

УТВЕРЖДАЮ

Руководитель ГЦИ СИ  
Заместитель генерального  
директора ФГУ «Ростест-Москва»

А.С. Евдокимов



10 декабря 2010 г.

«Титраторы потенциметрические серии 900 Titrand»

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

Номер Госреестра:

Москва  
2010

Настоящая методика поверки распространяется на титраторы потенциметрические серии 900 Titrandо, фирмы «Metrohm AG», Швейцария (далее – титраторы) и устанавливает методику их первичной и периодической поверки.

Межповерочный интервал – 1 год.

## 1 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

1.1 При проведении поверки выполняются операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1

№ п.п	Наименование операции	Номер пункта документа по методике	Проведение операции при	
			первичной поверке	периодической поверке
1.	Внешний осмотр	6.1.	Да	Да
2.	Опробование	6.2.	Да	Да
3.	Определение метрологических характеристик:	6.3.	Да	Да
	3.1 Определение абсолютной погрешности канала измерения рН. <sup>1</sup>	6.3.1	Да	Да
	3.2 Определение относительной погрешности титраторов и среднего квадратического отклонения результата измерений (СКО) при кислотно-основном титровании. <sup>1</sup>	6.3.2	Да	Да
	3.3 Определение относительной погрешности титраторов и среднего квадратического отклонения результата измерений (СКО) при argentометрическом титровании. <sup>2</sup>	6.3.3.	Да	Да
	3.4 Определение относительной погрешности титраторов и среднего квадратического отклонения результата измерений (СКО) при окислительно-восстановительном титровании. <sup>3</sup>	6.3.4.	Да	Да
	3.5 Определение относительной погрешности титраторов и среднего квадратического отклонения результата измерений (СКО) при измерении содержания воды по методу Карла Фишера. <sup>4</sup>	6.3.5	Да	Да
	3.6 Определение бромного числа 10%-ного раствора циклогексена в 1,1,1-трихлорэтане. <sup>5</sup>	6.3.6	Да	Да

<sup>1</sup> При комплектации электродной парой для кислотно-основного титрования, либо трехэлектродной системой, либо комбинированным стеклянным электродом.

<sup>2</sup> При комплектации электродной парой, включающей серебряный электрод проволоочного или объемного типа и электрод сравнения, или комбинированный серебряный электрод.

<sup>3</sup> При комплектации Redox комбинированным электродом, либо электродной парой.

<sup>4</sup> Для титраторов мод. Titrandо 901, 906, 907 при комплектации двойным платиновым электродом.

<sup>5</sup> Для титраторов мод. Titrandо 901, 906, 907 при комплектации двойным платиновым электродом.

## 2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1 При проведении поверки необходимо применять следующие средства поверки:

- весы лабораторные специального класса точности с НПВ 200 г по ГОСТ 24104;
- мерные колбы 2-го класса точности исполнения 2 по ГОСТ 1770;
- пипетки с одной меткой 2 класса точности по ГОСТ 29169;
- шкаф сушильный с погрешностью поддержания температуры не более 5°C;
- водяной термостат с погрешностью поддержания температуры  $\pm 0,1^\circ\text{C}$  при 25°C;
- буферные растворы pH 2-го разряда по ГОСТ 8.135 ( $\Delta = \pm 0,01$ );
- термометр ТЛ-4 (0...50)°C с ценой деления 0,1°C;
- натрия гидроокись (NaOH) по ГОСТ 4328, ч.д.а., массовая доля основного вещества, не менее 98%;
- калий гидрофталат (HOOC<sub>6</sub>H<sub>4</sub>COOK) ГСО 2216-81 или по ТУ 6.09-4433-77 (массовая доля основного вещества 99,8...100)%;
- натрий хлористый (NaCl) по ГОСТ 4233, х.ч., массовая доля основного вещества, не менее 99,9%;
- серебро азотнокислое (AgNO<sub>3</sub>) по ГОСТ 1277, ч.д.а., массовая доля основного вещества, не менее 99,8%;
- калий двуххромнокислый (калий бихромат) (K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub>) по ГОСТ 4220, чда, массовая доля основного вещества, не менее 99,9%;
- аммоний-железо (II) сернокислый (соль Мора) ((NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>(FeSO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>×H<sub>2</sub>O) по ГОСТ 4208, чда, массовая доля основного вещества, не менее 99,7%;
- ГСО 9322-2008 «Стандартный образец массовой концентрации воды в органической жидкости (MT-HWS-1.0)»;
- калий бромноватоокислый (калия бромат) (KBrO<sub>3</sub>) по ГОСТ 4457, чда, массовая доля основного вещества, не менее 99%;
- калий бромистый (калия бромид) (KBr) по ГОСТ 4160, чда, массовая доля основного вещества, не менее 99%;
- натрий серноватистоокислый (натрия тиосульфат) (Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>×5H<sub>2</sub>O) по ГОСТ 27068, чда, массовая доля основного вещества (99,5...100,5)%;
- натрия карбонат (Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>) по ГОСТ 83, хч, массовая доля основного вещества, не менее 99,8%;
- йодид калия (KI) по ГОСТ 4232, хч, массовая доля основного вещества, не менее 99,5%;
- кислота соляная (HCl) по ГОСТ 3118, чда, массовая доля основного вещества (35...38)%;
- кислота серная (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) по ГОСТ 4204, хч, массовая доля основного вещества (93,6...95,6)%;
- кислота уксусная (CH<sub>3</sub>COOH) по ГОСТ 61, чда, массовая доля основного вещества, не менее 99,5%;
- 2-пропанол (изопропиловый спирт) по ТУ 6-09-402-85, хч, массовая доля основного вещества, не менее 99,8%;
- 1,1,1-трихлорэтан CAS №71-55-6;
- циклогексен CAS №110-83-8, массовая доля основного вещества не менее 99%;
- стандарт MT-HWS-10.0 производства фирмы «SIGMA-ALDRICH»;
- вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

2.2 Средства измерений должны иметь действующие свидетельства о поверке, ГСО должны иметь действующие паспорта.

2.3 Допускается применение других средств поверки по классу точности не ниже предусмотренных методикой и допущенных к применению в установленном порядке.

### 3 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

3.1. При проведении поверки соблюдают требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007 и ГОСТ 12.4.021, а при работе с электроустановками – по ГОСТ 12.1.019 и ГОСТ 12.2.007.0.

3.2. Помещение, в котором осуществляется поверка, должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

3.3. Исполнители должны быть проинструктированы о мерах безопасности при работе с титраторами в соответствии с прилагаемыми инструкциями. Организацию обучения работающих с титраторами по безопасности труда производят по ГОСТ 12.0.004.

### 4 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С 20±5;
- относительная влажность воздуха, %, не более 60;
- напряжение питающей среды, В 220±22.

Режимные параметры устанавливаются в соответствии с инструкцией по эксплуатации в зависимости от выбранного режима титрования.

### 5 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

Перед проведением поверки должны быть выполнены следующие подготовительные операции:

- после доставки титратора на поверку он должен быть выдержан в помещении не менее 3 часов;
- в соответствии с руководством по эксплуатации осуществить сборку системы и модулей и приготовление титрантов;
- включить титратор в соответствии с руководством по эксплуатации, и прогреть в течение не менее 30 мин.

### 6 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1 Внешний осмотр.

При внешнем осмотре должно быть установлено соответствие поверяемого титратора следующим требованиям:

- комплектность титратора, а также маркировка должны соответствовать требованиям руководства по эксплуатации;
- титратор должен быть чистым, без следов коррозии;
- титратор не должен иметь повреждений, влияющих на его работоспособность.

6.2 Опробование.

Осуществить опробование работоспособности всех функций прибора в соответствии с руководством по эксплуатации.

6.3 Определение метрологических характеристик.

#### 6.3.1 Определение абсолютной погрешности канала измерения рН.

Определение абсолютной погрешности измерения рН осуществляется по буферным растворам рН 2-го разряда. Проводится калибровка электрода по двум буферным растворам в соответствии с руководством по эксплуатации фирмы. Проводится измерение рН третьего буферного раствора, значение рН которого лежит внутри диапазона, ограниченного калибровочными буферами. Абсолютная погрешность измерения рН рассчитывается по формуле:

$$\Delta pH = pH_{изм} - pH_{эт}, \text{ где}$$

$\Delta pH$  – абсолютная погрешность титратора при измерении рН;

$pH_{эт}$  – значение рН эталонного буферного раствора;

$pH_{изм}$  – показания прибора.

Абсолютная погрешность измерения рН не должна превышать  $\pm 0,05$ .

### 6.3.2 *Определение относительной погрешности титрования и среднего квадратического отклонения результата измерений (СКО) при кислотно-основном титровании.*

В соответствии с инструкцией на стандарт-титр готовят титрант – водный (спиртовой) раствор гидроксида натрия с концентрацией \* 0,1 моль/л. Проводят заполнение бюретки титрантом и осуществляют процедуру промывки 3-4 раза для полного удаления воздуха из бюретки, подающих и дозирующих трубок.

В память титратора вводятся 2 программы титрования в соответствии с руководством по эксплуатации:

- программа для определения поправочного коэффициента для титранта (фактора);
- программа для определения количества вещества.

Используется методика титрования бифталата калия раствором гидроксида натрия. В качестве растворителя может использоваться дистиллированная вода (водное титрование), ледяная уксусная кислота или изопропиловый спирт (неводное титрование).

#### 6.3.2.1 *Определение поправочного коэффициента (фактора).*

Навеску бифталата калия в пределах от 0,07 до 0,09 г с точностью 0,0002 г помещают в стакан для титрования и добавляют 50 мл дистиллированной воды или растворителя так, чтобы погрузить электроды в раствор примерно на 2-3 см.

Вводят в программу массу навески бифталата калия и запускают программу определения поправочного коэффициента (фактора). Проводят не менее 3 измерений. Рассчитывают среднее значение фактора по формуле:

$$\Phi_{\text{ср}} = \sum \Phi_i / n, \text{ где}$$

$\Phi_i$  – значение поправочного коэффициента (фактора)  $i$ -го образца;

$n$  – количество измерений.

Значение поправочного коэффициента (фактора) вносят в программу определения количества вещества.

#### 6.3.2.2 *Определение количества вещества.*

Готовят раствор бифталата калия. Навеску бифталата калия 2 г с точностью 0,0002 г помещают в мерную колбу объемом 250 мл и добавляют растворитель до метки. Рассчитывают содержание бифталата калия в 10 мл раствора по формуле:

$$A = M / 25,$$

где:  $A$  – аликвота раствора бифталата калия, г;

$M$  – масса навески бифталата калия, взятая для приготовления раствора.

В титровальный стакан мерной пипеткой вводят 10 мл раствора бифталата калия. Добавляют примерно 50 мл растворителя так, чтобы погрузить электроды в раствор примерно на 2-3 см.

Запускают программу определения количества вещества. Проводят серию не менее чем из 7 измерений. Результат записывают с точностью до четвертого знака. Полученные результаты отображаются на дисплее или выводятся на печатающее устройство.

Случайную составляющую погрешности определяют по результатам измерений как относительное среднее квадратическое отклонение результатов единичного измерения, и рассчитывают по формуле:

$$СКО = \frac{1}{M} \times \sqrt{\frac{\sum (M_i - \bar{M})^2}{(n-1)}} \times 100 \%,$$

где  $\bar{M} = \frac{\sum M_i}{n}$ , где  $n$  - число измерений

Случайная составляющая погрешности не должна превышать 1,0%.

Относительная погрешность титрования рассчитывается по формуле:

$$\sigma = \frac{\overline{M}_{\text{пол}} - M_{\text{ам}}}{M_{\text{ам}}} \times 100, \text{ где}$$

$M_{\text{ам}}$  - значение массы (концентрации)  $i$ -го образца, в анализируемом образце, масс. доля, %;

$\overline{M}_{\text{пол}}$  - среднее значение массы (концентрации), полученного в результате титрования образца, масс. доля, %;

Относительная погрешность не должна превышать  $\pm 3\%$ .

\* при периодической проверке допускается использование раствора гидроксида натрия с концентрацией 0,01 моль/л. В этом случае навеску бифталата калия 1,5 г с точностью 0,0002 г помещают в мерную колбу объемом 500 мл и добавляют растворитель до метки. Рассчитывают содержание бифталата калия в 20 мл раствора по формуле:

$$A = M / 25,$$

где:  $A$  – аликвота раствора бифталата, г;

$M$  – масса навески бифталата калия, взятая для приготовления раствора.

В титровальный стакан мерной пипеткой вводят 20 мл раствора бифталата калия. Добавляют примерно 50 мл растворителя так, чтобы погрузить электроды в раствор примерно на 2-3 см.

### 6.3.3 Определение относительной погрешности титрования и среднего квадратического отклонения результата измерений (СКО) при argentометрическом титровании.

Готовят титрант – водный раствор нитрата серебра с концентрацией 0,1 моль/л\*\*. Проводят заполнение бюретки титрантом и осуществляют процедуру промывки 3-4 раза для полного удаления воздуха из бюретки, подающих и дозирующих трубок.

В память титратора вводятся 2 программы титрования в соответствии с руководством по эксплуатации:

- программа для определения поправочного коэффициента для титранта (фактора);
- программа для определения количества вещества.

#### 6.3.3.1 Определение поправочного коэффициента (фактора).

Используется методика титрования хлористого натрия (стандарт-титр) раствором нитрата серебра\*\*. Навеску хлористого натрия в пределах от 0,03 до 0,05 г с точностью 0,0002 г помещают в стакан для титрования и добавляют 50 мл раствора серной кислоты с концентрацией 0,02 моль/л.

Вводят в программу массу навески хлористого натрия и запускают программу определения поправочного коэффициента (фактора). Проводят не менее 3 измерений. Рассчитывают среднее значение фактора по формуле:

$$\Phi_{\text{ср}} = \sum \Phi_i / n, \text{ где}$$

$\Phi_i$  – значение поправочного коэффициента (фактора)  $i$ -го образца;

$n$  – количество измерений.

#### 6.3.3.2 Определение количества вещества.

Готовят раствор хлористого натрия. Навеску хлористого натрия 1 г с точностью 0,0002 г помещают в мерную колбу объемом 250 мл и добавляют растворитель до метки. Рассчитывают содержание хлористого натрия в 10 мл раствора по формуле:

$$A = M / 25,$$

где:  $A$  – аликвота раствора хлористого натрия, г;

$M$  – масса навески хлористого натрия, взятая для приготовления раствора.

В титровальный стакан мерной пипеткой вводят 10 мл раствора хлористого натрия. Добавляют примерно 50 мл раствора серной кислоты с концентрацией 0,02 моль/л, чтобы погрузить электроды в раствор примерно на 2-3 см.

Запускают программу определения количества вещества. Проводят серию не менее чем из 7 измерений. Результат записывают с точностью до четвертого знака. Полученные результаты отображаются на дисплее или выводятся на печатающее устройство.

Случайную составляющую погрешности определяют по результатам измерений как относительное среднее квадратическое отклонение результатов единичного измерения, и рассчитывают по формуле:

$$CKO = \frac{1}{M} \times \sqrt{\frac{\sum (M_i - \bar{M})^2}{(n-1)}} \times 100 \%,$$

где  $\bar{M} = \frac{\sum M_i}{n}$ , где  $n$  - число измерений

Случайная составляющая погрешности не должна превышать 1,0 %.

Относительная погрешность титрования рассчитывается по формуле:

$$\sigma = \frac{\bar{M}_{пол} - M_{ам}}{M_{ам}} \times 100, \text{ где}$$

$M_{ам}$  - значение массы (концентрации)  $i$ -го образца, в анализируемом образце, масс. доля, %;

$\bar{M}_{пол}$  - среднее значение массы (концентрации), полученного в результате титрования образца, масс. доля, %;

Относительная погрешность не должна превышать  $\pm 3\%$ .

---

*\*\* при периодической проверке допускается использование раствора нитрата серебра с концентрацией 0,01 моль/л. В этом случае навеску хлористого натрия 1 г с точностью 0,0002 г помещают в мерную колбу объемом 500 мл и добавляют растворитель до метки. Рассчитывают содержание хлористого натрия в 20мл раствора по формуле:*

$$A = M / 25,$$

где:  $A$  – аликвота раствора хлористого натрия, г;

$M$  – масса навески хлористого натрия, взятая для приготовления раствора.

В титровальный стакан мерной пипеткой вводят 20 мл раствора хлористого натрия. Добавляют примерно 50 мл растворителя так, чтобы погрузить электроды в раствор примерно на 2-3 см.

### **6.3.4 Определение относительной погрешности титрования и среднего квадратического отклонения результата измерений (CKO) при окислительно-восстановительном титровании.**

В соответствии с инструкцией на стандарт-титр готовят титрант - водный раствор соли Мора с концентрацией 0,1 моль/л. Проводят заполнение бюретки титрантом и осуществляют процедуру промывки 3-4 раза для полного удаления воздуха из бюретки, подающих и дозирующих трубок.

В память титратора вводятся 2 программы титрования в соответствии с руководством по эксплуатации:

- программа для определения поправочного коэффициента для титранта (фактора);
- программа для определения количества вещества.

#### **6.3.4.1 Определение поправочного коэффициента (фактора).**

Используется методика титрования калия двуххромовокислого (бихромата калия) (стандарт-титр) раствором соли Мора\*\*\*. Навеску бихромата калия в пределах от 0,025 до 0,04 г с точностью 0,0002 г помещают в стакан для титрования и добавляют 50 мл 5% раствора серной кислоты.

Вводят в программу массу навески бихромата калия и запускают программу определения поправочного коэффициента (фактора). Проводят не менее 3 измерений. Рассчитывают среднее значение фактора по формуле:

$$\Phi_{\text{cp}} = \sum \Phi_i / n, \text{ где}$$

$\Phi_i$  – значение поправочного коэффициента (фактора)  $i$ -го образца;

$n$  – количество измерений.

#### 6.3.4.2 Определение количества вещества

Готовят раствор бихромата калия. Навеску бихромата калия 0,85 г с точностью 0,0002 г помещают в мерную колбу объемом 250 мл и добавляют дистиллированную воду до метки. Рассчитывают содержание бихромата калия в 10 мл раствора по формуле:

$$A = M / 25,$$

где:  $A$  – аликвота раствора бихромата калия, г;

$M$  – масса навески бихромата калия, взятая для приготовления раствора.

В титровальный стакан мерной пипеткой вводят 10 мл раствора бихромата калия. Добавляют примерно 50 мл 5% раствора серной кислоты, чтобы погрузить электроды.

Запускают программу определения количества вещества. Проводят серию не менее чем из 7 измерений. Результат записывают с точностью до четвертого знака. Полученные результаты отображаются на дисплее или выводятся на печатающее устройство.

Случайную составляющую погрешности определяют по результатам измерений как относительное среднее квадратическое отклонение результатов единичного измерения, и рассчитывают по формуле:

$$CKO = \frac{1}{M} \times \sqrt{\frac{\sum (M_i - \bar{M})^2}{(n-1)}} \times 100 \%,$$

где  $\bar{M} = \frac{\sum M_i}{n}$ , где  $n$  - число измерений

Случайная составляющая погрешности не должна превышать 1,0%.

Относительная погрешность титрования рассчитывается по формуле:

$$\sigma = \frac{\bar{M}_{\text{пол}} - M_{\text{ам}}}{M_{\text{ам}}} \times 100, \text{ где}$$

$M_{\text{ам}}$  - значение массы (концентрации)  $i$ -го образца, в анализируемом образце, масс. доля, %;

$\bar{M}_{\text{пол}}$  - среднее значение массы (концентрации), полученного в результате титрования образца, масс. доля, %;

Относительная погрешность не должна превышать  $\pm 3\%$ .

#### 6.3.5 Определение относительной погрешности титрования и среднего квадратического отклонения результата измерений (CKO) при титровании методом Карла Фишера.

Для титраторов серии 900 Titrando мод. 901, 906, 907 при комплектации двойным платиновым электродом для проверки используется методика определения массовой концентрации воды в стандартном образце (ГСО 9322-2008).

##### **Волюметрическое титрование для титраторов серии 900 Titrando мод. 901, 906, 907.**

Соберите прибор в соответствии с руководством по эксплуатации, залейте растворитель (реагент Карла Фишера) в титровальную ячейку, заполните бюретку, подающие и дозирующие трубки титрантом (для полного удаления воздуха из системы дозирования повторите процедуру заполнения несколько раз)

Запустите программу титрования. Титратор автоматически нейтрализует фоновую влагу в ячейке титрования до минимально-допустимого уровня. Саму процедуру титрования рекомендуется начинать при стабильном значении дрейфа меньше 20 мкг/л (оптимально меньше 10 мкг/л).



Определяют поправочный коэффициент (фактор) титранта в соответствии с нормативной документацией.

Для определения относительной погрешности титрования используют ГСО 9322-2008 «Стандартный образец массовой концентрации воды в органической жидкости (MT-HWS-1.0)». Вскройте ампулу. Промойте шприц образцом. Наберите в шприц весь объем образца. Шприц взвешивают на аналитических весах с точностью до 4 знака. С помощью шприца с длинной иглой вводят в ячейку по 1,0...2,0 мл образца. Массу дозируемого объема определяют на весах как разность показаний весов до и после дозирования. На титрование образца должно уходить 30...70% от объема бюретки.

Проводят не менее 2 измерений определения массовой доли воды. Результат измерений записывают с точностью до четвертой значащей цифры. Полученные результаты отображаются на дисплее или выводятся на печатающее устройство.

Относительная погрешность титратора рассчитывается по формуле:

$$\sigma = \frac{(\bar{W} - W)}{W} \times 100, \%$$

где  $W$  - содержание воды в анализируемом образце, масс. доля, % (ppm);

$\bar{W}$  - среднее значение массовой доли воды, полученного в результате измерений, масс. доля, % (ppm);

Относительная погрешность не должна превышать  $\pm 3\%$ .

Для определения случайной составляющей погрешности титрования используют стандарт MT-HWS-10.0. Вскройте ампулу. Промойте шприц образцом. Наберите в шприц весь объем образца. Шприц взвешивают на аналитических весах с точностью до 4 знака. С помощью шприца с длинной иглой вводят в ячейку по 0,5...1,5 мл образца. Массу дозируемого объема определяют на весах как разность показаний весов до и после дозирования. На титрование образца должно уходить 30...70% от объема бюретки. Проводят не менее 7 измерений.

Случайную составляющую погрешности определяют по результатам измерений как относительное среднее квадратическое отклонение результатов единичного измерения, и рассчитывают по формуле:

$$CKO = \frac{1}{\bar{W}} \times \sqrt{\frac{\sum (W_i - \bar{W})^2}{(n-1)}} \times 100 \%,$$

где  $\bar{W} = \frac{\sum W_i}{n}$ , где  $n$  - число измерений.

Случайная составляющая погрешности не должна превышать 1,5 %.

### **6.3.6. Определение бромного числа 10%-ного раствора циклогексена в 1,1,1-трихлорэтано.**

Для титраторов серии 900 Titrandо мод. 901, 906, 907 при комплектации двойным платиновым электродом и в случае использования пользователем данного прибора для определения бромных чисел нефтепродуктов, используют метод определения бромного числа стандартного 10% раствора циклогексена в 1,1,1-трихлорэтано.

6.3.6.1 В качестве титранта используют раствор бромид-бромат калия (0,25 М в пересчете на  $Br_2$ ). Бромид калия ( $KBr$ ) и бромат калия ( $KBrO_3$ ) высушивают в сушильном шкафу при температуре  $105^\circ C$  в течении 30 мин. Для приготовления титранта берут 51,0 г бромида калия ( $KBr$ ) и 13,92 г бромата калия ( $KBrO_3$ ), и разбавляют до 1 л.

6.3.6.2 Определяют молярность приготовленного титранта титрованием 0,1 М раствором тиосульфата натрия ( $Na_2S_2O_3$ ). Растворяют 25 г тиосульфата натрия ( $Na_2S_2O_3 \times 5H_2O$ ) в воде и добавляют 0,01 г карбоната натрия ( $Na_2CO_3$ ) для стабилизации раствора. Разбав-

ляют до 1 литра и тщательно перемешивают. Устанавливают молярность раствора тиосульфата натрия с помощью любой общепринятой процедуры.

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

Поместите 50 мл ледяной уксусной кислоты и 1 мл концентрированной соляной кислоты в колбу вместимостью 500 мл для определения йодных чисел. Охладите раствор в ледяной бане в течение 10 минут и, постоянно помешивая, добавьте из 10 мл калиброванной бюретки  $5 \pm 0,01$  мл раствора бромид-бромата со скоростью 1...2 капли в секунду. После этого закройте колбу пробкой, взболтайте содержимое, поместите в ледяную баню и добавьте 5 мл раствора KI. Сильно встряхните колбу, добавьте 100 мл воды так, чтобы ополоснуть пробку и стенки колбы и быстро титруйте раствором тиосульфата натрия. Ближе к концу титрования добавьте 1 мл индикаторного раствора крахмала и продолжайте титровать до исчезновения синего цвета. Молярность раствора бромид-бромата рассчитывают по формуле:

$$M_1 = \frac{A \times M_2}{5 \times 2},$$

где  $M_1$  – молярность раствора бромид-бромата;

$A$  – количество миллилитров раствора  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ , пошедших на титрование раствора бромид-бромата;

$M_2$  – молярность раствора  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ;

5 – количество миллилитров раствора бромид-бромата;

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

6.3.6.4 Приготовление растворителя.

Готовят растворитель для титрования, смешав 714 мл ледяной уксусной кислоты, 134 мл 1,1,1-трихлорэтана, 134 мл метанола и 18 мл  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (1+5). Растворитель необходимо выдержать в течение 3-х дней.

6.3.6.5 Проводят холостой опыт для растворителя, используя 5 мл 1,1,1-трихлорэтана вместо порции раствора образца. На титрование должно пойти не более 0,1 мл раствора бромид-бромата. В том случае, если потребляется больше 0,1 мл, необходимо приготовить свежий раствор.

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

6.3.6.7 Запускают программу определения бромного числа. Взвешивание образца проводят с точностью 0,0002 г. Проводят серию измерений бромного числа 10%-го раствора циклогексена. Полученные значения бромного числа должны быть в интервале от 18 до 20.

## 7 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1 На титратор, прошедший поверку с положительным результатом, выдается свидетельство о поверке установленной формы.

7.2 При отрицательных результатах поверки выдается извещение о непригодности с указанием причин непригодности, а титратор не допускается к применению.

Начальник лаборатории поверки  
и испытаний оптико-физических  
и физико-химических СИ №448

В.В. Рыбин

Инженер по метрологии  
Лаб. №448 ФГУ «Ростест-Москва»

Ю.А.Иванова

**ПРИЛОЖЕНИЕ 1**

Вид титрования	Электроды (системы электродов)
1 Кислотно-основное в водных средах	- 6.02XX.XX0 - 6.0421.100 - 2-х электродная система: индикаторный электрод (6.0150.100) и электрод сравнения (6.07XX.XXX) - 3х электродная система: индикаторный электрод (6.0150.100), электрод сравнения (6.07XX.XXX), вспомогательный электрод (6.03XX.XX0)
2 Кислотно-основное титрование в неводных средах	- 6.02XX.XX0 - 2-х электродная система: индикаторный электрод (6.0150.100) и электрод сравнения (6.07XX.XXX) - 3х электродная система: индикаторный электрод (6.0150.100), электрод сравнения (6.07XX.XXX), вспомогательный электрод (6.03XX.XX0)
3 Аргентометрическое титрование в водных средах (осадительное титрование)	- 6.04XX.XX0 (S) - 2-х электродная система: индикаторный электрод (6.0150.100) и электрод сравнения (6.1241.040+6.1248.0X0)
4 Окислительно-восстановительное титрование	- 6.04XX.XX0 - 2-х электродная система: индикаторный электрод (6.0150.100) и электрод сравнения (6.1241.040+6.1248.0X0)
5 Титрование по методу Карла Фишера	- - 6.03XX.X00
6 Определение бромного числа	- 6.03XX.100

## ПРИЛОЖЕНИЕ 2

**Рекомендации по программированию методов для поверки титраторов потенциометрической серии 900 Titrando (мод. 901, 902, 904, 905, 906, 907).**

### **1. КИСЛОТНО-ОСНОВНОЕ ТИТРОВАНИЕ**

Формула для определения поправочного коэффициента для титрования:

$$RS1=K1 \times SIZE / (K2 \times EP1)$$

где: K1 – 10000;

SIZE – масса навески, г;

K2 – молекулярная масса бифталата калия (204,23);

EP1 – количество титранта, пошедшее на титрование, мл.

Формула для расчета содержания бифталата калия:

$$RS1= EP1 \times K1 \times K2 \times TF / K3$$

где: K1 – концентрация гидроокиси калия (0,1 н);

K2 – молекулярная масса бифталата калия (204,23);

K3 – 1000;

TF – поправочный коэффициент для титрования;

EP1 – количество титранта, пошедшее на титрование, мл.

### **2. АРГЕНТОМЕТРИЧЕСКОЕ ТИТРОВАНИЕ.**

Формула для определения поправочного коэффициента для титрования:

$$RS1=K1 \times SIZE / (K2 \times EP1)$$

где: K1 – 10000;

SIZE – масса навески, г;

K2 – молекулярная масса хлористого натрия (58,48);

EP1 – количество титранта, пошедшее на титрование, мл.

Формула для расчета содержания хлористого натрия:

$$RS1= EP1 \times K1 \times K2 \times TF / K3$$

где: K1 – концентрация нитрата серебра (0,1 н);

K2 – молекулярная масса хлористого натрия (58,48);

K3 – 1000;

TF – поправочный коэффициент для титрования;

EP1 – количество титранта, пошедшее на титрование, мл.

### **3. ОКИСЛИТЕЛЬНО-ВОССТАНОВИТЕЛЬНОЕ ТИТРОВАНИЕ.**

Формула для определения поправочного коэффициента для титрования:

$$RS1=K1 \times SIZE / (K2 \times EP1)$$

где: K1 – 60000;

SIZE – масса навески, г;

K2 – молекулярная масса бихромата калия (294,18);

EP1 – количество титранта, пошедшее на титрование, мл.

Формула для расчета содержания бихромата калия:

$$RS1= EP1 \times K1 \times K2 \times TF / K3$$

где: K1 – концентрация аммоний-железо (II) серноокислый (0,1 моль/л);

K2 – молекулярная масса бихромата калия (294,18);

K3 – 6000;

TF – поправочный коэффициент для титрования;

EP1 – количество титранта, пошедшее на титрование, мл.

#### **4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ БРОМНОГО ЧИСЛА**

Формула для расчета бромного числа:

$$RS1 = (EP1 - BL1) \times K1 \times K2 / SIZE$$

где: BL1 – количество титранта, пошедшее на титрование холостой пробы, мл;

K1 – молярность бромид-броматного раствора в пересчете на Br<sub>2</sub>;

K2 – 15,98;

SIZE – масса навески стандартного образца, г;

EP1 – количество титранта, пошедшее на титрование, мл.