



УТВЕРЖДАЮ
Руководитель ЛОЕИ
ООО «ПРОММАШ ТЕСТ»

Цехан Н.А.

«09» апреля 2019г.

Анализаторы жидкости модели 56, 1056, 1057, 1066, 5081
Методика поверки.
МП-092/03-2019

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы жидкости модели 56, 1056, 1057, 1066, 5081 (далее по тексту – анализаторы) предназначены для измерений состава и свойств природных, питьевых, промышленных и сточных вод: водородного показателя pH, окислительно-восстановительного потенциала (далее по тексту – ОВП), содержания растворенного кислорода, озона, общего остаточного хлора, свободного остаточного хлора, сопротивления, удельной электрической проводимости (далее по тексту – УЭП), концентрации электролитов, мутности (содержания взвешенных частиц), температуры.

Интервал между поверками – 2 года.

Нормативные ссылки

В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

Приказ Министерства промышленности и торговли Российской Федерации от «02» июля 2015 г. № 1815 «Об утверждении порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке»;

ГОСТ 22729-84 Анализаторы жидкостей ГСП. Общие технические условия;

ГОСТ 8.120-2014 Государственная система единства измерений. Государственная поверочная схема для средств измерений pH;

ГОСТ 8.558-2009 Государственная система обеспечения единства измерений (ГСИ). Государственная поверочная схема для средств измерений температуры;

ГОСТ 8.652-2016 Государственная система обеспечения единства измерений. Государственная поверочная схема для средств измерений массовой концентрации растворенных в воде газов (кислорода, водорода);

ГОСТ Р 8.722-2010 Государственная система обеспечения единства измерений (ГСИ). Анализаторы жидкости кондуктометрические. Методика поверки;

ГОСТ 8.639-2014 Государственная система обеспечения единства измерений (ГСИ). Электроды для определения окислительно-восстановительного потенциала. Методика поверки;

Государственная поверочная схема для средств измерений удельной электрической проводимости жидкостей, утвержденная приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от «27» декабря 2018 г. № 2771;

Государственная поверочная схема для средств измерений содержания компонентов в газовых и газоконденсатных средах, утвержденная приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от «14» декабря 2018 г. № 2664;

ГОСТ Р 8.857-2013 Государственная система обеспечения единства измерений. pH-метры. Методика поверки;

ГОСТ 8.135-2004 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандарт-титры для приготовления буферных растворов - рабочих эталонов pH 2-го и 3-го разрядов. Технические и метрологические характеристики. Методы их определения;

ГОСТ 13350-78 Анализаторы жидкости кондуктометрические ГСП. Общие технические условия;

ГОСТ 22171-90 Анализаторы жидкости кондуктометрические лабораторные. Общие технические условия;

ГОСТ 6651-2009 Государственная система обеспечения единства измерений. Термопреобразователи сопротивления из платины, меди и никеля. Общие технические требования и методы испытаний;

ГОСТ 21342.8-76 Терморезисторы. Метод измерения температурного коэффициента сопротивления;

ГОСТ 18301-72 Вода питьевая. Методы определения содержания остаточного озона;

Р 50.2.021-2002 Государственная система обеспечения единства измерений. Эталонные растворы удельной электрической проводимости жидкостей. Методика приготовления и первичной поверки;

Р 50.2.036-2004 Государственная система обеспечения единства измерений. рН-метры и иономеры. Методика поверки;

Р 50.2.045-2005 Государственная система обеспечения единства измерений. Анализаторы растворенного в воде кислорода. Методика поверки;

ГОСТ 10157-2016 Аргон газообразный и жидкий. Технические условия;

ГОСТ 11086-76 Гипохлорит натрия. Технические условия;

ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия.

1 Операции поверки

1.1 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	в процессе эксплуатации
1 Внешний осмотр	6.1	да	да
2 Опробование	6.2	да	да
3 Подтверждение соответствия программного обеспечения	6.3	да	да
4 Определение метрологических характеристик	6.4	да	да
4.1 Определение абсолютной погрешности измерений рН водных растворов	6.4.1	да	да
4.2 Определение абсолютной погрешности измерений окислительно-восстановительного потенциала (ОВП)	6.4.2	да	да
4.3 Определение абсолютной погрешности измерений массовой концентрации растворенного кислорода	6.4.3	да	да
4.4 Определение приведенной и относительной погрешности измерений удельной электрической проводимости (УЭП)	6.4.4	да	да
4.5 Определение абсолютной погрешности измерений температуры анализируемой жидкости	6.4.5	да	да
4.6 Определение приведенной погрешности измерений токового входа	6.4.6	да	да
4.7 Определение абсолютной погрешности измерений токового выхода	6.4.7	да	нет
4.8 Определение приведенной и относительной погрешности измерений массовой концентрации растворенного озона	6.4.8	да	да
4.9 Определение приведенной и относительной погрешности измерений мутности	6.4.9	да	да

Продолжение таблицы 1 - Операции поверки.

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Обязательность проведения	
		при первичной поверке	в процессе эксплуатации
4.10 Определение приведенной и относительной погрешности измерений массовой концентрации свободного остаточного хлора	6.4.10	да	да
4.11 Определение приведенной и относительной погрешности измерений массовой концентрации общего остаточного хлора	6.4.10	да	да

1.2 Если при проведении той или иной операции получен отрицательный результат, дальнейшая поверка прекращается.

1.3 При поверке анализаторов жидкости, имеющих несколько моделей датчиков, входящих в комплект поставки, допускается проводить:

- первичную поверку моделей и датчиков, входящих в комплект поставки;
- поверки отдельных измерительных каналов для меньшего числа измеряемых величин или меньшего числа поддиапазонов измерений, по письменному заявлению владельца СИ;
- периодическую поверку тех моделей и датчиков и в тех диапазонах, в которых анализатор эксплуатируется, на основании письменного заявления владельца СИ.

2 Средства поверки

2.1. При проведении поверки применяют средства, указанные в таблице 2.

Таблица 2 - Средства поверки

Номер пункта методики поверки	Наименование эталонного средства измерений или вспомогательного средства поверки, номер документа, регламентирующего технические требования к средству, основные метрологические и технические характеристики
6.4	<ul style="list-style-type: none"> - измеритель влажности и температуры ИВТМ-7 М 6Д (регистрационный № 15500-12), диапазон измерений температуры воздуха (от -20 до 60)°С, влажности от 0 до 99 %, давления от 840 до 1060 гПа; - мультиметр 3458А (регистрационный № 25900-03); - калибратор многофункциональный FLUKE 5080А (регистрационный № 52496-13); - генератор озона ГС-7601 (регистрационный № 13298-92) по ТУ 25-7407-040-90, диапазон создаваемых концентраций 0,05-1,2 мг/м³, пределы допускаемой относительной погрешности генератора ±7 %; - ротаметр РМА-0,063Г УЗ, ГОСТ 13045-81, верхняя граница диапазона измерений объемного расхода 0,063 м³/ч, кл. точности 4; - термостаты переливные прецизионные ТПП-1 (регистрационный № 33744-07); - термометр сопротивления платиновый вибропрочный эталонный ПТСВ-9-2, 2-й разряд (регистрационный № 65421-16); - измеритель температуры многоканальный прецизионный МИТ 8 (регистрационный № 19736-11); - эталон единиц удельной электрической проводимости жидкости не ниже 2-го разряда в диапазоне значений от $1 \cdot 10^{-4}$ до 100 См/м по Государственной поверочной схеме для средств измерений удельной электрической проводимости жидкостей, утвержденная приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от «27» декабря 2018 г. № 2771;

Продолжение таблицы 2

Номер пункта методики поверки	Наименование эталонного средства измерений или вспомогательного средства поверки, номер документа, регламентирующего технические требования к средству, основные метрологические и технические характеристики
6.4	<ul style="list-style-type: none"> - эталонные растворы удельной электрической проводимости по Р 50.2.021-2002 - средства поверки по ГОСТ Р 8.722-2010; - ГСО 7374-97 - ГСО 7378-97 (с аттестованными значениями в следующих диапазонах: (10,6 - 11,8) См/м, (1,23 - 1,35) См/м, (0,134 - 0,148) См/м, (0,028 - 0,030) См/м, (0,0045 - 0,0049) См/м, относительная погрешность аттестованного значения $\pm 0,25\%$ при $P=0,95$); - буферные растворы - рабочие эталоны рН 2-го или 3-го разрядов по ГОСТ 8.120-2014: 4,01; 7,41 и 10,00 рН, приготавливаемые из стандарт-титров для приготовления буферных растворов - рабочих эталонов рН СТ-рН-01 (регистрационный № 31193-06); - буферные растворы - рабочие эталоны 2-го разряда по ГОСТ 8.639-2014: 298,0 мВ, 605 мВ, приготавливаемые из стандарт-титров СТ-ОВП-01 (регистрационный № 61364-15): СТ-ОВП-01-1: воспроизводимое значение (298 ± 3) мВ; СТ-ОВП-01-2: воспроизводимое значение (605 ± 3) мВ; - ГСО 10531-2014, ГСО 10532-2014 - СО состава искусственной газовой смеси (состава $O_2 + N_2$) на основе инертных и постоянных газов (ИП-М-1) - рабочие эталоны в соответствии с Государственной поверочной схемой для средств измерений содержания компонентов в газовых и газоконденсатных средах, утвержденная приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от «14» декабря 2018 г. № 2664; - аргон газообразный высокой чистоты по ГОСТ 10157-2016 в баллоне под давлением; - гипохлорит натрия, "х.ч." по ГОСТ 11086-76; - гидроокись натрия, "х.ч.", по ГОСТ 4328-77; - ГСО 7271-96 мутности (формазиновая суспензия), значение мутности от 3800 до 4200 ЕМФ, границы относительной погрешности $\pm 2\%$ ($P=0,95$); - термометр ртутный стеклянный лабораторный, с диапазоном измерений от 0 °С до 100 °С и ценой деления 0,1°С; - колба коническая типа Кн, вместимостью 250 см³ и 500 см³ с притертыми пробками по ГОСТ 25336-82; - поверочные растворы с массовой концентрацией озона в воде по ГОСТ 18301-72 и Приложению В, в диапазоне св. 0,03 до 3 мг/дм³; относительная погрешность $\pm 5\%$ при доверительной вероятности $P=0,95$; - поверочные растворы гипохлорита натрия по ГОСТ 11086-76 (приготовленные по Приложению Д) с массовой концентрацией свободного и общего хлора диапазон от 0,05 мг/дм³ до 10 мг/дм³; пределы относительной погрешности $\pm 5\%$ при доверительной вероятности $P = 0,95$; - цилиндры мерный лабораторные стеклянные, вместимостью: 25 см³, 250 см³ и 1000 см³ по ГОСТ 1770-74; - пипетки градуированные, вместимостью: 1 см³, 5 см³, 10 см³, 50 см³ с делениями 0,1 см³ по ГОСТ 29227-91, ГОСТ 29228-91; - пипетки с одной отметкой, вместимостью: 10 см³, 20 см³, 25 см³, 50 см³, 100 см³, по ГОСТ 29169-91; - бюретки лабораторные стеклянные, вместимостью: 2 см³, 50 см³ по ГОСТ 29251-91;

Продолжение таблицы 2

Номер пункта методики поверки	Наименование эталонного средства измерений или вспомогательного средства поверки, номер документа, регламентирующего технические требования к средству, основные метрологические и технические характеристики
6.4	<ul style="list-style-type: none"> - колбы мерные лабораторные стеклянные, вместимостью: 2-2000-2, 2-1000-2, 2-250-2, 2-200-2, 2-100-2 по ГОСТ 1770-74; - средства измерений, устройства, реактивы и материалы в соответствии с Приложением В и Приложением Д: <ul style="list-style-type: none"> - крахмал растворимый по ГОСТ 10163-76; - калий фосфорнокислый однозамещенный безводный "х.ч." по ГОСТ 4198-75; - калий йодистый "ч.д.а." по ГОСТ 4232-74; - кислота серная "х.ч." по ГОСТ 4204-77; - кислота азотная "х.ч." по ГОСТ 4461-77; - натрий фосфорно-кислый двузамещенный "ч.д.а" по ГОСТ 11773-76; - натрий углекислый "х.ч." по ГОСТ 5100-85; - натрий серноватисто-кислый (натрия тиосульфата), стандарт-титр раствор концентрации С ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) 0,1 моль/дм³ (0,1 н) по ТУ 6-09-2540-87 (по ГОСТ 27068-86); - раствор соли закиси железа и аммония двойной сернокислой (соли Мора), стандарт-титр по ТУ 2642-001-4941-5344-99; - раствор трилона Б, стандарт-титр ТУ 2642-001-07500602-97; - N, N -Диэтил-п-парафенилендиамин сернокислая соль "ч.д.а" по ТУ 6-09-07-1263-81; - калий двуххромовокислый "ч.д.а" по ГОСТ 4220-75; - кислота салициловая по ГОСТ 624-70; - хлороформ (реактив) по ГОСТ 20015-88; - секундомер механический СОПпр (регистрационный № 11519-11), класс точности 2; - весы с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ Р 53228-2008; - вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72; - вода деионизированная по ГОСТ Р 52501-2005.
<p>Примечания:</p> <ol style="list-style-type: none"> 1) Допускается использование стандартных образцов состава газовых смесей (ГС), не указанных в настоящей методике поверки, при выполнении следующих условий: <ul style="list-style-type: none"> - номинальное значение и пределы допускаемого отклонения содержания определяемого компонента в ГС должны соответствовать указанному для соответствующей ГС из Приложения А; - отношение погрешности, с которой устанавливается содержание компонента в ГС к пределу допускаемой основной погрешности поверяемого газоанализатора, должно быть не более 1/3. 2) Допускается использование других средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик с требуемой точностью. 	

3 Требования безопасности

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

3.2. Должны выполняться требования техники безопасности для защиты персонала от поражения электрическим током согласно классу I ГОСТ 12.2.007.0-75.

3.3. Требования техники безопасности при эксплуатации ГС в баллонах под давлением должны соответствовать «Федеральным нормам и правилам в области промышленной безопасности "Правила промышленной безопасности опасных производственных объектов, на которых используется оборудование, работающее под избыточным давлением"».

3.4. Допускается сбрасывать ГС в атмосферу рабочих помещений.

4 Условия поверки

Таблица 3 - Условия поверки

Наименование характеристики	Значение
температура окружающей среды, °С	от +15 до +25
диапазон относительной влажности окружающей среды, %	от 30 до 80
атмосферное давление, кПа мм рт.ст.	101,3±4,0 760±30

5 Подготовка к поверке

5.1 Выполняют мероприятия по обеспечению условий безопасности.

5.2 Проверяют наличие паспортов и сроки годности ГС в баллонах под давлением.

5.3 Выдерживают поверяемые анализаторы и средства поверки при температуре поверки в течение не менее 2 ч. ГСО-ПГС в баллонах выдерживают в помещении, где проводят поверку, в течение 24 часов.

5.4 Посуду перед приготовлением растворов промывают хромовой смесью, дистиллированной водой и высушивают.

5.5 Для приготовления контрольных растворов используют свежeproкипяченную охлажденную дистиллированную воду или бидистиллированную воду по ГОСТ 4517-87 (разд. 2.39). При необходимости воду подготавливают в соответствии с инструкцией по применению ГСО или стандарт-титров.

5.6 Подготавливают поверяемый анализатор и эталонные средства измерений к работе в соответствии с эксплуатационной документацией.

5.6.1 Осуществляют прогрев анализатора в соответствии с эксплуатационной документацией.

5.6.2 Проверяют отсутствие на дисплее анализатора предупреждающих сообщений.

5.6.3 Проверяют работоспособность анализатора в режиме измерения.

5.6.4 Перед проведением поверки анализатор необходимо откалибровать в соответствии с руководством по эксплуатации.

5.7 Перед проведением поверки должны быть приготовлены поверочные растворы:

- при измерении pH согласно п. 6.4.1.6 настоящей методики.
- при измерении ОВП согласно п. 6.4.2.6 настоящей методики.
- при измерении массовой концентрации растворенного кислорода. Перед проведением поверки выполняют следующие подготовительные работы:
 - подготавливают дистиллированную воду по ГОСТ 6709-72;
 - подготавливают термостат к работе, настроив его на температуру $(20 \pm 0,2)^\circ\text{C}$;
 - подготавливают к работе микрокомпрессор так, чтобы он обеспечивал барботирование воздуха через термостатируемую дистиллированную воду с расходом $(1,5-2,5)$ л/мин;
 - подготавливают баллон ГСО-ПГС к работе и настраивают редуктор так, чтобы через термостатируемую дистиллированную воду проводилось барботирование ПГС с расходом $(1,5-2,5)$ л/мин;
 - подготавливают анализатор, включая первичный преобразователь, к работе в соответствии с руководством по эксплуатации;

- при измерении удельной электрической проводимости согласно п. 6.4.4.2 настоящей методики;
- при измерении содержания растворенного озона согласно п. 6.4.8.4 и Приложению В;
- при измерении мутности:
 - поверочные формазинные суспензии готовят из ГСО мутности № 7271–96 и деионизированной воды в соответствии с инструкцией по применению ГСО мутности;
 - перед проведением поверки должны быть приготовлены поверочные суспензии по Приложению Г;
 - определение относительной погрешности анализаторов проводят не ранее, чем через 1 час после приготовления поверочных суспензий;
- при измерении погрешности массовой концентрации свободного остаточного хлора и общего остаточного хлора:
 - приготавливают поверочные растворы, содержащие свободный хлор. Для этого 10 см³ гипохлорита натрия по ГОСТ 11086-76 с температурой (20±2) °С переносят пипеткой в мерную колбу вместимостью 250 см³, доводят объем раствора деионизированной водой до метки и тщательно перемешивают (раствор А). Поверочные растворы готовят путем последовательного разбавления гипохлорита натрия деионизированной водой. Требуемые аликвоты (V_a , см³) гипохлорита натрия для приготовления поверочных растворов рассчитывают по формуле (1)

$$V_a = \frac{C \cdot V}{X \cdot 10^3}, \quad (1)$$

- где C - массовая концентрация свободного хлора в поверочном растворе, мг/дм³;
 V - объем колбы, см³;
 X - массовая концентрация свободного хлора в гипохлорите натрия, установленная в соответствии с Приложением Д к настоящей методике, г/дм³.
 – объем колбы выбирают таким образом, чтобы аликвота была не менее 1,0 см³;
 – растворы используют в день приготовления.

6 Проведение поверки

6.1 Внешний осмотр

6.1.1 При внешнем осмотре устанавливают соответствие анализатора следующим требованиям:

- отсутствие внешних повреждений, влияющих на работоспособность анализаторов;
- соответствие комплектности и маркировки анализаторов, эксплуатационной документации;
- исправность органов управления и настройки;
- четкость надписей;
- исправность механизмов и крепежных деталей;
- отсутствие отсоединившихся или слабо закреплённых элементов.

6.1.2 Анализатор считают выдержавшим внешний осмотр, если он соответствует указанным выше требованиям.

6.2 Опробование

6.2.1. При опробовании проверяется функционирование составных частей анализаторов согласно технической документации фирмы-изготовителя, а также возможность плавного регулирования показаний с помощью органов управления и настройки. Проверку прохождения программы диагностики состояния анализатора проводят в соответствии с руководством по эксплуатации.

6.2.2. Результат опробования считают положительным, если:

- во время диагностики отсутствуют сообщения об отказах;
- после окончания времени прогрева анализатор переходит в режим измерений;
- органы управления анализатора функционируют.

6.3 Подтверждение соответствия программного обеспечения

6.3.1 Для проверки соответствия ПО выполняют следующие операции:

- определяют номер версии (идентификационный номер) встроенного ПО анализатора, отображенный на цифровом дисплее при включении электрического питания анализатора путем вывода на дисплей номера версии через меню анализатора:
 - для анализаторов моделей 1056, 1057, 1066:
 - при нажатии функциональной клавиши <DIAG> на корпусе электронного блока, на жидкокристаллический дисплей отображается информация раздела «Diagnostics» с версией программного обеспечения прибора (для отображения полной информации на дисплее использовать клавишу <↓> для пролистывания вниз);
 - для анализаторов модели 56:
 - при нажатии функциональной клавиши <INFO> на основном рабочем дисплее отображается на экране «Панель параметров», в диалоговом меню выбрать раздел «Analyzer information / Состояние анализатора», откроется диалоговое окно с информацией номера версии встроенного ПО;
 - для анализаторов модели 5081:
 - при нажатии функциональной клавиши <DIAG> на инфракрасном дистанционном контроллере типа IRC на дисплее анализатора отображаются диагностические сообщения меню «Диагностика / Diagnose». Нажимая клавишу <NEXT> (на контроллере типа IRC) выбираем переменную (-> Soft /->Ver) из меню «Диагностики / Diagnose» для вывода на дисплей электронного блока информации о номере модели и версии программного обеспечения.

6.3.2 Сравнивают полученные данные с идентификационными данными, установленными при проведении испытаний для целей утверждения типа и указанными в Описании типа сигнализатора (приложение к Свидетельству об утверждении типа).

6.3.3 Результат подтверждения соответствия ПО считают положительным, если идентификационные данные соответствуют указанным в Описании типа газоанализатора (приложение к Свидетельству об утверждении типа средств измерений).

6.4 Определение метрологических характеристик

6.4.1 Определение абсолютной погрешности измерений pH

6.4.1.1 Для определения абсолютной погрешности приготавливают буферные растворы - рабочие эталоны pH по ГОСТ 8.120-2014, приготавливаемые из стандарт-титров для приготовления буферных растворов - рабочих эталонов pH 2-го или 3-го разрядов СТ-pH-01. Проводят измерения pH трех буферных растворов - рабочих эталонов pH, воспроизводящих значения pH=4,01, pH=7,41 и pH=10,00 при температуре растворов (25±0,2)°C.

6.4.1.2 Собрать установку по рисунку 1. Устанавливают на анализаторе режим измерений pH.

6.4.1.3 Провести измерения pH трех буферных растворов, воспроизводящих значения начала, середины и конца диапазонов. Измерения повторяют не менее трех раз ($n \geq 3$) на каждом буферном растворе.

6.4.1.4 Абсолютную погрешность измерения pH (Δ_{pHj}) рассчитывают для каждого значения pH буферных растворов по формуле (2)

$$\Delta_{pHj} = pH_{(изм.)ij} - pH_{(эт.)j}, \quad (2)$$

где $pH_{(изм.)}$ – i -ое измеренное значение pH в j точке;

$pH_{(эт.)j}$ – j -ое значение pH , воспроизведенное буферным раствором – рабочим эталоном pH при 25°C.

Примечание: Проверка абсолютной погрешности измерений pH может быть проведена в соответствии с Р 50.2.036-2004, п. 9.3 (ГСИ. pH -метры и иономеры. Методика поверки.) или ГОСТ Р 8.857-2013, п. 9.3 (ГСИ. pH -метры. Методика поверки.).

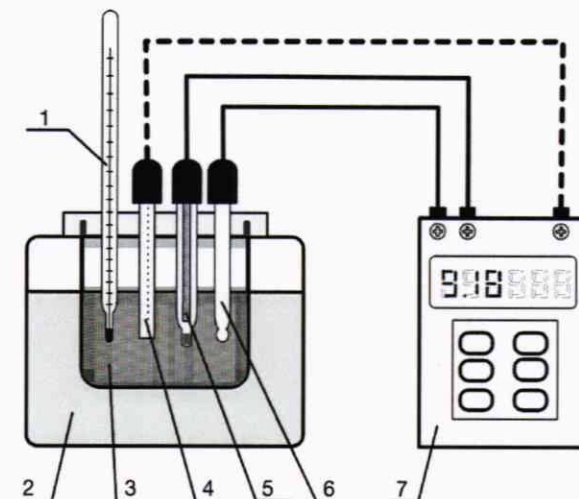


Рисунок. 1 – Установка для определения абсолютной погрешности измерений pH

- 1 – термометр ртутный стеклянный лабораторный;
- 2 – термостат водяной;
- 3 – стакан с буферным раствором – рабочим эталоном pH ;
- 4 – термокомпенсатор с соединительным кабелем¹⁾
- 5 – электрод сравнения (вспомогательный электрод)¹⁾;
- 6 – измерительный (стеклянный или ионоселективный) электрод¹⁾;
- 7 – измерительный преобразователь.

Примечание: ¹⁾ – вместо измерительного стеклянного и вспомогательного электродов могут использоваться комбинированные электроды.

6.4.1.5 Результаты определения считают положительными, если абсолютная погрешность анализатора не превышает значений, приведённых в Приложении А (Таблица А.1).

6.4.1.6 Приготовление эталонных растворов pH .

6.4.1.6.1 Эталонные растворы pH готовят по методике, приведенной в Приложении В, ГОСТ 8.135-2004 из стандарт-титров для приготовления буферных растворов – рабочих эталонов pH 2-го или 3-го разрядов СТ- pH -01.

Рабочие эталоны pH готовят растворением содержимого стандарт-титров в дистиллированной воде по ГОСТ 6709-72 (далее – вода) с удельной электропроводностью не более $5 \cdot 10^{-4} \text{ См} \cdot \text{м}^{-1}$ при температуре 20 °С.

Примечание: для приготовления растворов со значением pH более 6,0 дистиллированную воду необходимо прокипятить и охладить до температуры 25-30 °С. При подготовке стеклянной посуды не допускается использовать синтетические моющие средства.

6.4.1.6.2 Стандарт-титр переносят в мерную колбу 2-го класса по ГОСТ 1770-74 (далее - колба).

6.4.1.6.3 Извлекают флакон (ампулу) из упаковки.

6.4.1.6.4 Промывают поверхность флакона (ампулы) водой и просушивают фильтровальной бумагой.

6.4.1.6.5 Вставляют в колбу воронку, вскрывают флакон (ампулу) в соответствии с инструкцией изготовителя, дают содержимому полностью высыпаться в колбу, промывают флакон (ампулу) изнутри водой до полного удаления вещества с поверхностей, промывные воды сливают в колбу.

6.4.1.6.6 Заполняют колбу водой примерно на две трети объема, взбалтывают до полного растворения содержимого (за исключением насыщенных растворов гидротартрата калия и гидроксида кальция).

6.4.1.6.7 Заполняют колбу водой, не доводя объём до метки примерно на 5-10 см³. В течение 30 мин термостатируют колбу в водяном термостате при температуре 20 °С (колбы с насыщаемыми растворами гидротартрата калия и гидроксида кальция заполняют водой полностью и термостатируют не менее 4 ч при температуре 25 °С и 20 °С соответственно, периодически перемешивая суспензию в колбе встряхиванием).

6.4.1.6.8 Доводят водой объём раствора в колбе до метки, закрывают пробкой и тщательно перемешивают содержимое. В пробах, отбираемых из насыщенных растворов гидротартрата калия и гидроксида кальция, осадок удаляют фильтрованием или декантацией.

6.4.1.6.9 Рабочие эталоны рН хранят в плотно закрытой стеклянной или пластмассовой (полиэтиленовой) посуде в затемненном месте при температуре не выше 25 °С.

Срок хранения рабочих эталонов - 1 мес. с момента приготовления, за исключением насыщенных растворов гидротартрата калия и гидроксида кальция, которые готовят непосредственно перед измерением рН и которые хранению не подлежат.

6.4.2 Определение абсолютной погрешности измерений ОВП

6.4.2.1 Подготавливают к измерениям анализаторы с датчиком для измерения ОВП, модели в соответствии с описанием типа.

6.4.2.2 Абсолютную погрешность при измерении ОВП определяют не менее, чем в 2-х точках диапазона измерений. Для измерений используют буферные растворы - рабочие эталоны 2-го разряда по ГОСТ 8.639-2014 с номинальным значением 298 мВ, 605 мВ. Буферные растворы готовят по инструкции, входящей в комплект документации на стандарт-титры ОВП, см. п. 6.4.2.6 настоящей методики.

6.4.2.3 Помещают чувствительную часть датчика поочередно в буферные растворы, приготовленные на основе стандарт-титров. Перед каждым погружением сенсор промывают в дистиллированной воде и высушивают. Измерения повторяют не менее трех раз для каждого буферного раствора.

6.4.2.4 Рассчитывают значения абсолютной погрешности (ΔE_h , мВ) по формуле (3)

$$\Delta E_h = E_{h_{изм}} - E_{h_0}, \quad (3)$$

где $E_{h_{изм}}$ – среднее арифметическое значение ОВП i -того буферного раствора в точке измерения, мВ;

E_{h_0} – номинальное значение ОВП буферного раствора, мВ.

Должно быть выполнено условие (4)

$$|\Delta E_{h_1} - \Delta E_{h_2}| \leq 2 \cdot \Delta E_{h_0}, \quad (4)$$

где ΔE_{h_1} и ΔE_{h_2} – значения абсолютной погрешности, определенных по формуле (3) для буферных растворов с действительными значениями ОВП соответственно 298 мВ, 605 мВ

ΔE_{h_0} – нормируемая абсолютная погрешность действительного значения ОВП буферных растворов (по паспорту), мВ.

Если условие (4) не выполнено, необходимо выполнить градуировку и повторить операции п. 6.4.2.4. При повторном невыполнении условия (4) поверку прекращают.

6.4.2.5 Результаты поверки считают положительными, если абсолютная погрешность анализатора при измерении ОВП не превышает значений, приведённых в Приложении А (Таблица А.1).

6.4.2.6 Приготовление эталонных растворов ОВП

Буферные растворы готовят по инструкции, входящей в комплект документации на стандарт-титры ОВП.

6.4.2.6.1 Приготовление буферного раствора рН.

6.4.2.6.2 Содержимое флакона № 1 количественно переносят в колбу следующим образом:

- извлекают флакон из упаковки;
- в мерную колбу вместимостью 1 дм³ вставляют воронку;
- вскрывают флакон, высыпают содержимое полностью в колбу, промывают флакон изнутри водой до полного удаления вещества с поверхностей, промывные воды сливают в колбу.

6.4.2.6.3 Заполняют колбу водой примерно на две трети объема, взбалтывают до полного растворения содержимого.

6.4.2.6.4 Заполняют колбу водой, не доводя объем воды до метки примерно на 5-10 см³. В течение 15-20 мин термостатируют колбу в жидкостном термостате при температуре 20 °С.

6.4.2.6.5 Доводят водой объем раствора в колбе до метки, закрывают пробкой и тщательно перемешивают содержимое.

6.4.2.6.6 Срок хранения приготовленного буферного раствора рН - 2 мес.

6.4.2.6.7 Буферный раствор ОВП готовят насыщением предварительно приготовленного буферного раствора рН хингидроном из флакона № 2.

6.4.2.6.8 Предварительно приготовленный буферный раствор рН переносят в колбу вместимостью 2 дм³ (для облегчения встряхивания при перемешивании), вскрывают флакон № 2 с хингидроном, высыпают его в колбу с приготовленным раствором и проводят насыщение раствора в течение 2 ч при непрерывном перемешивании.

6.4.2.6.9 Буферные растворы должны быть использованы в течение 5 ч после приготовления и хранению не подлежат.

6.4.3 Определение абсолютной погрешности измерений массовой концентрации растворенного кислорода

6.4.3.1 Определение основной погрешности при измерениях массовой концентрации растворенного кислорода осуществляют в соответствии с Р 50.2.045-2005 «ГСИ. Анализаторы растворенного в воде кислорода. Методика поверки». Погрешность анализатора определяют методом сравнения, измеренного анализатором значения массовой концентрации кислорода, мг/дм³ в поверочном растворе и её действительного значения.

6.4.3.2 Поскольку плотность воды при 20 °С = 0,998 г/см³, считаем, что численное значение массовой доли, выраженное в млн⁻¹ равно численному значению массовой концентрации, выраженному в мг/дм³.

6.4.3.3 Подготавливают к измерениям анализаторы и датчики для измерения массовой доли растворенного кислорода, модели в соответствии с описанием типа.

6.4.3.3.1 Проверяют фоновые показания анализатора по раствору сернистого натрия в дистиллированной воде (массовая концентрация не менее 80 г/дм³) при температуре (20±1) °С. Фоновые показания должны быть в диапазоне (0,02-0,1) мг/дм³. Произвести настройку измерительного блока кислородомера по кислороду воздуха в соответствии с руководством по эксплуатации.

6.4.3.3.2 Подготавливают раствор без содержания растворенного кислорода («нулевой» раствор) барботированием аргона через дистиллированную воду в течение 30 минут или растворением 125 мг натрия сернистого в 1000 см³ дистиллированной воды при температуре 20 °С, бутыль с приготовленным раствором закрывают пробкой и выдерживают не менее 1 часа.

6.4.3.3.3 Датчик поверяемого анализатора помещают в «нулевой» раствор и выдерживают 20 мин. Регистрируют показания. Датчик оставляют погруженным в раствор до следующей операции поверки.

6.4.3.4 Проводят измерения массовой концентрации кислорода, мг/дм³ в поверочных растворах.

6.4.3.4.1 Поверочные растворы готовят непосредственно перед измерениями, начиная с меньшей концентрации. С помощью ГСО-ПГС готовят контрольные растворы с требуемой массовой концентрацией растворенного кислорода. Перечень ГСО-ПГС используемых для приготовления поверочных растворов, приведен в таблице 4.

Таблица 4

Диапазон измерений массовой концентрации кислорода	Номинальное значение и допустимое отклонение от номинального значения объёмной доли кислорода в ГСО-ПГС, применяемых для приготовления поверочных растворов, %				№ ГСО
	«Нулевой» раствор	Раствор №1	Раствор №2	Раствор №3	
0 – 1,0 мг/дм ³	Раствор Na ₂ SO ₃ или аргон	0,024±0,0015	1,8±0,1	2,4±0,15	10531-2014, ГОСТ 10157-2016
0 - 20 мг/дм ³		5,0±0,25	20,0±2,0	40,0±2,0	
0 – 20 мкг/дм ³		0,024±0,0006	0,036±0,001	0,048±0,0015	
20 – 2000 мкг/дм ³	-	0,048±0,0015	3,6±0,1	4,8±0,15	10531-2014

6.4.3.4.2 Собрать установку по рисунку 2. Устанавливают на анализаторе режим измерений массовой концентрации растворенного кислорода.

6.4.3.4.3 Сосуд вместимостью не менее 1 дм³, заполненный дистиллированной водой, помещают в термостат с установленной температурой (20 ± 0,2) °С.

Электрохимический датчик помещают в сосуд с термостатированной дистиллированной водой, туда же помещают трубку с насадкой для барботирования (капиллярную трубку), соединенную с вентилем тонкой регулировки (редуктором) баллона с ГСО-ПГС. Плавно открывая вентиль, подают ПГС при помощи капилляра к мембране датчика. В стакан опускают стержень магнитной мешалки, термометр и закрывают стакан крышкой и устанавливают необходимую (так чтобы не образовывалась воронка) скорость перемешивания. Расход газовой смеси визуально устанавливают 2...10 пузырьков в секунду. Барботируют ГСО-ПГС (насыщение воды газовой поверочной смесью) не менее 40 минут.

Насыщение раствора контролируют по стабилизации показаний анализатора в процессе измерений. Приготавливают не менее трех поверочных растворов с различным содержанием растворенного кислорода.

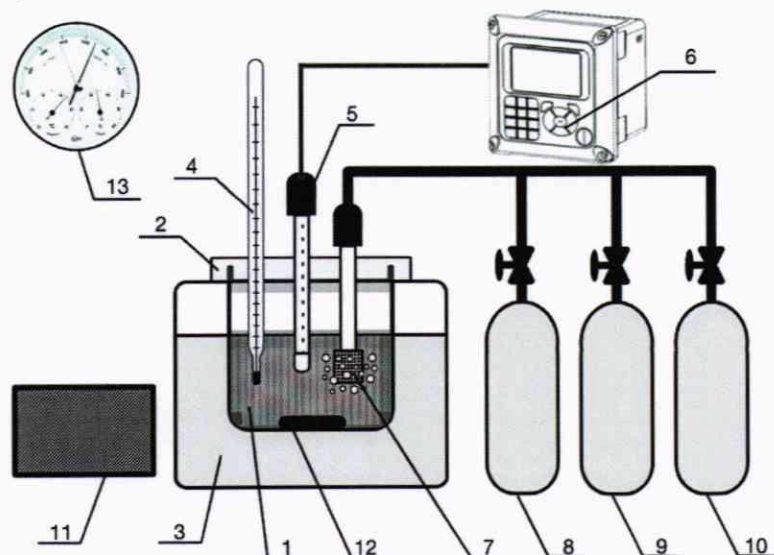


Рисунок 2. Схема подключения анализатора к установке

1 - стакан; 2 - крышка; 3 - термостат; 4 - термометр; 5 - первичный преобразователь поверяемого анализатора; 6 - измерительный преобразователь анализатора; 7 - барботер; 8, 9, 10 - баллоны с ГСО-ПГС, 11 - магнитная мешалка; 12 - стержень магнитной мешалки; 13 - барометр.

Примечание: допускается схема подключения с одним баллоном ГСО-ПГС и одним редуктором.

6.4.3.5 Действительное значение массовой концентрации кислорода, C_{O_2} , мг/дм³ в дистиллированной воде, насыщенной ГСО-ПГС при температуре t , °С, рассчитывают по формуле (5)

$$C_{O_2} = S_t \cdot C_n \cdot \frac{P}{20,94 \cdot 101,3'} \quad (5)$$

где S_t - массовая концентрация кислорода в дистиллированной воде, насыщенной атмосферным воздухом при температуре t °С и давлении 760 мм рт. ст., мг/дм³, (см. Приложение Б – растворимость (равновесная концентрация) кислорода, опубликованная ЮНЕСКО (ИСО 5813) в качестве справочного материала);

C_n - объемная доля кислорода в ГСО-ПГС, %;

P - атмосферное давление, кПа;

20,94 - содержание кислорода в атмосферном воздухе, %;

101,3 - нормальное атмосферное давление, что соответствует 760 мм рт. ст., кПа.

6.4.3.6 Рассчитывают абсолютную погрешность измерения концентрации растворенного кислорода по формуле (6)

$$\Delta = C_{ij} - C_{O_2}, \quad (6)$$

где C_{ij} - i -е измеренное значение массовой концентрации растворенного кислорода в j -ой пробе воды, мг/дм³;

C_{O_2} - действительное значение массовой концентрации кислорода, мг/дм³ в дистиллированной воде, насыщенной ГСО-ПГС при температуре t , °С рассчитывают по формуле (5).

6.4.3.7 Результаты поверки считают положительными, если абсолютная погрешность анализатора не превышает значений, приведённых в Приложении А (Таблица А.1).

6.4.4 Определение приведенной и относительной погрешности измерений удельной электрической проводимости (УЭП)

6.4.4.1 Подготавливают к измерениям анализаторы с датчиком для измерения удельной электрической проводимости (индуктивной и/или кондуктивной) в соответствии с описанием типа.

6.4.4.2 Приготавливают эталонные растворы удельной электрической проводимости. Контрольные растворы с заданной проводимостью готовят в соответствии с п. 6. Р 50.2.021-2002. Действительные значения проводимости устанавливают с помощью лабораторного кондуктометра - рабочего эталона не ниже 2-го разряда.

6.4.4.3 Относительную погрешность определяют не менее, чем в трех точках диапазона измерений (приблизительно в 20 %, 50 % и 80 % диапазона (поддиапазона) измерений) в соответствии с п. 7.3 ГОСТ 8.722-2010 «Государственная система обеспечения единства измерений. Анализаторы жидкости кондуктометрические. Методика поверки» путем сравнения значений УЭП эталонных растворов, приготовленных в соответствии с Р 50.2.021-2002 «Государственная система обеспечения единства измерений. Эталонные растворы удельной электрической проводимости. Методика приготовления и первичной поверки», измеренных поверяемым анализатором и лабораторного кондуктометра - рабочего эталона не ниже 2-го разряда по «Государственной поверочной схеме для средств измерений удельной электрической проводимости жидкостей», утвержденная приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от «27» декабря 2018 г. № 2771.

6.4.4.4 Перед проведением измерений анализатор настраивают по воздуху. Температура приведения термокомпенсации должна быть установлена на 25,0°C.

Закрепляют датчик в штативе за его крепежную часть. Погружают чувствительную часть детектора поочередно в растворы, в последовательности 1–2–3–3–2–1.

Перед очередным погружением датчик промывают в дистиллированной воде и высушивают.

6.4.4.5 Рассчитывают значения относительной погрешности $\delta_{\gamma j}$ по формуле (7)

$$\delta_{\gamma j} = \frac{\gamma_{(изм)j} - \gamma_{(эт)j}}{\gamma_{(эт)j}} \cdot 100, \quad (7)$$

6.4.4.6 Рассчитывают значения приведенной погрешности δ_{nj} по формуле (8)

$$\delta_{nj} = \frac{\gamma_{(изм)j} - \gamma_{(эт)j}}{\gamma_{(n)j}} \cdot 100, \quad (8)$$

где $\gamma_{(изм)j}$ - измеренное значение УЭП в j-ом растворе, мкСм/см (мСм/см);
 $\gamma_{(эт)j}$ - значение УЭП в j-ом растворе, измеренное лабораторным кондуктометром - рабочего эталона не ниже 2-го разряда и принятое за действительное, мкСм/см (мСм/см);
 $\gamma_{(n)j}$ - верхнее значение диапазона измерений УЭП датчика, мкСм/см (мСм/см).

Примечание: 1 мкСм/см соответствует $1 \cdot 10^{-4}$ См/м; 1 мСм/см соответствует 0,1 См/м.

6.4.4.7 Повторяют измерения и расчеты для других ГСО.

Примечание: Проверка погрешности измерений УЭП может быть проведена в соответствии с п. 7.3 ГОСТ Р 8.722-2010. Поверка может быть проведена с помощью стандартных образцов удельной электрической проводимости водных сред ГСО 7374-97 - ГСО 7378-97, основная и приведенная погрешность может быть рассчитана по формуле (7) и (8).

6.4.4.8 Результаты поверки считают положительными, если погрешность анализатора не превышает значений, приведённых в Приложении А (Таблица А.1).

6.4.5 Определение абсолютной погрешности измерений температуры анализируемой жидкости

6.4.5.1 Определение абсолютной погрешности анализаторов производят в жидкостном термостате (криостате) в пяти температурных точках, равномерно расположенных в диапазоне измерений, включая начальное и конечное значение диапазона измерений температуры.

6.4.5.2 Основную погрешность анализаторов проверяют в пяти температурных точках, равномерно расположенных в диапазоне измерений, включая начальное и конечное значение диапазона измерений (в зависимости от заводских характеристик датчиков согласно заказу), методом сравнения с эталонным термометром сопротивления в жидкостных термостатах (криостатах), сухоблочных калибраторах температуры.

Температуру криостата и термостата контролируют эталонным термометром сопротивления платиновым вибропрочным эталонным ПТСВ-9-2, при этом один канал МИТ 8 служит прецизионным цифровым термометром. Затем сравнивают показания поверяемого анализатора и эталона.

6.4.5.3 Расчет погрешности производится по формуле (9)

$$\Delta = (t_{\text{эт}} - t_i) \quad (9)$$

где $t_{\text{эт}}$ – показания температуры эталонного термометра, °С;
 t_i – показания температуры испытуемого анализатора, °С

Примечание: Проверка абсолютной погрешности измерений температуры может быть проведена в соответствии с Р 50.2.036-2004, п. 9.4 (ГСИ. рН-метры и иономеры. Методика поверки.) или ГОСТ Р 8.857-2013, п. 9.4 (ГСИ. рН-метры. Методика поверки.).

6.4.5.4 Результаты поверки считают положительными, если абсолютная погрешность анализатора не превышает значений, приведённых в Приложении А (Таблица А.1).

6.4.6 Определение приведенной погрешности измерений токового входа

6.4.6.1 Проверка диапазона измерений и определение приведенной погрешности при воспроизведении токового входа.

6.4.6.2 Основная приведенная погрешность $\gamma_{\text{вх}}$ определяется не менее, чем при 5-ти значениях диапазона измерений силы постоянного тока, равномерно распределенных в диапазоне измерения, в том числе при значениях измеряемой величины, соответствующей нижнему и верхнему предельным значения. Калибратор подключают к токовым входам, подают ток и снимают показания по цифровому индикатору анализатора.

Приведенную погрешность, выраженную в % от диапазона измерений, определяют по формуле (10)

$$\gamma_{\text{вх}} = \frac{I_{\text{эт}}(i) - I_{\text{изм}}(i)}{I_{\text{max}} - I_{\text{min}}} \cdot 100, \quad (10)$$

где $\gamma_{\text{вх}}$ - основная приведенная погрешность в %;
 $I_{\text{изм}}(i)$ - измеренное значение силы постоянного тока, мА;
 $I_{\text{эт}}(i)$ - эталонное значение силы постоянного тока на выходе из калибратора, мА;
 I_{max} - значение силы постоянного тока, соответствующее верхнему пределу измерений анализатора, мА;
 I_{min} - значение силы постоянного тока, соответствующее нижнему пределу измерений анализатора, мА.

6.4.6.3 Операции по п. 6.4.6.2 повторяют с каждым каналом токового входа, в зависимости от заводских настроек анализатора согласно заказу.

6.4.6.4 Результаты поверки считают положительными, если приведенная погрешность при воспроизведении токового входа не превышает значений, приведённых в Приложении А (Таблица А.1).

6.4.7 Определение абсолютной погрешности измерений токового выхода

6.4.7.1 Основная абсолютная погрешность $\Delta_{\text{вых}}$ определяется не менее, чем при 5-ти значениях диапазона измерений силы постоянного тока, равномерно распределенных в диапазоне измерения, в том числе при значениях измеряемой величины, соответствующей нижнему и верхнему предельным значения. Мультиметром, подключенным к выходу анализатора измеряют значения токового выхода анализатора в точках в точках (4,1; 10; 15; 20) диапазона (от 4 до 20) мА.

Абсолютную погрешность при измерении токового выхода рассчитывают по формуле (11)

$$\Delta_{\text{вых}} = I_{\text{изм}}(i) - I_{\text{эт.}}(i) \quad (11)$$

где $I_{\text{изм}}(i)$ - измеренное значение силы постоянного тока анализатора, мА;

$I_{\text{эт.}}(i)$ - эталонное значение силы постоянного тока, измеренное мультиметром, мА

6.4.7.2 Результаты поверки считают положительными, если абсолютная погрешность при измерении токового выхода не превышает значений, приведённых в Приложении А (Таблица А.1).

6.4.8 Определение приведенной и относительной погрешности измерений массовой концентрации растворенного озона

6.4.8.1 Проверка диапазона измерений и определение допускаемой приведенной и относительной погрешности измерений массовой концентрации растворенного озона в воде проводится в соответствующем режиме работы анализатора методом сличения показаний поверяемого анализатора с известным содержанием компонента в поверочных растворах.

6.4.8.2 Подготавливают к измерениям анализаторы с датчиком для измерения массовой доли растворенного озона модели в соответствии с описанием типа.

6.4.8.3 Датчик анализатора погружают в емкость с дистиллированной водой.

6.4.8.4 Готовят раствор для титрования. Для этого озono-воздушные газовые смеси, создаваемые генератором озона, пропускают (барботируют) через емкость с дистиллированной водой объемом не менее 1 дм³ в течение 30 мин. Растворимость озона в воде составляет 49 см³ (98 мг при 20 °С) на 100 г воды (см. «Краткий справочник химика» под общей редакцией Б. В. Некрасова, М. 1956 г., стр. 34). Поскольку плотность воды при 20 °С = 0,998 г/см³, считаем, что численное значение массовой доли, выраженное в млн⁻¹ равно численному значению массовой концентрации, выраженному в мг/дм³.

Анализ приготовленных растворов проводят в соответствии с Приложением В.

6.4.8.5 Отбирают аликвоту озонированной воды перед датчиком озона и определяют в ней содержание озона йодометрическим титрованием в соответствии с методикой, на основе ГОСТ 18301-72 (Приложение В). Определение проводят сразу же после отбора пробы, учитывая время полураспада растворенного в воде озона в зависимости от температуры воды (таблица 5).

Таблица 5 - Время полураспада растворенного в воде озона в зависимости от температуры воды

Температура, °С	Время полураспада растворенного озона, мин
15	30
20	20
25	15
30	12
35	8

6.4.8.6 Определение относительной погрешности при измерении массовой концентрации растворенного озона в диапазоне св. 0,03 до 3 мг/дм³.

Ориентировочные значения массовой концентрации озона в воде объемом 1 дм³ при температуре 20 °С при времени барботирования 30 мин и объемном расходе 1 дм³/мин представлены в таблице 6.

Таблица 6

Объемная доля озона на выходе генератора, %	Ориентировочные значения массовой концентрации озона в воде, мг/дм ³
1,0	0,5
5,0	3,0

Значения массовой концентрации озона в воде, используемые при поверке, должны соответствовать указанным в таблице 7.

Таблица 7

Номер поверочного раствора	Значение массовой концентрации озона в воде и допускаемое отклонение, мг/дм ³
1	0,5±0,3
2	1,0±0,2
3	2,0±0,5

6.4.8.7 Если по каким-либо причинам массовая концентрация озона в воде больше (или меньше) значения, приведенного в таблице 7, то необходимо уменьшить (или увеличить) концентрацию озона в воздушной среде на выходе генератора озона при том же времени барботирования.

6.4.8.8 Для каждого приготовленного раствора определяют массовую концентрацию озона в воде $C_{(эт)}$, мг/дм³ в соответствии с Приложением В.

6.4.8.9 Обеспечивают режим подачи поверочных растворов в анализатор в соответствии с эксплуатационной документацией.

6.4.8.10 Проводят измерения с приготовленными растворами в следующей последовательности: №№ 1-2-3-2-1-3. Отсчет показаний анализатора проводят через 1 мин после установки кюветы с раствором в анализатор.

6.4.8.11 Значение приведенной погрешности (δ_n) измерений рассчитывают по формуле (12)

$$\delta_n = \frac{C_{(изм)} - C_{(эт)}}{C_B - C_H} \cdot 100, \quad (12)$$

6.4.8.12 Относительную погрешность измерений (δ_o), % рассчитывают по формуле (13)

$$\delta_o = \frac{C_{(изм)} - C_{(эт)}}{C_{(эт)}} \cdot 100, \quad (13)$$

где $C_{(изм)}$ – измеренное значение массовой концентрации растворенного озона, мг/дм³
 $C_{(эт)}$ – действительное значение массовой концентрации вещества в поверочном растворе, мг/дм³;
 C_B и C_H – соответственно верхний и нижний пределы диапазона измерений, мг/дм³.

6.4.8.13 Результаты поверки считают положительными, если погрешность анализатора не превышает значений, приведённых в Приложении А (Таблица А.1).

6.4.9 Определение приведенной и относительной погрешности измерений мутности

6.4.9.1 Подготавливают к измерениям анализаторы с датчиком для измерения мутности, модели в соответствии с описанием типа.

6.4.9.2 Готовят контрольные формазинные суспензии из ГСО 7271-96 (мутность по формазинной шкале 4000 ЕМФ) и дистиллированной воды (в соответствии с инструкцией по применению ГСО мутности) с известными значениями мутности (200 ЕМФ, 50 ЕМФ, 20 ЕМФ, 10 ЕМФ, 5 ЕМФ, 2 ЕМФ, 0,5 ЕМФ) путем разбавления ГСО с учетом рекомендаций Приложения Г. Рекомендуется дистиллированную воду дополнительно очищать с помощью системы очистки воды. В качестве контрольного раствора с массовой концентрацией 0 мг/дм³ используют дистиллированную воду.

6.4.9.3 Погрешность определяют, используя формазинные суспензии № 1–7 по Приложению Г (Таблица Г.1) в порядке увеличения значения мутности.

6.4.9.4 Отбирают с помощью мерной пипетки точный объем исходной суспензии V_0 , помещают в мерную колбу вместимостью V_k , доводят объем раствора до метки дистиллированной водой, тщательно перемешивают.

6.4.9.5 Значение мутности, ЕМФ, в контрольном растворе (суспензии) A_d вычисляют по формуле (14)

$$A_d = A_0 \cdot \frac{V_0}{V_k}, \quad (14)$$

где A_0 - действительное значение мутности в ГСО, ЕМФ;
 V_0 - объем ГСО, использованный для приготовления контрольной суспензии, см³;
 V_k - объем приготовленной суспензии, см³.

6.4.9.6 Контрольные растворы хранят в холодильнике не более недели. Перед применением взбалтывают. Для поверки анализатора необходим объем каждой поверочной суспензии 500-1000 см³. Определение погрешности анализаторов проводят не ранее чем через час после приготовления суспензий.

6.4.9.7 Измерения выполняют, начиная с меньших значений мутности. Датчики последовательно погружают в контрольные суспензии формазина в порядке возрастания значения мутности. После стабилизации показаний для каждого раствора выполняют не менее трех измерений мутности (с интервалом 10 минут) в ГСО 7271-96 в 3-х точках каждого диапазона измерений (от 0 до 30 %, от 35 до 65 % и от 70 до 100 % рабочего диапазона в зависимости от заводских настроек анализатора согласно заказу). Показания регистрируют.

6.4.9.8 Перед измерением каждой поверочной суспензии, измерительную камеру ополаскивают той же суспензией. Затем заполняют камеру суспензией в соответствии с руководством по эксплуатации. Каждое измерение проводят с вновь налитой суспензией.

6.4.9.9 Значение приведенной погрешности (δ_n) измерений мутности рассчитывают по формуле (15)

$$\delta_n = \frac{N_i - N_d}{N_n} \cdot 100, \quad (15)$$

6.4.9.10 Значение относительной погрешности (δ_i) измерений мутности вычисляют по формуле (16)

$$\delta_i = \frac{N_i - N_d}{N_d} \cdot 100, \quad (16)$$

где N_i - измеренное значение мутности, ЕМФ;
 N_d - действительное значение мутности в поверочной суспензии, ЕМФ;
 N_n - верхнее значение диапазона измерений мутности, ЕМФ.

6.4.9.11 Результаты поверки считают положительными, если погрешность анализатора при измерении мутности не превышает значений, указанных в Приложении А (Таблица А.1).

6.4.10 Определение приведенной и относительной погрешности измерений массовой концентрации свободного остаточного хлора и общего остаточного хлора

6.4.10.1 Определение метрологических характеристик канала измерений массовой концентрации свободного остаточного хлора, общего остаточного хлора проводится методом сличения показаний поверяемого анализатора с расчетным значением, соответствующих компонентов в поверочных растворах гипохлорита натрия, приготовленных по методике, приведенной в Приложении Д.

Измерения выполняют не менее, чем в двух точках, соответствующих началу и концу поддиапазона измерений.

6.4.10.2 Поскольку плотность воды при $20^\circ\text{C} = 0,998 \text{ г/см}^3$, считаем, что численное значение массовой доли, выраженное в млн^{-1} равно численному значению массовой концентрации, выраженному в мг/дм^3 .

6.4.10.3 Подготавливают к измерениям анализаторы с датчиками для измерения массовой концентрации свободного остаточного хлора, общего остаточного хлора, модели в соответствии с описанием типа.

6.4.10.4 Проводят измерение массовой концентрации свободного остаточного хлора, общего остаточного хлора в поверочных растворах (Приложение Д).

В ёмкость с контрольным раствором погружают датчик. Измерения выполняют в соответствии с руководством по эксплуатации анализатора.

6.4.10.5 Значение приведенной погрешности (δ_n) измерений рассчитывают по формуле (17)

$$\delta_n = \frac{C - C_0}{C_n - C_b} \cdot 100, \quad (17)$$

6.4.10.6 Значение относительной погрешности (δ_i) измерений вычисляют по формуле (18)

$$\delta_i = \frac{C - C_0}{C_0} \cdot 100, \quad (18)$$

где C, C_0 – измеренные значения анализатора и действительных значений массовой концентрации, анализируемого вещества, соответственно, мг/дм³;
 C_n, C_b – значение массовой концентрации анализируемого вещества, соответствующие началу и концу диапазона (поддиапазона измерений), мг/дм³.

6.4.10.7 Результаты поверки считают положительными, если погрешность анализатора не превышает значений, приведённых в Приложении А (Таблица А.1).

7 Оформление результатов поверки

7.1 При проведении поверки оформляют протокол результатов поверки в свободной форме. Результаты поверки оформляют в соответствии с Приказом Минпромторга России от 02.07.2015 г. № 1815.

7.2 Результатом поверки является подтверждение пригодности средства измерений к применению или признание средства измерений непригодным к применению.

При положительных результатах поверки анализатор удостоверяется знаком поверки в виде наклейки и (или) оттиска поверительного клейма, который наносят непосредственно на СИ, и (или) свидетельство о поверке (по форме и содержанию, удовлетворяющее требованиям Приказа Минпромторга от 02.07.2015 г. № 1815), и (или) в паспорте (формуляре) СИ.

При отрицательных результатах поверки анализатор в обращение не допускают и на него оформляют «Извещение о непригодности» в соответствии с требованиями Приказа Минпромторга России от 02.07.2015 г. № 1815.

Приложение А
(обязательное)
Метрологические характеристики анализаторов жидкости
модели 56, 1056, 1057, 1066, 5081

Таблица А.1. - Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение
<p>Диапазон измерений:</p> <p>– удельной электрической проводимости (УЭП) ⁽¹⁾⁽⁹⁾, См/м:</p> <p>- для моделей 56; 1056; 1057; 1066 (исполнение 1066-С); 5081 (исполнение 5081-С) с датчиками для измерения кондуктивной удельной электрической проводимости, с постоянной ячейки k ⁽²⁾, см⁻¹:</p> <p style="padding-left: 20px;">- k=0,01;</p> <p style="padding-left: 20px;">- k=0,1, 0,2, 0,5;</p> <p style="padding-left: 20px;">- k=1,0;</p> <p style="padding-left: 20px;">- k≤10,0 и k≥10,0;</p> <p style="padding-left: 20px;">- для 4-х электродного датчика серии PUR-SENSE™, ENDURANCE™;</p> <p>– удельной электрической проводимости (УЭП) ⁽¹⁾, См/м:</p> <p>- для моделей 56; 1056; 1066 (исполнение 1066-Т); 5081 (исполнение 5081-Т) с датчиками для измерения индуктивной (тороидальной) удельной электрической проводимости:</p> <p style="padding-left: 20px;">- модели 226;</p> <p style="padding-left: 20px;">- моделей 225, 228;</p> <p style="padding-left: 20px;">- моделей 242, 245;</p> <p style="padding-left: 20px;">- модели 222;</p> <p>– массовой концентрации растворенного кислорода, мг/дм³:</p> <p>- для моделей 56; 1056; 1066 (исполнение 1066-DO), 5081 (исполнение 5081-А) с датчиками:</p> <p style="padding-left: 20px;">- моделей 499АTrDO, 499ADO, Вх438, Gx448, Нх438;</p> <p style="padding-left: 20px;">- модель 499АTrDO;</p> <p>– массовой концентрации свободного остаточного хлора (НСlO + ClO⁻ + Cl₂), мг/дм³:</p> <p>- для моделей 56, 1056 (исполнение FCL и FCLi); 1066 (исполнение 1066-CL); 5081 (исполнение 5081-А):</p> <p style="padding-left: 20px;">- для датчика 498CL;</p> <p style="padding-left: 20px;">- для датчика 499ACL.</p>	<p>от 4·10⁻⁶ до 6·10⁻¹ ⁽³⁾</p> <p>от 4·10⁻⁶ до 2·10⁻¹ ⁽⁴⁾</p> <p>от 4·10⁻⁶ до 5·10⁻³ ⁽⁵⁾</p> <p>от 4·10⁻⁶ до 6 ⁽³⁾</p> <p>от 4·10⁻⁶ до 2 ⁽⁴⁾</p> <p>от 1·10⁻⁴ до 5·10⁻² ⁽⁵⁾</p> <p>от 1·10⁻⁵ до 60 ⁽³⁾</p> <p>от 1·10⁻⁴ до 20 ⁽⁴⁾</p> <p>от 1·10⁻³ до 2 ⁽⁵⁾</p> <p>от 1·10⁻³ до 60 ⁽³⁾</p> <p>от 1·10⁻³ до 20 ⁽⁴⁾</p> <p>от 1·10⁻³ до 2 ⁽⁵⁾</p> <p>от 2·10⁻⁴ до 30 ⁽⁶⁾</p> <p>от 2·10⁻⁴ до 140 ⁽⁷⁾</p> <p>от 5·10⁻⁴ до 200 ⁽⁸⁾</p> <p>от 5·10⁻³ до 100 ⁽⁵⁾</p> <p>от 1,5·10⁻³ до 200 ⁽⁸⁾</p> <p>от 2·10⁻² до 200 ⁽⁵⁾</p> <p>от 1·10⁻² до 200</p> <p>от 5·10⁻² до 200</p> <p>от 0 до 20</p> <p>от 0 до 2</p> <p>от 0,05 до 20</p> <p>от 0,02 до 10</p>

Продолжение таблицы А.1.

Наименование характеристики	Значение
<p>Диапазон измерений:</p>	
<p>– массовой концентрации общего остаточного хлора ($\text{Cl}_2 + \text{HClO} + \text{ClO}^- + \text{NH}_3\text{-Cl}_n + \text{R-NH}_2\text{-Cl}_n$), мг/дм³: - для моделей 56, 1056 (исполнение TCL); 1066 (исполнение 1066-CL); 5081 (исполнение 5081-A): - для датчика 499ACL;</p>	от 0,02 до 10
<p>– массовой концентрации растворенного озона, мг/дм³: - для моделей 56; 1056; 1066 (исполнение 1066-OZ); 5081 (исполнение 5081-A);</p>	от 0,03 до 3
<p>– pH, для моделей 56; 1056; 1057; 1066 (исполнение 1066-P); 5081 (исполнение 5081-P), pH: - для датчика модели 328A; - для датчика модели TF396;</p>	от 0 до 13 от 2 до 12
<p>- для датчиков модели: RB, RBI, 385, 385+, 389, 389VP, 396, 396VP, 398, 398VP, 396P, 396PVP, 396R, 396RVP, 398R, 398RVP, 397, 372, Hx338, Hx338+, 381, 381+, 3200HP, Hx348, 3300HT, 3300HTVP, 3900, 3900VP, 3400HT, 3400HTVP, 3500P, 3500VP, 399, 399VP, 3800, 3800VP, Polilyte, EasyFerm, IonoTrode, MecoTrode, ChemoTrode, FermoTrode;</p>	от 0 до 14
<p>– ОВП, мВ: - для моделей 56, 1056, 1057; - для моделей 1066 (исполнение 1066-P), 5081 (исполнение 5081-P);</p>	от -1500 до +1500 от -1400 до +1400
<p>– мутности, ЕМФ (NTU): - для моделей 56 (исполнение T56), 1056 (исполнение T1056), исполнение WQS;</p>	от 0 до 20 от 0 до 200
<p>– токового входа, мА: - для модели 1056;</p>	от 0 до 20 или от 4 до 20
<p>– токового выхода, мА;</p>	от 4 до 20
<p>– температуры измеряемой среды ⁽¹⁾, °С: - при измерении УЭП: - кондуктивной (Pt-1000): - для моделей 56; 1057; 1066; 1066 (исполнение 1066-C); 5081 (исполнение 5081-C); - для модели 1056; - индуктивной (тороидальной) (Pt-100, Balco 3 кОм); - при измерении pH / ОВП (Pt-100, Balco 3 кОм); - при измерении массовой доли хлора (Pt-100); - при измерении массовой доли кислорода (NTC 22кОм, Pt-100); - при измерении массовой доли озона (Pt-100).</p>	от 0 до +200 от 0 до +150 от -25 до +210 от 0 до +150 от 0 до +50 от 0 до +50 от 0 до +35

Продолжение таблицы А.1.

Наименование характеристики	Значение
<p>Пределы основной допускаемой погрешности УЭП⁽¹⁾, %:</p> <ul style="list-style-type: none"> - для моделей 56; 1056; 1057; 1066 (исполнение 1066-С), 5081 (исполнение 5081-С): - с датчиками УЭП (кондуктивной) с постоянной ячейки k⁽²⁾, см⁻¹: <ul style="list-style-type: none"> - $k=0,01$: <ul style="list-style-type: none"> - приведенной погрешности в диапазоне⁽¹⁰⁾, См/м: <ul style="list-style-type: none"> - от $4 \cdot 10^{-6}$ до $1 \cdot 10^{-4}$ включ.⁽⁸⁾; ±3 - относительной погрешности в диапазоне, См/м: <ul style="list-style-type: none"> - св. $1 \cdot 10^{-4}$ до $2 \cdot 10^{-2}$ включ.⁽⁸⁾, ±1 св. $2 \cdot 10^{-2}$ до $6 \cdot 10^{-1}$⁽³⁾, ±7 св. $2 \cdot 10^{-2}$ до $2 \cdot 10^{-1}$⁽⁴⁾; ±2 - приведенной погрешности в диапазоне⁽¹⁰⁾, См/м: <ul style="list-style-type: none"> - от $4 \cdot 10^{-6}$ до $1 \cdot 10^{-4}$ включ.⁽⁵⁾; ±3 - относительной погрешности в диапазоне, См/м: <ul style="list-style-type: none"> - св. $1 \cdot 10^{-4}$ до $5 \cdot 10^{-3}$⁽⁵⁾; ±1 - $k=0,1$: <ul style="list-style-type: none"> - приведенной погрешности в диапазоне⁽¹⁰⁾, См/м: <ul style="list-style-type: none"> - от $4 \cdot 10^{-6}$ до $1 \cdot 10^{-4}$ включ.⁽⁸⁾; ±3 - относительной погрешности в диапазоне, См/м: <ul style="list-style-type: none"> - от. $1 \cdot 10^{-4}$ до $2 \cdot 10^{-1}$ включ.⁽⁸⁾, ±1 св. $2 \cdot 10^{-1}$ до 6⁽³⁾, ±7 св. $2 \cdot 10^{-1}$ до 2⁽⁴⁾; ±2 - от $1 \cdot 10^{-4}$ до $5 \cdot 10^{-2}$⁽⁵⁾; ±1 - $k=0,2$: <ul style="list-style-type: none"> - приведенной погрешности в диапазоне⁽¹⁰⁾, См/м: <ul style="list-style-type: none"> - от $4 \cdot 10^{-6}$ до $1 \cdot 10^{-4}$ включ.⁽⁸⁾; ±3 - относительной погрешности в диапазоне, См/м: <ul style="list-style-type: none"> - от. $1 \cdot 10^{-4}$ до $2 \cdot 10^{-1}$ включ.⁽⁸⁾, ±1 св. $2 \cdot 10^{-1}$ до 6⁽³⁾, ±7 св. $2 \cdot 10^{-1}$ до 2⁽⁴⁾; ±2 - от $1 \cdot 10^{-4}$ до $2 \cdot 10^{-1}$⁽⁵⁾; ±1 - $k=0,5$: <ul style="list-style-type: none"> - приведенной погрешности в диапазоне⁽¹⁰⁾, См/м: <ul style="list-style-type: none"> - от $4 \cdot 10^{-6}$ до $1 \cdot 10^{-4}$ включ.⁽⁸⁾; ±3 - относительной погрешности в диапазоне, См/м: <ul style="list-style-type: none"> - от. $1 \cdot 10^{-4}$ до $2 \cdot 10^{-1}$ включ.⁽⁸⁾, ±1 св. $2 \cdot 10^{-1}$ до 6⁽³⁾, ±7 св. $2 \cdot 10^{-1}$ до 2⁽⁴⁾; ±2 - от $1 \cdot 10^{-4}$ до $2 \cdot 10^{-1}$⁽⁵⁾; ±1 	

Продолжение таблицы А.1.

Наименование характеристики	Значение
<p>Пределы основной допускаемой погрешности УЭП ⁽¹⁾, %:</p> <ul style="list-style-type: none"> - для моделей 56; 1056; 1057; 1066 (исполнение 1066-С), 5081 (исполнение 5081-С): - с датчиками УЭП (кондуктивной) с постоянной ячейки k ⁽²⁾, см⁻¹: <ul style="list-style-type: none"> - $k=1,0$: <ul style="list-style-type: none"> - приведенной погрешности в диапазоне ⁽¹⁰⁾, См/м: <ul style="list-style-type: none"> - от $1 \cdot 10^{-5}$ до $1 \cdot 10^{-4}$ включ. ⁽⁸⁾; ±3 - относительной погрешности в диапазоне, См/м: <ul style="list-style-type: none"> - от $1 \cdot 10^{-4}$ до 2 включ. ⁽⁸⁾, ±1 св. 2 до 60 ⁽³⁾, ±7 св. 2 до 20 ⁽⁴⁾; ±2 - от $1 \cdot 10^{-3}$ до $5 \cdot 10^{-1}$ включ. ⁽⁵⁾, ±2 св. $5 \cdot 10^{-1}$ до 2 ⁽⁵⁾; ±2 - $k \leq 10,0$ и $k \geq 10,0$: <ul style="list-style-type: none"> - относительной погрешности в диапазоне, См/м: <ul style="list-style-type: none"> - от $1 \cdot 10^{-3}$ до 20 ⁽⁴⁾; ±2 - от $1 \cdot 10^{-3}$ до 2 ⁽⁵⁾; ±2 - от $1 \cdot 10^{-3}$ до 60 ⁽³⁾; ±7 - для 4-х электродного датчика серии PUR-SENSE™, ENDURANCE™ : <ul style="list-style-type: none"> - относительной погрешности в диапазоне, См/м: <ul style="list-style-type: none"> - от $2 \cdot 10^{-4}$ до 30 ⁽⁶⁾; ±4 - от $2 \cdot 10^{-4}$ до 140 ⁽⁷⁾; ±4 - с датчиками УЭП (индуктивной (тороидальной)): <ul style="list-style-type: none"> - для датчика модели 226 : <ul style="list-style-type: none"> - относительной погрешности в диапазоне, См/м: <ul style="list-style-type: none"> - от $5 \cdot 10^{-4}$ до 50 включ. ⁽⁸⁾, ±2 св. 50 до 200 ⁽⁸⁾; ±5 - от $5 \cdot 10^{-3}$ до 100 ⁽⁵⁾; ±2 - для датчиков моделей 225, 228 : <ul style="list-style-type: none"> - относительной погрешности в диапазоне, См/м: <ul style="list-style-type: none"> - от $1,5 \cdot 10^{-3}$ до 150 включ. ⁽⁸⁾, ±2 св. 150 до 200 ⁽⁸⁾; ±5 - от $2 \cdot 10^{-2}$ до 200 ⁽⁵⁾; ±2 - для датчика модели 222 : <ul style="list-style-type: none"> - относительной погрешности в диапазоне, См/м: <ul style="list-style-type: none"> - от $5 \cdot 10^{-2}$ до 200 ⁽⁸⁾; ±4 - от $5 \cdot 10^{-2}$ до 200 ⁽⁵⁾; ±2 - для датчиков моделей 242, 245: <ul style="list-style-type: none"> - относительной погрешности в диапазоне, См/м: <ul style="list-style-type: none"> - от $1 \cdot 10^{-2}$ до 200 ⁽⁸⁾; ±4 - от $1 \cdot 10^{-2}$ до 200 ⁽⁵⁾; ±2 	

Продолжение таблицы А.1.

Наименование характеристики	Значение
<p>Пределы допускаемой приведенной погрешности измерения мутности, %⁽¹⁰⁾: - в диапазоне, ЕМФ: - от 0 до 20 включ.</p> <p>Пределы допускаемой относительной погрешности измерения мутности, %: - в диапазоне, ЕМФ: - св. 20 до 200</p>	<p>±4</p> <p>±4</p>
<p>Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерения рН</p>	<p>±0,05</p>
<p>Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерения ОВП, мВ</p>	<p>±5</p>
<p>Пределы допускаемой приведенной погрешности измерений массовой концентрации растворенного озона в воде в диапазоне от 0,03 мг/дм³ до 0,20 мг/дм³, %</p> <p>Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой концентрации растворенного озона в воде в диапазоне св. 0,20 мг/дм³ до 3 мг/дм³, %</p>	<p>±15</p> <p>±15</p>
<p>Пределы допускаемой приведенной к диапазону измерений погрешности массовой концентрации свободного остаточного хлора, %:</p> <ul style="list-style-type: none"> - в диапазоне, мг/дм³: - для датчика 499ACL: <ul style="list-style-type: none"> - от 0,02 до 0,2 включ.; - для датчика 498CL: <ul style="list-style-type: none"> - от 0,05 до 0,5 включ.; <p>Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой концентрации свободного остаточного хлора, %:</p> <ul style="list-style-type: none"> - в диапазоне, мг/дм³: - для датчика 499ACL: <ul style="list-style-type: none"> - св. 0,2 до 10; - для датчика 498CL: <ul style="list-style-type: none"> - св. 0,5 до 5 включ., св. 5 до 20. 	<p>±10</p> <p>±10</p> <p>±10</p> <p>±10</p> <p>±5</p>
<p>Пределы допускаемой приведенной к диапазону измерений погрешности массовой концентрации общего остаточного хлора, %:</p> <ul style="list-style-type: none"> - в диапазоне, мг/дм³: - для датчика 499ACL: <ul style="list-style-type: none"> - от 0,02 до 0,5 включ. <p>Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой концентрации общего остаточного хлора, %:</p> <ul style="list-style-type: none"> - в диапазоне, мг/дм³: - для датчика 499ACL: <ul style="list-style-type: none"> св. 0,5 до 20. 	<p>±10</p> <p>±10</p>

Продолжение таблицы А.1.

Наименование характеристики	Значение
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений массовой концентрации растворенного кислорода, мг/дм ³ [мкг/дм ³]: - для анализаторов с датчиками 499ADO, Вх438, Gx448, Нх438, в диапазонах, мг/дм ³ : - от 0 до 1,0 включ., св. 1,0 до 20; - для анализаторов с датчиком 499ATrDO, в диапазонах, мкг/дм ³ : - от 0 до 20 включ., св. 20 до 2000.	±0,1 ±0,2 [±3] [±50]
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерения температуры измеряемой среды, °С: – при измерении УЭП: - кондуктивной (Pt-1000), в диапазоне, °С: - для моделей 56; 1057; 1066 (исполнение 1066-С); 5081 (исполнение 5081-С): - от 0 до 50 включ., - св. 50 до 200; - для модели 1056: - от 0 до 50 включ., св. 50 до 150; - индуктивной (тороидальной) (Pt-100, Valco 3 кОм), в диапазоне, °С: - от -25 до 50 включ., св. 50 до 210; – при измерении рН / ОВП (Pt-100, Valco 3 кОм), в диапазоне, °С: - от 0 до 50 включ., св. 50 до 150; – при измерении массовой доли хлора (Pt-100); – при измерении массовой доли кислорода (NTC 22кОм, Pt-100); – при измерении массовой доли озона (Pt-100).	±0,5 ±1 ±0,5 ±1 ±1 ±2 ±1 ±2 ±1 ±1 ±1
Пределы допускаемой приведенной к диапазону измерений погрешности при измерении токового входа, %	±0,03
Пределы допускаемой абсолютной погрешности преобразования в аналоговый сигнал от 4 до 20 мА, мА	±0,05
Пределы допускаемой дополнительной относительной погрешности измерений массовой концентрации кислорода, хлора, озона, удельной электрической проводимости при изменении температуры окружающей среды в диапазонах от –20 до +15°С включ. и св. +25 до +65°С включ. на каждые 10 °С, %	±0,05
Пределы допускаемой дополнительной относительной погрешности результатов измерений рН и ОВП, при изменении температуры окружающей среды в диапазонах от –40 до +15°С включ. и от +25 до +65°С включ. на каждые 10 °С, %	±0,03

Продолжение таблицы А.1.

- Примечание: (1) – характеристики постоянной ячейки k , температуры измеряемой среды, определяются при заказе, могут иметь спец-исполнение. Диапазоны измерений УЭП определяются значением постоянной ячейки k ;
- (2) – характеристика постоянной ячейки k нормируется в соответствии с заказом и отражена в эксплуатационных документах, прилагаемых к анализатору;
- (3) – диапазон измерений для моделей 56, 1056, 1057;
- (4) – диапазон измерений для модели 1066;
- (5) – диапазон измерений для модели 5081;
- (6) – диапазон измерений для моделей 1056 и 1057;
- (7) – диапазон измерений для моделей 56 и 1066;
- (8) – диапазон измерений для моделей 56, 1056, 1057, 1066;
- (9) – 1 мкСм/см соответствует $1 \cdot 10^{-4}$ См/м, 1 мСм/см соответствует 0,1 См/м;
- (10) – k верхнему пределу диапазона измерений.

Приложение Б
(Справочное)

Концентрация растворенного кислорода в дистиллированной воде при атмосферном давлении

Условия насыщения (условия равновесия): атмосферное давление 101,3 кПа, что соответствует 760 мм рт. ст.; относительная влажность воздуха 10 %, объемное содержание кислорода в воздухе – 20,94 %.

При температуре воздуха и воды +20 °С, атмосферном давлении 101,3 кПа, плотности кислорода 1,428 кг/м³ в 1 литре воды растворится 6,36 см³ или 9,08 мг кислорода, т.е. 9,08 мг/дм³.

Таблица Б.1 Равновесные концентрации растворенного кислорода (мг/дм³) в зависимости от температуры

T, °C	0	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	0,6	0,7	0,8	0,9
0	14,62	14,58	14,54	14,50	14,46	14,42	14,38	14,34	14,30	14,26
1	14,22	14,18	14,14	14,10	14,06	14,02	13,98	13,94	13,90	13,87
2	13,83	13,79	13,75	13,72	13,68	13,64	13,60	13,57	13,53	13,49
3	13,46	13,42	13,38	13,35	13,32	13,28	13,24	13,21	13,17	13,14
4	13,11	13,07	13,04	13,00	12,97	12,93	12,90	12,87	12,83	12,80
5	12,77	12,74	12,70	12,67	12,64	12,61	12,57	12,54	12,51	12,48
6	12,45	12,41	12,38	12,35	12,32	12,29	12,26	12,23	12,20	12,17
7	12,14	12,11	12,08	12,05	12,02	11,99	11,96	11,93	11,90	11,87
8	11,84	11,81	11,79	11,76	11,73	11,70	11,67	11,64	11,62	11,59
9	11,56	11,53	11,51	11,48	11,45	11,42	11,40	11,37	11,34	11,32
10	11,29	11,26	11,24	11,21	11,18	11,16	11,13	11,11	11,08	11,06
11	11,03	11,00	10,98	10,95	10,93	10,90	10,88	10,85	10,83	10,81
12	10,78	10,76	10,73	10,71	10,68	10,66	10,64	10,61	10,59	10,56
13	10,54	10,52	10,49	10,47	10,45	10,42	10,40	10,38	10,36	10,33
14	10,31	10,29	10,27	10,24	10,22	10,20	10,18	10,15	10,13	10,11
15	10,08	10,06	10,04	10,02	10,00	9,98	9,96	9,94	9,92	9,90
16	9,87	9,85	9,83	9,81	9,79	9,77	9,75	9,73	9,71	9,69
17	9,66	9,64	9,62	9,60	9,58	9,56	9,54	9,52	9,50	9,49
18	9,47	9,45	9,43	9,41	9,39	9,37	9,36	9,34	9,32	9,30
19	9,28	9,26	9,24	9,22	9,21	9,19	9,17	9,15	9,13	9,11
20	9,09	9,08	9,06	9,04	9,02	9,01	8,99	8,97	8,95	8,93
21	8,91	8,89	8,87	8,86	8,85	8,83	8,81	8,80	8,78	8,76
22	8,74	8,73	8,71	8,69	8,68	8,66	8,64	8,63	8,61	8,60
23	8,58	8,56	8,55	8,53	8,51	8,50	8,48	8,47	8,45	8,43
24	8,42	8,40	8,39	8,37	8,36	8,34	8,32	8,31	8,29	8,28
25	8,26	8,25	8,23	8,22	8,20	8,19	8,17	8,16	8,14	8,13
26	8,11	8,10	8,08	8,07	8,05	8,04	8,02	8,01	7,99	7,98
27	7,97	7,95	7,94	7,92	7,91	7,89	7,88	7,87	7,85	7,84
28	7,83	7,81	7,80	7,78	7,77	7,76	7,74	7,73	7,71	7,70
29	7,69	7,67	7,66	7,65	7,63	7,62	7,61	7,59	7,58	7,57
30	7,56	7,54	7,53	7,52	7,50	7,49	7,48	7,46	7,45	7,44
31	7,45	7,44	7,43	7,42	7,41	7,39	7,38	7,37	7,36	7,35
32	7,33	7,32	7,31	7,30	7,29	7,28	7,26	7,25	7,24	7,23
33	7,22	7,21	7,19	7,18	7,17	7,16	7,15	7,14	7,13	7,11
34	7,10	7,09	7,08	7,07	7,06	7,05	7,04	7,03	7,01	7,00
35	6,99	6,98	6,97	6,96	6,95	6,94	6,93	6,92	6,90	6,89

Приложение В
(обязательное)
Методика измерений
массовой концентрации озона в воде титриметрическим методом
(на основе ГОСТ 18301-72)

Настоящая методика устанавливает процедуру измерений массовой концентрации озона (массовой доли) методом йодометрического титрования. Указанная неопределенность соответствует границам относительной погрешности результата измерений $\pm 5\%$ при доверительной вероятности $P=0,95$.

В.1 Метод измерений

Сущность метода состоит в восстановлении йода озоном из йодида калия с последующим титрованием раствором серноватистокислорого натрия.

В.2 Требования к средствам измерений, вспомогательному оборудованию, материалам и реактивам

- весы с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ Р 53228-2008;
- колбы мерные лабораторные стеклянные, вместимостью: 2-2000-2, 2-1000-2, 2-250-2, 2-200-2, 2-100-2 по ГОСТ 1770-74;
- цилиндры мерные лабораторные стеклянные, вместимостью: 25 см³, 250 см³ и 1000 см³ по ГОСТ 1770-74;
- пипетки градуированные, вместимостью: 10 см³, 50 см³ с делениями 0,1 см³ по ГОСТ 29227-91;
- бюретка лабораторная стеклянная, вместимостью: 2 см³ по ГОСТ 29251-91;
- натрий серноватистокислый (натрия тиосульфата), стандарт-титр раствор концентрации С (Na₂S₂O₃·5H₂O) 0,1 моль/дм³ (0,1 н) по ТУ 6-09-2540-87 (по ГОСТ 27068-86);
- калий йодистый "ч.д.а." по ГОСТ 4232-74;
- калий двуххромовокислый "ч.д.а." по ГОСТ 4220-75;
- кислота серная "х.ч." по ГОСТ 4204-77, раствор концентрации С (1/2 H₂SO₄) = 1 моль/дм³ (1 н.);
- крахмал растворимый по ГОСТ 10163-76;
- кислота салициловая по ГОСТ 624-70;
- хлороформ (реактив) по ГОСТ 20015-88;
- вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72;
- баллон со сжатым воздухом или азотом;
- колба коническая типа Кн, вместимостью 250 см³ и 500 см³ с притертыми пробками по ГОСТ 25336-82.

Все реактивы должны быть квалификации не хуже "ч.д.а".

Примечание: все перечисленные средства измерений могут быть заменены аналогичными, с метрологическими характеристиками, не уступающими вышеуказанным.

В.3 Требования безопасности

При выполнении анализа соблюдают инструкции по охране труда, окружающей среды и правила безопасной работы с кислотами, токсичными соединениями, стеклянной посудой в соответствии с "Основными правилами безопасной работы в химических лабораториях".

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

К выполнению измерений и обработке их результатов допускаются химики, имеющие высшее или среднее специальное химическое образование или опыт работы в химической

лаборатории, прошедшие соответствующий инструктаж, освоившие метод в процессе тренировки и уложившиеся в нормативы оперативного контроля при выполнении процедур контроля погрешности.

В.4 Требования к условиям измерений

При выполнении измерений соблюдают следующие условия:

– температура окружающего воздуха, °С	от +15 до +25
– диапазон относительной влажности окружающей среды, %	от 30 до 80
– атмосферное давление, кПа	101,3±4,0
мм рт.ст.	760±30

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

В.5 Подготовка к анализу

В.5.1 Приготовление основного 0,1 н. раствора серноватистоокислого натрия: 25 г Na₂S₂O₃ · 5H₂O растворяют в свежeproкипяченной и охлажденной дистиллированной воде, добавляют 0,2 г углекислого натрия и доводят объем раствора до 1 дм³. Поправочный коэффициент раствора определяют по 0,1 н. раствору двуххромовокислого калия.

Можно использовать стандарт-титр натрия серноватистоокислого по ТУ.

В.5.2 Приготовление рабочего 0,005 н. раствора серноватисто-кислого натрия: 50 см³ 0,1 н. основного раствора вносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, разбавляют свежeproкипяченной дистиллированной водой, добавляют 0,2 г углекислого натрия и доводят объем до 1 дм³. 1 см³ раствора содержит 0,120 мг озона. Титр раствора проверяют ежедневно по 0,005 н. раствору двуххромовокислого калия.

В.5.3 Приготовление 0,1 н. раствора двуххромовокислого калия: 4,937 г K₂Cr₂O₇, перекристаллизованного и высушенного при 180 °С, вносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды и доводят объем до 1 дм³.

В.5.4 Приготовление 0,005 н. раствора двуххромовокислого калия: 50 см³ 0,1 н. раствора вносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, разбавляют дистиллированной водой и доводят объем до 1 дм³.

В.5.5 Приготовление раствора йодистого калия: 20 г йодистого калия растворяют в свежeproкипяченной и охлажденной дистиллированной воде и доводят объем до 1 дм³. Используют свежeproготовленный раствор.

В.5.6 Приготовление 1 н. раствора серной кислоты: 28 см³ концентрированной H₂SO₄ осторожно, небольшими порциями, добавляют к 750 см³ дистиллированной воды, охлаждают и доводят объем до 1 дм³.

В.5.7 Приготовление кислоты серной, разбавленной 1:4 (по объему): 20 см³ концентрированной серной кислоты осторожно добавляют к 60 см³ дистиллированной воды и доводят объем до 100 см³.

В.5.8 Приготовление 0,5%-ного раствора крахмала: 5 г растворимого крахмала смешивают с 50 см³ холодной дистиллированной воды и приливают к 950 см³ кипящей дистиллированной воды. Раствор консервируют добавлением 1,25 г салициловой кислоты или 1-2 см³ хлороформа.

В.5.9 Определение поправочного коэффициента раствора серноватистоокислого натрия.

В коническую колбу с притертой пробкой всыпают 0,5 г сухой соли йодистого калия, растворяют в небольшом объеме дистиллированной воды, прибавляют 5,0 см³ разбавленного раствора серной кислоты (1:4) и 10 см³ 0,1 н. или 0,005 н. раствора двуххромовокислого калия и 50 см³ дистиллированной воды. Оставляют раствор стоять в темном месте в течение 6 мин. Затем титруют выделившийся йод раствором серноватистоокислого натрия соответствующей нормальности в присутствии крахмала, прибавляемого под конец титрования.

Поправочный коэффициент (K) определяют по формуле (В.1)

$$K = \frac{10}{a}, \quad (\text{В.1})$$

где a - объем серноватистокислого натрия, израсходованный на титрование, см^3 .

В.6 Выполнение анализа

В коническую колбу с притертой пробкой вносят 10 см^3 2,0 %-го раствора йодистого калия, 20 см^3 1,0 н. раствора серной кислоты и $200\text{-}250 \text{ см}^3$ исследуемой воды. Пользуясь бюреткой, титруют 0,005 н. раствором серноватистокислого натрия до соломенно-желтой окраски раствора, прибавляют 2 см^3 раствора крахмала и продолжают титровать до исчезновения синей окраски.

Параллельно с определением озона проводят холостой опыт на дистиллированной воде, для обнаружения возможного загрязнения реактивов. Для этого к 200 см^3 дистиллированной воды добавляют 10 см^3 раствора йодистого калия, 20 см^3 раствора серной кислоты и 2 см^3 раствора крахмала. При появлении синей окраски титруют 0,005 н. раствором серноватистокислого натрия до обесцвечивания раствора.

В.7 Проверка приемлемости результатов титрования

Проверку осуществляют при каждом анализе отобранной пробы по величине разницы между двух результатов параллельных титрований.

Результаты признаются приемлемыми при выполнении условия (В.2)

$$\frac{A_1 - A_2}{\bar{A}} \cdot 100 \leq d_A, \quad (\text{В.2})$$

где A_1 и A_2 - объем раствора серноватистокислого натрия, пошедший на титрование аликвоты пробы, см^3 ;
 \bar{A} - среднее арифметическое значение результатов титрования, см^3 ;
 d_A - норматив, %, $d_A = 2\%$.

В.8 Обработка результатов

Содержание озона (X), мг/дм^3 , вычисляют по формуле (В.3)

$$X = \frac{(a - b)K \cdot N \cdot 24 \cdot 1000}{V}, \quad (\text{В.3})$$

где a - объем раствора серноватистокислого натрия, израсходованное на титрование пробы, см^3 ;

b - объем раствора серноватистокислого натрия, израсходованное на титрование холостой пробы, см^3 ;

K - поправочный коэффициент к нормальности раствора серноватистокислого натрия;

N - нормальность раствора серноватистокислого натрия;

24 - содержание озона, соответствующее 1 см^3 1 н. раствора серноватистокислого натрия, мг ;

V - объем пробы, взятый для определения, см^3 .

Приложение Г
(рекомендованное)

Процедура приготовления растворов на основе разбавления ГСО

Приготовление растворов с известными значениями мутности (200 ЕМФ, 50 ЕМФ, 20 ЕМФ, 10 ЕМФ, 5 ЕМФ, 2 ЕМФ, 0,5 ЕМФ) путем последовательного разбавления исходного ГСО 7271-96 с аттестованным значением мутности 4000 ЕМФ:

- дистиллированную воду по ГОСТ 6709–72, дополнительно пропускают через системы очистки воды Synergy System Kit или Elix производства Millipore (Франция), имеющие конечный фильтр с размерами пор 0,22 мкм или аналогичную систему фильтрации.

- порядок приготовления поверочных суспензий (далее по тексту – АС) заключается в отборе в чистую мерную колбу аликвоты ГСО 7271-96 или АС в соответствии с таблицей Г.1, доведения колбы до метки очищенной дистиллированной водой и тщательным перемешиванием содержимого колбы.

Таблица Г.1 Процедура приготовления АС с известными значениями мутности

№ поверочной суспензии	Наименование АС	$V_{ал}$, см ³	$V_{мк}$, см ³	V_{H_2O} , см ³	Аттестованное значение мутности A , ЕМФ	Абсолютная погрешность аттестованного значения ΔA , ЕМФ
-	ГСО 7271-96	-	-	-	4000,00	80,00
-	АС №1 готовится из ГСО 7271-96	500	1000	500	2000,00	40,06*
-	АС №2 готовится из ГСО 7271-96	250	1000	750	1000,00	20,03*
-	АС №3 готовится из ГСО 7271-96	125	1000	875	500,00	10,00*
1	АС №4 готовится из АС №1	100	1000	900	200,00	4,13*
2	АС №5 готовится из АС №3	100	1000	900	50,00	0,84*
3	АС №6 готовится из АС №4	100	1000	900	20,00	0,43*
4	АС №7 готовится из АС №6	500	1000	500	10,00	0,21*
5	АС №8 готовится из АС №5	100	1000	900	5,00	0,15*
6	АС №9 готовится из АС №5	40	1000	960	2,00	0,13*
7	АС №10 готовится из АС №6	25	1000	975	0,50**	0,05*

Примечание:

* При расчете погрешности аттестованного значения учитывали: погрешность от процедуры приготовления; погрешность аттестованного значения ГСО 7271-96 или АС; 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 АС

** Рассчитывается по формуле (Г.2)

$$\Delta A = \sqrt{\left(\frac{V_{al}}{V_{mk}}\right)^2 \Delta A^2 + \left(\frac{A}{V_{mk}}\right)^2 \Delta V_d^2 + \left(\frac{AV_{al} + X_{H_2O}V_{H_2O}}{V_{mk}^2}\right)^2 \Delta V_d^2 + \left(\frac{V_{H_2O}}{V_{mk}}\right)^2 \Delta X_{H_2O}^2 + \left(\frac{X_{H_2O}}{V_{H_2O}}\right)^2 \Delta V_{H_2O}^2}, \quad (\Gamma.1)$$

где A - аттестованное значение мутности ГСО 7271-96 (приведено в паспорте) или АС в соответствии с таблицей Г1, ЕМФ

ΔA – погрешность аттестованного значения мутности ГСО 7271-96 или АС, в соответствии с таблицей Г1, ЕМФ;

V_{mk} - объем мерной колбы, см³;

V_{al} - объем отбираемой аликвоты ГСО 7271-96 или АС, см³;

V_{H_2O} - объем очищенной воды;

$\Delta V_{mk} = \pm 0,2$ см³ - погрешность измерений объема мерной колбы, см³

$\Delta V_{mk} = \pm 0,05$ см³ - погрешность измерений объема отбираемой аликвоты ГСО 7271-96 или АС;

X_{H_2O} - мутность очищенной воды, которая должна быть меньше 0,05 ЕМФ. В расчетах мутность очищенной воды принималась 0,05 ЕМФ, что соответствует погрешности измерений мутности с помощью мутномера универсального 2100 N пр-ва НАСН (США). (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.

При мутности очищенной дистиллированной воды 0,03÷0,05 ЕМФ необходимо скорректировать аттестованное значение АС№10, по формуле

$$АС№10 = (АС№6 \cdot V_{al} + X_{H_2O} \cdot V_{H_2O})/100 \quad (\Gamma.2)$$

Приложение Д

Методика приготовления контрольных растворов массовой концентрации свободного и общего остаточного хлора в водных растворах гипохлорита натрия

Д.1. Приготовление контрольных растворов гипохлорита натрия

Д.1.1 В тех случаях, когда нужно определять только свободный хлор измерения выполняют йодометрическим методом (п. Д.4.1), когда нужно определить свободный и общий хлор - методом Пейлина (п. Д.4.2).

Д.1.2 Для выполнения измерений необходимо не менее 500 см³ раствора гипохлорита натрия.

Д.2. Требования к средствам измерений, вспомогательному оборудованию и материалам:

- термометр ртутный, ГОСТ 28498-90 диапазон измерений (от 0 до 100) °С, цена деления 0,1 °С;
- весы с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ Р 53228-2008
- пипетки с одной отметкой, вместимостью: 1-2-10, 1-2-20 по ГОСТ 29169-91;
- пипетки градуированные, вместимостью: 10 см³, 50 см³ с делениями 0,1 см³ по ГОСТ 29227-91;
- колбы мерные лабораторные стеклянные, вместимостью: 2-2000-2, 2-1000-2, 2-250-2, 2-200-2, 2-100-2 по ГОСТ 1770-74;
- цилиндры мерный лабораторные стеклянные, вместимостью: 25 см³, 250 см³ и 1000 см³ по ГОСТ 1770-74;
- бюретки лабораторные стеклянные, вместимостью: 2 см³, 50 см³ по ГОСТ 29251-91;
- гипохлорит натрия по ГОСТ 11086-76;
- натрий серноватисто-кислый (натрия тиосульфата), стандарт-титр раствор концентрации С (Na₂S₂O₃·5H₂O) 0,1 моль/дм³ (0,1 н) по ТУ 6-09-2540-87 (по ГОСТ 27068-86);
- раствор соли закиси железа и аммония двойной сернокислой (соли Мора), стандарт-титр по ТУ 2642-001-49415344-99;
- раствор трилона Б, стандарт-титр ТУ 2642-001-07500602-97;
- калий фосфорнокислый однозамещенный безводный "х.ч." по ГОСТ 4198-75;
- калий йодистый "ч.д.а." по ГОСТ 4232-74;
- кислота серная "х.ч." по ГОСТ 4204-77, раствор концентрации С (1/2 H₂SO₄) = 1 моль/дм³ (1 н.);
- кислота азотная "х.ч." по ГОСТ 4461-77;
- натрий фосфорно-кислый двузамещенный "ч.д.а" по ГОСТ 11773-76;
- натрий углекислый "х.ч." по ГОСТ 5100-85;
- крахмал растворимый по ГОСТ 10163-76;
- N, N -Диэтил-п-парафенилендиамин сернокислая соль "ч.д.а" по ТУ 6-09-07-1263-81;
- вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72;
- вода деионизированная по ГОСТ Р 52501-2005;
- колба коническая типа Кн, вместимостью 250 см³ и 500 см³ с притертыми пробками по ГОСТ 25336-82.

Д.3. Подготовка к выполнению измерений

Д.3.1 Непосредственно перед выполнением измерений (анализа) всю используемую посуду ополаскивают 10%-ым раствором азотной кислоты, приготовленной по ГОСТ 4212-76, затем тщательно промыть дистиллированной водой.

Д.3.2 Приготовление раствора натрия тиосульфата с молярной концентрацией 0,1 моль/дм³ (0,1 н.)

Готовят согласно инструкции по применению стандарт-титра (ТУ 6-09-2540-87).

Срок хранения 1 месяц.

Д.3.3 Приготовление раствора натрия тиосульфата с молярной концентрацией 0,01 моль/дм³ (0,1 н.)

100 см³ раствора натрия тиосульфата с молярной концентрацией 0,1 моль/дм³ вносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, добавляют 0,2 г углекислого натрия и доводят объем до 1 дм³ деионизированной водой. Раствор применяют при содержании активного хлора в пробе более 1 мг/дм³. Срок хранения 10 дней.

Д.3.4 Приготовление раствора крахмала с массовой долей 1,0 %

Растворяют 1,0 г растворимого крахмала в 10 см³ деионизированной воды. Полученную суспензию вливают в 90 см³ кипящей деионизированной воды. Кипячение продолжают до тех пор, пока раствор не станет прозрачным. Охлажденный раствор переливают в бутылку с шлифованной пробкой и хранят в таком виде до заметного помутнения. Раствор используют в течение 24 часов.

Д.3.5 Приготовление раствора иодида калия с массовой долей 10 %

Растворяют 10 г иодида калия в 100 см³ деионизированной воды. Раствор переливают в емкость из темного стекла. Срок хранения 1 месяц.

Д.3.6 Приготовление раствора соли Мора

Готовят согласно инструкции по применению стандарт-титра соли Мора (ТУ 2642-001-49415344-9).

1,0 см³ приготовленного раствора соответствует 0,1 мг активного хлора. Если определение проводится в 100 см³ анализируемого раствора, то количество соли Мора в см³, израсходованное на титрование, соответствует массовой концентрации (в мг/дм³) хлора, монохлорамина, или дихлорамина. Срок хранения 1 месяц в темном месте.

Д.3.7 Приготовление фосфатного буфера

К 2,4 г фосфорно-кислого натрия двузамещенного и 4,6 г фосфорнокислого калия однозамещенного приливают 10 см³ 0,8 %-го раствора трилона Б и доводят деионизированной водой до 100 см³. Срок хранения 1 месяц.

Д.3.8 Приготовление индикатора диэтиленпарафенилендиамина (оксалата или сульфата) 0,1 % раствора

0,15 г N, N – Диэтил-п-парафенилендиамин сернокислой соли растворяют в 100 см³ деионизированной воды с добавлением 2 см³ 10 %-го раствора серной кислоты, приготовленного по ГОСТ 4212-76. Срок хранения 1 месяц в темном месте.

Д.4 Выполнение измерений

Д.4.1 Выполнение измерений массовой концентрации свободного хлора йодометрическим методом.

Д.4.1.1 Йодометрический метод - основан на окислении иодида калия активным хлором до йода, который титруют тиосульфатом натрия. Озон, нитриты, окись железа и другие соединения в кислом растворе выделяют йод из йодистого калия, поэтому анализируемые растворы подкисляют буферным раствором с pH 4,5.

Протекающие процессы описываются уравнениями:



Выделившийся йод оттитровывают раствором тиосульфата натрия, который окисляется до тетраионата натрия Na₂S₄O₆:



Д.4.1.2 Приготовление раствора А гипохлорита натрия

Раствор А гипохлорита натрия готовят и анализируют в соответствии с п. 3.4.2 ГОСТ 11086-76 "Гипохлорит натрия. Технические условия".

10 см³ гипохлорита натрия температурой (20±2)°С переносят пипеткой в мерную колбу вместимостью 250 см³, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают (раствор А).

10 см³ раствора А (анализируемого раствора) переносят пипеткой в коническую колбу, прибавляют 10 см³ раствора иодида калия с массовой долей 10 %, перемешивают, добавляют 20 см³ раствора серной кислоты с молярной концентрацией 1 моль/дм³, вновь перемешивают, закрывают колбу крышкой и помещают в темное место.

Через 5 мин титруют выделившийся йод раствором сернистокислового натрия (тиосульфата натрия) с молярной концентрацией 0,01 моль/дм³ до получения светло-желтой окраски раствора, затем прибавляют 2-3 см³ раствора крахмала и продолжают титровать до обесцвечивания раствора. Регистрируют объём тиосульфата натрия, пошедший на титрование – v_1 , см³.

Аналогичным образом проводят титрование второй порции анализируемого раствора (параллельное титрование), регистрируя объём тиосульфата натрия – v_2 , см³.

Рассчитываем среднее арифметическое значение v_{cp} , по формуле (Д.3)

$$v_{cp} = \frac{v_1 + v_2}{2}, \quad (Д.3)$$

проверяем приемлемость результатов параллельных титрований по условию (Д.4)

$$\frac{|v_1 + v_2|}{v_{cp}} \cdot 100 \leq d_v, \quad (Д.4)$$

где d_v – норматив, %

Для вероятности $P=0,95$, норматив равен 3,5 %

При невыполнении условия (Д.4) могут быть использованы методы проверки приемлемости промежуточных результатов согласно разделу 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002 (п. 5.2).

Проводят холостой опыт: вместо анализируемого раствора используют деионизированную воду. Проводят два параллельных титрования и вычисляют средний объём тиосульфата натрия v_x (см³).

Массовую концентрацию свободного остаточного хлора в растворе (X_i), мг/дм³, вычисляют по формуле (Д.5)

$$X_i = \frac{(v_{cp} - v_x) \cdot N \cdot 35,45 \cdot 1000}{V_p}, \quad (Д.5)$$

где v_{cp} – среднее значение объемов раствора серноватистокислового натрия концентрации точно 0,1 моль/дм³, израсходованных на титрование пробы, см³;

v_x – среднее значение объемов раствора серноватистокислового натрия концентрации точно 0,1 моль/дм³, израсходованных на титрование холостой пробы, см³;

35,45 – молярная масса эквивалента атома хлора, г/моль;

N – молярная концентрация раствора натрия тиосульфата, моль/дм³ ($N=0,01$ моль/дм³);

V_p – объём анализируемого раствора, см³.

Д.4.1.2 Массовую концентрацию свободного активного хлора в растворе А гипохлорита натрия (X_A , г/дм³) вычисляют по формуле (Д.6)

$$X_A = \frac{v_{cp} \cdot 0,003546 \cdot V_{м.к.} \cdot 1000}{V_{пр} \cdot V_p}, \quad (Д.6)$$

где v_{cp} – среднее значение объемов раствора серноватистокислового натрия концентрации точно 0,1 моль/дм³, израсходованных на титрование, см³,

0,003546 – масса свободного хлора в граммах, соответствующая 1 см³ раствора серноватистокислового натрия с молярной концентрацией точно 0,1 моль/дм³, г/см³;

$V_{м.к.}$ – вместимость мерной колбы, см³ ($V_{м.к.}=250$ см³);

1000 – коэффициент пересчета г/см³ в г/дм³;

$V_{пр}$ – объём пробы гипохлорита натрия, см³ ($V_{пр}=10$ см³);

V_p – объём анализируемого раствора А, см³ ($V_p = 10$ см³).

Д.4.1.3 Контрольные растворы гипохлорита натрия готовят методом последовательного разбавления раствора А деионизированной водой.

Объем раствора А, необходимый для приготовления контрольных растворов в диапазонах с массовой концентрацией от 0,02 до 10 мг/дм³ и от 0,05 до 20 мг/дм³, рассчитывают по формуле (Д.7)

$$V_A = \frac{C_i \cdot 10^{-3} \cdot V_k}{X_A}, \quad (\text{Д.7})$$

где C_i - массовая концентрация свободного активного хлора в i -том контрольном растворе, мг/дм³;
 V_k - объем отобранного раствора А, см³;
 X_A - массовая концентрация свободного активного хлора в растворе А, определенная по формуле (Д.6), г/дм³.

Д.4.2 Выполнение измерений массовой концентрации свободного хлора и общего хлора методом Пейлина

Д.4.2.1 Метод Пейлина - основан на способности разных видов хлора превращать в определенных условиях восстановленную бесцветную форму диэтилпарафенилендиамина в полуокисленную окрашенную форму, которую восстанавливают опять до бесцветной ионами двухвалентного железа. Используется серия титрований раствором соли Мора для определения свободного хлора, монохлорамина и дихлорамина в присутствии диэтилпарафенилендиамина как индикатора.

Свободный хлор образует окраску индикатора в отсутствие йодистого калия, монохлорамин дает окраску в присутствии очень маленьких количеств йодистого калия (2 - 3 мг), а дихлорамин образует окраску лишь в присутствии больших количеств йодистого калия (около 1 г) и при стоянии раствора в течение 2 мин.

Д.4.2.2 Определение массовой концентрации свободного остаточного хлора

В коническую колбу для титрования помещают 5 см³ фосфатного буфера (п. Д.3.7), 5 см³ раствора N, N - Диэтил-*n*-парафенилендиамин сернокислой соли растворяют в 100 см³ анализируемого раствора гипохлорита натрия, раствор перемешивают. В присутствии свободного хлора раствор окрашивается в розовый цвет, его быстро титруют (не прекращая перемешивать) из бюретки раствором соли Мора (п. Д.3.6) до полного обесцвечивания. Фиксируют объем, пошедший на титрование (v_c , см³). Объем соли Мора, израсходованный на титрование, см³, соответствует массовой концентрации свободного хлора X_c , мг/дм³.

Д.4.2.3 Определение массовой концентрации монохлорамина

В колбу с оттитрованным раствором (п. Д.4.2.2) добавляют кристаллик (2 - 3 мг) йодистого калия, раствор перемешивают. В присутствии монохлорамина мгновенно появляется розовая окраска, которую тотчас же оттитровывают раствором соли Мора. Фиксируют объем, пошедший на титрование (v_m , см³). Объем соли Мора, израсходованный на титрование, см³, соответствует массовой концентрации монохлорамина X_m , мг/дм³.

Д.4.2.4 Определение массовой концентрации дихлорамина

В колбу с оттитрованным раствором (п. Д.4.2.3) добавляют около 1,0 г йодистого калия, раствор перемешивают до полного растворения соли. Появление розовой окраски свидетельствует о наличии в растворе дихлорамина. Раствор титруют стандартным раствором соли Мора до исчезновения окраски. Фиксируют объем, пошедший на титрование (v_d , см³). Объем соли Мора, израсходованный на титрование, см³, соответствует массовой концентрации дихлорамина X_d , мг/дм³.

Д.4.2.5 Определения повторяют для второй порции раствора. Вычисляют средние значения объемов, пошедших на каждое из титрований: v_c - по п. Д.4.2.2, v_m - по п. Д.4.2.3, v_d - по п. Д.4.2.4 - и проверяют приемлемость результатов титрования по условию (Д.4).

Рассчитывают среднее значение массовой концентрации каждого компонента.

4.2.6 Массовую концентрацию общего остаточного хлора ($X_{\text{общ}}$), мг/дм³, вычисляют по формуле (Д.8)

$$X_{\text{общ}} = X_{\text{с}} + X_{\text{м}} + X_{\text{д}}, \quad (\text{Д.8})$$

где $X_{\text{с}}$ – массовая концентрация свободного хлора, мг/дм³;
 $X_{\text{м}}$ – массовая концентрация монохлорамина, мг/дм³;
 $X_{\text{д}}$ – массовая концентрация дихлорамина, мг/дм³.