop volume : 10 [μL] Gain : 10 Drop break threshold : 1 [mV] Drop portions : 1 [-] Stability criteria : Normal End point 1 : Inflection E1 potential : 0 [mV] E1 potential width : 2000 [mV] E1 derivative threshold : 500 [mV/mL] E1 evaluation points : 6 Detection thld volume : [mL] Max. titration volume : 20 [mL] Overtitration volume : 1 [mL] Cutoff potential : [mV] Calculation formula1 : 1000*W/49.03083/R/Q/A1 Calculation form1 unit : f Rounding1 : 5signif (Round)	Parameter No : 8 Parameter name : massa K ₂ Cr ₂ O ₇ Unit : GT-310STR Titration mode : General titration Detector : mV1 Preset 1 : Preset-V P1 buret number : 1 P1 initial wait time : [s] P1 injection volume : 8.5 [mL] Titrant : 16_0.1N Na ₂ S ₂ O ₃ Buret number : 1 Initial fill rate : 100 [%] Injection speed : 500 [μL/s] Aspiration speed : 600 [μL/s] Initial wait time : 3 [s] Drop volume control : Individual Max. drop volume : 200 [μL] Min. drop volume : 10 [μL] Gain : 20 Drop break threshold : 1 [mV] Drop portions : 1 [-] Stability criteria : Normal End point 1 : Inflection E1 potential : 0 [mV] E1 potential width : 2000 [mV] E1 derivative threshold : 500 [mV/mL] E1 evaluation points : 6 Detection thld volume : [mL] Max. titration volume : 20 [mL] Overtitration volume : 1 [mL] Cutoff potential : [mV] Calculation formula1 : Q*A1*f*FW*R/1000 Calculation form1 unit : g Rounding1 : 5signif (Round)

5 Рекомендуемые параметры для определения фотометрического определения ионов Mg (титрование 0,1М раствором Трилона Б).

Определение концентрации магния
Parameter No : 9
Parameter name : conc Mg
Unit : GT-310STR
Titration mode : General titration
Detector : mV1
Preset 1 : Preset-V
P1 buret number : 2
P1 initial wait time : [s]
P1 injection volume : 8 [mL]
Titrant : 15_0.05M EDTA
Buret number : 2
Initial fill rate : 100 [%]
Injection speed : 500 [μ L/s]
Aspiration speed : 600 [μ L/s]
Initial wait time : [s]
Drop volume control : Individual
Max. drop volume : 100 [μ L]
Min. drop volume : 25 [μ L]
Gain : 0
Drop break threshold : 0 [mV]
Drop portions : 1 [-]
Stability criteria : Individual
Fixed wait time : 0 [s]
Delta potential : 2 [mV]
Delta time : 3 [s]
End point 1 : Back intersection
E1 potential : 400 [mV]
E1 potential width : 200 [mV]
E1 2nd deriv. threshold : 20
E1 evaluation points : 5
Detection thld volume : [mL]
Max. titration volume : 20 [mL]
Overtitration volume : 2 [mL]
Cutoff potential : [mV]
Calculation formula1 : $24.305 \cdot Q \cdot f \cdot A1/10$
Calculation form1 unit : g/L
Rounding1 : 5signif (Round)

ПРОТОКОЛ № _____ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

Титратор автоматический GT-_____, зав. № _____

Документ на поверку: МП 242-2489-2022 «Титраторы автоматические GT. Методика поверки»

Информация об использованных средствах поверки:

Условия проведения поверки:

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

Результаты внешнего осмотра

Результаты опробования

Проверка метрологических характеристик

Таблица В1. Результаты проверки 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				

Таблица В2. Результаты проверки относительного среднеквадратического отклонения и относительной погрешности результатов потенциометрического титрования.

Тип ГСО:				Годеи до:	
Масса ГСО, взятого для приготовления 250 мл исходного раствора, г :					
Объем аликвоты, мл:					
Масса ГСО в аликвоте, взятой для титрований, г :					
№	Результаты титрований, г	Отн. СКО результатов титрований, %	Нормируемые значения отн. СКО результатов титрований, %	Отн. погрешность титрований, %	Нормируемые значения отн. погрешности результатов титрований, %
1					
2					
3					
4					
5					

Таблица В3. Результаты проверки относительного среднеквадратического отклонения и относительной погрешности результатов определения воды по Карлу Фишеру.

Тип ГСО:				Годеи до:	
Аттестованное значение:					
№	Результаты титрований,	Отн. СКО результатов титрований, %	Нормируемые значения отн. СКО результатов титрований, %	Отн. погрешность титрований, %	Нормируемые значения отн. погрешности результатов титрований, %
1					
2					
3					
4					
5					

Результат проведения поверки:

Поверитель:

Организация, проводившая поверку:
