

ОКП 42 1540

УТВЕРЖДАЮ

Директор ООО ТД "Цвет"

С.Б. Никитин  
" 04 " февраля 2011г.

**АНАЛИЗАТОР  
ТИТРОМЕТРИЧЕСКИЙ ЛАБОРАТОРНЫЙ  
АТЛ 111 / 11-01 модель 111**

Руководство по эксплуатации

5Е1.550.211 РЭ



СОГЛАСОВАНО:

И.о.начальника КТО

Л.В. Савинова  
" 4 " февраля 2011 г.

И.о.начальника ОХ

И.В. Семченко  
" 4 " февраля 2011 г.

Начальник сектора

С.С. Головина  
" 4 " февраля 2011 г.

Инженер-программист

Н.Н. Рослова  
" 4 " февраля 2011 г.

Нормоконтроль

Н.И. Белова  
" 04 " февраля 2011 г.

Ответств. за метрологическое оборудование Л.В. Савинова

## СОДЕРЖАНИЕ

1	Описание и работа титратора	4
1.1	Назначение и принцип действия	4
1.2	Технические характеристики	5
1.3	Состав изделия	5
1.4	Устройство и работа титратора	6
1.5	Описание и работа составных частей	6
1.5.1	Блок анализа БА-77	6
1.5.2	Работа с пультом и дисплеем	11
1.5.3	Возможности работы титратора	16
1.5.4	Ячейка потенциометрическая	21
1.5.5	Дозирующий модуль ДМ-184	23
2	Использование по назначению	24
2.1	Подготовка титратора к использованию	24
2.1.1	Порядок подготовки рабочего места	24
2.1.2	Порядок подготовки титратора к использованию	24
2.1.2.1	Установка ДУ на БА-77	24
2.1.2.2	Сборка и установка крышки ячейки	25
2.1.2.3	Соединение жидкостных линий и заполнение их титрантом	25
2.1.2.4	Включение титратора и задание параметров титрования	26
2.1.2.5	Калибровка электродной пары	26
2.1.3	Меры безопасности при использовании титратора	26
3	Техническое обслуживание	28
4	Хранение, транспортирование и утилизация	29
5	Вероятные неисправности и методы их устранения	30
	Приложение А – Схема электрогидравлическая	31
	Приложение Б – Комплект инструмента и принадлежностей 5E4.078.408	32
	Приложение В – Комплект запасных частей 5E4.070.446	33
	Приложение Г – Комплект монтажных частей 5E4.075.285-01	33
	Приложение Е – Методика поверки	34

### С.3 5E1.550.211 РЭ

Настоящее руководство по эксплуатации представляет Вам новый анализатор титрометрический, далее – титратор, для титрования по методу нейтрализации, окисления – восстановления, осаждения, комплексообразования, двойного и обратного титрования, а также ионо-селективного титрования.

Титратор выпускается в двух моделях:

- модель 11-01 – бипотенциометрическое титрование по методу К.Фишера с использованием герметичной ячейки;
- модель 111 – потенциометрическое титрование методом нейтрализации, окисления - восстановления, осаждения, комплексообразования, обратное и двойное титрование.

Титратор имеет современный дизайн, прост и удобен в работе. Титратор точен и быстродейственен. Позволяет автоматически определять концентрацию титранта, а также производить расчет концентрации определяемого компонента в исследуемом образце в различных единицах измерения, контролировать результаты анализа, анализировать жидкие и газообразные образцы.

Руководство по эксплуатации (РЭ) дает Вам возможность оптимально выбрать параметры титрования, ознакомит с конструкцией и особенностями эксплуатации узлов титратора, а также даст рекомендации о замене некоторых из них, вызванной использованием различных методик. В настоящем руководстве по эксплуатации приводятся сведения по монтажу, наладке, использованию, техническому обслуживанию и хранению.

При трудностях в эксплуатации обращайтесь за помощью к предприятию-изготовителю – ООО "Цвет" по адресу:

Россия, 606000 г. Дзержинск Нижегородской обл, ООО "Цвет".

В связи с тем, что конструкция и технология изготовления титратора постоянно совершенствуются, в конструкции титратора могут встретиться незначительные отклонения от настоящего РЭ, не влияющие на технические характеристики.

5825  
15.02.14  
5284

## 1 ОПИСАНИЕ И РАБОТА ТИТРАТОРА

### 1.1 Назначение и принцип действия титратора

1.1.1.1 Анализатор титрометрический лабораторный АТЛ 111/11-01 модель 111 (далее - титратор) предназначен для определения концентраций компонентов в растворах методами объемного потенциометрического и бипотенциометрического титрования.

1.1.1.2 Потенциометрический метод анализа основан на измерении величины потенциала между измерительным (индикаторным) и сравнительным (вспомогательным) электродами в зависимости от физических и физико-химических процессов. Величина потенциала зависит от природы электрода, от концентрации и природы раствора, в который погружены электроды, от характера химических реакций, от температуры и др. факторов.

Для метода нейтрализации в качестве индикаторного электрода применяется стеклянный электрод, для метода окисления – восстановления - платиновый, палладиевый или золотой, для методов осаждения и комплексообразования – серебряный электрод. В качестве сравнительного электрода применяется хлорсеребряный электрод. Титратор позволяет работать с комбинированными и ион-селективными электродами, а также проводить двойное и обратное титрование.

Чтобы реакция шла равномерно титровальный раствор необходимо тщательно перемешивать. Когда на поверхности раствора появляется небольшая воронка, не задевающая рабочей части электродов, - достигнута оптимальная скорость перемешивания.

1.1.1.3 По защищенности от воздействия окружающей среды титратор относится к обыкновенному исполнению: по устойчивости к воздействию температуры и влажности окружающего воздуха – к группе В1, а по стойкости к механическим воздействиям – к виброустойчивому исполнению L3 изделий ГСП по ГОСТ 12997-84.

По электрозащищенности блоки титратора относятся к классу 01 по ГОСТ 26104-89. Эксплуатация титратора должна осуществляться в лабораторных помещениях при температуре окружающего воздуха от 283 до 308 К (от 10 до 35 °С), относительной влажности не более 80 %.

Содержание агрессивных веществ в воздухе помещения не должно превышать санитарных норм.

1.1.1.4 Электрическое питание титратора осуществляется от сети переменного тока напряжением ( $220_{-33}^{+22}$ ) В, частотой (50±1) Гц.

Потребляемая мощность не более 70 ВА.

1.1.5 Титратор является индивидуально-градуированной измерительной системой, по оснащению и назначению относится к научно-исследовательским приборам.

Выходным сигналом титратора является концентрация.

## С.5 5Е1.550.211 РЭ

### 1.2 Технические характеристики

1.2.1 Диапазон определяемых концентраций от  $10^{-3}$  до 100 %.

1.2.2 Предел допускаемого значения относительной погрешности изменения выходного сигнала -  $\pm 1$  %

1.2.3 Предел допускаемого значения относительного среднего квадратического отклонения (СКО) выходного сигнала - 1 %.

1.2.4 Время выхода титратора на режим 10 минут.

1.2.5 Предел допускаемого значения изменения выходного сигнала за цикл измерения 8 часов -  $\pm 10$  %.

1.2.6 Средний срок службы титратора до предельного состояния – не менее 8 лет.

Средний срок сохраняемости до ввода в эксплуатацию – 1 год.

1.2.7 Гидравлическая система титратора должна сохранять герметичность при давлении до 0,02 МПа (0,2 кгс/см<sup>2</sup>).

### 1.3 Состав изделия

1.3.1 Конструктивно титратор состоит из отдельных блоков. В комплект входят:

- блок анализа БА-77 со встроенной платой управления (контроллером), осуществляющей управление титрованием, мешалкой и автоматическим краном-дозатором титранта, а также связь с персональным компьютером (ПК) через шину RS 232;

- дозирующий модуль ДМ-184 с бюреткой объемом 10 см<sup>3</sup>.

Управление режимами работы и обработка выходной информации осуществляется на нижнем уровне ПО, параметры которых передаются на верхний уровень ПО, где производится обработка результатов в соответствии с реализуемой методикой. Печатающее устройство (принтер) подключенное к ПК по окончании анализа выдает отчет, содержащий сведения о параметрах титрования и концентрации определяемого компонента в образце.

1.3.2 Один из возможных вариантов комплектности поставки титратора АТЛ 111/11-01 модель 111 приведены в таблице 1.

5205

Таблица 1 – Комплектность поставки титратора

Наименование и обозначение блока, узла, технической документации	Кол.	Примечание
1 Блок анализа БА-77 5E2.390.177	1	Поставляется по соглашению с потребителем
2 Дополнительное устройство: -дозировочный модуль ДМ-184 5E2.833.184	1	
3 Комплект инструмента и принадлежностей 5E4.078.408	1	Поставляется в случае поставки ДМ-184
4 Комплект запасных частей 5E4.070.446	1	
5 Комплект запасных частей 5E4.070.445	1	
6 Комплект монтажных частей 5E4.075.285-01	1	
7 Паспорт на электрод ЭСЛ-43-07	1	
8 Паспорт на электрод ЭВЛ-1МЗ	1	По согласованию с потребителем не поставляется
9 Паспорт АТЛ 111/11-01	1	
10 Руководство по эксплуатации 5E1.550.211 РЭ	1	
11 Персональный компьютер IBM PC с процессором Pentium III и выше (при работе в операционной системе Windows) и принтер	1	
12 Программа сбора и обработки данных ПО АТЛ	1	

Транспортные характеристики приведены в таблице 3 (раздел 4).

#### 1.4 Устройство и работа титратора

##### 1.4.1 Титратор состоит из следующих функциональных систем:

- системы управления, выполняющей функции подачи титранта, измерения сигнала электродов, перемешивания титровального раствора, автоматического заполнения бюретки по окончании анализа;

- аналитической системы выполняющей функции окончания титрования;

- системы обработки информации, осуществляющей расчет концентрации титранта, концентрации определяемого компонента в образце в %, н, г/л, мг/л, М в режиме 1, в %, мг, мг/л, ppm в режимах 2 и 3, определение объема титранта, пошедшего на титрование, обработку результатов титрования образцов, регистрацию результатов титрования.


#### 1.5 Описание и работа составных частей

##### 1.5.1 Блок анализа БА-77

Блок анализа предназначен для задания параметров титрования, паузы, определяющей конец титрования, массы образца, конечной точки титрования, измерения сигнала электродной пары, управления дозированием и набором титранта, управления мешалкой, подачи избытка титранта или реагента, определения концентрации титранта, расчета концентрации определяемого компонента в образце, определения объема титранта, пошедшего на титрование, вывода результатов титрования на жидкокристаллический дисплей и печатающее устройство подключенное к ПК.

## С.7 5Е1.550.211 РЭ

На передней панели блока расположен жидко-кристаллический дисплей (ЖК дисплей), клавиша «СЕТЬ» и светодиод «БЮРЕТКА».

На задней панели блока расположены разъемы: «ЭЛЕКТРОД ИЗМЕРИТЕЛЬНЫЙ», «ЭЛЕКТРОД СРАВНИТЕЛЬНЫЙ», электрод платиновый «Pt», датчик температуры «Т», мешалка «М», «КЛАВИАТУРА», «НАСОС», USB порт, предохранители, сетевой кабель, клемма «».

Внутри блока расположена плата контроллера, привод плунжера бюретки, привод крана-дозатора, кулер с постоянными магнитами.

На верхней панели блока расположена ячейка для титрования, ДУ и кран-дозатор.

1.5.1.1 Дозирующее устройство предназначено для подачи титранта в ячейку.

Дозирующее устройство (ДУ) состоит из калиброванной стеклянной бюретки на 10 см<sup>3</sup> с плунжером.

Электропривод плунжера бюретки состоит из шагового двигателя, редуктора, пары «ходовой винт – ходовая гайка» и зацепа плунжера.

Электропривод крана-дозатора состоит из двигателя постоянного тока со встроенным редуктором. Он предназначен для переключения крана-дозатора из положения набор (НБ) в положение дозирование (ДЗ) или титрование (ТТ).

Управление электроприводами осуществляется с платы контроллера.

Работают ДУ и кран-дозатор следующим образом: когда кран находится в положении набор (НБ), соединена линия склянка «ТИТРАНТ» - бюретка ДУ. Плунжер, двигаясь вниз, заполняет бюретку титрантом. Когда кран находится в положении дозирование (ДЗ), соединена линия бюретка ДУ – ячейка для титрования. Плунжер, двигаясь вверх, вытесняет титрант из бюретки в ячейку для титрования.

Объем сдозированного титранта определяется произведением диаметра калиброванной стеклянной бюретки на линейное перемещение плунжера.

1.5.1.2 ЖК-дисплей предназначен для отображения информации и задания параметров титрования. Он представляет собой 8-строчный 20-символьный жидко-кристаллический дисплей со встроенным микроконтроллером.

1.5.1.3 Организация вывода информации постраничная. После включения питания на первой странице высвечивается «РЕЖИМ 1». После выхода прибора на режим задайте параметры в соответствии с таблицей 2.

Выберите нужный Вам режим в соответствии с таблицей 2.

Таблица 2 – Задание параметров титрования

РЕЖИМ 1 МЕТОД 1÷5 Кривая титрования В рН и в мВ (↓↑н)	РЕЖИМ 1 МЕТОД 6 Калибровка электродной пары по буф. р-рам (↓↑н)	РЕЖИМ 2 МЕТОД 1÷5 Титрование до кон. точки в рН (↓) или (↑) задать
РЕЖИМ : 1 МЕТОД : 1(%), 2(н), 3 (г/л), 4(мг/л), 5(М) Е, рН : Е, мВ : Мпр, г : Vпр, см <sup>3</sup> : Ст : Vтек, см <sup>3</sup> :	РЕЖИМ : 1 МЕТОД : 6 Е, рН : Е, мВ : БУФ.1, рН : БУФ.2, рН :	РЕЖИМ : 2 МЕТОД : 1(%), 2(н), 3 (г/л), 4(мг/л), 5(М) Е, рН : Ст : Мпр, г : Екон, рН : ПАУЗА, с : Vтек, см <sup>3</sup> :
ПРОБА № : Ект, мВ : Е кт, рН : Vкт, см <sup>3</sup> : f <sub>корр</sub> : C <sub>ср</sub> : δ, % :		ПРОБА № : V <sub>кт</sub> , см <sup>3</sup> : f <sub>корр</sub> : V <sub>пр</sub> , см <sup>3</sup> : d, г/см <sup>3</sup> : C <sub>ср</sub> : δ, % :
V1, см <sup>3</sup> : Vн, см <sup>3</sup> : Vк, см <sup>3</sup> : V <sub>max</sub> , см <sup>3</sup> : dV <sub>max</sub> , см <sup>3</sup> : dV <sub>min</sub> , см <sup>3</sup> : dE(n), мВ : 0,5		dE(n), рН : 0,5 dV <sub>max</sub> , см <sup>3</sup> : dV <sub>min</sub> , см <sup>3</sup> : ДОТТ 1, рН : ДОТТ 2, рН :
Eu, мВ : 0 Eu, рН : 7,0 S <sub>20</sub> мВ/рН : -58.26 Tпр, °C : 20	Eu, мВ : 0 Eu, рН : 7,0 S <sub>20</sub> мВ/рН : -58.26 Tпр, °C : 20	Eu, мВ : 0 Eu, рН : 7,0 S <sub>20</sub> мВ/рН : -58.26 Tпр, °C : 20
УПРАВЛЕНИЕ МЕШАЛКА : МЕХ СКОРОСТЬ : 11 ВКЛ / ВЫКЛ : ВКЛ ТОК ПОЛ, мкА : 0 СЛИВ : ВЫКЛ РЕАГЕНТ : ВЫКЛ ЭЛЕКТРОД : ИЗМ	УПРАВЛЕНИЕ МЕШАЛКА : МЕХ СКОРОСТЬ : 11 ВКЛ / ВЫКЛ : ВКЛ ТОК ПОЛ, мкА : 0 СЛИВ : ВЫКЛ РЕАГЕНТ : ВЫКЛ ЭЛЕКТРОД : ИЗМ	УПРАВЛЕНИЕ МЕШАЛКА : МЕХ СКОРОСТЬ : 11 ВКЛ / ВЫКЛ : ВКЛ ТОК ПОЛ, мкА : 0 СЛИВ : ВЫКЛ РЕАГЕНТ : ВЫКЛ ЭЛЕКТРОД : ИЗМ



**С.9 5Е1.550.211 РЭ**

Продолжение таблицы 2

<p>РЕЖИМ 3 МЕТОД 1 Определение титра реактива К.Фишера в мВ (↓) или (↑) задать</p>	<p>РЕЖИМ 3 МЕТОД 2÷5 Титрование до конечной точки в мВ, (↓↑) задать</p>	<p>РЕЖИМ 3 МЕТОД 6 Режим заполнения или замены бюретки</p>
<p>РЕЖИМ : 3 МЕТОД : 1↓  Е, мВ : Мпр, г : Vпр, см<sup>3</sup> : ПАУЗА, с : 20 Екон, мВ : 120 Vтек, см<sup>3</sup> :</p>	<p>РЕЖИМ : 3 МЕТОД : 2(%), 3 (мг), 4(мг/л), 5(ppM) (↓↑) Е, мВ : Мпр, г : Vпр, см<sup>3</sup> : ПАУЗА, с : Екон, мВ : Vтек, см<sup>3</sup> :</p>	<p>РЕЖИМ : 3 МЕТОД : 6(↓↑) ДОЗА : Vтек, см<sup>3</sup> :</p>
<p>ПРОБА № : Ттитр, мг/см<sup>3</sup> : Vкт, см<sup>3</sup> : d, г/см<sup>3</sup> : с : δ, % :</p>	<p>ПРОБА № : Ст : Vкт, см<sup>3</sup> : d, г/см<sup>3</sup> : с : δ, % :</p>	
<p>dE(n), мВ : 0,5 dVmax, см<sup>3</sup> : dVmin, см<sup>3</sup> : ДОТТ 1, мВ : 0 ДОТТ 2, мВ : 0</p>	<p>dE(n), мВ : 0,5 dVmin, см<sup>3</sup> : dVmax, см<sup>3</sup> : ДОТТ 1, мВ : ДОТТ 2, мВ :</p>	
<p>УПРАВЛЕНИЕ МЕШАЛКА : МАГН СКОРОСТЬ : 11 ВКЛ / ВЫКЛ : ВКЛ ТОК ПОЛ, мкА : 20 СЛИВ ВКЛ / ВЫКЛ : РЕАГЕНТ ВКЛ / ВЫКЛ : ЭЛЕКТРОД : Pt</p>	<p>УПРАВЛЕНИЕ МЕШАЛКА : МАГН СКОРОСТЬ : 11 ВКЛ / ВЫКЛ : ВКЛ ТОК ПОЛ, мкА : от задачи СЛИВ ВКЛ / ВЫКЛ : РЕАГЕНТ ВКЛ / ВЫКЛ : ЭЛЕКТРОД : Pt / ИЗМ</p>	

Продолжение таблицы 2

РЕЖИМ 4 Работа с ион-селективными электродами	РЕЖИМ 5 МЕТОД 1 Двойное и обратное титро- вание до кон. точки (↓), (↑)	РЕЖИМ 5 МЕТОД 2 Двойное и обратное тит- рование всей кривой
РЕЖИМ : 4  Е, рН : Е, мВ : Е = lg с : С 1ст : С 2ст : Тпр, °С : 20	РЕЖИМ : 5 МЕТОД : 1  Е, рН : Е, мВ : Мпр, г : ПАУЗА, с : Екон : Vтек титр :	РЕЖИМ : 5 МЕТОД : 2  Е, рН : Е, мВ : Мпр, г : Ститр : t реакции, с : Vтек, см <sup>3</sup> :
Расчет концентраций Е, рН : Е, мВ : Спр :	ПРОБА № : Vкт, см <sup>3</sup> : Ститр : Vтек реаг, см <sup>3</sup> : fкорр : t реакции, с : Vреаг, см <sup>3</sup> : Среаг :	ПРОБА № : Vкт, см <sup>3</sup> : fкорр : Vреаг, см <sup>3</sup> : Среаг : Vтек реаг, см <sup>3</sup> :
	dE(n), мВ : 0,5 dVmin, см <sup>3</sup> : dVmax, см <sup>3</sup> : ДОТТ 1 : ДОТТ 2 :	dE(n), : 0,5 V1, см <sup>3</sup> : Vн, см <sup>3</sup> : Vк, см <sup>3</sup> : Vmax, см <sup>3</sup> : dVmax, см <sup>3</sup> : dVmin, см <sup>3</sup> :
	Eu, мВ : 0 Eu, рН : 7,0 S <sub>20</sub> мВ/рН : -58.26 Тпр, °С : 20	Eu, мВ : 0 Eu, рН : 7,0 S <sub>20</sub> мВ/рН : -58.26 Тпр, °С : 20
УПРАВЛЕНИЕ МЕШАЛКА : МАГН / МЕХ СКОРОСТЬ : ВКЛ / ВЫКЛ : ВКЛ ТОК ПОЛ, мкА : 0 СЛИВ : ВЫКЛ РЕАГЕНТ : ВЫКЛ ЭЛЕКТРОД : ИЗМ	УПРАВЛЕНИЕ МЕШАЛКА : МАГН / МЕХ СКОРОСТЬ : ВКЛ / ВЫКЛ : ВКЛ ТОК ПОЛ, мкА : 0 СЛИВ : ВЫКЛ РЕАГЕНТ : ВЫКЛ ЭЛЕКТРОД : ИЗМ	УПРАВЛЕНИЕ МЕШАЛКА : МАГН / МЕХ СКОРОСТЬ : ВКЛ / ВЫКЛ : ВКЛ ТОК ПОЛ, мкА : 0 СЛИВ : ВЫКЛ РЕАГЕНТ : ВЫКЛ ЭЛЕКТРОД : ИЗМ

## С.11 5E1.550.211 РЭ

Режим 1 – режим снятия всей кривой титрования с определением точки эквивалентности.

Режим 2 – режим титрования до заданной точки эквивалентности, при котором сигнал измеряется в рН.

Режим 3 – режим титрования до заданной точки эквивалентности, при котором сигнал измеряется в мВ.

Режим 4 – режим работы с ион-селективными электродами.

Режим 5 – режим обратного или двойного титрования. Он разбит на 2 метода:

Метод 1 – метод титрования до заданной конечной точки;

Метод 2 – метод снятия всей кривой титрования.

Режимы 1 и 2 разбиты на методы (№):

Метод 1 (%) – концентрация вещества в анализируемом образце в %;

Метод 2 (н) – концентрация вещества в анализируемом образце в нормальностях;

Метод 3 (г/л) – концентрация вещества в анализируемом образце в г/л;

Метод 4 (мг/л) – концентрация вещества в анализируемом образце в мг/л;

Метод 5(М) – концентрация вещества в анализируемом образце в молярностях;

Метод 6 – калибровка электродной пары по буферным растворам;

Режим 3 разбит на следующие методы:

Метод 1 (ТИТР) – определение титра в мг/мл;

Метод 2 (%) – определение концентрации вещества в анализируемом образце в %;

Метод 3 (мг) – в мг;

Метод 4 (мг/л) – в мг/л;

Метод 5 (ppm) – в ppm;

Метод 6 – метод заполнения или замены ДУ.

### 1.5.2 Работа с пультом и дисплеем

#### 1.5.2.1 Применяемая клавиатура имеет два регистра.

Клавиши «F1», «↑», «F2», «←», «F3», «→», «F4», «↓», «F5», «=», «clear» - это клавиши верхнего регистра (BP).

Клавиши «0», «1», «2», «3», «4», «5», «6», «7», «8», «9», «enter» - это клавиши нижнего регистра (HP).

Индикация регистра находится в правом верхнем углу ЖК-дисплея. Регистр переключается клавишей «shift».

Назначение клавиш пульта следующее:

«F1» - ТТ или ДЗ включение (второе нажатие – выключение) операции подачи титранта (титрование) или слива титранта из бюретки;

«↑» - перемещение страниц вверх (предыдущие);

«F2» - контроль параметра (в режимах 2 и 3 не действует). Клавиша используется при контроле параметра во время калибровки электродной пары;

«←» - уменьшение скорости вращения мешалки;

«→» - изменение параметров в строках страницы «УПРАВЛЕНИЕ»:

- увеличение скорости вращения мешалки;
- дискретное увеличение (уменьшение) тока поляризации 5, 10, 20 50 мкА;
- вкл / выкл мешалки;
- выбор платинового «Pt» или «измерительного» электрода;
- вкл / выкл слива титровального раствора из ячейки в склянку «СЛИВ»;
- вкл / выкл подачи реагента в ячейку;

«F3» - десятичная точка;

«F4» - знак минус ( - );

«↓» - перемещение страниц вниз (последующие);

«F5» - (НБ) включение (второе нажатие – выключение) операции набора титранта в бюретку;

«=» - клавиша коррекции параметра;

«clear» - стирание результата титрования на странице «ПРОБА №»;

0...9 – цифры;

«enter» - ввод параметра и перемещение маркера по строкам страницы.

Индикация НБ, ТТ, ДЗ находится в правом верхнем углу ЖК-дисплея.

Примеры задания параметров описаны ниже.

Задание РЕЖИМА 1. Маркер установите в строку «РЕЖИМ» клавишей «enter», далее последовательно нажмите клавиши «=», «shift», «1», «enter». Получим: режим 1.

В режиме 1 направление кривой значения не имеет.

### С.13 5Е1.550.211 РЭ

Задание МЕТОДА 1↑. Маркер установите в строку «МЕТОД» клавишей «enter», далее – «=», «1», «shift», «enter». Получим: метод 1↑.

Направление кривой ↓ задается клавишей «2» после ввода номера метода.

Направление кривой ↑ устанавливается автоматически при задании номера метода.

Задание МАССЫ (мг). Маркер установите в строку «МАССА» клавишей «enter», далее последовательно нажмите клавиши: «=», «shift», числовое значение массы, «enter». Если значение массы число не целое, то оно задается так, например, 111,33: маркер установите в строку «МАССА» клавишей «enter», далее последовательно нажмите клавиши: «=», «shift», «1», «1», «1», «shift», «F3», «shift», «3», «3», «enter». Получим: МАССА, мг : 111,33.

Все остальные параметры, кроме страницы «УПРАВЛЕНИЕ», задаются аналогично и имеют следующие значения:

РЕЖИМ 3 – титрование до заданной конечной точки в мВ;

МЕТОД 1↓ - метод определения титра реактива К.Фишера;

МЕТОДЫ 2↓ (%), 3↓ (мг), 4↓ (мг/л), 5↓ (ppm) – определение воды в анализируемом образце в различных единицах измерения;

МЕТОД 6 (независимо от направления кривой) – метод заполнения или замены бюретки; при работе в этом методе необходимо задать значение ДОЗЫ, для чего маркер установите в строку «ДОЗА» клавишей «enter», нажмите клавишу «shift», наберите числовое значение дозы, нажмите клавишу «enter»;

Е, мВ – индикация сигнала электрода;

Мпр, мг – масса воды в методе 1 или анализируемого образца в методах 2÷5;

Впр, см<sup>3</sup> – объем введенной воды в методе 1 или анализируемого образца в методах 2÷5;

ПАУЗА, с – время, необходимое для установления сигнала электрода в конце титрования;

Екон, мВ – заданная конечная точка титрования;

Втек. см<sup>3</sup> – текущий объем титранта во время титрования;

d, г/см<sup>3</sup> – плотность воды в методе 1 или анализируемого образца в методах 2÷5. При задании плотности d и объема образца Vпр автоматически рассчитывается масса, мг, значение которой отобразится в строке «МАССА»;

$T$ , мг/см<sup>3</sup> – титр реактива К.Фишера;

$V_{кт}$ , см<sup>3</sup> – объем титранта, пошедший на титрование до заданной конечной точки;

$C$  – концентрация воды в анализируемом образце в единицах измерения заданного метода;

$\delta$ , % - предел допускаемого значения относительного СКО выходного сигнала;

$C_{ср}$  – среднее значение концентрации или титра;

ПРОБА № - номер анализируемого образца;

$dE(n)$ , мВ – изменение сигнала между порциями титранта во время паузы (если это изменение больше заданного  $dE(n)$ , то наступает пауза между порциями, если меньше, то происходит дозирование следующей порции),  $dE(n)$  задается от 0 (пауза 30 секунд) до 0,5мВ;

$dV_{min}$ , см<sup>3</sup> – минимальная порция подачи титранта;

$dV_{max}$ , см<sup>3</sup> – максимальная порция подачи титранта;

ДОТТ 1, мВ – значение сигнала, до которого титрование происходит непрерывно;

ДОТТ 2, мВ – значение сигнала, до которого от значения ДОТТ 1 титрование происходит порциями по  $dV_{max}$  и от которого (ДОТТ 2) до заданного значения  $E_{кон}$  титрование происходит порциями по  $dV_{min}$ ;

$V_1$ , см<sup>3</sup> – объем, до которого титрант подается непрерывно, сначала  $1/2 V_1$ , после чего происходит остановка (пауза), во время которой  $dE(n)$  (изменение сигнала электродной системы) должно быть не более заданного  $dE(n)$ , при изменении сигнала более  $dE(n)$  включается время паузы длительностью 30 секунд (при  $dE(n)=0$ ); после чего титрант подается непрерывно до  $3/4 V_1$  с паузой, во время которой изменение сигнала должно быть не более установленного  $dE(n)$ , а затем до заданного объема  $V_1$ ;

$V_n$ , см<sup>3</sup> – объем, до которого от  $V_1$  титрант подается заданными порциями по  $dV_{max}$ ;

$V_k$ , см<sup>3</sup> – объем, до которого от  $V_n$  титрант подается заданными порциями по  $dV_{min}$ ;

$V_{max}$ , см<sup>3</sup> – объем, до которого от  $V_k$  титрант подается непрерывно.  $V_{max}$  – объем, при достижении которого титрование заканчивается.

Определение конечной точки производится в интервале от  $V_n$  до  $V_k$ , как первая производная кривой титрования  $E=f(V)$ ;

## С.15 5Е1.550.211 РЭ

$E_u, \text{ мВ} = 0$   
 $pH_u, \text{ рН} = 7$  } - координаты изопотенциальной точки в мВ и рН  
(по паспорту на измерительный электрод);

$S_{20}, \text{ мВ/рН}$  – крутизна электродной функции при температуре окружающей среды  $T_{пр}, \text{ }^\circ\text{C}$ ;

$T_{пр}, \text{ }^\circ\text{C}$  – температура окружающей среды (анализируемого образца);

$f_{\text{корр}}$  – поправочный коэффициент, учитывающий ошибку при приготовлении титранта;

$E_{\text{кт}}, \text{ мВ}$  – конечная точка в мВ, определяемая автоматически в интервале от  $V_n$  до  $V_k$ ;

$E_{\text{кт}}, \text{ рН}$  – конечная точка в рН, определяемая автоматически в интервале от  $V_n$  до  $V_k$ ;

БУФ.1, рН – значение рН кислого буферного раствора;

БУФ.2, рН – значение рН щелочного буферного раствора;

$C_{1\text{ст}}$  – концентрация компонента, определяемого ион-селективным электродом, в стандартном образце (низкая);

$C_{2\text{ст}}$  – концентрация компонента, определяемого ион-селективным электродом, в стандартном образце (высокая);

$t_{\text{реакц}}, \text{ с}$  – время течения химической реакции в ячейке при двойном или обратном титровании;

$V_{\text{реак}}, \text{ см}^3$  – избыточный объем реагента, добавленный в ячейку при двойном или обратном титровании;

$C_{\text{реак}}$  – концентрация добавляемого реагента.

### 1.5.2.2 Работа со страницей «УПРАВЛЕНИЕ»

Назначение строк страницы «УПРАВЛЕНИЕ»:

МЕШАЛКА – индикация «МАГНИТНАЯ» либо «МЕХАНИЧЕСКАЯ» осуществляется в зависимости от вида мешалки и изменяется клавишей «→»;

СКОРОСТЬ – скорость вращения мешалки увеличивается: маркер клавишей «enter» установите в строку «СКОРОСТЬ», нажмите клавишу «shift», затем клавишу «→»; уменьшается аналогично, но клавишей «←» с дискретностью 1;

ВКЛ / ВЫКЛ – включение и выключение мешалки: маркер клавишей «enter» установите в строку «ВКЛ / ВЫКЛ», нажмите клавишу «shift», затем клавишу «→»;

ТОК ПОЛ, мкА – задание величины тока поляризации, для чего маркер клавишей «enter» установите в строку «ТОК ПОЛ», нажмите клавишу «shift», затем клавишу «→», ток увеличивается (уменьшается) дискретно 5, 10, 20, 50 мкА. Ток поляризации устанавливается только при выборе платинового поляризационного электрода «Pt».

**СЛИВ** – слив излишков титровального раствора из ячейки в склянку для слива, для чего установите маркер в строку «СЛИВ» клавишей «enter», нажмите клавишу «shift», включите слив, нажав клавишу «→», когда необходимое количество титровального раствора будет слито в склянку для слива, остановите слив, нажав повторно клавишу «→». Эта функция используется в модели 11-01;

**РЕАГЕНТ** – быстрое заполнение ячейки для титрования реагентом, для чего установите маркер в строку «РЕАГЕНТ» клавишей «enter», нажмите клавишу «shift», включите подачу реагента, нажав клавишу «→», для выключения подачи реагента повторно нажмите клавишу «→». Эта функция используется в модели 11-01;

**ЭЛЕКТРОД** – выбор платинового поляризационного электрода, либо измерительного электрода. Для выбора платинового электрода «Pt» установите маркер в строку «ЭЛЕКТРОД» клавишей «enter», нажмите клавишу «shift», а затем клавишу «→» - появится индикация «Pt» в строке «ЭЛЕКТРОД», аналогично выбирается «ЭЛЕКТРОД ИЗМЕРИТЕЛЬНЫЙ».

### 1.5.3 Возможности работы титратора

#### 1.5.3.1 РЕЖИМ 3

РЕЖИМ 3 применяется для титрования по методу К.Фишера, с использованием герметичной ячейки (модель 11-01), и при проведении потенциометрического титрования, когда используется негерметичная ячейка (модель 111).

##### 1.5.3.1.1 Титрование по методу К.Фишера

Задайте РЕЖИМ 3: маркер установите в строку «РЕЖИМ» клавишей «enter», далее последовательно нажмите клавиши: «=», «shift», «3», «enter». Получим – РЕЖИМ 3.

Установите маркер в строку «МЕТОД» клавишей «enter».

Задайте МЕТОД 1↑ – задание направления кривой обязательно: последовательно нажмите клавиши: «=», «shift», «1», «2», «enter». Получим - МЕТОД: 1↑.

Перед определением концентрации воды в образце необходимо определить титр реактива К.Фишера. Для этого задайте параметры для режима 3 метода 1 в соответствии с табл.2. При ДОТТ 1 : 00, ДОТТ 2 : 00 происходит непрерывное титрование до заданной конечной точки 120 мВ при токе поляризации 20 мкА. Когда сигнал достигнет значения 120 мВ, произойдет остановка подачи



## C.17 5E1.550.211 PЭ

титранта (работает ПАУЗА). Если сигнал в течение заданной паузы станет больше 120 мВ, то будет подана следующая порция титранта, если сигнал в течение заданной паузы не превысит 120 мВ, то на странице «ПРОБА №» в строке «Т, мг/см<sup>3</sup>» появится результат определения титра и прибор автоматически перейдет в набор (НБ), а затем на страницу «РЕЖИМ».

После определения титра реактива К.Фишера перейдите в метод 2÷5 режима 3 – определение воды в анализируемом образце в выбранных единицах измерения. Результат анализа появится в строке «С (концентрация)» в единицах измерения заданного метода. После окончания анализа прибор автоматически перейдет в набор (НБ), а затем на страницу «РЕЖИМ».

В методе 6(↑или↓) независимо от направления кривой производится набор (НБ) и дозирование (ДЗ) титранта при заданном значении ДОЗЫ. В этом методе можно заполнить бюретку титрантом, промыть ДУ или заменить его. Управление производится клавишами «F1» (ДЗ) и «F5» (НБ).

Результаты анализа представлены на странице «ПРОБА №».

- в методе 1 результаты отображаются в строке «Т, мг/см<sup>3</sup>»;
- в методах 2÷5 - в строке «С (концентрация)».

РЕЖИМ 3 позволяет проводить потенциометрическое и бипотенциометрическое титрование в мВ до заданной конечной точки в методах 2÷5.

1.5.3.1.2 Потенциометрическое титрование до заданной конечной точки в мВ

В этом случае используется негерметичная ячейка с электродными парами для проведения титрования по методу комплексообразования, окисления-восстановления, осаждения и других. Используемые методы 2÷5, отличаются размерностью измерения концентрации.

Подсоедините к соответствующим разъемам на задней панели БА-77 измерительный и сравнительный электроды. Если Вы используете комбинированный электрод – подсоедините его к разъему «ЭЛЕКТРОД ИЗМЕРИТЕЛЬНЫЙ».

Если Вы используете механическую мешалку, установите ее в крышку ячейки и подсоедините к разъему «М» на задней панели БА-77.

Магнитная мешалка встроена в БА-77. Перейдите на страницу «УПРАВЛЕНИЕ», задайте скорость: установите маркер в строку «СКОРОСТЬ», нажмите последовательно клавиши «shift» и «→». Перейдите в строку

5825

«ВКЛ / ВЫКЛ» клавишей «enter», нажмите последовательно клавиши «shift» и «→». Получим «ВКЛ». Когда на поверхности раствора появляется небольшая воронка, не задевающая чувствительных элементов электрода, достигнута оптимальная скорость перемешивания. После этого можете проводить титрование. По окончании анализа результат отобразится на странице «ПРОБА №», прибор перейдет в набор (НБ) и выйдет на исходную страницу «РЕЖИМ».

### 1.5.3.2 РЕЖИМ 2

РЕЖИМ 2 – режим потенциометрического титрования до заданной конечной точки, в котором сигнал измеряется в рН. Конечная точка, ДОТТ 1, ДОТТ 2 задаются в рН. Перед проведением кислотно-основного титрования Вам необходимо провести калибровку электродной пары по буферным растворам с поправкой на температуру окружающей среды. Калибровка электродной пары проводится в режиме 1 метода 6↑. В этом режиме методы 1÷5 отличаются размерностью определения концентрации: 1(%), 2(н), 3(г/л), 4(мг/л), 5(М). Задание направления кривой обязательно.

Задание режима и метода аналогично режиму 3. По окончании титрования результат отобразится на странице «ПРОБА №» в соответствии с табл. 2, прибор перейдет в набор (НБ), а затем на исходную страницу «РЕЖИМ».

### 1.5.3.3 РЕЖИМ 1

РЕЖИМ 1 – режим снятия всей кривой титрования в рН и в мВ с автоматическим определением конечной точки (точки эквивалентности).

#### 1.5.3.3.1 Потенциометрическое титрование

В этом режиме методы 1÷5 отличаются размерностью измерения концентрации: 1(%), 2(н), 3(г/л), 4(мг/л), 5(М). МЕТОД 6 – метод калибровки электродной пары по буферным растворам.

В режиме 1 направление кривой значения не имеет, поэтому при задании метода автоматически появится индикация направления кривой (↑). Задание РЕЖИМА 1: маркер установите в строку «РЕЖИМ» клавишей «enter», далее последовательно нажмите клавиши «=», «shift», «1», «enter». Получим - РЕЖИМ: 1.

Задайте МЕТОД 1.

Для того, чтобы корректно определить конечную точку, кривую титрования необходимо разделить на участки по объемам. Необходимо, чтобы предполагаемая конечная точка ( $V_{кт}$ ) находилась в интервале от  $V_n$  до  $V_k$ . Если предполагаемую конечную точку определить не представляется возможным, то при

## С.19 5Е1.550.211 РЭ

первом титровании образца Вы можете задать  $V1 = Vn = 0$ , и после определения конечной точки скорректировать параметры титрования.

Подсоединение электродов, датчика температуры, работа со страницей «УПРАВЛЕНИЕ», задание параметров титрования описаны выше.

По окончании титрования результат отобразится на странице «ПРОБА №» в соответствии с табл.2, прибор перейдет в набор (НБ), а затем на исходную страницу «РЕЖИМ».

Если Вы используете кислотно-основное титрование, то необходимо провести калибровку электродной пары или комбинированного стеклянного электрода.

### 1.5.3.3.2 Калибровка электродной пары

Задайте РЕЖИМ 1, МЕТОД 6 (см. табл.2).

Приготовьте водные буферные растворы:

БУФ.1, рН : 1,68;

БУФ.2, рН : 9,18,

(или другие подходящие буферные растворы) согласно приложения Е.

Приготовьте электроды согласно их паспортов. Подсоедините электроды, датчик температуры, механическую мешалку к соответствующим разъемам. Установите электроды, мешалку, датчик температуры в крышку ячейки.

Задайте температуру окружающей среды в строке «Тпр, °С». Заполните ячейку буферным раствором с рН=1,68. Установите на ячейку крышку. Включите мешалку. Когда значение сигнала установится (через 2-3 мин.), перейдите в строку «БУФ.1, рН» и задайте значение 1,68, последовательно нажав клавиши: «=», «shift», «1», «shift», «F3», «shift», «68», «shift», «F2». В строке «Е, рН» появится значение 1,68. Снимите ячейку с буферным раствором рН=1,68, электроды промойте в дистиллированной воде до рН воды 5,4÷6,6. Заполните ячейку буферным раствором с рН=9,18. Установите на нее крышку. Когда значение сигнала установится (через 2-3 мин.), перейдите в строку «БУФ.2, рН» и задайте значение 9,18, последовательно нажав клавиши: «=», «shift», «9», «shift», «F3», «shift», «18», «shift», «F2». В строке «Е, рН» появится значение 9,18. Замените буферный раствор на дистиллированную воду и промойте ей электроды до рН 5,4÷6,6. Заполните ячейку буферным раствором с рН=1,68. Через 2-3 мин. убедитесь, что в строке «Е, рН» будет значение  $1,68 \pm 0,05$  рН. Значение крутизны электродной функции отображается в строке «S<sub>20</sub>, мВ/рН». Это же значение будет отображаться в режиме 1, в режиме 2 и в режиме 5 (метод 1↑). При титрова-

нии в этих режимах необходимо задавать температуру окружающей среды в строке «Тпр, °С».

#### 1.5.3.4 РЕЖИМ 4

РЕЖИМ 4 – режим работы с ион-селективными электродами.

Подготовьте электроды согласно их паспортов. Ион-селективный электрод подключите к разъему «ЭЛЕКТРОД ИЗМЕРИТЕЛЬНЫЙ». Подключите датчик температуры к разъему «Т» и механическую мешалку к разъему «М». Задайте температуру окружающей среды в строке «Тпр, °С».

Проведите калибровку электрода по стандартным растворам, начиная с менее концентрированных, постепенно переходя к более концентрированным. Для этого заполните ячейку стандартным раствором С1. Через 5 минут, когда установится сигнал в строке «Е, мВ», задайте в строке «С1» концентрацию стандартного раствора.

Промойте электроды дистиллированной водой до рН=5,4÷6,6.

Заполните ячейку стандартным раствором концентрации С2. Когда сигнал установится, в строке «С2» задайте значение концентрации стандартного раствора С2.

Оцените крутизну электродной функции  $E=f(\lg C)$ , учитывая температуру окружающей среды.

Для достоверности заполните ячейку стандартным раствором концентрации С1 и убедитесь, что в строке «Спр» будет концентрация стандартного раствора С1.

Промойте электроды дистиллированной водой, ячейку заполните анализируемым образцом, когда сигнал установится (в строке «Е, мВ»), в строке «Спр» отобразится результат – концентрация определяемого компонента в анализируемом образце.

#### 1.5.3.5 РЕЖИМ 5

РЕЖИМ 5 – режим двойного или обратного титрования. Он имеет два метода:

МЕТОД 1 – это метод титрования до заданной конечной точки в рН или в мВ. Задание направления кривой обязательно;

МЕТОД 2 – это метод снятия всей кривой титрования в рН или в мВ.

В режиме 5 для подачи заданного избытка титранта или для подачи заданного объема реагента используется модуль дозирования ДМ, управление которым осуществляется с контроллера, находящегося в БА-77.

## С.21 5Е1.550.211 РЭ

Задайте параметры титрования. После подачи заданного объема избытка титранта или реагента необходимо время для прохождения реакции ( $t_{\text{реакц.}}$ ), после этого начнется титрование. Результат отобразится на странице «ПРОБА №», прибор перейдет в набор (НБ), а затем отобразится страница «РЕЖИМ».

### 1.5.3.6 Дополнительные возможности

В приборе предусмотрена возможность записи и хранения всех параметров при выключении питания.

При проведении множества анализов и отбора нужных результатов предусмотрена процедура обзора памяти:

Перейдите на страницу «ПРОБА №», задайте «ПРОБА №1» - в строке «РЕЗУЛЬТАТ» (в зависимости от режима и метода) отображен результат титрования образца №1. Если результат удовлетворительный, то перейдите к пробе №2, нажав клавишу «enter», если результат неудовлетворительный, то сотрите его, нажав клавишу «clear», тогда результат пробы №3 станет №2.

Просмотрите все результаты, оставив только нужные. Просмотр закончен, когда маркер перейдет в строку «С (концентрация)».

Нажмите клавишу «KP» - в строке « $\delta$ » появится значение СКО, нажмите клавишу «KP» в строке «Сср», а в методе 1 режима 3 в строке «Т», появятся средние значения этих показателей.

### 1.5.3.7 Определение точной концентрации титранта

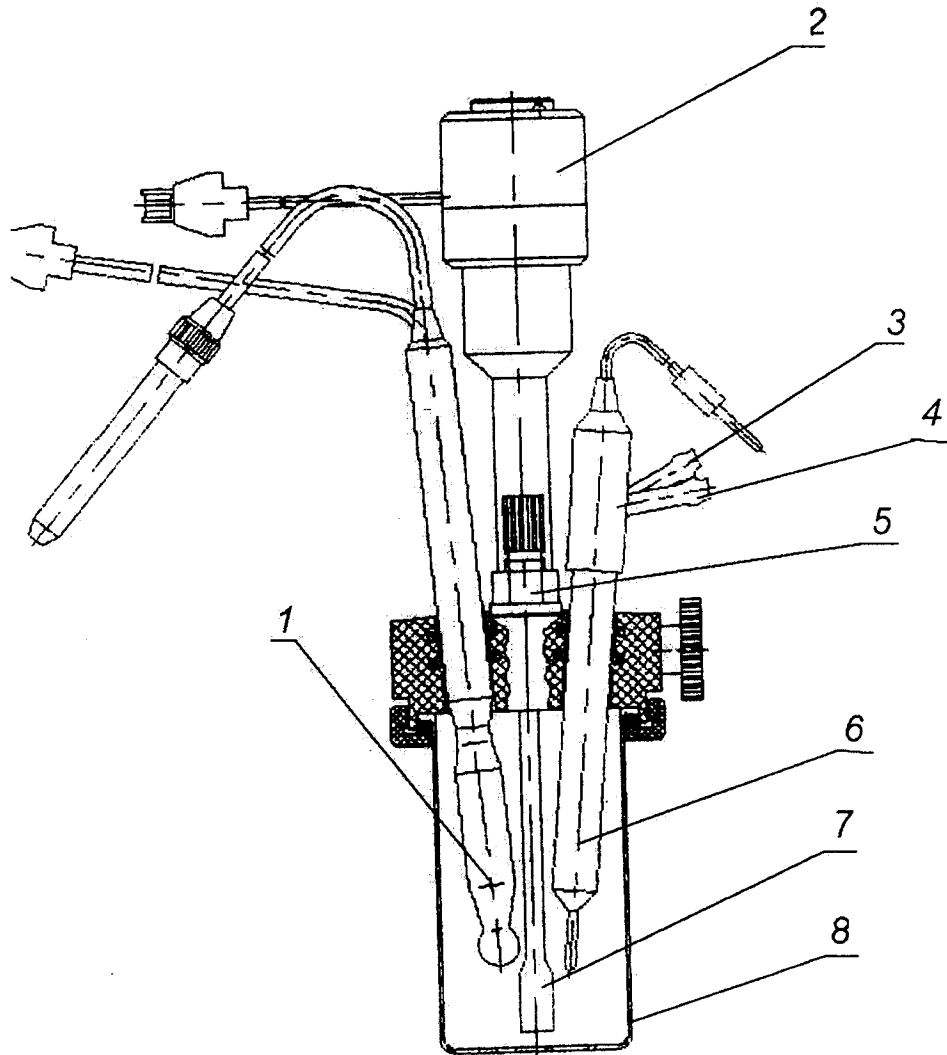
Определение точной концентрации титранта проводится в соответствии с конкретной методикой. Определяется коэффициент коррекции, значение которого вводится в строку «fкорр», в режимах 1, 2, 5.

### 1.5.4 Ячейка потенциометрическая

Ячейка (8) потенциометрическая (рисунок 1) располагается на верхней панели БА-77 и предназначена для проведения химической реакции между образцом и титрантом или реагентом.

Ячейка представляет собой стеклянный стакан, закрывающийся крышкой, в которую устанавливаются: электроды (1, 6), датчик температуры, механическая мешалка (2) и капилляр для подачи титранта (3). Измерительный электрод (1) подсоедините к разъему «ЭЛЕКТРОД ИЗМЕРИТЕЛЬНЫЙ», сравнительный электрод (6) – к разъему «ЭЛЕКТРОД СРАВНИТЕЛЬНЫЙ», датчик температуры – к разъему «Т», механическую мешалку – к разъему «М».

Комбинированный и ион-селективный электроды подсоединяйте к разъему «ЭЛЕКТРОД ИЗМЕРИТЕЛЬНЫЙ».



- 1-электрод измерительный  
 2-мешалка механическая  
 3-капилляр подачи титранта  
 4-капилляр подачи реагента  
 5-штуцер промывки  
 6-электрод сравнительный  
 7-стеклянная мешалка(лопатка)  
 8-ячейка

Рисунок 1 - Ячейка

Управление скоростью вращения мешалки, выбор типа электрода осуществляется контроллером со страницы «УПРАВЛЕНИЕ».

Когда на поверхности раствора образуется небольшая воронка, не задевающая чувствительные элементы электродов, достигнута оптимальная скорость перемешивания. Недостаточная скорость перемешивания приводит к медленному и неравномерному титрованию, а возможно и перетитрованию. При слишком интенсивном перемешивании образуются пузырьки газа, которые, попадая на чувствительные элементы электродов, приведут к искажению результатов.

Точка подачи титранта должна находиться в месте наибольшей турбулентности раствора и, в то же время, как можно дальше от электродов.

Мешалка представляет собой стеклянную лопатку (7), которая соединена с осью двигателя постоянного тока. Изменение скорости вращения мешалки происходит за счет изменения напряжения питания на двигателе.

Если Вы используете магнитную мешалку, то управление ею осуществляется так же, как механической, но двигатель постоянного тока вмонтирован в БА-77, а саму мешалку (магнитный якорь) опустите в ячейку.

На крышке ячейки имеется промывочный штуцер, к которому можно подсоединить промывалку с раствором для промывки электродов.

#### 1.5.5 Дозирующий модуль ДМ-184

Дозирующий модуль (ДМ) является дополнительным устройством к титратору (модуль 111) и представляет собой отдельный блок.

ДМ применяется в режиме 5 двойного или обратного титрования.

ДМ подсоединяется к разъему «НАСОС», находящемуся на задней панели БА-77.

На передней панели ДМ находится светодиод «ВКЛ».

На верхнюю панель устанавливается калиброванная бюретка на 10 см<sup>3</sup>, плунжер которой соединен через поводок с приводом. Управление бюреткой осуществляется с контроллера БА-77.

ДМ точно подает в ячейку заданный объем избытка титранта или реагента, и через заданное время ( $t$  реакции), в течение которого идет химическая реакция, начнется титрование.

Результат титрования отображается на странице «ПРОБА №».

## 2 ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ПО НАЗНАЧЕНИЮ

### 2.1 Подготовка титратора к использованию

#### 2.1.1 Порядок подготовки рабочего места

При размещении титратора обратите внимание на отсутствие в месте установки его вибрации, резких колебаний температуры воздуха, сильных электрических и магнитных полей.

Помещение, в котором Вы разместите титратор, должно располагаться рядом с весовой комнатой.

Для удобства эксплуатации титратор установите на стол высотой 700-800 мм, стол должен иметь ровную, горизонтальную поверхность, обеспечивающую устойчивость блоков титратора.

При этом должен быть доступ к задним панелям блока для удобства монтажа электрических линий. Титратор можно расположить в вытяжном шкафу или под вытяжным зонтом.

При соединении жидкостных линий, электрических линий, включении БА-77 в электрическую сеть следует руководствоваться схемой электрогидравлической общей, представленной в приложении А и указаниями настоящего руководства по эксплуатации.

Подключение БА-77 к сети 220 В рекомендуется осуществлять при помощи фильтра-удлинителя. В случае низкого качества электрической сети, характеризующегося провалами напряжения питания, ПК рекомендуется подсоединять через устройство стабилизированного питания.

Заземление БА-77 вести проводом сечением не менее 1 мм<sup>2</sup>.

#### 2.1.2 Порядок подготовки титратора к использованию

- установка ДУ на БА-77;
- сборка и установка ячейки для титрования;
- соединение жидкостных линий согласно схеме электрогидравлической общей и заполнение жидкостных линий;
- включение титратора и задание параметров титрования.

##### 2.1.2.1 Установка ДУ на БА-77

Включите БА-77 в сеть.

Задайте РЕЖИМ 3

МЕТОД 6↑

ДОЗА, мл : 100, нажмите клавишу «F1».



## С.25 5E1.550.211 РЭ

Выведите поводок плунжера в верхнее положение.

Установите бюретку в поводок и зафиксируйте ее винтом.

Соедините жидкостные линии согласно схеме электрогидравлической об-щей (Приложение А).

### 2.1.2.2 Сборка и установка крышки ячейки

Установите крышку на кронштейн блока аналитического БА-77, не надевая на ячейку, закрепив винтом.

В отверстия крышки установите капилляр для подачи титранта, капилляр для подачи избытка титранта или реагента (при использовании двойного или обратного титрования), измерительный и сравнительный электроды, датчик температуры, механическую мешалку. Освободите винт, и осторожно наденьте крышку на ячейку для титрования, закрепив ее на кронштейне. Электроды установите на такой высоте, чтобы стеклянная лопатка мешалки вращаясь не задевала и не повредила их.

### 2.1.2.3 Соединение жидкостных линий и заполнение их титрантом

Уплотняйте тефлоновый капилляр PTFE следующим образом:

- сделайте срез капилляра ровным;
- наденьте на капилляр гайку, металлическую шайбу, конус из резины;
- капилляр установите в отверстие, удерживая капилляр, уплотните его гайкой.

Заполните сушильную трубку молекулярными ситами с индикатором влажности и установите ее на крышку склянки «ТИТРАНТ».

Соедините капилляром PTFE штуцер крана (без надписи) с бюреткой.

Штуцер «НБ» крана соедините капилляром со склянкой «ТИТРАНТ». Капилляр погрузите в титрант. К капилляру от штуцера «ДЗ» крана подсоедините стеклянную пипетку для подачи титранта. Пипетку извлеките из крышки ячейки.

Заполните жидкостные линии и бюретку титрантом, для этого нажмите на клавишу «F5». Переведите кран в положение дозирование (ДЗ), нажав клавишу «F1», и дождитесь заполнения титрантом пипетки. Если в бюретке остался воздух, то переведите кран в положение набор (НБ), нажав клавишу «F5», и повторно заполните бюретку титрантом.

Жидкостные линии заполнены титрантом, когда в них и в бюретке отсутствуют пузырьки воздуха. Пипетку установите в крышку ячейки.

### 2.1.2.4 Включение титратора и задание параметров титрования

Убедитесь, что титратор включен согласно схемы электрогидравлической.

Убедитесь, что в жидкостных линиях отсутствуют пузырьки воздуха.

Молекулярные сита, заполняющие сушильную трубку, должны быть прокаленными. Искользованные молекулярные сита можно восстановить, поместив их на 24 часа в сушильную печь при температуре 160-300 °С. Удобнее использовать молекулярные сита с индикатором влажности.

Заземлите блоки.

Подключите сетевое питание, нажав клавишу «СЕТЬ» на БА-77.

Заполните стакан для титрования контрольным раствором согласно выбранной методике до такого уровня, чтобы электроды были погружены в раствор. Установите капилляр подачи титранта. Включите мешалку. Задайте параметры титрования для определения фактора коррекции  $f_{корр}$  согласно выбранной методике. Если он неизвестен, то установите его согласно методике. Добейтесь воспроизводимых результатов и определите фактор коррекции  $f_{корр}$ . Введите значение фактора коррекции в строку  $f_{корр}$ .

Промойте стакан для титрования и электроды, а затем осушите их.

Заполните стакан для титрования анализируемым образцом и определите массовую концентрацию компонента, задав параметры титрования согласно таблице 2 в соответствии с выбранной методикой.

#### 2.1.2.5 Калибровка электродной пары

Если для выполнения анализа используется стеклянный электрод, и сигнал снимается в рН, то необходимо провести калибровку электродной пары по буферным растворам.

Приготовьте буферные растворы с рН=1,68 и с рН=9,18 (или другими подходящими буферными растворами) согласно приложения Е.

Задайте параметры титрования:

РЕЖИМ 1

МЕТОД 6↑.

Залейте в стакан В-100 буферный раствор 1 (50 мл) с рН=1,68. Установите его в БА-77, на стакан установите крышку. В строке «Е, рН» появится изменяющееся значение сигнала в рН. После того, как это значение установится (через 2-3 мин) в строке «БУФ.1, рН» задать значение 1.68. Далее действуйте согласно п.1.5.3.3.2.

#### 2.1.3 Меры безопасности при использовании титратора

2.1.3.1 Раздел содержит требования, достаточные для обеспечения безопасности при эксплуатации титратора. К обслуживанию титратора допускаются

## С.27 5Е1.550.211 РЭ

лица, достигшие 18-летнего возраста, прошедшие производственное обучение, проверку знаний и инструктаж по безопасному обслуживанию титратора. Квалификация обслуживающего персонала должна быть не ниже техника или слесаря КИП пятого разряда.

2.1.3.2 Освещенность в помещении, где установлен титратор, должна быть не менее 300 люкс, разряд зрительной работы-IV, подразряд Г в соответствии со СНиП II-4-79.

Содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны помещений не должно превышать ПДК по ГОСТ 12.1.005-88.

2.1.3.3 При работе с титратором следует руководствоваться "Основными правилами работы в химической лаборатории", изд."Химия", Москва, 1984 г.

2.1.3.4 При эксплуатации титратора необходимо соблюдать "Противопожарные нормы" согласно СНиП 2.01.02-85.

Помещение, где работает титратор, должно быть оснащено пожарным инвентарем, готовым к немедленному применению. В случае возникновения пожара следует немедленно выключить титратор из сети. Тушение произвести огнетушителем и песком. Электропроводку, находящуюся под напряжением, тушить только углекислотным огнетушителем. ЛВЖ, применяемые в работе (изопропиловый спирт, толуол, бензол и т.д.) хранить в закрытой посуде, слив из титратора собирать в закрытый сосуд.

2.1.3.5 Электрическое питание титратора осуществляется от сети переменного тока напряжением 220 В, поэтому следует соблюдать "Правила технической эксплуатации электроустановок потребителем" и "Правила техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителем", изд. Энергоатомиздат, 1986 г., а так же требования ГОСТ 26104-89. Запрещается производить ремонт титратора, не отключив его от сети. Все блоки титратора должны быть надежно заземлены. Сечение заземляющих проводов должно быть не менее 1 мм<sup>2</sup>.

Требования к знаку "Ⓧ" заземление должно соответствовать ГОСТ 21130-75. Сопротивление между заземляющей клеммой и каждой доступной прикосновению металлической нетоковедущей частью титратора, которая может оказаться под напряжением, не должно превышать 0,1 Ом согласно ГОСТ 12.2.007.0-75.

2.1.3.6 Погрузку и подъем блоков титратора при монтаже производить в соответствии с ГОСТ 12.3.009-76.

### **3 ТЕХНИЧЕСКОЕ ОБСЛУЖИВАНИЕ**

#### **3.1 Общие указания**

Надежность работы титратора во многом зависит от квалифицированного и качественного технического обслуживания. Техническое обслуживание включает в себя ежедневный технический осмотр и периодическое обслуживание.

#### **3.2 Порядок технического обслуживания**

##### **3.2.1 Ежедневный осмотр включает в себя:**

- визуальный осмотр гидравлического и электрического монтажа титратора, а также крепления ДУ на БА;

- проверку гидравлической системы на возможные подтекания, в том числе крана, соединений жидкостных линий;

- удаление с титратора пыли, грязи, подтеков;

- проверку состояния молекулярных сит;

- проверку целостности электродов.

##### **3.2.2 Ежемесячное обслуживание включает в себя:**

- подтягивание всех уплотнений жидкостных линий (крана, уплотняющих трубок), все это выполняется при необходимости;

#### **3.3 Техническое освидетельствование**

3.3.1 Анализатор подлежит периодической поверке государственной метрологической службой в соответствии с методикой поверки.

## 4 ХРАНЕНИЕ, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И УТИЛИЗАЦИЯ

4.1 Титратор в упаковке должен храниться на складах предприятия-изготовителя и предприятия-потребителя согласно ГОСТ 15150-69 в условиях хранения 1, при отсутствии в окружающем воздухе газов и паров, разрушающе действующих на материалы титратора. Срок хранения в упаковке – один год в соответствии с указанием на транспортных ящиках.

По истечении срока консервации титратор подвергнуть переконсервации в соответствии с ГОСТ 9.014-78 и отметить записью в паспорте на титратор.

4.2 Упакованный титратор должен транспортироваться по правилам перевозок грузов соответствующих транспортных ведомств в условиях, соответствующих условиям хранения по ГОСТ 15150-69:

- по условиям хранения 5 – при перевозке сухопутным (закрытым автомобильным и железнодорожным) и внутренним водным транспортом;
- по условиям хранения 3 – при морских перевозках в трюме;
- в герметизированных отапливаемых отсеках – при перевозках воздушным транспортом.

При погрузке и выгрузке должны выполняться требования транспортной маркировки груза и ГОСТ 14192-96.

При погрузке транспортных ящиков разной массы и габаритов, ящики большей массы и габаритов должны быть уложены в нижних рядах транспортных средств. Размещение и крепление в транспортных средствах пакованных изделий должно обеспечивать их устойчивое положение, исключать возможность ударов друг об друга, а также о стенки транспортных средств. Пакетирование транспортных ящиков (при необходимости) производить в соответствии с требованиями «Правил перевозки грузов», утвержденных соответствующими ведомствами.

Таблица 3 – Транспортные характеристики изделия

Содержание ящика	Масса, кг	Габаритные размеры (длина x ширина x высота) мм
Комплект инструмента и принадлежностей, комплект сменных частей, комплект запасных частей, комплект монтажных частей	5	200x190x150
Блок анализа БА-77, дозирующее устройство	10	

4.2 Утилизация титратора осуществляется в общепринятом порядке.

Количество используемых в титраторе драгоценных материалов указано в паспорте.

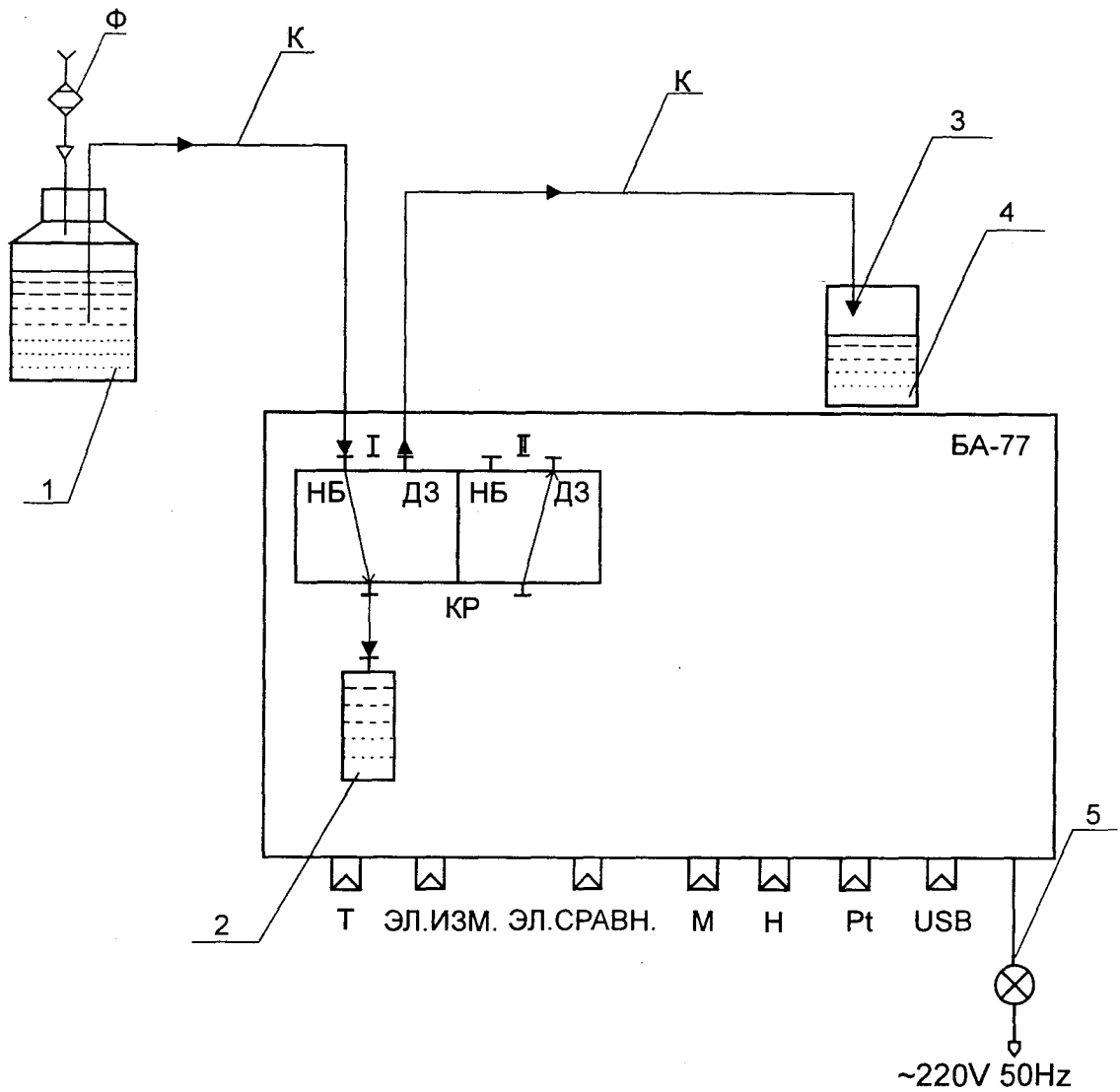
## 5 ВЕРОЯТНЫЕ НЕИСПРАВНОСТИ И МЕТОДЫ ИХ УСТРАНЕНИЯ

5.1 Перечень вероятных неисправностей и методов их устранения приведены в таблице 4.

Таблица 4 – Вероятные неисправности и методы их устранения.

Наименование неисправности	Вероятная причина	Метод устранения
На дисплее титратора нет индикации	Титратор не подключен к сети	Подключите титратор к сети. Если это не помогло, свяжитесь с предприятием-изготовителем
Неправильное значение сигнала	Электроды неисправны или загрязнены  Электроды не откалиброваны	Промойте электроды согласно своим паспортам. Проверьте надежность подключения кабелей. Замените электроды Откалибровать электроды
Титрование не начинается	Предварительно не произведен набор. Сигнал меньше заданной конечной точки (режим 2, 3, ↓) или больше (режим 3, 2↑)	Произведите набор, нажав клавишу НБ. Задайте правильно параметры титрования
Титрант не подается	Забит кончик капилляра	Прочистите кончик капилляра подачи титранта
Не вращается мешалка	Обрыв провода кабеля мешалки	Проверьте провода кабеля мешалки на обрыв

**ПРИЛОЖЕНИЕ А**  
(обязательное)  
**АНАЛИЗАТОР АТЛ-111. Схема электрогидравлическая общая**



- 1-Бутыль "ТИТРАНТ";
- 2-Бюретка;
- 3-Капилляр для подачи титранта;
- 4-Ячейка для титрования;
- 5-Сетевой кабель;
- КР- Кран: I- положение "набор" , II - положение "дозирование"
- Ф-Осушитель;
- Т-Датчик температуры;
- ЭЛ. ИЗМ.-Электрод измерительный;
- ЭЛ. СРАВН.-Электрод сравнительный;
- М-механическая мешалка;
- Н-насос Н-83 или ДМ-184;
- Pt-платиновый поляризационный электрод;
- USB-USB порт;
- К-Капилляр РТФЕ 4,76мм×ID 3,76мм ф."Аквилон".

5020

## ПРИЛОЖЕНИЕ Б

(обязательное)

## КОМПЛЕКТ ИНСТРУМЕНТА И ПРИНАДЛЕЖНОСТЕЙ

5E4.078.408

Наименование	Обозначение	Кол.	Примечание
Кассета	5E6.212.061	1	Для установки склянок
Экран	5E7.070.295	1	Защита электродов от помех
Ключ	5E8.892.020	1	
Лабораторная бутылка pressure plus GL45, 1000мл, из светлого стекла	арт. 218105403	1	ф. Schott Duran
Лабораторная бутылка pressure plus GL45, 1000мл, из темного стекла	арт. 218105409	3	ф. Schott Duran
Резьбовая крышка Screw Cap GL45, PP2 Port GL14	каталожный но- мер 1129750	3	ф. Schott Duran
Вставка для резьбовой крышки Insert for Screw Cap GL14,3 мм	каталожный но- мер 1129816	6	ф. Schott Duran
Гайка для Screw Cap GL14 for hose	каталожный но- мер 1129814	6	ф. Schott Duran
Силикагель с индикатором влажности, зернение 1÷3 мм (голубой гель)	каталожн. номер 05 007786.0147	100 г	ф. «Химмед»



## ПРИЛОЖЕНИЕ В

(обязательное)

## КОМПЛЕКТ ЗАПАСНЫХ ЧАСТЕЙ 5Е4.070.446

Наименование	Обозначение	Кол.	Примечание
Трубка	5Е7.352.116	4	Осушитель
Мешалка	5Е7.060.096	6	Стеклянная лопатка
Капилляр	5Е7.352.108-01	6	Пипетка для подачи титранта
Стакан	5Е7.356.063	3	Ячейка
Втулка	5Е8.220.983-05	15	Конус из резины для уплотнения капилляра РТФЕ
Кольцо	5Е8.683.299	2	Для штуцера «промывка»
Кольцо	5Е8.683.528	2	Для уплотнения датчика температуры
Прокладка	5Е8.685.358	6	
Прокладка	5Е8.685.364	3	Для штуцера «ДУ»
Прокладка	5Е8.685.383	2	Для уплотн. электрода ЭВЛ
Прокладка	5Е8.685.383-01	2	Для уплотн. электрода ЭСЛ
Прокладка	5Е8.685.393	1	Для установки бюретки
Прокладка	5Е8.685.394	4	Для упл. штуцера бюретки
Гайка	5Е8.935.425	2	Фторопластовая гайка в штуцер «промывка»
Шайба	5Е9.443.106-02	2	
Шайба	5Е9.443.135-05	7	
Вставка плавкая ВП 2Б-1В-1А	АГО.481.304ТУ	3	
Трубка РТФЕ 4,76хID3,76мм		0,5 м	Фирмы «Аквилон»
Неокрашенный капилляр из тефлона 1/8" хID1,58мм		2,2 м	Фирмы «Аквилон»
Трубка термоусадочная РВФ d1=4,8мм красная		2 м	Фирмы «ЧИП индустрия»

## ПРИЛОЖЕНИЕ Г

(обязательное)

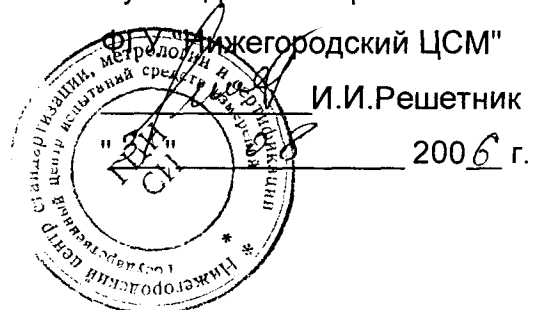
## КОМПЛЕКТ МОНТАЖНЫХ ЧАСТЕЙ 5Е4.075.285-01

Наименование	Обозначение	Кол.	Примечание
Пульт управления	5Е3.624.015	1	
Кабель USB А-В 1,8 м		1	
Электрод ЭСЛ-43-07	ТУ25-05-22-34-77-Е		(снят с ячейки)
Электрод ЭВЛ-1-М3.1	ТУ25-05.2181-77		(снят с ячейки)

ПРИЛОЖЕНИЕ Е  
(обязательное)

СОГЛАСОВАНО

Руководитель ГЦИ СИ



АНАЛИЗАТОР ТИТРОМЕТРИЧЕСКИЙ  
ЛАБОРАТОРНЫЙ АТЛ 111/11-01  
модель 111

Методика поверки  
5E1.550.211 МП

### С.35 5Е1.550.211 РЭ

Настоящая методика поверки (МП) распространяется на анализатор титрометрический лабораторный АТЛ 111/11-01 модель 111 (далее-титратор модель 111) и устанавливает методы и средства его первичной и периодической поверок. Методика поверки составлена на основе рекомендации МИ-2402-97.

Межповерочный интервал – 1 год.

Титратор модель 111 является индивидуально градуируемым измерительным средством (системой).

Титратор модель 111 подлежит комплексной поверке. Допускается проводить периодическую поверку в тех условиях и с тем титрантом, с которым эксплуатируется титратор модель 111 на данном предприятии в течении межповерочного интервала.

5185

## Е.1 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

Е.1.1 При проведении поверки должны быть выполнены операции, указанные в таблице Е1.

Таблица Е.1 – Перечень операций при поверке титратора модель 111.

Наименование операции	Номер пункта поверки	Обязательность проведения операции при	
		первичной поверке	периодической поверке
1 Внешний осмотр	Е.7.1	Да	Да
2 Опробование	Е.7.2	Да	Да
3 Определение метрологических характеристик:	Е.7.3		
3.1 Определение предела допускаемого значения относительного изменения выходного сигнала	Е.7.3.1	Да	Да
3.2 Определение относительного среднего квадратического отклонения (СКО) выходного сигнала	Е.7.3.2	Да	Да
3.3 Определение погрешности результатов измерения	Е.8	Нет	Да <sup>1)</sup>
<sup>1)</sup> – при наличии НТД по ГОСТ 8.563 на МВИ;			

## Е.2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

Е.2.1 При проведении поверки должны быть применены следующие основные и вспомогательные средства поверки и материалы:

- колба мерная, 2-1000-2, ГОСТ 1770-74;
- стандарт-титр, для приготовления 0,1 н раствора соляной кислоты, ТУ6-09-2540-87;
- стандарт-титр, для приготовления 0,1 н раствора натрия тетраборнокислого, ТУ 2642-001-33813273-97;
- стандарт-титры для приготовления образцовых буферных растворов (рН=1,68; рН=9,18), ГОСТ 8.135-74;
- воронка ВФ-3-100, ГОСТ 25336-82;
- стакан В-1-100 ТХС, ГОСТ 25336-82;
- цилиндр 1-50, ГОСТ 1770-74;
- пипетка, ном. вместимостью 10 мл, тип 1 или 2, ГОСТ 29228-91;

- вода дистиллированная, ГОСТ 6709-72.

Указанные средства поверки должны быть поверены в соответствии с ПР 50.2.006-94. Допускается применение других средств поверки, метрологические характеристики которых соответствуют указанным в настоящей методике поверки.

### **Е.3 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЕЙ**

Поверку титратора модель 111 проводят лица, аттестованные Госстандартом России на право поверки.

Все действия по проведению измерений при поверке титратора модель 111 и обработке результатов проводят лица, изучившие настоящую методику и руководство по эксплуатации.

### **Е.4 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ**

Е.4.1 К обслуживанию титратора модель 111 допускаются лица, достигшие 18-летнего возраста, прошедшие производственное обучение, проверку знаний и инструктаж по безопасному обслуживанию титратора модель 111. Квалификация обслуживающего персонала должна быть не ниже техника или слесаря КИП 5 разряда.

Е.4.2 Освещенность в помещении, где установлен титратор модель 111, должна быть не менее 300 люкс (разряд зрительной работы - IV, подразряд - Г в соответствии со СНиП II-4). Помещение должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией согласно СНиП 2.04.05.

Содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны помещений не должно превышать ПДК по ГОСТ 12.1.005.Е.4.3 При работе с титратором модель 111 следует руководствоваться "Основными правилами безопасной работы в химической лаборатории", изд."Химия", Москва, 1984 г.

Е.4.4 При работе с титратором модель 111 необходимо соблюдать "Противопожарные нормы" согласно СНиП 2.01.02.

Е.4.5 Титратор модель 111 не должен быть источником токсичных выделений, что достигается герметичностью жидкостных линий, применением в конструкции неопасных и невредных материалов, защитой от статического электричества при переливании ЛВЖ. Слив от титратора должен собираться в закрытую посуду. В помещении должна быть предусмотрена вытяжная вентиляция.

5825

Е.4.6 Вместимость стеклянной посуды для растворителей не должна превышать 2 л на один прибор.

Е.4.7 По способу защиты человека от поражения электрическим током титратор модель 111 должен соответствовать классу 01 согласно ГОСТ 12.2.007.0.

Е.4.8 Электрическое питание титратора осуществляется от сети переменного тока напряжением 220 В. Поэтому следует соблюдать "Правила технической эксплуатации электроустановок потребителем и правила техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителем", изд. "Энергоатомиздат", 1986 г., а также требования ГОСТ 26104.

Не допускается производить ремонт титратора модель 111, не отключив его от сети. Все блоки титратора модель 111 должны быть надежно заземлены. Сечение заземляющего провода должно быть не менее 1 мм<sup>2</sup>. Требование к знаку ЗАЗЕМЛЕНИЕ должно соответствовать ГОСТ 21130.

Е.4.9 Обслуживающий персонал должен быть обучен методам оказания первой медицинской помощи.

## **Е.5 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ**

Е.5.1 При проведении поверки должны быть соблюдены нормальные условия по ГОСТ 26703-93:

- температура окружающего воздуха –  $(293 \pm 5)$  К [ $(20 \pm 5)$  °С];
- относительная влажность - от 30 до 80 %;
- атмосферное давление - от 84,0 до 106,7 кПа (от 630 до 800 мм рт.ст.),  
изменяющееся в процессе поверки не более, чем на  $\pm 5$  кПа ( $\pm 3,75$  мм рт.ст.);
- напряжение переменного тока -  $(220 \pm 5)$  В;
- частота переменного тока -  $(50 \pm 1)$  Гц.

## Е.6 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

Е.6.1 Перед проведением поверки должны быть выполнены следующие подготовительные работы:

1) при отсутствии НТД на методику выполнения измерений:

- в соответствии с руководством по эксплуатации осуществить сборку титратора модель 111;
- приготовление 0,1 н растворов соляной кислоты и натрия тетраборнокислого из стандарт-титров (см. Приложение Е.А);
- приготовление образцовых буферных растворов с рН=1,68, рН=9,18 из стандарт-титров (см. Приложение Е.А);
- подготовка бидистиллированной воды согласно ГОСТ 6709-72;
- проверка отсутствия подтеканий жидкостных линий;
- осуществление выхода титратора модель 111 на режим;
- в соответствии с руководством по эксплуатации осуществить подготовку титровального раствора;

2) при наличии НТД на методику выполнения измерений:

- в соответствии с руководством по эксплуатации осуществить сборку титратора модель 111;
- приготовление 0,1н растворов соляной кислоты и натрия тетраборнокислого из стандарт-титров (Приложение Е.А);
- приготовление образцовых буферных растворов с рН=1,68, рН=9,18 из стандарт-титров (см. Приложение Е.А)
- подготовка бидистиллированной воды согласно ГОСТ 6709-72;
- проверка отсутствия подтеканий жидкостных линий;
- осуществление выхода титратора модель 111 на режим;
- в соответствии с руководством по эксплуатации осуществить подготовку титровального раствора, предусмотренные методикой выполнения измерений.

Подготовительные операции, в частности, включение титратора модель 111, выведение на режим, а также работу с титратором модель 111 следует проводить в соответствии с руководством по эксплуатации.

5825

## **Е.7 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ**

Е.7.1 Проверка комплектности и внешний осмотр.

При внешнем осмотре должно быть установлено:

- соответствие комплектности титратора модель 111 паспортным данным;
- четкость маркировки блоков, исправность органов управления и разъёмных соединений;
- исправность механизмов и крепежных деталей.

## **Е.7.2 ОПРОБОВАНИЕ**

Е.7.2.1 Операция опробования предусматривает:

Нажать клавишу "F5" (НБ), дать титратору модель 111 сделать набор.

Задать РЕЖИМ : 3

МЕТОД : 6

ДОЗА : 10

Нажать клавишу "F1" (ДЗ) и дать титратору модель 111 отдозировать заданный объем дозы.

## **Е.7.3 ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК**

Е.7.3.1 Определение предела допускаемого значения относительного изменения выходного сигнала.

Собрать титратор модель 111 согласно схемы электрогидропневматической.

Заполнить жидкостные линии 0,1 н раствором натрия тетраборнокислого (бурой).

Откалибровать электродную пару (стеклянный электрод - хлорсеребряный электрод) по буферным растворам с рН=1,68 и рН=9,18 (Приложение Е.А).

Е.7.3.1.1 Калибровка электродной пары.

Открыть память, нажав клавишу ПМ

Задать РЕЖИМ : 1

Метод : 6↑

Тпр :

В ячейку влить 50 мл буферного раствора с рН=1,68 – БУФ.1.

5825



#### С.41 5Е1.550.211 РЭ

Надеть крышку на ячейку, включить мешалку.

В строке "СИГН, рН" появится изменяющееся значение сигнала. Когда значение установится (2-3 мин) в строке "БУФ.1, рН" задать 1,68, т.е. работать согласно п.п. 1.5.3.3.2 настоящего РЭ.

На странице параметров изо - потенциальной точки  $E_u$ ,  $pH_u$  значение крутизны  $S_{20}$ , мВ/рН будет соответствовать крутизне кривой данных буферных растворов, которые будут сохранены.

#### Е.7.3.2 Задать параметры титрования

РЕЖИМ : 1

МЕТОД : 2↑

$V_1$ , мл : 5

$V_H$ , мл : 8

$V_K$ , мл : 12

$V_{max}$ , мл : 13

$f_{кор}$  :

$dE(n)$ , мВ : 0,4-0,5

$dV_{min}$ , мл : 0,02

$dV_{max}$ , мл : 0,02

$V_{пр}$ , мл : 10

Ст, мл : 0,1

Контрольным раствором является 0,1 н раствор соляной кислоты.

В ячейку залить пипеткой 10 мл (0,1 н) раствора соляной кислоты и довести объем до 70 мл дистиллированной водой. На ячейку установить крышку, включить мешалку. Когда сигнал в строке "СИГН., рН" установится, начать титрование, нажав клавишу "F1". Провести анализ семь или более раз. Отбросив выявленные аномальные результаты, определить среднюю концентрацию соляной кислоты по пяти последовательным анализам. Определить фактор коррекции ( $f_{кор}$ ), учитывающий поправку при приготовлении растворов по формуле:

$$f_{кор} = \frac{\bar{C}}{C_{буры}} \frac{V_{пр}}{V_{буры}} \quad (E.1)$$

где  $\bar{C}$  - среднее значение концентрации соляной кислоты из пяти анализов, н;

$C_{буры}$  - концентрация натрия тетраборнокислого, н;

$V_{пр}$  - объем пробы (0,1 н) соляной кислоты, мл;

$V_{\text{буры}}$  - объем натрия тетраборнокислого пошедшего на титрование

$V_{\text{пр}}$ , мл.

$f_{\text{кор}}$  - полученное значение фактора коррекции.

Ввести фактор коррекции.

Провести семь титрований или более.

Определить среднее значение концентрации соляной кислоты из пяти последовательных анализов с отбрасыванием выявленных аномальных результатов.

Определение предела допускаемого значения относительного изменения выходного сигнала с учетом фактора коррекции вычислить по формуле:

$$\delta_c = \frac{\bar{C} - C_3}{C_3} \cdot 100\% \quad (3)$$

где  $\bar{C}$  - среднее арифметическое значение концентрации соляной кислоты из пяти измерений, н;

$C_3$  - концентрация используемой соляной кислоты, н.

Значение относительной погрешности должно быть не более  $\pm 1\%$ .

Е.7.3.2 Определение относительного среднего квадратического отклонения (СКО) выходного сигнала.

Результаты титрования регистрируются печатающим устройством, подключенным к персональному компьютеру.

Для определения СКО выходного сигнала титратор модель 111 выводится на заданный режим. Предварительно необходимо выполнить следующие операции:

- заполнить жидкостные линии, дозирующее устройство 0,1 н раствором натрия тетраборнокислого;

- провести калибровку электродной системы по буферным растворам рН=1,68 и рН=9,18;

- определить фактор коррекции ( $f_{\text{кор}}$ );

- задать значение  $f_{\text{кор}}$  на;

- задать параметры титрования согласно таблицы 2 настоящего РЭ:

РЕЖИМ : 1

МЕТОД : 2↑

f кор :

Ст, (Н) : 0,1

$V_1$ , мл : 7

### С.43 5Е1.550.211 РЭ

$V_H$ , мл : 8

$V_K$ , мл : 12

$V_{max}$ , мл : 13

$dV_{min}$ , мл : 0,002

$dV_{max}$ , мл : 0,02

$dE(n)$ , мВ : 0,4-0,5

$dV_{max}$ , мл : 0,02

$dV_{min}$ , мл : 0,02

$V_{пр}$ , мл : 10

- залить в ячейку пипеткой на 10 мл 0,1 н раствор соляной кислоты, довести объем до 70 мл дистиллированной водой.

- провести титрование 0,1 н раствора соляной кислоты 0,1 н раствором натрия тетраборнокислого (бурой).

Провести не менее 7 последовательных титрований.

Относительное СКО выходного сигнала:

$$\delta = \frac{100}{\bar{C}} \cdot \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^5 (\bar{C} - C_i)^2}{n-1}}, \quad (E.2)$$

где  $\bar{C}$  - среднее арифметическое значение концентрации раствора соляной кислоты;

$C_i$  - концентрация раствора соляной кислоты в  $i$ -том измерении;

$n$  - число результатов анализа.

Значение относительного СКО выходного сигнала не должно быть более 1 %.

## Е.8 ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПОГРЕШНОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Определение погрешности результатов аналитических измерений проводят при наличии НТД на методику выполнения измерений (МВИ). Условия измерения должны соответствовать требованиям НТД на МВИ.

Образцы (тестовые смеси с известным содержанием  $C_d$  контрольного компонента) для контроля погрешности должны удовлетворять требованиям МИ 2335-95.

Титратор модель 111 выводят на режим предписанный НТД на методику, оттитровывают контрольный образец, определяют в нем содержание контрольного компонента по процедуре, указанной в НТД.

Результат измерения содержания "С" контрольного компонента должен удовлетворять условию

$$|C - C_d| \leq K, \quad (E.3)$$

где  $K$  – норматив оперативного контроля погрешности, установленный в НТД на МВИ. Удовлетворительный результат определения погрешности аналитических измерений по п.Е.7.3 является достаточным основанием для общего заключения о положительном результате периодической поверки титратора модель 111 при использовании его по данной МВИ.

## **Е.9 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ**

Е.9.1 Результаты поверки считают положительными и титратор модель 111 годен к применению, если он отвечает требованиям настоящей методики.

Е.9.2 Результаты поверки заносят в протокол по форме приложения Е.Б.

Е.9.3 Положительные результаты первичной и периодической поверок оформляют выдачей свидетельства установленной формы по ПР 50.2.006-94 с удостоверяющей подписью поверителя и оттиском поверительного клейма.

Е.9.4 Титраторы модель 111, не удовлетворяющие требованиям настоящей МП, к выпуску в обращение и применению не допускают, на них оформляется извещение с указанием причин непригодности по ПР 50.2.006-94.

5823

ПРИЛОЖЕНИЕ Е.А  
(обязательное)

М Е Т О Д И К А

приготовления 0,1 М (0,1 н) растворов соляной кислоты, натрия тетраборнокислого и образцовых буферных растворов (рН=1,68 и рН=9,18) из стандарт-титров

Для приготовления 0,1 М (0,1 н) растворов соляной кислоты и натрия тетраборнокислого, а также образцовых буферных растворов необходимо содержимое ампулы количественно перенести в мерную колбу емкостью 1000 см<sup>3</sup> и растворить в дистиллированной воде при температуре 20 °С. Перед употреблением стандарт-титра необходимо снять этикетку с ампулы и промыть наружную поверхность ее дистиллированной водой.

В мерную колбу емкостью 1000 см<sup>3</sup> вставляют воронку диаметром 9-10 см. Затем в воронку вставить боек с утолщением. При перенесении содержимого в колбу, ампулу повернуть дном вниз и слегка ударить углублением об острие бойка, затем не переворачивая ампулы вторым бойком пробить верхнее углубление ампулы и дать полностью выйти содержимому.

Не изменяя положения ампулы, последнюю тщательно промыть изнутри дистиллированной водой в количестве шестикратного объема ампулы.

После растворения содержимого ампулы, объем жидкости довести до метки и тщательно перемешать раствор.

Приложение Е.Б  
Форма протокола поверки титратора

**ПРОТОКОЛ**  
поверки анализатора титрометрического лабораторного  
АТЛ 111/11-01 модель 111  
принадлежащего \_\_\_\_\_

" \_\_\_\_ " \_\_\_\_\_ г.

Модель титратора \_\_\_\_\_  
Изготовитель \_\_\_\_\_ год изготовления \_\_\_\_\_  
Порядковый номер \_\_\_\_\_  
Наименование и номера блоков \_\_\_\_\_  
Условия поверки \_\_\_\_\_  
Температура окружающего воздуха \_\_\_\_\_ К (С°)  
Относительная влажность \_\_\_\_\_ %  
Напряжение питания \_\_\_\_\_ В

Е.Б.1 Определение предела допускаемого значения относительного изменения выходного сигнала

Среднее значение концентрации раствора соляной кислоты	Рассчитанное значение предела допускаемого значения относительного изменения выходного сигнала	Допустимое значение предела допускаемого значения относительного изменения выходного сигнала

5225

Е.Б.2 Определение относительного среднего квадратического отклонения  
выходного сигнала

Среднее значение концентрации раствора соляной кислоты	Рассчитанное СКО концентрации раствора соляной кислоты	Допустимое значение СКО концентрации раствора соляной кислоты

Е.Б.3 Определение погрешности результатов измерений

Значение концентрации раствора соляной кислоты	Заданное значение концентрации раствора соляной кислоты	Норматив оперативного контроля погрешности по НТД на МВИ

Заключение по результатам поверки

Выдано свидетельство или извещение о непригодности № \_\_\_\_\_

от \_\_\_\_\_ 20\_\_ г.

Поверку проводил \_\_\_\_\_

подпись

" " \_\_\_\_\_ 20\_\_ г.

Поверительное

клеймо



