



НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

ДСТУ _____:2017

Метрологія

Методика повірки

ТИТРАТОРИ ЗА МЕТОДОМ КАРЛА ФІШЕРА

(Проект, перша редакція)

Київ

2017

ПЕРЕДМОВА

1..РОЗРОБЛЕНО: Державне підприємство „ВСЕУКРАЇНСЬКИЙ ДЕРЖАВНИЙ НАУКОВО-ВИРОБНИЧИЙ ЦЕНТР СТАНДАРТИЗАЦІЇ, МЕТРОЛОГІЇ, СЕРТИФІКАЦІЇ ТА ЗАХИСТУ ПРАВ СПОЖИВАЧІВ” (ДП „УКРМЕТРТЕСТСТАНДАРТ”)

2 ПРИЙНЯТО ТА НАДАНО ЧИННОСТІ: наказ ДП «УкрНДНЦ» від _____ 201_ р.
№ _____ з 201__-__-__

3 Цей стандарт розроблено згідно з правилами, установленими в національній стандартизації України

3 УВЕДЕНО ВПЕРШЕ

Право власності на цей документ належить державі.

Заборонено повністю чи частково видавати, відтворювати задля розповсюдження і розповсюджувати як офіційне видання цей національний стандарт або його частини на будь-яких носіях інформації без дозволу ДП «УкрНДНЦ» чи уповноваженої ним особи

ДП «УкрНДНЦ», 2017

ЗМІСТ

	С.
Вступ	
1 Сфера застосування.....	1
2 Нормативні посилання.....	2
3 Терміни та визначення понять.....	3
4 Позначки та скорочення.....	3
5 Операції повірки	4
6 Засоби повірки	5
7 Вимоги до кваліфікації персоналу	7
8 Умови проведення повірки	7
9 Вимоги щодо безпеки	7
10 Підготовка до проведення повірки	9
11 Проведення повірки	10
12 Обробка результатів вимірювання	13
13 Оформлення результатів повірки	16
Додаток А (довідковий) Форма протоколу повірки.....	18
Додаток Б (довідковий) Бібліографія.....	19

0 ВСТУП

Цей стандарт застосовують для перевірки законодавчо регульованих засобів вимірювальної техніки – титраторів за методом Карла Фішера, що перебувають в експлуатації.

Титратори за методом Карла Фішера призначені для вимірювання масової частки води в рідких та сипучих пробах за відповідними стандартованими методиками вимірювань.

У цьому стандарті для перевірки титраторів застосовують метод прямих вимірювань масової частки води у стандартних зразках шляхом волюметричного титрування за Карлом Фішером.

НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

МЕТРОЛОГІЯ

Методика повірки

ТИТРАТОРИ ЗА МЕТОДОМ КАРЛА ФІШЕРА

METROLOGY

Verification procedure

KARL FISHER'S TITRATORS

Чинний від _____

1 СФЕРА ЗАСТОСУВАННЯ

1.1 Цей стандарт поширюється на титратори за методом Карла Фішера (далі –титратори) та встановлює методику їх повірки.

1.2 Цей стандарт застосовують для проведення періодичної повірки, повірки після ремонту (що не змінює тип засобів вимірювальної техніки), а також можуть застосовувати для проведення позачергової, інспекційної та експертної повірки відповідно до вимог [2].

1.3 Стандарт призначено для застосування науковими метрологічними центрами, метрологічними центрами та повірочними лабораторіями, які відповідно до [1] здійснюють повірку законодавчо регульованих засобів вимірювальної техніки.

1.4 Під час повірки титраторів необхідно додатково керуватись експлуатаційними документами на титратори та засоби повірки, зазначені в розділі 6 цього стандарту.

1.5 Міжповірочний інтервал титраторів –1рік відповідно до [5].

1.6 Повірка титраторів, які не застосовують у сфері законодавчорегульованої метрології, може здійснюватися згідно із цим стандартом на добровільних засадах.

1.7 Вимоги щодо безпеки під час повірки титраторів викладено в розділі 9 цього стандарту.

2 НОРМАТИВНІ ПОСИЛАННЯ

У цьому стандарті наведено посилання на такі національні стандарти:

ДСТУ 7239:2011 Система стандартів безпеки праці. Засоби індивідуального захисту. Загальні вимоги та класифікація

ДСТУ Б А.3.2-12:2009 Система стандартів безпеки праці. Система вентиляції. Загальні вимоги

ДСТУ EN 45501:2016 Метрологічні аспекти неавтоматичних зважувальних приладів (EN 45501:2015, IDT)

ДСТУ ISO 3696:2003 Вода для застосування в лабораторіях. Вимоги та методи перевіряння (ISO 3696:1987, IDT)

ДСТУ ISO 80000-9:2016 Величини та одиниці. Частина 9. Фізична хімія і молекулярна фізика (ISO 80000-9: 2009; ISO 80 000-9: 2009/Amd1:2011, IDT). Набуває чинності 01.01.2018 р. (Наказ УкрНДНЦ 2016-12-27 № 439)

ДСТУ-Н ISO Guide 31:2008 Метрологія. Стандартні зразки. Зміст сертифікатів і етикеток (ISO Guide 31:2000, IDT)

ДСТУ-Н ISO/IEC Guide 35:2006 Атестація стандартних зразків. Загальні та статистичні принципи (ISO Guide 35:1989, IDT)

ДСТУ OIML D 8:2008 Метрологія. Еталони. Вибір, визнання, застосування, зберігання та документація

ДСТУ ОІМЛ D23:2008 Метрологія. Принципи метрологічного контролю обладнання для повірки

Примітка 1. Чинність стандартів, на які є посилання в цьому стандарті, перевіряють згідно з офіційними виданнями національного органу стандартизації – каталогом національних нормативних документів і щомісячними інформаційними покажчиками національних стандартів.

Якщо стандарт, на який є посилання, замінено новим або до нього внесено зміни, треба застосовувати новий стандарт, охоплюючи всі внесені зміни до нього.

3 ТЕРМІНИ ТА ВИЗНАЧЕННЯ ПОНЯТЬ

У цьому стандарті використано терміни, наведені у Законі України [1].

Нижче подано терміни, додатково вжиті в цьому стандарті, та визначення позначених ними понять.

3.1 метод Карла Фішера

Метод визначення вмісту води у рідких та сипучих пробах, для якого підібрано таку хімічну реакцію, в яку вступає тільки розчинена у пробі вода. Основою хімічної реакції (реакції Карла Фішера) є окислення оксиде Сульфур у (IV), йодом у присутності води. Стандартний зразок розміщують у комірці для титрування та за допомогою бюретки додають реактив Карла Фішера. Масова частки води у стандартному зразку визначається за об'ємом реактива Карла Фішера, витраченого на досягнення кінцевої точки титрування, яка фіксується за допомогою методу біпотенціометричної індикації. У кінцевій точці титрування має місце швидка зміна (стрибок) різниці потенціалів електродної пари

3.2 титрант

Розчин реактиву Карла Фішера відомої концентрації, який за допомогою бюретки додають у пробу

3.3 реактив Карла Фішера

Титрант, в якості якого використовується розчин, який містить спирт (як правило, метанол), лужний компонент (як правило, піридин), оксид Сульфору (IV), та відому кількість йоду

3.4 питомих об'єм

Об'єм одиниці маси речовини.

4 ПОЗНАКИ ТА СКОРОЧЕННЯ

У цьому стандарті використовують наступні скорочення:

ГДК – граничнодопустима концентрація;

ЕД – експлуатаційні документи;

ГДК – граничнодопустима концентрація

ЗВТ – засоби вимірювальної техніки;

МХ – метрологічна характеристика;

ПЗ – програмне забезпечення;

СЗ – стандартні (атестовані) зразки;

J - позначка кількості СЗ (РК);

j - позначка, яку використовують в якості підрядкового індексу, як ідентифікатор конкретного стандартного зразка.

У цьому стандарті вжито позначення фізичних величин згідно з [3] та ДСТУ ISO 80 000-9.

5 ОПЕРАЦІЇ ПОВІРКИ

5.1 Під час проведення повірки титраторів (далі – повірка) виконують операції, наведені в таблиці 1.

Таблиця 1

Ч.ч.	Найменування операції повірки	Номер пункту стандарту	Проведення операції під час повірки після ремонту	Проведення операції під час періодичної (позачергової) повірки
1	Зовнішній огляд	11.1	Так	Так
2	Перевірка працездатності	11.2	Так	Так
2.1	Перевірка електричного опору ізоляції*	11.2.3	Так	Так
2.2	Перевірка функціонування	11.2.4	Так	Так
3	Визначення метрологічних характеристик	11.3	Так	Так
3.1	Перевірка основної відносної похибки	11.3.1,а)	Так	Так
3.2	Перевірка відносного середнього квадратичного відхилення випадкової складової похибки	11.3.1,б)	Так	Так

* Проводять, якщо ЕД на титратори містить вимоги до електричного опору ізоляції

5.2 У разі отримання негативних результатів будь-якої з операцій повірка припиняється, титратор визнається не придатним до застосування.

Примітка 2. У разі проведення інспекційної та експертної повірки перелік операцій повірки може бути скорочений згідно з [2].

6 ЗАСОБИ ПОВІРКИ

6.1 Перелік еталонів, засобів повірки та допоміжного обладнання, а також операції повірки (пункти цього стандарту), під час яких їх застосовано, зазначено в таблиці 2 та таблиці 3.

Таблиця 2 – Еталони, необхідні для проведення повірки

Пункт(и) стандарту	Назва еталона, стандартні зразки, метрологічні характеристики
10.5, 11.3.1, а)	Стандартні (атестовані) зразки масової частки води у діапазоні атестованих значень від 0,010 % до 90 %, розширена відносна невизначеність вимірювання $U_{від}$ атестованого значення не перевищує 4 % за довірчої ймовірності 0,95

Таблиця 3 – Засоби повірки, допоміжне обладнання, необхідні для проведення повірки

Пункт (и) стандарту	Засоби повірки, допоміжне обладнання, метрологічні або основні технічні характеристики
Розділ 8	Вимірювач параметрів атмосфери Атмосфера-1: - діапазон вимірювання температури від 0 °С до 40 °С, границі допустимої абсолютної похибки $\pm 0,5$ °С; - діапазон вимірювання відносної вологості повітря від 10 % до 90 %, границі допустимої абсолютної похибки ± 2 %; - діапазон вимірювання атмосферного тиску від 650 гПа до 1080 гПа, границі допустимої абсолютної похибки – ± 1 гПа
11.2.4.2	Вага 1 класу точності, найбільша границя зважування 220 г згідно з ДСТУ EN 45501
11.2.3	Мегаомметр типу М 4100/3 згідно з ТУ 25-04.2131 [25], з діапазоном вимірювання від 0 МОм до 10 МОм та номінальною напругою 500 В
11.2.3	Секундомір 3 класу точності згідно з ТУ 25-1894.003 [24], мах. відн. похибка – $\pm (0,17/T + 0,00075)$ %, Т – вим. інтервал часу, у секундах
11.3	Шприці, місткістю 1 см ³ , 5 см ³ з накінечником згідно з ГОСТ 22967 [23]
11.3	Реактив Карла Фишера
11.2.4.2	Бюкс металевий
11.2.4.2	Вода дистильована згідно з ДСТУ ISO 3696
11.2.4.1	Метанол-яд згідно з ГОСТ 6995 [22], масова частка домішки води - не більше ніж 0,05 %

6.2 Дозволяється застосування інших еталонів та засобів повірки, що забезпечують повірку з необхідною точністю.

Примітка 3. Співвідношення між розширеною невизначеністю вимірювань за довірчої ймовірності 0,95, що забезпечує стандартний зразок, та максимально допустимою похибкою титраторів, що підлягають повірці, становить не менше ніж 1:3.

Примітка 4. Засоби повірки повинні мати чинні свідоцтва про повірку або сертифікати/свідоцтва про калібрування.

Примітка 5. Стандартні зразки повинні мати встановлені значення властивостей з відповідними невизначеностями та простежуваністю відповідно до ДСТУ-Н ISO Guide 35 (ISO Guide 35 [6]) та супроводжуватися документами відповідно до ДСТУ-Н ISO Guide 31 (ISO Guide 31 [7]), з чинними термінами застосування.

Виробники стандартних зразків повинні мати підтверджену компетентність згідно з [2].

Примітка 6. Метрологічні та технічні характеристики допоміжного обладнання, необхідного для проведення повірки, повинні бути документально засвідчені. Вимоги до допоміжного обладнання встановлено в ДСТУ OIML D 23.

7 ВИМОГИ ДО КВАЛІФІКАЦІЇ ПЕРСОНАЛУ

7.1 Персонал, відповідальний за виконання робіт з повірки титраторів, повинен відповідати вимогам [4].

7.2 Персонал, відповідальний за виконання робіт з повірки титраторів, повинен вивчити порядок роботи з титраторами, ЕД на титратори та ЕД на засоби повірки, а також правила техніки безпеки на робочому місці.

8 УМОВИ ПРОВЕДЕННЯ ПОВІРКИ

Повірку проводять за таких умов:

-температура навколишнього повітря – від $(15,0 \pm 0,5) ^\circ\text{C}$ до $(25,0 \pm 0,5) ^\circ\text{C}$;

-відносна вологість повітря – від 30 % до 80 %;

- атмосферний тиск – від 86 кПа до 104 кПа;

– механічні впливи на титратор повинні бути відсутні.

Умови проведення повірки документують у протоколі повірки (додаток А цього стандарту).

9 ВИМОГИ ЩОДО БЕЗПЕКИ

9.1 Під час проведення повірки необхідно дотримувати вимог щодо безпеки умов праці, охорони навколишнього середовища, а

також вказівок щодо техніки безпеки, наведених в ЕД на титратори та засоби повірки.

9.2 Приміщення, в яких виконують повірку, повинні відповідати правилам пожежної безпеки у відповідності до вимог НПАОП 40.1-01.001 [12].

9.3 Метанол-яд та речовини, що входять до складу реактиву Карла Фішера (піридин, метанол, оксид Сульфуру (IV)) є токсичними та горючими речовинами і потребують обережного поводження під час використання та зберігання. При роботі з цими речовинами необхідно уникати їх потрапляння на незахищені частини тіла, у дихальні шляхи тощо.

ГДК парів метанолу та піридину у повітрі робочої зони складає 5мг/м^3 , сірчаного ангідриду – 10мг/м^3 .

Об'ємна частка компонентів, яка відповідає нижній границі розповсюдження полум'я, складає 3,5 % для метанолу та 1,8 % для піридину.

9.4 Концентрація шкідливих та небезпечних речовин у повітрі робочої зони згідно з ГОСТ 12.1.005 [14] не повинна перевищувати гранично допустиму концентрацію.

Характеристики горючих та шкідливих речовин – згідно з ГОСТ 12.1.007 [16].

9.5 Обладнання у лабораторних приміщеннях повинно бути заземлене у відповідності до вимог ГОСТ 12.1.018 [17] та ГОСТ 12.1.030 [18], та захищене від статичної електрики згідно з вимогами ГОСТ 12.4.124 [20].

9.6 Приміщення повинно бути обладнане припливно-витяжною або витяжною вентиляцією згідно з ДБН В.2.5-67 [11] та

ДСТУ БА.3.2-12, водопровідною системою та каналізацією згідно з ДБН В.2.5-64 [10], штучним освітленням згідно з ДБН В.2.5-28 [9]. Сонячні промені можуть викликати розкладання йоду в реактиві Карла Фішера, що може призвести до отримання недостовірних результатів вимірювання.

9.7 Роботи з оцінки МХ титраторів проводять за дотримання вимог НПАОП 40.1-1.01 [13]. У випадку використання шкідливих речовин роботи проводять у витяжній шафі лабораторії.

9.8 Під час повірки треба використовувати засоби індивідуального захисту згідно з ДСТУ 7239.

9.9 Процес проведення повірки належить до робіт зі шкідливими умовами праці.

9.10 До повірки допускаються фахівці, що вивчили інструкцію з техніки безпеки на робочому місці і пройшли інструктаж з охорони праці в установленому порядку.

10 ПІДГОТОВКА ДО ПРОВЕДЕННЯ ПОВІРКИ

10.1 Перед проведенням повірки необхідно:

- пересвідчитись у наявності метрологічного маркування за результатами оцінки відповідності для тих титраторів, що введені в обіг після набуття чинності технічного регламенту [8] або свідоцтва про попередню повірку, відбитка повірочного тавра тощо;

- перевірити наявність ЕД;

- за потреби перевірити наявність документів, що підтверджують атестацію СЗ, а також повірки чи калібрування допоміжних засобів повірки.

10.2 Титратори та допоміжні засоби повірки витримують у приміщенні, в якому проводиться повірка, до вирівнювання їх температури з температурою приміщення.

10.3 Готують СЗ та допоміжні засоби повірки згідно з ЕД.

10.4 Готують до роботи титратори згідно з ЕД.

Примітка 7. З метою забезпечення проведення повірки титратори повинні бути комплектовані реактивом Карла Фішера у об'ємі достатньому для визначення їх МХ.

10.5 Вибирають J ($J \geq 3$) СЗ з відомим значенням масової частки води, що відповідають першій, другій та третій третинам діапазону вимірювання титраторів.

11 ПРОВЕДЕННЯ ПОВІРКИ

11.1 Зовнішній огляд

11.1.1 Зовнішній огляд проводять візуально.

11.1.2 Результати вважаються задовільними, якщо під час зовнішнього огляду встановлено:

- відсутність зовнішніх пошкоджень, які заважають нормальному функціонуванню титраторів, або призводять до порушень вимог безпеки праці, виробничої санітарії і охорони навколишнього середовища;

– відсутність вологи та сторонніх предметів всередині титраторів;

- відсутність дефектів відлікового пристрою, що ускладнюють зчитування показів титраторів;

- наявність чіткого зображення написів на відліковому пристрої титраторів.

11.1.3 Результати зовнішнього огляду документують в протоколі повірки.

11.2 Перевірка працездатності

11.2.1 Перед проведенням повірки забезпечують заземлення титраторів та всіх засобів повірки згідно з ЕД на них.

Примітка 8. Всі процедури, пов'язані з функціонуванням титраторів під час перевірки працездатності та з проведенням вимірювань під час перевірки МХ титраторів, виконують згідно з ЕД.

11.2.2 Для перевірки працездатності здійснюють такі операції:

- перевірка електричного опору ізоляції;
- перевірка функціонування.

11.2.3 Перевірку електричного опору ізоляції виконують таким чином.

Підключають мегаомметр до клеми “Земля” та до закорочених контактів кабелю живлення титратора, що повіряють. Вимикач живлення титратора при цьому повинен знаходитись у положенні «Увімкнено». Через одну хвилину після прикладення випробувальної напруги фіксують покази мегаомметра.

Покази мегаомметра повинні становити не менше, ніж 20 МОм (або іншого значення, нормованого в ЕД на титратори).

Примітка 9. Перевірка проводиться за умов наявності в ЕД на титратори відповідних вимог та порядку перевірки електричного опору ізоляції і може бути уточнена відповідно до ЕД на титратори конкретного типу.

11.2.4 Перевірка функціонування титраторів

Вмикають титратор та виконують процедуру запуску титратора.

11.2.4.1 Перевіряють герметичність рідинних ліній та вимірювальної комірки титратора на попадання атмосферної вологи наступним чином:

- заповнюють вимірювальну комірку титратора метиловим спиртом;

– проводять титрування води, яка міститься у спирті, реактивом Карла Фішера в режимі «кондиціювання»;

– проводять в режимі «дрейф» титрування води, яка проникає в комірку титратора із повітря, при цьому перевіряється герметичність рідинних ліній титратора і комірки;

– результати перевірки вважаються задовільними, якщо титратор виконує операцію кондиціювання спирту, а швидкість проникнення вологи в комірку (величина «дрейфу», у мікрограмах на хвилину) не перевищує значення, нормованого у ЕД на титратори.

Примітка 10. Порядок перевірки працездатності може бути скорегований відповідно до ЕД на конкретний титратор.

11.2.6 Результати перевірки працездатності документують в протоколі повірки.

11.3 Визначення метрологічних характеристик

11.3.1 *Перевірка абсолютної похибки під час дозування титранту*

Перевірку проводять для трьох точок, які відповідають приблизно 20 %, 50 % і 80 % об'єму автоматичної бюретки. Робочу ємність титратора заповнюють дистильованою водою. За допомогою автоматичної бюретки подають певну кількість води до сухого, чистого, попередньо зваженого бюкса (бюкс зважують з кришкою). Швидко закривають кришкою бюкс з водою та відразу зважують. Виконують не менше трьох зважувань. Об'єм дистильованої води визначають з урахуванням впливу температури на питомий об'єм води.

Результати зважування документують у протоколі повірки.

11.3.2 Основну відносну похибку титраторів визначають як мінімум для трьох різних точок, розподілених по номінальному діапазону вимірювання титратора. Використовують метод прямих вимірювань масової частки води у СЗ, підготовлених згідно з 10.3.

11.3.2 СЗ вводять у комірку титратора за допомогою шприца

У якості титранту використовують реактив Карла Фішера з відповідним титром.

11.3.3 Для кожного j -го СЗ отримують 10 результатів паралельних визначень масової частки води c_{ij} , у відсотках, ($i = 1, 2, \dots, 10$).

Визначення масової частки води виконують згідно з 11.3.2, 11.3.3 для всіх СЗ, відібраних за 10.3.

Отримані значення масової частки води для всіх СЗ документують у протоколі повірки.

12 ОБРОБКА РЕЗУЛЬТАТІВ ВИМІРЮВАННЯ

12.1 За результатами, отриманими згідно з 11.3.1, обчислюють абсолютну похибку дозування титратора Δ , у кубічних сантиметрах, для k -ої точки об'єму автоматичної бюретки титратора за формулою:

$$\Delta = V_0 - V_1, \quad (1)$$

де V_0 – об'єм води, зафіксований на екрані титратора, см^3 .

V_1 – результат вимірювання об'єму води ваговим методом з урахуванням впливу температури, см^3 ;

Об'єм води для k -ої точки вимірювання об'єму автоматичної бюретки титратора розраховують ваговим методом з урахуванням температури таким чином:

а) обчислюють масу дозованої води, у грамах, як середнє арифметичне результатів трьох зважувань m_{iB} за формулою:

$$\bar{m} = \frac{\sum_{i=1}^3 m_{iB}}{3}, \quad (2)$$

б) об'єм дистильованої води для k -ої точки вимірювання об'єму автоматичної бюретки титратора ваговим методом розраховують за формулою:

$$V = \frac{\bar{m}}{\rho}, \quad (3)$$

де ρ – густина води з урахуванням впливу температури, г/см³

Залежність густини води від температури зазначено у таблиці 4

Таблиця 4

Температура, °C	0	2	4	6	8	10	12	14	16
Густина, г/см ³	0,99987	0,99997	1,00000	0,99997	0,99988	0,99973	0,99953	0,99927	0,99897
Температура, °C	18	20	22	24	26	28	30	32	34
Густина, г/см ³	0,99826	0,99823	0,99780	0,99733	0,99681	0,99626	0,99568	0,99506	0,99440

Результати визначення похибки дозування вважають позитивними, якщо в кожній точці вимірювання об'єму автоматичної бюретки титратора, отримане значення (за модулем) не перевищує максимально допустиму похибку, встановлену під час оцінки відповідності за технічним регламентом [8] або національними стандартами, що надають презумпцію відповідності технічному регламенту [8].

Примітка 11. Для титраторів, введених в обіг до набуття чинності [8], результати перевірки вважають позитивними, якщо отримані значення похибки дозування (за модулем) не перевищують максимально допустиму похибку, встановлену під час затвердження типу, або за результатами метрологічної атестації титраторів.

12.2 Для кожного j -го СЗ обчислюють середнє арифметичне значення \bar{c}_j , у відсотках, 10 результатів визначень масової частки води, отриманих згідно з 11.3.3, за формулою:

$$\bar{c}_j = \frac{\sum_{i=1}^{10} c_{ij}}{10}, \quad (4)$$

12.3 Основну абсолютну похибку титратора Δ_j , у відсотках, оцінюють за формулою:

$$\Delta_j = \bar{c}_j - c_{jref}, \quad (5)$$

де c_{jref} – атестоване значення масової частки води для j -го СЗ, %.

12.4 Основну відносну похибку титратора δ_j , у відсотках, для кожного j -го СЗ оцінюють за формулою:

$$\delta_j = \frac{\Delta_j}{c_{jref}} \cdot 100. \quad (6)$$

12.5 Для кожного j – го СЗ обчислюють відносний експериментальний СКВ результатів показів титратора S_j , у відсотках, за формулою :

$$S_j = \frac{100}{c_{jref}} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{10} (c_{ji} - \bar{c}_j)^2}{9}}. \quad (7)$$

Результати визначення відносної похибки та відносного експериментального СКВ титратора для всіх перевірених точок діапазону вимірювання вважають позитивними, якщо отримані значення (для похибки – за модулем) не перевищують максимально допустимі значення, встановлені під час оцінки відповідності за технічним регламентом [8] або національними стандартами, що надають презумпцію відповідності технічному регламенту [8].

Примітка 12. Для титраторів, введених в обіг до набуття чинності [8], результати повірки вважають позитивними, якщо отримані значення відносної похибки та відносного експериментального СКВ титраторів не перевищують (для похибки – за модулем) максимально допустимі значення, встановлені під час затвердження типу, або за результатами метрологічної атестації аналізаторів

12.6 Результати розрахунків документують у протоколі повірки.

13 ОФОРМЛЕННЯ РЕЗУЛЬТАТІВ ПОВІРКИ

13.1 Результати повірки титраторів вважають позитивними, якщо їх метрологічні і технічні характеристики відповідають вимогам,

встановленим під час оцінки відповідності за технічним регламентом [8] або національними стандартами, що надають презумпцію відповідності технічному регламенту [8].

Примітка 13. Для титраторів, введених в обіг до набуття чинності [8], результати повірки вважають позитивними, якщо їх МХ не перевищують максимально допустимі значення, встановлені під час затвердження типу, або за результатами метрологічної атестації титраторів.

13.2 Позитивні результати повірки титраторів засвідчують оформленням свідоцтва про повірку титраторів за формою додатку 2 до [2].

13.3 У разі негативних результатів анулюють свідоцтво про повірку та оформлюють довідку про непридатність титратора за формою згідно з додатком 4 до [2].

13.4 Копії свідоцтв про повірку або довідок про непридатність зберігають відповідно до [2].

13.5 За результатами експертної повірки персонал, що проводив повірку, складає висновок у довільній формі, який затверджує керівник організації виконавця.

У висновку зазначаються результати повірки титратора в обсязі, визначеному в заяві на проведення експертної повірки.

13.6 За результатами інспекційної повірки складають довідку згідно з додатком 5 до [2], яку підписує персонал, що проводив повірку, та керівник організації виконавця.

ДОДАТОК А
(обов'язковий)

ФОРМА ПРОТОКОЛУ ПОВІРКИ

Підприємство, яке проводить повірку	ПРОТОКОЛ ПОВІРКИ № від " " _____ 201 р.	Робоче місце повірника
Адреса		
(Відділ, лабораторія)		Сторінки 1/1

Загальні відомості

Тип титратору		Зав. №	
Виробник			
Належить			
Діапазон вимірювання масової частки води (%)			
Ціна поділки шкали, %			
Повірка проводилась відповідно до СЗ, що застосовувались під час повірки: сертифікат, чинність			
Умови повірки			
<i>T</i> , °С		<i>φ</i> , %	<i>P</i> , кПа (мм рт. ст.)

Результати повірки

1 Зовнішній огляд		<i>відповідає/не відповідає</i>
2 Перевірка працездатності		<i>відповідає/не відповідає</i>
3 Визначення метрологічних характеристик		

3.1 Основна відносна похибка дозування титранта

Обсяг шприца бюретки, %	Маса сухого бюкса, мг	Маса сухого бюкса з водою, мг	Маса води, мг	Покази об'єма води на екрані титратора, см ³	Розрахований об'єм води, см ³	Значення абсолютної похибки, см ³
20						
50						
80						

3.2 Основна відносна похибка титратора

Діапазон вимірювання масової частки води, %	Границі допустимої відносної похибки, %	Атестоване значення масової частки води у СЗ, %	Значення масової частки води, виміряне на титраторі, %	Значення абсолютної похибки, %	Значення відносної похибки, %	Значення відносного СКВ, %

Висновок за результатами повірки:

Визнається *придатним/непридатним* та *допускається/не допускається* до застосування

Особа, яка виконала
повірку

Підпис

П.І.Б.

ДОДАТОК Б
(довідковий)

БІБЛІОГРАФІЯ

1 Закон України «Про метрологію та метрологічну діяльність»

2 Порядок проведення повірки законодавчо регульованих засобів виміральної техніки, що перебувають в експлуатації, та оформлення її результатів, затверджено наказом Міністерства економічного розвитку і торгівлі України від 08 лютого 2016 року N 193, зареєстрованим у Міністерстві юстиції України 24 лютого 2016 року за N 278/28408

3 Про затвердження визначень основних одиниць SI, назв та визначень похідних одиниць SI, десяткових кратних і частинних від одиниць SI, дозволених позасистемних одиниць, а також їх позначень та Правил застосування одиниць вимірювання і написання назв та позначень одиниць вимірювання і символів величин. затверджено наказом Міністерства економічного розвитку і торгівлі України від 04 серпня 2015 року N 914, зареєстрованим у Міністерстві юстиції України 25 серпня 2015 року за N 1022/27467

4 Критерії, яким повинні відповідати наукові метрологічні центри, державні підприємства, які належать до сфери управління Міністерства економічного розвитку і торгівлі України та провадять метрологічну діяльність, та повірочні лабораторії, які уповноважуються або уповноважені на проведення повірки законодавчо регульованих засобів виміральної техніки, що перебувають в експлуатації, затверджено наказом Міністерства економічного розвитку і торгівлі України 23.09.2015 № 1192, зареєстрованим в Міністерстві юстиції України 7 жовтня 2015 р. за № 1213/27658

прДСТУ____: 2017

5 Міжповірочні інтервали законодавчо регульованих засобів вимірювальної техніки, що перебувають в експлуатації, за категоріями, затверджено наказом Міністерства економічного розвитку і торгівлі України 13.10.2016 № 1747, зареєстровано в Міністерстві юстиції України 01 листопада 2016 р. за № 1417/29547

6 ISO Guide 35:2017 Reference materials -- Guidance for characterization and assessment of homogeneity and stability

7 ISO Guide 31:2015 Reference materials – Contents of certificates, labels and accompanying documentation

8 Технічний регламент законодавчо регульованих засобів вимірювальної техніки, затверджений постановою Кабінету Міністрів України від 13 січня 2016 р. № 94

9 ДБН В.2.5-28-2006 Природне і штучне освітлення

10 ДБН В.2.5-64:2012 Внутрішній водопровід та каналізація

11 ДБН В.2.5-67:2013 Опалення, вентиляція та кондиціонування

12 НАПБ А.01.001-2014 Правила пожежної безпеки в Україні, затверджено наказом Міністерства внутрішніх справ України від 30.12.2014 № 1417, зареєстровано в Міністерстві юстиції України 05.03.2015 за № 252/26697

13 НПАОП 40.1-1.01-97 Правила безпечної експлуатації електроустановок

14 НПАОП 73.1-1.11-12 Правила охорони праці під час роботи в хімічних лабораторіях

15 ГОСТ 12.1.005-88 (2001) Система стандартів безпеки праці. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

16 ГОСТ 12.1.007-76 Система стандартів безпеки праці. Вредные вещества. Классификация. Общие требования безопасности

17 ГОСТ 12.1.018-93 Система стандартов безопасности труда. Пожаровзрывобезопасность статического электричества. Общие требования

18 ГОСТ 12.1.030-81 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Защитное заземление. Зануление

19 ГОСТ 12.4.026-76 Система стандартов безопасности труда. Цвета сигнальные и знаки безопасности

20 ГОСТ 12.4.124-83 Система стандартов безопасности труда. Средства защиты от статического электричества. Общие технические требования

21 ГОСТ 1770-74 Посуда мерная лабораторная стеклянная

22 ГОСТ 6995-77 Реактивы. Метанол-яд. Технические условия

23 ГОСТ 22967-90 Шприцы медицинские инъекционные многократного применения. Общие технические требования

24 ТУ 25-1894.003-90 Секундомеры механические. Технические условия

25 ТУ 25-042131-78 Мегаомметр М 4100/3. Технические условия

прДСТУ____: 2017

Код УКНД 17.020

Ключові слова: методика повірки, титратори, масова частка води, реактив Карла Фішера, відносна похибка, відносне СКВ.