

**ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СТАНДАРТОВ  
СОВЕТА МИНИСТРОВ СССР**

**СВЕРДЛОВСКИЙ ФИЛИАЛ  
ВСЕСОЮЗНОГО ОРДЕНА ТРУДОВОГО КРАСНОГО ЗНАМЕНИ  
НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКОГО ИНСТИТУТА МЕТРОЛОГИИ  
ИМ. Д. И. МЕНДЕЛЕЕВА  
(СФ ВНИИМ)**

## **МЕТОДИКА**

# **ПОВЕРКИ ЛАБОРАТОРНЫХ ТИТРАТОРОВ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ВОДЫ В ОРГАНИЧЕСКИХ РАСТВОРИТЕЛЯХ**

**МИ 13—74**

**МЕТОДИКА  
ПОВЕРКИ ЛАБОРАТОРНЫХ ТИТРАТОРОВ  
ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ВОДЫ  
В ОРГАНИЧЕСКИХ РАСТВОРИТЕЛЯХ  
МИ 13—74**

Настоящая методика устанавливает методы и средства поверки вновь изготовляемых, выпускаемых из ремонта и находящихся в обращении лабораторных титраторов для определения содержания воды в органических растворителях в пределах от 0,001 до 0,5%, основанных на применении метода К. Фишера.

**1. НАЗНАЧЕНИЕ И УСТРОЙСТВО**

1.1. Титратор «Влага» представляет собой полуавтоматический лабораторный прибор, предназначенный для определения 0,001—0,5% воды в органических растворителях (этаноле, метаноле, толуоле, бензоле, дихлорэтане и др.).

Действие прибора основано на методе объемного титрования пробы анализируемого раствора реактивом К. Фишера. Точка конца титрования определяется бипотенциометрическим методом с платиновыми поляризованными электродами. В конечной точке титрования имеет место быстрое изменение (скачок) разности потенциалов электродной пары. В момент достижения заранее заданного оператором значения потенциала электронная схема автоматически отключает подачу титрующего раствора, и титрование прекращается. Для повышения точности и исключения перетитрования титратор «Влага» имеет устройство для замедления подачи титрующего раствора вблизи конечной точки.

В комплект титратора входят блок определения эквивалентной точки БОЭТ, автоматическая бюретка и прибор для записи кривых титрования.

Основная относительная погрешность титратора не превышает  $\pm 10\%$ ; сходимость результатов наблюдений 3%.

1.2. Титратор ЛТВ-375 представляет собой полуавтоматический лабораторный прибор, предназначенный для определения 0,001—0,5% воды в органических растворителях (бензоле, петро-

лейном эфире, этаноле, метаноле, этилацетате и др). Действие прибора основано на использовании метода объемного титрования реактивом К. Фишера. Метод индикации точки конца титрования — амперометрический с помощью двух поляризованных платиновых электродов. При появлении в растворе свободного йода в цепи возникает ток, измеряющийся контактным микроамперметром. Подача титрующего раствора в ячейку автоматически прекращается после полного оттитровывания воды в анализируемом растворе.

В комплект титратора входят: блок индикации, автоматическая бюретка, магнитная мешалка, ячейка, основание с баком для слива оттитрованного раствора.

Основная относительная погрешность титратора не превышает  $\pm 10\%$ ; сходимость результатов наблюдений  $3\%$ .

## **2. ОПЕРАЦИИ, ПРОВОДИМЫЕ ПРИ ПОВЕРКЕ, И ПРИМЕНЯЕМЫЕ СРЕДСТВА**

2.1. При поверке лабораторных титраторов для определения содержания воды в органических растворителях с помощью реактива Фишера устанавливают: комплектность прибора, герметичность жидкостных линий и ячейки, соответствие показаний счетчика величине дозы, основную относительную погрешность прибора и сходимость результатов наблюдений.

2.2. При проверке необходимо иметь следующее оборудование и материалы:

весы лабораторные аналитические модели ВЛА-200-М (АДВ-200М)	— 1 шт.;
весы лабораторные микроаналитические модели ВЛМ-20г-М (ВМ-20М)	— 1 шт.;
шприц медицинский стеклянный на 20 мл по ТУ-С49—57	— 1 шт.;
шприц медицинский стеклянный на 1 мл (МРТУ-42-2095—62)	— 1 шт.;
микрошприц на 10 мкл по ТУ 5Е2 833.024	— 1 шт.;
полиэтиленовую бутылку на 250 мл	— 2 шт.;
резиновые колпачки	— 5 шт.;
бюксы стеклянные	— 5 шт.;
реактив Фишера по ТУ 6-09-1487—71;	
метиловый спирт (метанол)-яд по ГОСТ 6995—77, с содержанием воды не более 0,05%;	
этиловый спирт (этанол) по ГОСТ 5962—67, с содержанием воды не более 0,05%;	
воду дистиллированную по ГОСТ 6709—72;	
силикагель-индикатор по ГОСТ 8984—75;	
смазку Циатим-205 по ГОСТ 8551—74 или смазку вакуумную;	
стандартный раствор воды в спирте (приложения 1, 2).	

### 3. ПОВЕРКА

3.1. Титраторы, поступившие в поверку, не должны иметь следов коррозии и загрязнений, трещин и сквозных раковин в корпусе, повреждений стекла и шкалы, влаги и посторонних предметов внутри прибора.

3.2. Комплект титратора должен удовлетворять комплектности прибора, указанной в техническом описании на прибор.

Примечание. Допускается представлять в поверку титратор «Влага» без самопишущего прибора.

3.3. Шкала показывающего прибора должна быть градуирована в единицах, указанных в техническом описании на прибор.

Самопишущий прибор, подключаемый к титратору, должен иметь согласованные со шкалами показывающего прибора пределы измерения.

3.4. Прибор готовят к поверке в соответствии с техническим описанием и инструкцией по эксплуатации.

3.5. Температура воздуха в помещении, где проводится поверка, должна быть  $20 \pm 5^\circ\text{C}$ ; относительная влажность не более 80%; напряжение питания  $220\text{В} \pm 2\%$ , частота переменного тока  $50 \text{ Гц} \pm 2\%$ .

3.6. Поверку герметичности жидкостных линий прибора проводят следующим образом. Жидкостные линии прибора заполняют реактивом Фишера ( $T = 0,1 \cdot 10^{-3} - 0,5 \cdot 10^{-3} \text{ г/мл}$ ) и оставляют на 12—24 ч. Прибор считается герметичным, если по истечении этого времени не наблюдается появления течи в местах соединения шлангов.

3.7. Для проверки герметичности ячейки автоматическую бюретку заполняют реактивом Фишера с титром, равным примерно  $0,5 \cdot 10^{-3} \text{ г/мл}$ . В ячейку заливают 20 мл раствора метанола, содержащего около 0,001% воды. Раствор оттитровывают. Через 10 мин титрование повторяют. Количество влаги ( $a$ ), проникшей в ячейку в течение 10 мин, определяют по формуле

$$a = T \cdot (v_2 - v_1),$$

где  $T$  — титр реактива Фишера, г/мл;

$v_1$  — показание счетчика автоматической бюретки, мл;

$v_2$  — показание счетчика автоматической бюретки при повторном измерении, мл.

Количество воды, попадающей в титровальную ячейку из окружающего воздуха в течение 10 мин, не должно превышать 0,0001 г.

3.8. Соответствие показаний счетчика величине дозы проверяют сравнением показаний счетчика в миллилитрах с объемом дистиллированной воды, поданной автоматической бюреткой в сухой, чистый предварительно взвешенный бюкс. Объем дистиллированной воды определяют весовым методом с учетом температурной поправки на удельный объем воды. Проверку проводят в трех точках, соответствующих 20, 50 и 80% объема шприц-бюретки.

В каждом случае проводят не менее трех взвешиваний. Погрешность дозирования титрующего раствора не должна превышать величины, указанной в техническом описании на прибор.

3.9. Проверку основной относительной погрешности прибора проводят на растворах этилового спирта, содержащих примерно 0,5; 0,01 и 0,001% воды в ячейке. Для приготовления поверочных растворов требуемой концентрации в ячейку дозируют шприцем стандартный раствор этилового спирта, содержащий около 20% воды (приложения 1 и 2).

В качестве титрующего раствора используют реактив Фишера с титром  $2 \cdot 10^{-3}$ — $4 \cdot 10^{-3}$  г/мл;  $0,5 \cdot 10^{-3}$ — $1 \cdot 10^{-3}$  г/мл;  $0,1 \cdot 10^{-3}$ — $0,5 \cdot 10^{-3}$  г/мл соответственно (приложение 3).

Определение основной относительной погрешности прибора проводят при следующих условиях: температура окружающего воздуха  $20 \pm 5^\circ\text{C}$ ; относительная влажность окружающего воздуха не более 80%; напряжение питания  $220\text{В} \pm 2\%$ ; частота переменного тока  $50 \text{ Гц} \pm 2\%$ .

Концентрацию воды в ячейке (с) в процентах рассчитывают по формуле

$$c = \frac{b \cdot a}{d \cdot v},$$

где  $b$  — масса стандартного раствора, взятого для титрования, г;

$a$  — концентрация стандартного раствора воды в этиловом спирте, %;

$d$  — плотность метилового спирта при заданной температуре, г/см<sup>3</sup>;

$v$  — общий объем раствора в ячейке, мл.

Примечания:

1. В случае отсутствия этилового спирта допускается использование метилового спирта.

2. При работе необходимо иметь в виду токсичность и взрывоопасность метилового спирта и реактива Фишера.

3.10. Для проверки титраторов на диапазоне примерно 0,5% воды в ячейку, содержащую оттитрованный реактивом Фишера метиловый спирт, с помощью шприца на 1 мл вводят 0,2 мл стандартного раствора. Шприц заранее калибруют на этой отметке, для чего заполняют его стандартным раствором до отметки 0,2 мл и взвешивают до и после дозирования стандартного раствора с точностью до 0,0002 г. Массу стандартного раствора  $b$  вычисляют как среднее из пяти взвешиваний.

3.11. Для проверки титратора на диапазонах примерно 0,01 и 0,001% воды в ячейку, содержащую оттитрованный реактивом Фишера метиловый спирт, с помощью микрошприца на 10 мкл вводят стандартный раствор до отметок 10 и 5 соответственно. Микрошприц заранее калибруют на этих отметках, для чего заполняют микрошприц стандартным раствором до соответствующей отметки и взвешивают его до и после дозирования стандартного

раствора с точностью до 0,00002 г. Массу стандартного раствора  $b$  вычисляют как среднее из пяти взвешиваний.

*Пример расчета.*

Масса стандартного раствора  $b$  в объеме 10 мкл равна 0,00970 г.

Концентрация приготовленного стандартного раствора воды в спирте  $a = 16,26\%$ .

Плотность метилового спирта при температуре  $20^\circ\text{C} - 0,79 \text{ г/см}^3$ .

Общий объем раствора в ячейке 50 мл.

Концентрация воды  $c$  в ячейке равна

$$c = \frac{0,00970 \cdot 16,26}{0,79 \cdot 50} = 0,004\%.$$

3.12. За основную относительную погрешность титратора  $\delta$  принимают максимальную разность между расчетным количеством воды в определенном объеме шприца в г  $W_p$  и количеством воды, определенным с помощью поверяемого титратора в г  $W_{пр}$ , отнесенную к расчетному количеству воды.

Расчет ведут по следующим формулам:

$$W_p = \frac{g \cdot b}{A + g}, \quad (1)$$

где  $g$  — масса дистиллированной воды, взятой для приготовления стандартного раствора, г;

$b$  — масса стандартного раствора в определенном объеме шприца, г;

$A$  — масса обезвоженного спирта, взятого для приготовления стандартного раствора, г

$$W_{пр} = T \cdot v_2, \quad (2)$$

где  $T$  — титр реактива Фишера, г/мл;

$v_2$  — объем реактива Фишера, израсходованный на титрование введенного в ячейку стандартного раствора, мл

$$\delta = \frac{W_p - W_{пр}}{W_p} \cdot 100\%. \quad (3)$$

Количество параллельных определений не менее 10.

Основная относительная погрешность поверяемого титратора при определении 0,001—0,5% воды не должна превышать  $\pm 10\%$ .

3.13. Сходимость результатов наблюдений определяют путем статистической обработки данных, полученных при определении основной относительной погрешности титратора, и рассчитывают по формуле

$$S = \frac{\sqrt{\frac{\sum (v_i - \bar{v})^2}{n-1}}}{\bar{v}} \cdot 100\%,$$

где  $v_i$  — единичный результат наблюдений;

$\bar{v}$  — среднее арифметическое результатов наблюдений;

$n$  — число наблюдений.

Сходимость результатов наблюдений не должна превышать 3%.

#### 4. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

4.1. Все сведения о приборе заносят в протокол поверки, результаты поверки — в таблицы 1 и 2 (приложение 4). На основании результатов поверки делают вывод о соответствии приборов предъявляемым требованиям.

4.2. На приборы, удовлетворяющие требованиям настоящей методики, ставят клеймо и выдают свидетельство о поверке установленной формы.

4.3. Приборы, не удовлетворяющие требованиям настоящей методики, к применению не допускаются.

#### ПРИЛОЖЕНИЕ 1

##### МЕТОДИКА ОБЕЗВОЖИВАНИЯ ЭТИЛОВОГО СПИРТА

Для приготовления стандартного раствора воды в этиловом спирте необходимо иметь обезвоженный этиловый спирт. В зависимости от степени очистки выпускают этиловый ректификованный спирт различной квалификации с содержанием основного вещества (этилового спирта) по объему, в % не менее: «Экстра» — 96,5, высшей очистки — 96,2, 1-го сорта — 96,0.

Для обезвоживания этилового спирта применяют сернокислую медь, содержащую кристаллизационную воду в виде кристаллов голубого цвета. Сернокислую медь прокаливают при температуре 200—250°C до получения безводной соли желтого цвета. Зная содержание воды в этиловом спирте, можно рассчитать количество сернокислой меди необходимое для обезвоживания спирта.

*Пример.* Имеется 500 г 96%-ного этилового спирта. Считаем, что воды в нем содержится около 4%. Содержание воды в 500 г спирта равно  $\frac{4 \cdot 500}{100} = 20$  г

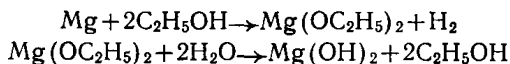
Рассчитаем, сколько грамм безводной сернокислой меди нужно взять для извлечения воды из спирта. Одна молекула сернокислой меди присоединяет две молекулы воды. Молекулярный вес безводной соли равен 159,61. Для связывания 20 г воды нужно взять  $1 \frac{59,61 \cdot 20}{36} = 88,7$  г безводной соли. Обычно берут некоторый избыток (~100 г).

После добавления к спирту сернокислой меди колбу несколько раз встряхивают и нагревают на водяной бане с обратным холодильником до тех пор, пока соль не примет светло-голубой цвет. Затем соль отделяют фильтрованием, спирт переливают в колбу и перегоняют два-три раза с чистой прокаленной окисью кальция. Приемник при этом должен быть плотно соединен с холодильником и снабжен хлоркальциевой трубкой с сухим хлористым кальцием. После этого в спирте остается около 0,5% воды.

Дальнейшее обезвоживание этилового спирта проводят следующим образом. В круглодонную колбу емкостью 1,5 л с обратным холодильником насыпают

5 г стружек магния, наливают 65—70 мл спирта, прибавляют 0,5 г йода (катализатор) и нагревают до тех пор, пока весь магний не превратится в этилат магния.

При этом происходят следующие реакции:



Когда процесс закончится, к раствору добавляют 800—900 мл обезвоженного спирта, кипятят 30 мин в колбе с обратным холодильником, затем спирт отгоняют. Первые порции спирта необходимо отбрасывать. Обезвоженный спирт переливают в высушенную посуду и плотно закрывают, тщательно охраняя от действия влаги воздуха.

Данная методика позволяет получить этиловый спирт с содержанием влаги не более 0,05 %.

Химическая промышленность выпускает метиловый спирт различной квалификации с содержанием влаги, в % не более: х.ч.—0,1; ч.д.а.—0,15; ч.—0,25. Безводный метиловый спирт получают обработкой его метилатом магния с последующей отгонкой. В круглодонную колбу вместимостью 1,5 л, снабженную обратным холодильником с хлоркальциевой трубкой, помещают 5 г измельченной магниевой стружки, 0,5 г йода и вливают через холодильник 200 мл метилового спирта. При этом происходит энергичное выделение водорода. Если водород выделяется слабо, прибавляют еще 0,5 г йода, а смесь слегка нагревают на водяной бане до превращения всего магния в метилат магния, выделяющийся на стенках колбы в виде белого осадка. Затем через холодильник приливают в колбу еще 600 мл метанола и кипятят смесь в течение 30 мин. Обезвоженный метиловый спирт перегоняют, используя елочный дефлегматор. В склянку, снабженную хлоркальциевой трубкой, собирают фракцию, кипящую в пределах 64—65,5°C (при давлении 760 мм рт. ст.). При перегонке принимают все меры предосторожности против попадания влаги воздуха в метиловый спирт.

Получаемый метиловый спирт содержит не более 0,05% воды.

## ПРИЛОЖЕНИЕ 2

### МЕТОДИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ СТАНДАРТНОГО РАСТВОРА ВОДЫ В ЭТИЛОВОМ СПИРТЕ

В качестве стандартного (исходного) раствора для приготовления поверочных растворов предлагается использовать раствор этилового спирта, содержащий около 20% воды. Для его приготовления 80—100 мл обезвоженного этилового спирта (приложение 1) вводят в сухую взвешенную полиэтиленовую бутылку и закрывают резиновым колпачком. С помощью поверяемого титратора определяют оставшуюся в этиловом спирте воду. Для этого медицинским шприцем на 1 мл отбирают из бутылки этиловый спирт и вводят его в ячейку для титрования. Пробу оттитровывают. Количество параллельных определений не менее 3. Объем реактива Фишера, израсходованный на титрование, учитывают при дальнейших расчетах. Пример. На титрование 1 мл исходного этилового спирта пошло 0,10 мл реактива Фишера с титром  $3,2 \cdot 10^{-3}$  г/мл. В объеме шприца на 1 мл в этиловом спирте содержится  $3,2 \cdot 10^{-3} \cdot 0,10 = 0,32 \cdot 10^{-3}$  г воды. Масса этилового спирта в объеме шприца равна 0,8900 г. Для приготовления стандартного раствора взято 80 г этилового спирта. В 80 г исходного эти-



лового спирта содержится  $\frac{0,32 \cdot 10^{-3} \cdot 80}{0,8900} = 0,0029$  г воды. При расчетах эту

массу воды необходимо прибавлять к массе воды  $g$ , внесенной в этиловый спирт при приготовлении стандартного раствора. Полиэтиленовую бутылку с обезвоженным этиловым спиртом взвешивают с точностью до 0,0002 г.

Для приготовления примерно 20% стандартного раствора в обезвоженный этиловый спирт с помощью шприца на 20 мл вводят навеску воды. Массу введенной воды  $g$  определяют по разности масс шприца до и после дозирования в ячейку воды с точностью до 0,0002 г. Приготовленный стандартный раствор тщательно перемешивают. Концентрацию полученного стандартного раствора с определяют по формуле

$$c = \frac{g}{A + g} \cdot 100\%.$$

### ПРИЛОЖЕНИЕ 3

#### МЕТОДИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ РЕАКТИВА К. ФИШЕРА И ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЕГО ТИТРА

##### Приготовление раствора реактива Фишера с титром

$$2 \cdot 10^{-3} - 5 \cdot 10^{-3} \text{ г/мл}$$

Реактив К. Фишера поступает в продажу в виде двух растворов (в отдельных склянках):

- 1—сернистый ангидрид в пиридине;
- 2—йод в метаноле.

Для получения реактива Фишера с титром  $2 \cdot 10^{-3} - 5 \cdot 10^{-3}$  г/мл смешивают эти растворы в соотношении 1:2,17. Готовый раствор выдерживают 24 ч в темной герметичной посуде.

##### Приготовление раствора реактива Фишера с титром

$$0,5 \cdot 10^{-3} - 1 \cdot 10^{-3} \text{ г/мл}$$

Для приготовления реактива Фишера с титром  $0,5 \cdot 10^{-3} - 1 \cdot 10^{-3}$  г/мл смешивают 160 мл раствора 2 с 75 мл раствора 1 и прибавляют 290 мл метанола, содержащего не более 0,08—0,1% воды. Раствор выдерживают 24 ч в темной герметичной посуде.

##### Приготовление раствора реактива Фишера с титром

$$0,1 \cdot 10^{-3} - 0,5 \cdot 10^{-3} \text{ г/мл}$$

Для приготовления разбавленного раствора реактива Фишера смешивают 80 мл раствора 2 с 38 мл раствора 1, тщательно перемешивают и добавляют 600 мл метанола, содержащего не более 0,08—0,1% воды. Раствор выдерживают 24 ч в темной герметичной посуде.

### Установка титра реактива Фишера

Для растворов реактива Фишера с титром от  $0,5 \cdot 10^{-3}$  до  $5,0 \cdot 10^{-3}$  г/мл используют навеску воды, которую с помощью микрошприца на 10 мкл вводят в ячейку, содержащую предварительно оттитрованный реактивом Фишера метиловый спирт.

Для растворов реактива Фишера с титром  $0,5 \cdot 10^{-3}$ — $1,0 \cdot 10^{-3}$  г/мл вводят 5 мкл воды; для растворов с титром  $1,0 \cdot 10^{-3}$ — $5,0 \cdot 10^{-3}$  г/мл—10 мкл воды. Внесенную влагу оттитровывают реактивом Фишера.

Титр реактива Фишера  $T$ —количество воды в граммах, соответствующее 1 мл реактива Фишера, вычисляют по формуле

$$T = \frac{g}{v},$$

где  $g$ —масса дистиллированной воды, отдозированная микрошприцем в ячейку, г;

$v$ —объем реактива Фишера, израсходованный на титрование, мл.

Микрошприц на 10 мкл калибруют по дистиллированной воде на отметках 10 и 5 мкл, взвешивая его до и после дозирования воды с точностью 0,00002 г. Массу дистиллированной воды вычисляют как среднее из пяти взвешиваний.

### Установка титра реактива Фишера по стандартному раствору воды в метиловом спирте

Для растворов реактива Фишера с титром  $0,1 \cdot 10^{-3}$ — $0,5 \cdot 10^{-3}$  г/мл используют навеску стандартного раствора метилового спирта, содержащего около 20% воды, которую вводят в ячейку, содержащую предварительно оттитрованный реактивом Фишера метиловый спирт.

Для растворов с титром  $0,1 \cdot 10^{-3}$ — $0,2 \cdot 10^{-3}$  г/мл шприцем на 10 мкл вводят в ячейку 5 мкл стандартного раствора воды в метиловом спирте; для растворов с титром  $0,2 \cdot 10^{-3}$ — $0,5 \cdot 10^{-3}$  г/мл—10 мкл стандартного раствора. Внесенный в ячейку стандартный раствор оттитровывают реактивом Фишера. Титр реактива Фишера  $T$  в г/мл вычисляют по формуле

$$T = \frac{g_1 \cdot \frac{c}{100}}{v_1},$$

где  $g_1$ —масса стандартного раствора воды в метиловом спирте, отдозированная микрошприцем в ячейку, г;

$c$ —концентрация стандартного раствора воды в метиловом спирте, %;

$v_1$ —объем реактива Фишера, израсходованный на титрование, мл.

Микрошприц на 10 мкл калибруют на стандартном растворе воды в метиловом спирте. Значение  $g_1$  вычисляют как среднее из пяти взвешиваний.

**Примечание.** Стандартный раствор воды в метиловом спирте готовят в соответствии с приложениями 1 и 2.

**ПРОТОКОЛ**  
**поверки титратора**

Заводской номер \_\_\_\_\_

Предприятие-изготовитель \_\_\_\_\_

Дата выпуска \_\_\_\_\_

Представлен \_\_\_\_\_

Измеряемый компонент \_\_\_\_\_

Пределы измерения \_\_\_\_\_

Допустимая основная погрешность \_\_\_\_\_

Жидкостные линии прибора \_\_\_\_\_  
(герметичны, не герметичны)

Ячейка \_\_\_\_\_  
(герметична, не герметична)

Температура окружающего воздуха \_\_\_\_\_

Показания счетчика соответствуют (не соответствуют) величине дозы титрующего раствора \_\_\_\_\_

Сходимость результатов наблюдений не превышает, % \_\_\_\_\_

Основная относительная погрешность прибора не превышает, % \_\_\_\_\_

Закключение по протоколу \_\_\_\_\_

\_\_\_\_\_

Дата

Подпись государственного поверителя

Таблица 1

**Проверка соответствия показаний счетчика величине дозы**

Масса, г			Доза, мл	Показания счетчика, мл	Погрешность	
пустого бюкса	бюкса с дозой	дозы			абсолют- ная, мл	относи- тельная %

Таблица 2

## Проверка основной относительной погрешности титратора

Масса воды по расчету ( $W_p$ ), г	Объем реактива Фишера, израсходованный на титрование ( $V_2$ ), мл	Масса воды, определенная с помощью прибора ( $W_{пр}$ ), г	Погрешность		Примечание
			абсолютная ( $W_p, W_{пр}$ ), г	относительная ( $\delta$ ), %	

Таблица 3

## Проверка сходимости результатов наблюдений

Единичный результат наблюдений ( $v_i$ ), мл	Отклонение единичного результата наблюдений от среднего значения ( $v_i - \bar{v}$ ), мл	Квадрат отклонения единичного результата наблюдений от среднего значения ( $(v_i - \bar{v})^2$ )	Сходимость результатов наблюдений ( $S$ ), %	Примечание

## МЕТОДИКА

поверки лабораторных титраторов для определения содержания воды  
в органических растворителях  
МИ 13—74

Редактор С. Г. Вилькина  
Технический редактор В. Ю. Смирнова  
Корректор В. М. Смирнова

Сдано в наб. 22.11.77 Подп. в печ. 16.03.78 Формат 60×90<sup>1</sup>/<sub>16</sub> Бумага типографская № 2  
Гарнитура литературная. Печать высокая. 0,75 усл. печ. л. 0,74 уч.-изд. л.  
Тир. 2000 Зак. 1461 Цена 5 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов. Москва, Д-557, Новопресненский пер., 3  
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6.