

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

СОГЛАСОВАНО

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



Е.П. Соби́на

" 17 " 06 2022 г.

**ГСИ. Анализаторы остаточного хлора АW
МЕТОДИКА ПОВЕРКИ
МП 123-241-2021**

**Екатеринбург
2022**

ПРЕДИСЛОВИЕ

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

2 ИСПОЛНИТЕЛЬ Медведевских М.Ю.

3 СОГЛАСОВАНА директором УНИИМ - филиала ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева» в июле 2022 г.

Дата введения в действие: июль 2022 г.

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы остаточного хлора АW (далее – анализаторы) производства «ABB Limited», Великобритания и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок.

1.2 При проведении поверки должна обеспечиваться прослеживаемость анализатора к:

ГЭТ 176-2019 «Государственному первичному эталону единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии» в соответствии с приказом Росстандарта Российской Федерации от 19.02.2021 г. № 148 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах»;

- ГЭТ 34-2020 «Государственному первичному эталону единицы температуры в диапазоне от 0 до 3200 °С» в соответствии с поверочной схемой ГОСТ 8.558-2009 «ГСИ. Государственная поверочная схема для средств измерений температуры».

Передача единицы осуществляется методом прямых измерений при проведении измерений стандартных образцов утвержденного типа.

1.3 Настоящая методика поверки применяется для поверки анализаторов остаточного хлора АW, используемых в качестве рабочих средств измерений. В результате поверки должны быть подтверждены метрологические требования, приведенные в таблице 1.

Таблица 1 – Метрологические требования

Наименование характеристики	Значение
Диапазон измерений массовой концентрации свободного и общего хлора, мг/дм ³	от 0,2 до 20,0 включ.
Диапазон измерений массовой концентрации диоксида хлора, мг/дм ³	от 0,2 до 20,0 включ.
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений массовой концентрации свободного хлора и общего хлора, мг/дм ³	$\pm (0,1 \cdot C + 0,04)$
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений массовой концентрации диоксида хлора, мг/дм ³	$\pm (0,1 \cdot C + 0,04)$
Диапазон измерений температуры, °С	от 0 до +100
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений температуры, °С	$\pm 0,5$
Примечание: С – измеренное значение массовой концентрации свободного хлора и общего хлора, диоксида хлора, мг/дм ³	

2 Нормативные ссылки

2.1 В настоящей методике использованы ссылки на следующие документы:

Правила по охране труда при эксплуатации электроустановок, утвержденные Приказом Минтруда РФ № 903н от 15.12.2020 г.

Приказ Минпромторга России от 31.07.2020 г. № 2510 «Об утверждении порядка проведения поверки средств измерений, требований к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке»

Приказ Минпромторга России от 28.08.2020 г. № 2906 «Об утверждении порядка создания и ведения Федерального информационного фонда по обеспечению единства измерений, передачи сведений в него и внесения изменений в данные сведения, предоставления содержащихся в нем документов и сведений»

Приказ Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 148 от 19.02.2021 г. «Об утверждении государственной поверочной схемы для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах»

ГОСТ 8.558-2009 Государственная система обеспечения единства измерений. Государственная поверочная схема средств измерений температуры

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

ГОСТ 12.2.003-91 Система стандартов безопасности труда. Оборудование производственное. Общие требования безопасности

ГОСТ 61-75 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ 199-78 Реактивы. Натрия уксуснокислый 3-водный

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

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

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

ГОСТ 4204-77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4232-74 Реактивы. Калий йодистый. Технические условия

ГОСТ 11773-76 Реактивы. Натрий фосфорнокислый двузамещенный. Технические условия

ГОСТ 23932-90 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Общие технические условия

ГОСТ 25794.2-83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для окислительно-восстановительного титрования

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

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

Общие требования

ГОСТ Р 58144-2018 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ OIML R 76-1-2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

3 Перечень операций поверки

3.1 При поверке должны быть выполнены операции, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Операции поверки

Наименование операции	Обязательность проведения операций при поверке при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Внешний осмотр	да	да	8
Подготовка к поверке и опробование	да	да	9
Проверка ПО	да	да	10
Определение метрологических характеристик средства измерений	да	да	11
Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	да	да	12

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций, проводится настройка анализатора в соответствии с руководством по эксплуатации. В дальнейшем необходимые операции повторяются вновь, в случае повторного невыполнения требований поверка прекращается, анализатор бракуется.

3.3 На основании письменного заявления владельца анализатора или лица, представившего анализатор на поверку, допускается проведение поверки для меньшего числа измеряемых величин (поверка в сокращенном объеме) с указанием в сведениях о поверке информации об объеме проведенной поверки.

4 Требования к условиям проведения поверки

4.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды от +15 °С до +35 °С;
- относительная влажность, не более 80 %.

5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

5.1 Поверитель перед проведением поверки анализаторов должен ознакомиться с руководством по эксплуатации на анализатор и настоящую методику поверки.

6 Метрологические и технические требования к средствам поверки

6.1 При проведении поверки применяют стандартные образцы (далее – СО), средства измерений и вспомогательные технические средства согласно таблице 3.

Таблица 3 – Средства поверки и требования к ним

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
1	2	3
Раздел 9 Подготовка к поверке и опробование	Средство измерений температуры и влажности с диапазонами измерений, охватывающими условия по п. 4	Гигрометр Rotronic модификации HygroLog NT, рег. номер в ФИФ 26379-04
	СО массовой концентрации активного хлора в воде; массовая концентрация активного хлора от 200 до 1000 мг/дм ³ , пределы допускаемой относительной погрешности ±2,0 % (P=0,95)	ГСО 10138-2012 СО массовой концентрации активного хлора в воде (АХС СО УНИИМ)
	СО состава калия двухромовокислого, массовая доля калия двухромовокислого от 99,950 % до 100,000 %, пределы допускаемой абсолютной погрешности ± 0,030 %	ГСО 2215-81 СО состава калия двухромовокислого (бихромата калия) 1-го разряда
Раздел 10 Определение метрологических характеристик средства измерений	Растворы СО массовой концентрации активного хлора в воде; массовая концентрация активного хлора от 0,2 до 20,0 мг/дм ³ , границы допускаемых значений относительной погрешности не более ±2,0 % (P=0,95)	Растворы СО, приготовленные в соответствии с приложением А

Продолжение таблицы 3

1	2	3
Раздел 10 Определение метрологических характеристик средства измерений	Растворы с известными значениями массовой концентрации диоксида хлора от 0,2 до 20,0 мг/дм ³ , границы допускаемых значений относительной погрешности не более ±3,5 % (P=0,95)	Растворы с известными значениями массовой концентрации диоксида хлора в соответствии с приложением Б*
	Термометр лабораторный, диапазон измерений температуры от 0 до +100 °С, пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений температуры ±0,1 °С	Термометр сопротивления платиновый вибропрочный ТСРВ-1.1 (рег. № 50256-12)
	Диапазон измерений температуры от минус 200 °С до 962 °С, абсолютная погрешность ± 0,1 °С	Измеритель температуры двухканальный прецизионный МИТ 2.05 (рег. № 29933-05)
	Термостат водяной; диапазон регулирования температуры (0-100) °С, допускаемая погрешность установления температуры контролируемой среды ±0,1 °С	Термостат циркуляционный LOIT-LT-112
	Титратор, диапазон измерений массовой доли веществ в пробе в режиме титрования с точкой эквивалентности или до заданного потенциала от 0,0001 до 100 %, отн. погрешность ±3 %	Титратор автоматический Excellence, мод. T5, (рег. № 65147-16)*
	Весы лабораторные I (специального) класса точности по ГОСТ OIML R 76-1 с абс. погрешностью ±0,5 мг	Весы лабораторные электронные LE 225D, (рег. № 28158-04)*
	Лопастной погружной насос обеспечивающий поток от 20 до 60 дм ³ /ч	Насос для воды DC 30A-1230
	Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144; Колбы мерные 2-2000-2, 2-1000-2, 2-100-2 ГОСТ 1770; Цилиндры 1-1000-2, 1-100-2, 1-25-2 ГОСТ 1770; Пипетки 1-2-25, 1-2-10, 1-2-5, 1-2-2 ГОСТ 29227; Пипетки 1-2-25, 1-2-10, 1-2-5, 1-2-2 ГОСТ 29169; Стакан стеклянный по ГОСТ 23932; Иодид калия х.ч. по ГОСТ 4232; Кислота уксусная ледяная ч.д.а. по ГОСТ 61; Тригидрат ацетата натрия ч.д.а. по ГОСТ 199; Кислота серная х.ч. по ГОСТ 4204; Хлорит натрия, массовая доля основного вещества (77-83) %;	

	Калий фосфорнокислый однозамещенный, ч.д.а. по ГОСТ 4198;	
--	--	--

Продолжение таблицы 3

1	2	3
Раздел 10 Определение метрологиче- ских характеристик средства измерений	Натрий фосфорнокислый двузамещенный, ч.д.а. по ГОСТ 11773 или натрий фосфорнокислый двузамещенный двенадцативодный, ч.д.а. по ГОСТ 4172; Тиосульфат натрия, раствор молярной концентрации 0,1 моль/дм ³ (0,1 н), приготовленный по ГОСТ 25794.2	
Примечание: При наличии стандартных образцов утвержденного типа (ГСО) предпочтительно в качестве средств поверки выбирать ГСО массовой концентрации диоксида хлора при условии соблюдения требований по точности измерений.		

6.2 Эталоны, применяемые для поверки, должны быть поверены (аттестованы), средства измерений – поверены, стандартные образцы и реактивы – иметь действующий паспорт.

6.3 Допускается использовать при поверке другие утвержденные и аттестованные эталоны единиц величин, средства измерений утвержденного типа и поверенные, удовлетворяющие метрологическим требованиям, указанным в таблице 3.

7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

При проведении поверки должны быть соблюдены «Правила по охране труда при эксплуатации электроустановок», утвержденные Приказом Минтруда России №903н от 15.12.2020 г., требования ГОСТ 12.2.007.0, ГОСТ 12.2.003.

8 Внешний осмотр средства измерений

8.1 При внешнем осмотре необходимо установить:

- соответствие внешнего вида анализатора сведениям, приведенным в описании типа;
- отсутствие видимых повреждений анализатора;
- соответствие комплектности, указанной в руководстве по эксплуатации;
- четкость обозначений и маркировки.

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

9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

9.1 Провести контроль условий поверки с помощью гигрометра в соответствии с таблицей 3.

9.2 Провести подготовку анализатора к измерениям в соответствии с руководством по эксплуатации.

9.3 ГСО 10138-2012 подготовить в соответствии с паспортом и приложением А. ГСО 2215-81 подготовить в соответствии с паспортом и приложением В.

9.4 При необходимости перед проведением поверки провести градуировку анализатора в соответствии с руководством по эксплуатации.

10 Проверка программного обеспечения средства измерений

10.1 Провести проверку идентификационных данных ПО анализатора. Идентификационные данные ПО выводятся на экран при запуске ПО или при обращении к соответствующему подпункту ПО. Идентификационные данные ПО должны соответствовать указанным в таблице 4.

Таблица 4 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные	Значение
Идентификационное наименование ПО	MicroChem
Номер версии ПО	не ниже 2.8
Цифровой идентификатор ПО	-

11 Определение метрологических характеристик средства измерений

11.1 Проверка абсолютной погрешности и диапазона измерений массовой концентрации свободного хлора, общего хлора

Проверку абсолютной погрешности и диапазона измерений массовой концентрации свободного, общего хлора провести с использованием растворов, приготовленных из ГСО 10138-2012 и воды дистиллированной. Растворы приготовить в соответствии с инструкцией по применению ГСО и приложением А. Приготовить три раствора с массовой концентрацией свободного хлора, общего хлора, соответствующей началу, середине и концу диапазона измерений.

Каждый раствор приготовить пять раз таким образом, чтобы первые 4 раствора (8000 см³) использовать для промывки системы, пятый раствор использовать для проведения измерений. Перед началом проведения измерений пятый раствор (2000 см³) необходимо зациклить в системе с помощью насоса любого типа, добавить 40 см³ ацетатного буферного раствора, 40 см³ 25 % раствора иодида калия, приготовленных по приложению Г. В соответствии с РЭ выполнить градуировку анализатора. Далее переключить анализатор в режим измерения, выполнить не менее 3 определений массовой концентрации свободного, общего хлора каждого приготовленного раствора.

Примечание: Перед градуировкой убедиться, что анализатор показывает «0» при анализе дистиллированной воды по ГОСТ Р 58144, в противном случае выполнить градуировку по нулевой точке в соответствии с РЭ.

11.2 Проверка абсолютной погрешности и диапазона измерений массовой концентрации диоксида хлора

Проверку абсолютной погрешности и диапазона измерений диоксида хлора провести с использованием аттестованных растворов диоксида хлора, приготовленных в соответствии с Приложением Б. Приготовить три раствора с массовой концентрацией диоксида хлора, соответствующей началу, середине и концу диапазона измерений.

В соответствии с РЭ выполнить градуировку анализатора. Далее переключить анализатор в режим измерения, выполнить не менее 3 измерений массовой концентрации диоксида хлора каждого приготовленного раствора.

Примечание: Перед градуировкой убедиться, что анализатор показывает «0» при анализе дистиллированной воды по ГОСТ Р 58144, в противном случае выполнить градуировку по нулевой точке в соответствии с РЭ.

11.3 Проверка абсолютной погрешности и диапазона измерений температуры

Проверку абсолютной погрешности и диапазона измерений температуры провести с использованием термометра лабораторного и воды дистиллированной. Провести измерения

температуры контролируемой среды не менее трех раз при температуре примерно 0, 50, 90 °С. Заданную температуру воды поддерживать с применением термостата.

12 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

12.1 По результатам измерений массовой концентрации свободного, общего хлора и диоксида хлора для каждого раствора, полученным по 11.1 и 11.2, вычислить абсолютную погрешность измерений массовой концентрации свободного, общего хлора и диоксида хлора

$$\Delta C_{ij} = C_{ij} - C_{Aj}, \quad (1)$$

где C_{ij} - результат i -го измерения массовой концентрации свободного, общего хлора или диоксида хлора на j -ом уровне концентрации (начало, середина или конец диапазона измерений), мг/дм³;

C_{Aj} - массовая концентрация свободного, общего хлора и диоксида хлора на j -ом уровне концентрации (начало, середина или конец диапазона измерений) в приготовленном растворе, мг/дм³.

Полученные значения абсолютной погрешности измерений массовой концентрации свободного, общего хлора или диоксида хлора должны удовлетворять требованиям таблицы 1.

12.2 По результатам измерений температуры по 11.3 вычислить абсолютную погрешность измерений температуры по формуле

$$\Delta t_{ij} = t_{измj} - t_{энтj}, \quad (2)$$

где $t_{измj}$ - температура воды, измеренная анализатором, °С;

$t_{энтj}$ - температура воды, измеренная эталонным термометром, °С.

Полученные значения абсолютной погрешности измерений температуры должны удовлетворять требованиям таблицы 1.

13 Оформление результатов поверки

13.1 Оформляют протокол проведения поверки в произвольной форме.

13.2 Положительные результаты с учетом объема проведенной поверки (при проведении поверки в сокращенном объеме на основании письменного заявления владельца) оформляют в соответствии с Приказом Минпромторга от 31.07.2020 г. № 2510.

13.3 Нанесение знака поверки на анализатор и пломбирование анализатора не предусмотрено.

13.4 При отрицательных результатах поверки анализатор признают непригодными к дальнейшей эксплуатации, и оформляют результаты в соответствии с Приказом Минпромторга от 31.07.2020 г. № 2510.

13.5 Сведения о проведенной поверке передают в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в соответствии с Приказом Минпромторга от 28.08.2020 г. № 2906.

и.о. зав. лабораторией 241 УНИИМ - филиала
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»



М.Ю. Медведевских

ПРИЛОЖЕНИЕ А

(обязательное)

Процедура приготовления аттестованных растворов на основе разбавления СО

А.1 Для приготовления растворов с известными значениями массовой концентрации свободного и общего хлора используют:

- стандартный образец, приведенный в таблице 3 настоящей методики поверки: ГСО 10138-2012;

- вода дистиллированная ГОСТ Р 58144;

- колбы мерные 2-2000-2, 2-1000-2, 2-100-2 ГОСТ 1770;

- пипетки 1-2-25, 1-2-10, 1-2-2 ГОСТ 29169.

А.2 Условия приготовления растворов

- температура окружающего воздуха, °С от 15 до 35;

- относительная влажность воздуха, %, не более 80

А.3 Стандартные образцы готовят в соответствии с инструкцией по применению, приведенной в паспорте.

А.4 Последовательность приготовления растворов с известными значениями массовой концентрации свободного хлора.

А.4.1 В чистую, сухую мерную колбу вместимостью 2000 см³ помещают аликвотную часть исходного СО объемом (см³), вычисляемым по формуле

$$V = \frac{A_1 \cdot V_z}{2 \cdot A_i}, \quad (\text{А.1})$$

где A_1 - аттестованное значение массовой концентрации свободного хлора в исходном СО (приведено в паспорте), мг/дм³;

A_i - значение массовой концентрации свободного хлора, которое необходимо приготовить, мг/дм³;

V_z - заданный объем мерной колбы, необходимый для проведения поверки анализатора, см³;

2 – коэффициент, учитывающий тот факт, что аттестованное значение ГСО 10138-2012 приведено на атомарный хлор.

А.4.2 Затем колбу заполняют до метки водой дистиллированной, закрывают пробкой и тщательно перемешивают.

А.4.3 Растворы на основе СО используют только в день приготовления.

А.5 Пример приготовления растворов из ГСО 10138-2012 (аттестованное значение 216,2 мг/дм³, отн. погрешность аттестованного значения ±1,5 %).

Таблица А.1. – Пример приготовления растворов из ГСО 10138-2012

№	Объем аликвоты ГСО 10138-2012, см ³	Объем мерной колбы, см ³	Массовая концентрация, мг/дм ³	Абсолютная погрешность приготовления раствора, мг/дм ³	Относительная погрешность приготовления раствора, %
1	90	2000	19,5	0,305	1,6
2	50	2000	10,8	0,164	1,5
3	2	2000	0,4	0,008	1,8

ПРИЛОЖЕНИЕ Б

(обязательное)

Процедура приготовления аттестованных растворов с известными значениями массовой концентрации диоксида хлора

Б.1 Для приготовления растворов с известными значениями массовой концентрации диоксида хлора используют:

- исходный раствор диоксида хлора с массовой концентрацией ~ 200 мг/дм³ (методика приготовления исходного раствора диоксида хлора и методика измерений его массовой концентрации приведена в Приложении В);

- вода дистиллированная ГОСТ Р 58144;

- колбы мерные 2-2000-2, 2-100-2 ГОСТ 1770;

- пипетки 1-2-2 ГОСТ 29169.

Б.2 Условия приготовления растворов

- температура окружающего воздуха, °С от 15 до 35;

- относительная влажность воздуха, %, не более 80

Б.3 Последовательность приготовления растворов с известными значениями массовой концентрации диоксида хлора.

Б.3.1 В чистую, сухую мерную колбу вместимостью 2000 см³ помещают аликвотную часть исходного раствора диоксида хлора объемом (см³), вычисляемым по формуле

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

где A_1 - значение массовой концентрации диоксида хлора в исходном растворе (приложение В), мг/дм³;

A_i - значение массовой концентрации диоксида хлора, которое необходимо приготовить, мг/дм³;

V_z - заданный объем мерной колбы, необходимый для проведения поверки анализатора, см³.

Б.3.2 Затем колбу заполняют до метки водой дистиллированной, закрывают пробкой и тщательно перемешивают.

Б.3.3 Растворы на основе исходного раствора используют только в день приготовления.

Таблица Б.1 – Пример приготовления аттестованных растворов

№	Объем аликвоты исходного раствора, см ³	Объем мерной колбы, см ³	Массовая концентрация, мг/дм ³	Абсолютная погрешность приготовления раствора, мг/дм ³	Относительная погрешность приготовления раствора, %
1	200	2000	20,0	0,601	3,0
2	100	2000	10,0	0,301	3,0
3	2	2000	0,2	0,006	3,2

ПРИЛОЖЕНИЕ В

(обязательное)

Методика приготовления исходного раствора и измерения массовой концентрации диоксида хлора

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

В.1.1 Для приготовления исходного раствора используют:

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

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

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

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

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

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

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

Средства измерения, реактивы:

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

- тиосульфат натрия, раствор молярной концентрации 0,1 моль/дм³ (0,1 н), приготовленный по ГОСТ 25794.2.

Приготовление фосфатного буфера

Растворяют 24,0 г натрия фосфорнокислого двузамещенного безводного (Na₂HPO₄) или 60,5 г двенадцативодного натрия фосфорнокислого двузамещенного (Na₂HPO₄ · 12 H₂O) и 46 г калия фосфорнокислого однозамещенного KH₂PO₄ в 500 см³ дистиллированной воды. Добавляют 100 см³ дистиллированной воды, содержащей 800 мг ЭДТА. Доводят объем раствора дистиллированной водой до 1 дм³ в мерной колбе.

Порядок выполнения измерений

Раствор тиосульфата натрия стандартизуют по стандартному образцу бихромата калия (ГСО 2215-81) в соответствии с ГОСТ 25794.2 в день проведение измерений.

В колбу для титрования вместимостью 250 см³ помещают 2 г йодида калия. Приливают 10 см³ фосфатного буферного раствора и 50 см³ исходного раствора диоксида хлора по Б.1. Выделившийся йод титруют раствором тиосульфата натрия с молярной концентрацией 0,1 моль/дм³, используя метод потенциометрического титрования с автоматическим определением конечной точки титрования (по максимуму на дифференциальной кривой).

Обработка результатов измерений

Массовую концентрацию диоксида хлора (*A*, мг/дм³) вычисляют по формуле

$$A = \frac{C_{Na_2S_2O_3} \cdot V_{Na_2S_2O_3} \cdot M_{ClO_2} \cdot 1000}{V_{ClO_2}}, \quad (B.1)$$

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

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

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

V_{ClO_2} – объем аликвоты диоксида хлора, см³.

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

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

ПРИЛОЖЕНИЕ Г

(обязательное)

Процедура приготовления вспомогательных реагентов для проведения поверки

Г.1 Приготовление буферного раствора рН 4,5

Аликвоту объемом 102 см^3 1 М уксусной кислоты (60 г ледяной уксусной кислоты по ГОСТ 61 в 1000 см^3 воды дистиллированной) и 98 см^3 1 М раствора ацетата натрия (136,1 г ацетата натрия $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ в 1000 см^3 воды дистиллированной) наливают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и доводят до метки водой дистиллированной (предварительно прокипяченной и охлажденной до $20 \text{ }^\circ\text{C}$, свободной от диоксида углерода).

Г.2 Приготовление ~25 % раствора иодида калия

Навеску иодида калия массой 25,00 г растворяют в 75 см^3 воды дистиллированной.