



Пр ДСТУ \_\_\_\_\_:20\_\_

## НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

---

ДСТУ \_\_\_\_\_:20\_\_

**Метрологія**

**ТИТРАТОРИ АВТОМАТИЧНІ**

**Методика повірки**

(Проект, перша редакція)

Київ

20\_\_

## 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 \_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_ 20\_ р. № \_\_\_\_\_ з 20\_\_ - \_\_ - \_\_

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

4 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», 20\_\_

**ЗМІСТ**

С.

	Вступ	
1	Сфера застосування.....	1
2	Нормативні посилання.....	2
3	Терміни та визначення понять.....	3
4	Позначки та скорочення.....	4
5	Операції повірки .....	5
6	Засоби повірки .....	6
7	Вимоги до кваліфікації персоналу .....	8
8	Умови проведення повірки .....	8
9	Вимоги щодо безпеки .....	9
10	Підготовка до проведення повірки .....	10
11	Проведення повірки .....	11
12	Обробка результатів вимірювання .....	15
13	Оформлення результатів повірки .....	19
Додаток А	(обов'язковий) Форма протоколу повірки.....	21
Додаток Б	(обов'язковий) Основні методи титрування та їх використання під час повірки.....	22
Додаток В	(довідковий) Бібліографія.....	26

III

## ВСТУП

Цей стандарт застосовують для повірки законодавчо регульованих засобів вимірювальної техніки – титраторів автоматичних, що перебувають в експлуатації.

У цьому стандарті для повірки титраторів автоматичних застосовують метод прямих вимірювань хімічних характеристик речовин та матеріалів (наприклад, вміст певного хімічного елемента, жорсткість тощо) відповідно до чинних нормативних документів, експлуатаційних документів на титратори автоматичні або стандартизованих (атестованих) у встановленому порядку методик вимірювання, згідно з якими використовують титратори автоматичні. Для передавання одиниці значення хімічних характеристик використовують сертифіковані референтні матеріали.

# НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

---

## МЕТРОЛОГІЯ ТИТРАТОРИ АВТОМАТИЧНІ

Методика повірки

METROLOGI  
AUTOMATIC TITRATORS  
Verification procedure

---

Чинний від \_\_\_\_\_

### 1 СФЕРА ЗАСТОСУВАННЯ

**1.1** Цей стандарт поширюється на титратори автоматичні (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 експлуатаційною документацією на титратори та засоби повірки, які зазначені в розділі 6 цього стандарту.

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

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

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

## **2 НОРМАТИВНІ ПОСИЛАННЯ**

У цьому стандарті наведено посилання на такі національні стандарти:

ДСТУ 2215-93 Розчини та індикатори. Терміни та визначення

ДСТУ 7230:2011 Метрологія. Секундоміри механічні. Методика повірки (калібрування)

ДСТУ 7239:2011 ССБП. Засоби індивідуального захисту. Загальні вимоги та класифікація

ДСТУ Б А.3.2-12:2009 ССБП. Системи вентиляційні. Загальні вимоги

ДСТУ ГОСТ ИСО 5725-1:2005 Точність (правильність і прецизійність) методів та результатів вимірювання. Частина 1. Основні положення

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 80000-9: 2009/Amd1:2011, IDT )

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 (OIML D 8:2004, IDT)

ДСТУ OIML D 23:2008 Метрологія. Принципи метрологічного контролю обладнання для повірки (OIML D 23:1993, IDT)

**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 в Законі України [1], ДСТУ 2215.

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

#### **3.1 автоматичні титратори**

Прилади, керовані за допомогою мікропроцесорів, які забезпечують автоматизацію всіх операцій, що відносяться до титрування (додавання титранту, отримання сигналу, розпізнавання кінцевої точки, точки еквівалентності тощо)

**3.2 атестований стандартний зразок** (certified reference material, CRM, відповідно до [32]) хімічних характеристик речовин та матеріалів

Референтний матеріал (reference material, RM відповідно до [32]) хімічної речовини зі встановленими атестованими значеннями хімічних характеристик (наприклад, вміст певного хімічного елемента, жорсткість тощо) та невизначеністю атестованого значення.

## 4 ПОЗНАКИ ТА СКОРОЧЕННЯ

У цьому стандарті використовують наступні скорочення:

ГДК – гранично допустима концентрація;

ЕД – експлуатаційні документи;

ЗВТ – засоби вимірювальної техніки;

МХ – метрологічна характеристика;

ПЗ – програмне забезпечення;

СКВ – середньо квадратичний відхил випадкової складової абсолютної похибки титратора;

CRM – атестовані стандартні зразки;

*J* – позначка кількості CRM

*j* – позначка, яку використовують в якості підрядкового індексу, як ідентифікатор конкретного CRM.



У цьому стандарті вжито позначення фізичних величин згідно з [3] та ДСТУ ISO 80000-9.

## 5 ОПЕРАЦІЇ ПОВІРКИ

**5.1** Під час проведення повірки титраторів (далі – повірка) виконують операції, наведені в таблиці 1. 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 титратора	11.3	Так	Так

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

**Примітка 2.** У випадку проведення експертної повірки перелік операцій повірки може бути скорочений згідно з [2].

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

## 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
11.3	Сертифікований референтний матеріал* складу розчинів хімічних речовин (CRM) у діапазоні атестованих значень масової концентрації компонента від 0,01 г/дм <sup>3</sup> до 100 г/дм <sup>3</sup> , розширена відносна невизначеність вимірювання $U_{від}$ атестованого (сертифікованого) значення не перевищує (0,5 – 5) % за довірчої ймовірності $P = 0,95$
11.3.2	Сертифікований референтний матеріал рН (далі – CRM рН) у діапазоні атестованих значень рН від 0 до 14, розширена невизначеність $U$ атестованого (сертифікованого) значення рН не перевищує 0,01 за довірчої ймовірності $P = 0,95$

\* Прикладами можуть слугувати:

– CRM складу калію двохромовокислого з атестованими (сертифікованим) значеннями масової частки калію двохромовокислого в діапазоні (99,950 – 100,000) %, розширена невизначеність  $U$  атестованого значення не перевищує 0,030 %, за довірчої ймовірності  $P = 0,95$ ;

– CRM складу натрію хлористого з атестованими (сертифікованим) значеннями масової частки натрію хлористого в діапазоні (99,900 – 100,000) %, розширена невизначеність  $U$  атестованого значення не перевищує 0,030 %; за довірчої ймовірності  $P = 0,95$ ;

– CRM складу розчину соляної кислоти з атестованими (сертифікованим) значеннями молярної концентрації іонів водню у діапазоні (0,099 – 0,11) моль/дм<sup>3</sup>, відносна розширена невизначеність  $U_{від}$  атестованого значення не перевищує 0,005 % за довірчої ймовірності  $P = 0,95$ ;

– CRM складу кислоти лимонної з атестованими (сертифікованим) значеннями масової частки в діапазоні (98,5 - ,100,0) %, відносна розширена невизначеність  $U_{від}$  атестованого значення не перевищує 2 % за довірчої ймовірності  $P = 0,95$ ;

– CRM жорсткості води з атестованими (сертифікованим) значеннями масової концентрації в діапазоні (95 – 1393) г/дм<sup>3</sup> відносна розширена невизначеність  $U_{від}$  атестованого значення не перевищує 1 % 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
11.2.3	Мегаомметр типу М 4100/3 згідно з [31] з діапазоном вимірювання від 0 МОм до 100 МОм та номінальною напругою 500 В
Розділ 8	Вимірювач параметрів атмосфери Атмосфера: - 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 $\pm 2$ %; - діапазон вимірювання атмосферного тиску від 650 гПа до 1080 гПа, границі допустимої абсолютної похибки – $\pm 1$ гПа
11.3.1, Додаток Б	Вага 1 класу точності, найбільша границя зважування 220 г згідно з ДСТУ EN 45501
11.2.3	Секундомір 3 класу точності згідно з ДСТУ 7230, максимальна відносна похибка – $\pm (0,17/T + 0,00075)$ %, $T$ – виміряний інтервал часу, у секундах
11.3.1	Бюкс лабораторний алюмінієвий
Б.3	Лодочка для зважування проб сипучих речовин
9.8	Шафа витяжна
11.3.1, Додаток Б	Вода дистильована, за ДСТУ ISO 3696

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 еталон (CRM), та максимально допустимою похибкою титраторів, що підлягають повірці, становить не менше ніж 1:2.

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

**Примітка 5.** CRM повинні мати встановлені значення властивостей з відповідними невизначеностями результатів вимірювань та простежуваністю відповідно до ДСТУ-Н ISO Guide 35, супроводжуючи їх документами відповідно до ДСТУ-Н ISO Guide 31, з чинними строками застосування.

**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, ЕД на засоби повірки та 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;

- напруга живлення мережі змінного струму – від 187 В до 242 В, частота 50 Гц;
  - механічні впливи на титратори повинні бути відсутні;
  - вміст агресивних і токсичних компонентів у повітрі робочої зони
- в межах санітарних норм згідно з [14].

Умови проведення повірки документують у протоколі повірки, форму якого наведено у додатку А цього стандарту.

## **9 ВИМОГИ ЩОДО БЕЗПЕКИ**

**9.1** Під час проведення повірки необхідно дотримуватися 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 бути обладнані пожежною сигналізацією відповідно до [8] та забезпечені первинними засобами пожежогасіння згідно з [11] і [17].

**9.3** Обладнання у лабораторних приміщеннях повинно бути заземлене та захищене від статичної електрики згідно з вимогами [12], [18], [19], та [21].

**9.4** Приміщення, де виконують роботи з повірки, повинно бути обладнане припливно-витяжною вентиляцією згідно з [10] та ДСТУ БА.3.2-12, водопровідною системою та каналізацією згідно з [9], штучним освітленням згідно з [7]. Сонячні промені можуть викликати розкладання йоду у реактиві Карла Фішера, що може призвести до отримання неточних результатів.

**9.5** Речовини, що застосовують під час титрування (кислоти, луги тощо) є токсичними і потребують обережного поводження під час використання та зберігання. При роботі з цими речовинами необхідно запобігати попаданню їх на незахищені частки тіла, у дихальні шляхи тощо.

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

Характеристики горючих та шкідливих речовин згідно з [15].

**9.7** Під час повірки треба використовувати засоби індивідуального захисту згідно з ДСТУ 7239 та дотримуватись вимог [12] і [16].

**9.8** Повірку титраторів проводять у витяжній шафі.

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

**9.10** До повірки допускаються фахівці, які вивчили інструкцію з техніки безпеки на робочому місці, принципи дії титраторів 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 [6], або свідоцтва про попередню повірку, відбитка повірочного тавра тощо;

– перевірити наявність ЕД;

– перевірити наявність документів, що підтверджують результати калібрування CRM та повірки чи калібрування допоміжних засобів повірки;

– титратори та засоби повірки витримати в приміщенні, в якому проводиться повірка, до вирівнювання їх температури з температурою приміщення;

– промити вимірювальну комірку відповідно до ЕД;

**10.2** Проводять підготовку CRM та допоміжного обладнання відповідно до їх ЕД;

**10.3** Готують до роботи  $J$  ( $J \geq 3$ ) CRM з відомим значенням хімічної характеристики, наприклад, масової концентрації хімічної речовини, що відповідають першій, другій та третій третинам діапазону вимірювання титраторів.

**10.4** Проводять підготовку титраторів до роботи згідно з ЕД.

## **11 ПРОВЕДЕННЯ ПОВІРКИ**

### **11.1 Зовнішній огляд**

**11.1.1** Титратор розміщують на робочій поверхні у відповідності до вимог ЕД. Зовнішній огляд титратора 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;

прДСТУ\_\_\_\_: 20\_\_

- відсутність механічних пошкоджень дисплея;
- наявність чіткого зображення написів на дисплеї
- відповідність версії ПЗ титратора (за наявності) з даними, встановленими під час оцінки відповідності;

**11.1.3** Результати зовнішнього огляду документують в протоколі повірки.

## **11.2 Перевірка працездатності**

**11.2.1** Перед проведенням повірки перевіряють заземлення для всіх засобів повірки.

**Примітка 7.** Всі процедури, пов'язані з перевіркою працездатності та під час визначення МХ титраторів, виконують згідно з ЕД.

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. 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 титратор).

**Примітка 8.** 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

Перевірка функціонування титратора виконується в автоматичному режимі. У випадку успішного самотестування титратора після його включення на дисплеї з'явиться головне меню програми управління титратора. Якщо титратор не пройшов тестування, на дисплеї з'явиться повідомлення про помилку.

**11.2.5** Результати перевірки працездатності документують в протоколі повірки.

**Примітка 9.** Порядок перевірки працездатності може бути скорегований відповідно до ЕД на конкретний титратор.

### **11.3** Визначення метрологічних характеристик

#### **11.3.1** *Перевірка відносної похибки титратора при дозуванні*

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** *Перевірка відносної похибки титратора*

**11.3.2.1** Зважаючи на велику кількість методик, реалізованих з використанням титратора, у цьому стандарті наведено загальний алгоритм проведення експерименту з оцінки відносної похибки титратора.

За наявності використовують стандартизовану методику вимірювання, що її використовує лабораторія під час роботи з титратором.

**Примітка 10.** Використання основних методів титрування під час повірки, наведено у додатку Г цього стандарту

**11.3.2.2** Проводять вимірювання визначуваної хімічної характеристики, наприклад, масової частки хімічної речовини  $\omega_{Bj}$ , у відсотках, у кожному  $j$ -му CRM ( $j = 1, 2 \dots J$ ), підготовленому за 10.3.

**11.3.2.3** Отримують  $n$  ( $n = 10$ , якщо під час повірки оцінюють СКВ) результатів одиничних визначень масової частки хімічної речовини  $\omega_{ji}$ , ( $i = 1, 2, \dots n$ ) для кожного  $j$ -го CRM, в умовах збіжності відповідно до ДСТУ ГОСТ ИСО 5725-1.

**Примітка 11.** Результатом вимірювання є середнє арифметичне декількох результатів  $n$  одиничних (паралельних) визначень, або результат одного визначення ( $n = 1$ ) в залежності від того, як це встановлено ЕД та методикою вимірювання.

**11.3.2.4** Визначення масової частки хімічної речовини виконують згідно з 11.3.2.3 для всіх CRM, відібраних за 10.3.

Результати вимірювань масової частки хімічної речовини  $\omega_{ji}$ , у відсотках для всіх CRM документують у протоколі повірки.

**11.3.3** *Перевірка СКВ випадкової складової відносної похибки титратора*

СКВ випадкової складової відносної похибки титратора визначають за умов нормування цієї характеристики в ЕД на титратор за результатами десяти вимірювань масової частки хімічної речовини, отриманими за 11.3.2.3 для кожного  $j$ -го CRM.

**11.3.4** *Перевірка абсолютної похибки вимірювання значення рН*

**11.3.4.1** *Перевірку абсолютної похибки вимірювання значення рН*

виконують у випадку, коли визначення рН вимагається методикою вимірювання (наприклад, якщо виконують титрування до певного значення рН).

**11.3.4.2** Визначення абсолютної похибки приладу під час вимірювання значення рН здійснюють з використанням CRM рН. Обирають два CRM рН таким чином, щоби атестовані значення рН одного знаходились на початку діапазону вимірювання рН, а другого – у кінці. За допомогою обраних CRM проводять градування комбінованого скляного електроду, або електродної пари зі скляним вимірювальним елементом відповідно до ЕД на титратор. Після цього проводять вимірювання значення рН третього CRM, яке відповідає середині діапазону, обмеженого атестованими значеннями рН CRM, які було використано під час градування.

Результати вимірювань значення рН CRM документують у протоколі повірки.

## 12 ОБРОБКА РЕЗУЛЬТАТІВ ВИМІРЮВАННЯ

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

$$\Delta_k = V_{k0} - V_{k1}, \quad (1)$$

де  $V_{k0}$  – об'єм води, зафіксований на екрані титратора, см<sup>3</sup>.

$V_{k1}$  – результат вимірювання об'єму води ваговим методом з урахуванням впливу температури, см<sup>3</sup>;

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  $m_{kiB}$  за формулою:

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

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

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

де  $\rho$  – густина води з урахуванням впливу температури, г/см<sup>3</sup>

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 <sup>-3</sup>	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 <sup>-3</sup>	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 [6] або національними

стандартами, що надають презумпцію відповідності технічному регламенту [6].

**Примітка 11.** Для титраторів, введених в обіг до набуття чинності [6], результати повірки 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 CRM обчислюють середнє арифметичне значення масової частки хімічної речовини  $\bar{\omega}_j$ , у відсотках, за результатами  $n$  визначень, отриманих згідно з 11.3.2.3, за формулою:

$$\bar{\omega}_j = \frac{\sum_{i=1}^n \omega_{ji}}{n}, \quad (4)$$

де  $\omega_{ji}$  –  $i$ -й результат вимірювання масової частки хімічної речовини у  $j$ -му CRM, %;

**12.3** Основну абсолютну похибку титратора  $\Delta_j$ , у відсотках, при вимірюванні масової частки хімічної речовини для  $j$ -го CRM, оцінюють за формулою:

$$\Delta_j = \bar{\omega}_j - \omega_{jref}, \quad (5)$$

де  $\omega_{jref}$  – атестоване значення масової частки хімічної речовини для  $j$ -го CRM, %.

**12.4** Основну відносну похибку титратора  $\delta_j$ , у відсотках, для кожного  $j$ -го CRM оцінюють за формулою:

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

**12.5** Для кожного  $j$ -го CRM обчислюють СКВ випадкової складової відносної похибки титратора  $S_j$ , у відсотках, за формулою:

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

Результати визначення відносної похибки та відносного 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 [6] або національними стандартами, що надають презумпцію відповідності технічному регламенту [6].

**Примітка 12.** Для титраторів, введених в обіг до набуття чинності [6], результати повірки вважають позитивними, якщо отримані значення відносної похибки та відносного СКВ титраторів не перевищують (для похибки – за модулем) максимально допустимі значення, встановлені під час затвердження типу, або за результатами метрологічної атестації титраторів.

**12.6** За результатами вимірювань значень рН, які отримані за 11.3.3 цього стандарту, обчислюють абсолютну похибку вимірювання значення рН  $\Delta pH$ , за формулою:

$$\Delta pH = pH_{ет} - pH_{вим} , \quad (8)$$

де  $pH_{ет}$  – атестоване значення величини  $pH$  CRM;

$pH_{вим}$  – результат вимірювання значення рН у CRM, отриманий за допомогою титратора.

Результати визначення похибки вимірювання рН вважають позитивними, якщо отримане значення похибки (за модулем) не перевищує максимально допустиму похибку, встановлену під час оцінки відповідності за технічним регламентом [6], або національними стандартами, що надають презумпцію відповідності технічному регламенту [6].

**Примітка 13.** Для титраторів, введених в обіг до набуття чинності [6], результати повірки вважають позитивними, якщо отримані значення похибки (за модулем) не перевищують максимально допустиму похибку, встановлену під час затвердження типу, або за результатами метрологічної атестації титраторів.

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 [6] або національними стандартами, що надають презумпцію відповідності технічному регламенту [6].

**Примітка 14.** Для титраторів, введених в обіг до набуття чинності [6], 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 титратору засвідчують оформленням свідоцтва про повірку титраторів за формою згідно з додатком 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
Адреса		
(Відділ, лабораторія)		Сторінки 1/1

## Загальні відомості

Тип титратора		Зав. №	
Виробник			
Належить			
Діапазон вимірювання масової частки хімічн. компоненту, %			
Границі допустимої основної відносно похибки титратора			
Повірка проводилась відповідно до		ДСТУ _____ :20__	
CRM, що застосовувались під час повірки: сертифікат, чинність			

## Умови повірки

$T, ^\circ\text{C}$		$\varphi, \%$		$P, \text{кПа}$	
---------------------	--	---------------	--	-----------------	--

## Результати повірки

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

## 3.1 Визначення відносно похибки при дозуванні

Маса, г			Доза, см <sup>3</sup>	Покази титратора	Відносна похибка дозування титратора $\delta, \%$
Порожнього бюкса	Бюкса з дозою	Доза $m_2, \text{г}$			

## 3.1 Основна похибка титратора

$p_{\text{Het}}$	Покази титратора, значення рН	Абсолютна похибка, $\Delta\text{pH}$	$\omega_{\text{jref}}, \%$	$\omega_{\text{ji}}, \%$	Результат титрування $\bar{\omega}_j, \%$	Відносна похибка титратора, %	Відносне 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)**  
**ОСНОВНІ МЕТОДИ ТИТРУВАННЯ ТА ЇХ ЗАСТОСУВАННЯ ПІД ЧАС**  
**ПОВІРКИ**

**Б.1** CRM, засоби повірки, допоміжне обладнання, додатково до таблиці 2 та таблиці 3, необхідні для проведення повірки за наведеними методами титрування:

CRM масової частки води в органічній рідині з атестованим значенням масової частки води в діапазоні від 0,1 % до 1,0 %, відносна розширена невизначеність вимірювання  $U_{\text{від}}$  атестованого значення не повинна перевищувати 1 % за довірчої ймовірності  $P = 0,95$ ;

**Таблиця Б.1** – Засоби повірки, допоміжне обладнання, необхідні для проведення повірки

Засоби повірки, допоміжне обладнання, метрологічні або основні технічні характеристики
Піпетки 2-го класу точності місткістю 1,0 см <sup>3</sup> ; 5,0 см <sup>3</sup> ; 10 см <sup>3</sup> , згідно з [29], або [30]
Шприци медичні ін'єкційні багаторазового використання. згідно з [28]
Колби мірні згідно з [22]
Бюретки згідно з [22]
Аміак водний згідно з [23]
Амоній хлористий згідно з [24]
Кислота сірчана кваліфікації х.ч. згідно з [25]
Кислота азотна кваліфікації х.ч. згідно з [26]
Спирт ізопропиловий згідно з [27]
Індикатор «Кислотний хромовий синій
Трилон-Б (етилендіаминтетраацетат натрія)

**Б.2** *Кислотно основне титрування у водному або неводному середовищі, аргентометричне титрування, окислювально-відновне титрування:*

**Б.2.1** При проведенні кислотно основного титрування в стакан для титрування піпеткою додають 10 см<sup>3</sup> CRM (наприклад, натрій хлористий 0,1N, або калію двохромовоокислого 0,1N), або наважку CRM (наприклад, кислоти лимонної (0,07 - 0,12) г, натрію хлористого (0,03 - 0,05) г, калію двохромовоокислого (0,025 - 0,04) г) взятую з точністю 0,0002 г, доливають дистильованою водою або ізопропіловим спиртом до 50 см<sup>3</sup> і титрують до точки еквівалентності за програмою титрування CRM.

**Б.2.2** При проведенні окисно-відновного і аргентометричного титрування кожна проба CRM підкисляється шляхом додавання 3 см<sup>3</sup> розчину сірчаної або азотної кислоти 1:4, відповідно.

**Б.3** *Фотометричне титрування:*

За 10-15 хвилин до виконання перевірки включають фототрод, розміщують його у дистилізованій воді, встановлюють на фототроді довжину хвилі 660 нм та готують титратор до роботи.

У стакан для титрування піпеткою добавляють аліквоту CRM жорсткості води, (або розчини кальцію хлористого молярної концентрації 0,025 моль/дм<sup>3</sup>) та доливають дистильованою водою до 50 см<sup>3</sup>, додають 10 см<sup>3</sup> аміачного розчину зі значенням рН 10, капають декілька крапель індикатора та титрують у відповідності до стандартної методики вимірювань розчином трилона Б до точки еквівалентності.

**Примітка 15.** Аміачний розчин з значенням рН – (10±1) готують таким чином:

В мірну колбу місткістю 1000 см<sup>3</sup> вносять 20 г хлористого амонію, 100 см<sup>3</sup> дистильованої води, додають 100 см<sup>3</sup> розчину аміаку водного масовою часткою 25 % та доводять об'єм до мітки дистильованою водою. Рекомендується перед використанням цього аміачного розчину перевіряти його рН із застосуванням рН-метра.

**Б.4** За результатами кислотно основного титрування у водному або неводному середовищі, аргентометричного титрування, окислювально-відновного титрування, які отримані за алгоритмом, наведеним у 11.3.2.2 та 11.3.2.3 цього стандарту, обчислюють відносну похибку титрування за формулою:

$$\sigma_j = \frac{R_{\text{ірісддд.}} - C_{\text{дд}}}{C_{\text{дд}}} \cdot 100,$$

(Б.1)

де  $R_{\text{ірозрах.}}$  – розрахунковий результат  $i$ -го титрування в серії, г (або  $\text{см}^3$ );

$C_{\text{ят}} - 10 \text{ см}^3$  - у випадку титрування розчину  $j$ -го CRM, або наважка визначуваного  $j$ -го CRM у грамах;

Для титрування наважок  $j$ -го CRM розрахунковий результат  $i$ -го титрування у серії  $R_{\text{ірозрах.}}$ , у грамах, обчислюють за формулою:

$$R_{\text{ірісддд.}} = \frac{R_i \cdot \dot{I}}{1000}, \quad (\text{Б.2})$$

де  $R_i$  – результат  $i$ -го титрування в серії, моль;

$M$  – молекулярна маса визначуваної речовини, г/моль.

Для титрування розчину  $j$ -го CRM розрахунковий результат  $i$ -го титрування у серії  $R_{\text{ірозрах.}}$ , у кубічних сантиметрах, це об'єм титранта використаний під час титрування розчинів CRM.

**Б.5** За результатами фотометричного титрування, які отримані за алгоритмом, який наведено у 11.3.2.2 та 11.3.2.3 цього стандарту, обчислюють відносну похибку титрування для кожного результату титрування за формулою Б.1, в якій:

$R_{\text{ірозрах.}}$  – результат  $i$ -го титрування у серії, г/дм<sup>3</sup>;

$C_{ат}$  – атестоване значення масової концентрації CRM жорсткості за паспортом, г/дм<sup>3</sup>

**Б.6** За результатами титрування, отриманими за Б.2 та Б.3, обчислюють відносне експериментальне СКВ за формулою:

$$S = \frac{1}{\bar{R}} \cdot \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (R_i - \bar{R})^2}{(n-1)}} \cdot 100, \quad (\text{Б.3})$$

де  $n$  – кількість вимірювань ( $n = 10$ ).

**Б.7** Визначення відносного СКВ для автоматичних титраторів допускається проводити за результатами десяти вимірювань масової частки води у CRM масової частки води в органічній рідині.

Для CRM весь вміст ампули поміщають у шприц, рухом поршня витискують бульбашки повітря зі шприца і голки і герметизують голку шматочком гумової септи (стопор), щоб уникнути втрат при перенесенні. Шприц зі стопором зважують з похибкою  $\pm 0,1$  мг. Титрування серії з 10 зразків проводять за 11.3.2.2 та 11.3.2.3 цього стандарту. Після закінчення одиничного вимірювання на дисплеї відображається результат вимірювання, у відсотках. Після закінчення серії (кількість вимірювань  $n = 10$ ) прилад видає середнє значення результатів вимірювань в серії і СКВ. Якщо дана функція неактивна, розраховують СКВ за формулою (7).

ДОДАТОК В  
(довідковий)  
**БІБЛІОГРАФІЯ**

1 Закон України «Про метрологію та метрологічну діяльність» від 05 червня 2014 № 1314-VII

2 Порядок проведення перевірки законодавчо регульованих засобів вимірювальної 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 перевірки законодавчо регульованих засобів вимірювальної 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

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

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

8 ДБН В.2.5-56-2014 Системи протипожежного захисту

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

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

11 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

12 НПАОП 40.1-1.01-97 Правила безпечної експлуатації електроустановок

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

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

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

16 ГОСТ 12.2.007.0-75 Система стандартів безпеки праці. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности.

прДСТУ\_\_\_\_: 20\_\_

17 ГОСТ 12.4.009-83 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

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

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

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

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

22 ГОСТ 1770-74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Технические условия

23 ГОСТ3760-79 Реактивы. Амиак водный.

24 ГОСТ3773-72 Реактивы. Амоний хлористый

25 ГОСТ4204 Реактивы. Кислота серная

26 ГОСТ4461 Реактивы Кислота азотна

27 ГОСТ 9805 – 84 Спирт изопропиловый. Технические условия

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

29 ГОСТ 29228-91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 2. Пипетки градуированные без установленного времени ожидания .

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

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



32 BIPM. International Vocabulary of Basic and General Terms in  
Metrology (VIM)

прДСТУ\_\_\_\_: 20\_\_

---

Код УКНД 17.020

**Ключові слова:** методика повірки, титратори автоматичні, масова частка, кислотно основного титрування, фотометричне титрування, відносна похибка, відносне СКВ.

---