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

Москва ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ 1978

gost.e-ecolog.ru

УДК 543.24.08 : 543. 712.3 + 389

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 перетитровывания 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 ±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-

© Издательство стандартов, 1978

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 растворителе.

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

Основная относительная погрешность титратора не превышает ±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 бутыль 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±5°С; относительная влажность не более 80%; напряжение питания 220В±2%, частота переменного тока 50 Гц ±2%.

3.6. Поверку герметичности жидкостных линий прибора проводят следующим образом. Жидкостные линии прибора заполняют реактивом Фишера ($T=0{,}1\cdot10^{-3}$—$0{,}5\cdot10^{-3}$ 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 $0{,}5\cdot10^{-3}$ 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±5°С; относительная влажность окружающего воздуха не более 80%; напряжение питания 220В±2%; частота переменного тока 50 Гц±2%.

Концентрацию воды в ячейке (c) 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^3;

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 поверки титраторов на диапазоне примерно 0,5% воды в ячейку, содержащую оттитрованный реактивом Фишер 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 поверки 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°С—0,79 г/см³.

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 δ принимают максимальную разность между расчетным количеством воды в определенном объеме шприца в г $W_р$ и количеством воды, определенным с помощью поверяемого титратора в г $W_{пр}$, отнесенную к расчетному количеству воды.

Расчет ведут по следующим формулам:

$$W_р = \frac{g \cdot b}{A+g}, \qquad (1)$$

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

$$W_{пр} = T \cdot v_2, \qquad (2)$$

где T — титр реактива Фишера, г/мл;

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

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

Количество параллельных определений не менее 10.

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

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

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

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°С 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 $\frac{159,61 \cdot 20}{36} = 88,7$ 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:

$$Mg + 2C_2H_5OH \rightarrow Mg(OC_2H_5)_2 + H_2$$
$$Mg(OC_2H_5)_2 + 2H_2O \rightarrow Mg(OH)_2 + 2C_2H_5OH$$

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°С (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 бутыль и закрывают резиновым колпачком. С помощью поверяемого титратора определяют оставшуюся в этиловом спирте воду. Для этого медицинским шприцем на 1 мл отбирают из бутыли 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 бутыль 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 c 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

$2 \cdot 10^{-3}$—$5 \cdot 10^{-3}$ 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

$0{,}5 \cdot 10^{-3}$—$1 \cdot 10^{-3}$ 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

$0{,}1 \cdot 10^{-3}$—$0{,}5 \cdot 10^{-3}$ 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.

ПРИЛОЖЕНИЕ 4

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, % _____

Заключение 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			абсолютная, мл	относительная %

Таблица 2

Проверка основной относительной погрешности титратора

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

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 60×90¹/₁₆ 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.

gost.e-ecolog.ru