



УТВЕРЖДАЮ

Директор

ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

Гоголинский К.В.

22 сентября 2016 г.

Титраторы автоматические РАТ 940

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 242-2062-2016

Руководитель отдела
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»


Л.А. Конопелько

Ст. научный сотрудник

А.Б. Копыльцова

Санкт-Петербург
2016

Настоящая методика поверки распространяется на Титраторы автоматические РАТ 940 (далее - титраторы) фирмы «G.R.Scientific Ltd», Великобритания, и устанавливает методику их поверки.

Интервал между поверками – 1 год.

1. Операции поверки

1.1. При проведении поверки должны быть выполнены следующие операции.

Таблица 1

№	Наименование операции	Номер пункта методики	Обязательность проведения	
			первичной	периодической
1.	Внешний осмотр, проверка комплектности	7.1.	да	да
2.	Опробование и проверка общего функционирования	7.2.	да	да
3.	Подтверждение соответствия ПО	7.3.	да	да
4.	Определение метрологических характеристик	7.4.	да	да

Допускается проведение поверки титратора в комплекте с одним или несколькими электродами из комплекта титратора в соответствии с заявлением владельца титратора, с обязательным указанием в свидетельстве о поверке информации об объеме проведенной поверки.

2. Средства поверки

При проведении поверки необходимо применять следующие средства поверки.

Таблица 2

№№ П/п	Наименование средств поверки, тип	Метрологические характеристики
1.	Весы лабораторные	Специального класса точности с НПВ 200 г по ГОСТ Р 53228 –2008
2.	Колбы мерные	2-го класса точности исполнения 2 по ГОСТ 1770
3.	Пипетки вместимостью 1,0; 5,0 и 10,0 см ³	2-ого класса точности по ГОСТ 29228-91, ГОСТ 29169-91.
4.	Шприцы объемом 1,0; 5,0; 10,0 мл	Для дозирования в ячейку навесок до 2 г
5.	Водяной термостат	С погрешностью поддержания температуры ± 0,5°С при 20°С
6.	Шкаф сушильный	С погрешностью поддержания температуры не более ± 2°С
7.	Бюретки	ГОСТ 29228-91
8.	Термометры стеклянные ртутные	ГОСТ 13646-68
9.	Вода дистиллированная	ГОСТ 6709-72
10.	Спирт изопропиловый	ГОСТ 9805-84
11.	Буферные растворы рН 2-го разряда	ГОСТ 8.135-2004
12.	Калий фталевокислый кислый (НООС ₆ Н ₄ СООК)	ГСО 2216-81 или ТУ 6-09-4433-77 (массовая доля основного вещества 99,8-100%)
13.	Стандарт-титр гидроксида натрия (NaOH) 0,1N	ТУ 2642-001-49415344 или ТУ 2642-001-56278322-2008
14.	СО состава растворов хлорид-ионов	ГСО 7456-98
15.	СО состава раствора соляной кис-	ГСО 8194-2002

№№ П/п	Наименование средств поверки, тип	Метрологические характеристики
	лоты	
16.	Натрий хлористый (NaCl)	ГСО 4391-88 или ГОСТ 4233
17.	Серебро азотнокислое (AgNO ₃) или Стандарт-титр серебра азотнокислого (AgNO ₃)	ГОСТ 1277, ч.д.а. ТУ 2642-001-33813273-97
18.	Соль Мора (Аммоний-железо II сульфат)	ГОСТ 4208, чда
19.	Кислота азотная (HNO ₃)	ГОСТ 4461, не ниже хч
20.	Стандарт-титры для титриметрии: – Калий двуххромовокислый 0,1N; – Натрий хлористый (Натрий хлорид) 0,1N;	ТУ 2642-001-3381373 ТУ 2642-001-23164744-2002 или ТУ 2642-56278322-2008
21.	Калий двуххромовокислый (K ₂ Cr ₂ O ₇)	ГОСТ 4220, чда

Примечание: допускается применение других средств поверки, допущенных к применению в Российской Федерации в установленном порядке и обеспечивающих определение метрологических характеристик с требуемой точностью.

3. Условия поверки

3.1. При проведении поверки должны выполняться следующие условия

Таблица 3

температура окружающего воздуха в помещении	(20±5) °С
относительная влажность воздуха	не более 80%
атмосферное давление	не более 107 кПа

3.2. Установка и подготовка титратора к поверке, подключение соединительных линий, заземление, выполнение операций при проведении контрольных измерений осуществляется в соответствии с «Руководством по эксплуатации» (далее РЭ).

4. Требования безопасности

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

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

4.3. Исполнители должны быть проинструктированы о мерах безопасности при работе с приборами в соответствии с инструкциями, прилагаемыми к приборам. Организацию обучения работающих с прибором по безопасности труда производят по ГОСТ 12.0.004.

5. Требования к квалификации поверителей

5.1. К проведению измерений по поверке допускаются лица:

- имеющие опыт работы с электронными средствами измерений;
- изучившие техническое описание поверяемого прибора и методику поверки конкретного типа прибора;
- прошедшие обучение в соответствии с ССБТ по ГОСТ 12.0.004-79 и имеющие квалификационную группу не ниже 1, согласно "Правилам технической эксплуатации электроустановок потребителей", утвержденных Госэнергонадзором от 21.12 1984г.

6. Подготовка к поверке

Перед проведением поверки титраторов следует выполнить следующие подготовительные операции:

- после доставки прибора на поверку он должен быть выдержан в помещении не менее 3 часов;
- включить прибор в соответствии с руководством по эксплуатации, и прогреть в течение не менее 30 мин;
- подготовить реактивы в зависимости от комплектации титратора (см. рекомендации приложения 2): просушить калий фталевокислый кислый (калия бифталат), хлористый натрий в сушильном шкафу при температуре 105°C до постоянной массы.
- в соответствии с руководством по эксплуатации осуществить сборку титратора и приготовление титранта, собрать бюретку в соответствии с руководством по эксплуатации, установить ее на титраторе и заполнить титровальную бутылку титрантом. Заполнение бюретки титрантом и процедуру промывки провести до полного удаления воздуха из бюретки, подающих и дозирующих трубок.
- Если титрант готовят из вещества по ГОСТ, проводят серию из 3 определений для установки поправочного коэффициента (титра) титранта. Результат установки титра заносят в программу титрования стандартного образца. Если титрант готовят из стандарт-титра титр =1.

7. Проведение поверки

7.1. Внешний осмотр

При внешнем осмотре должно быть установлено соответствие измерителя следующим требованиям:

- Наличие эксплуатационной документации на русском языке;
- Соответствие комплектности прибора спецификации;
- Отсутствие механических повреждений и дефектов покрытия;
- Целостность показывающих приборов;
- Надписи и обозначения на приборе должны быть четкими и соответствовать технической документации фирмы-изготовителя;
- Прибор должен размещаться на рабочей поверхности стола в соответствии с Руководством по эксплуатации.

7.2. Опробование и проверка общего функционирования титраторов

Опробование прибора происходит в автоматическом режиме. В случае успешного самотестирования после включения на дисплее появится главное меню программы управления прибором. В случае если прибор не прошел тестирование, на дисплее появится сообщение об ошибке.

7.3. Подтверждение соответствия программного обеспечения проводится визуально при включении системы. Версия ПО отображается на дисплее титратора в верхнем правом углу.

Результат проверки соответствия программного обеспечения считают положительным, если наименование ПО и номер версии, отображающийся при включении системы, соответствует указанному в таблице 2.

Таблица 2

Наименование ПО	Идентификационное наименование ПО	Номер версии ПО
ПО	V 103	Не ниже 1.5.2

7.4. Определение метрологических характеристик

7.4.1. Определение абсолютной погрешности измерения рН.

Определение абсолютной погрешности измерения рН осуществляется по буферным растворам рН 2-го разряда. Проводится измерение рН третьего буферного раствора, значение рН которого лежит внутри диапазона, ограниченного калибровочными буферами. Абсолютная погрешность измерения рН рассчитывается по формуле (1):

$$\Delta pH = pH_{\text{эт}} - pH_{\text{изм}} \quad (1), \text{ где}$$

ΔpH – абсолютная погрешность титратора при измерении рН;

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

$pH_{\text{изм}}$ – показания титратора.

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

7.4.2. Определение относительной погрешности титрования

В зависимости от используемого электрода выбирается стандартный образец и титрант (см. Приложение 2).

Кислотно-основное титрование в водной или неводной среде, аргентометрическое титрование, окислительно-восстановительное титрование: в стакан для титрования пипеткой добавляют 10 см^3 раствора определяемого стандартного образца (или раствора стандарт-титра) или навеску определяемого стандартного образца. Рекомендуемые навески калия бифталата (от 0,07 до 0,09 г), хлористого натрия (от 0,03 до 0,05 г), бихромата калия (от 0,025 до 0,04 г) фиксируют с точностью 0,0002 г. В стакан с навеской добавляют дистиллированную воду или изопропилового спирта объема, достаточного для погружения электродов (обычно до 100 см^3) и титруют до точки эквивалентности. При проведении аргентометрического титрования контрольный образец подкисляют добавлением 0,1 н раствора серной или азотной кислоты; в случае окислительно-восстановительного титрования его проводят в кислой (подкисляют добавлением 1 см^3 0,1 н раствора серной кислоты) или нейтральной среде.

Проводят серию не менее чем из 5 измерений. Результат записывают с точностью до четвертого знака. Полученные результаты отображаются на дисплее или выводятся на печатающее устройство.

Относительная погрешность титрования рассчитывается для каждого результата титрования по формуле (2):

$$\sigma = \frac{R_i - C_{am}}{C_{am}} \times 100 \quad (2), \text{ где}$$

R_i - результат i -ого титрования в серии, см^3 для растворов или г, для навесок;

$C_{am} = 10 \text{ см}^3$ в случае титрования раствора;

или C_{am} - навеска определяемого стандартного образца, г.

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

7.4.3. Случайную составляющую погрешности определяют по результатам измерений как относительное среднее квадратическое отклонение результатов единичного измерения от среднего, и рассчитывают по формуле (3):

$$CKO = \frac{1}{R} \times \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (R_i - \bar{R})^2}{(n-1)}} \times 100 \%, \quad (3)$$

где n – количество измерений.

Случайная составляющая погрешности титратора не должна превышать 1,5 %.

8. Оформление результатов поверки

8.1. При проведении поверки работы прибора составляется протокол по форме Приложения 1 (рекомендуемое) или оформляется протокол поверки в произвольной форме.

8.2. Титратор, удовлетворяющий требованиям настоящей инструкции, признается годным. Положительные результаты оформляются свидетельством о его поверке.

8.3. На титратор, признанный не-годным к эксплуатации, выписывается извещение о непригодности с указанием причин.

8.4. Знак поверки наносится на свидетельство.

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ

Наименование:

Зав. номер _____

Тип _____

Дата выпуска _____

Представлен _____

Поверка проводится согласно документу МП 242-2062-2016 «Титраторы автоматические РАТ 940. Методика поверки», утверждена ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» 22 сентября 2016 г..

Условия поверки:

- температура окружающего воздуха, °С

- атмосферное давление, кПа

- относительная влажность, %

Средства поверки:

Результаты определения:

Таблица 1

Наименование программного обеспечения	Идентификационное наименование программного обеспечения	Номер версии (идентификационный номер) программного обеспечения

Определение абсолютной погрешности измерения рН

Таблица 2

Значение рН эталонного буферного раствора	Показания титратора	Абсолютная погрешность измерения рН

Результат определения метрологических характеристик

Таблица 3

№ измерения	Результаты титрования, %	Относительная погрешность, %
1		
СКО		

Относительная погрешность и СКО титратора не превышает (превышает) нормативы.

Заключение _____

Подпись поверителя _____

Дата _____

ПРИЛОЖЕНИЕ 2
Рекомендуемое

№	Вид титрования	Стандартный образец	Титрант
1	Кислотно-основное в водных средах (Кат. Номер 9810-279, электрод E-Chem PATrode (синий))	Соляная кислота или 0,1Н или калия бифталат в воде дистиллированной	Натрия гидроксид 0,1Н в воде дистиллированной
2	Кислотно-основное титрование в неводных средах (Кат. Номер 9810-253, электрод E-Chem PATrode (красный))	Калия бифталат	Натрия гидроксид 0,1Н в воде или спирте изопропиловом
3	Аргентометрическое титрование в водных средах (осадительное титрование) (Кат. Номер 9810-281, электрод E-Chem PATrode (желтый))	Натрий хлористый или раствор натрия хлористого 0,1Н в воде дистиллированной с добавлением 2 см ³ азотной кислоты	Серебра нитрат 0,1Н в воде дистиллированной
4	Окислительно-восстановительное титрование (Кат. Номер 9810-280, электрод E-Chem PATrode (зеленый))	Калий двухромовокислый (бихромата калия) в 5% растворе серной кислоты или йод	Раствор аммоний-железо (II) сернокислый (соль Мора)

При периодической поверке допустимо проводить поверку по методике измерений аттестованной в соответствии с ГОСТ 8.563 в соответствии с разделом «Контроль точности (погрешности, прецизионности, неопределенности)» или «Обработка результатов измерений» стандартизированной МИ, реализованных на поверяемом титраторе.