

14. Методика поверки

УТВЕРЖДАЮ
Руководитель ГЦИ СИ
Заместитель Генерального директора
ФГУ «Ростест-Москва»

А.С.Евдокимов
17 июня 2008 г.

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

Настоящая методика поверки распространяется Титраторы Titrimo (мод. 794, 798, 799) Titrando (мод. 808, 809, 857, 888, 890) и Titrimo plus (мод. 848, 877) фирмы «Metrohm AG», Швейцария, и устанавливает методику их поверки.

Межповерочный интервал – 1 год.

1. ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

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

Таблица 1.

№ п.п	Наименование операции	Номер пункта документа по методике	Проведение операции при	
			первичной поверке	периодической поверке
1.	Внешний осмотр	6.1.	Да	Да
2.	Опробование	6.2.	Да	Да
3.	Определение метрологических характеристик: - абсолютной погрешности измерения pH; - относительной погрешности титрования; - среднего квадратического отклонения результата измерений (СКО).	6.3.	Да	Да
		6.3.3.	Да	Да
		6.3.4.	Да	Да

2. СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

При проведении поверки необходимо применять следующие средства поверки:

№ п.п	Наименование средств поверки, тип	Метрологические характеристики
1.	Весы лабораторные	Специального класса точности с НПВ 200 г по ГОСТ 24104 - 2001
2.	Мерные колбы	2-го класса точности исполнения 2 по ГОСТ 1770
3.	Водяной термостат	С погрешностью поддержания температуры $\pm 0,1^{\circ}\text{C}$ при 25°C
4.	Шкаф сушильный	с погрешностью поддержания температуры не более 5°C
5.	Бюретки	ГОСТ 29228-91
6.	Буферные растворы pH 2-го разряда	ГОСТ 8.135

7.	Натрия гидроокись (NaOH)	ГОСТ 4328, ч.д.а.
8.	Калий гидрофталат ($\text{HOOC}\text{C}_6\text{H}_4\text{COOK}$)	ГСО 2216-81 или ТУ 6.06-4433-77 (массовая доля основного вещества 99,8-100%)
9.	Бензойная кислота ($\text{C}_6\text{H}_5\text{COOH}$)	ГОСТ 10521, ч.д.а.
10.	2-пропанол (изопропиловый спирт) ($(\text{CH}_3)_2\text{CHOH}$)	ТУ 6.09-402-85, хч
11.	Калия гидроокись (KOH)	ГОСТ 24363
12.	Натрий хлористый (NaCl)	ГСО 4391-88 или ГОСТ 4233
13.	Серебро азотнокислое (AgNO_3)	ГОСТ 1277, ч.д.а.
14.	Кислота серная (H_2SO_4)	ГОСТ 4204, хч
15.	Калий двухромнокислый (калий бихромат) ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$)	ГОСТ 4220, чда
16.	Аммоний-железо (II) сернокислый (соль Мора) ($(\text{NH}_4)_2(\text{FeSO}_4)_2 \times \text{H}_2\text{O}$)	ГОСТ 4208, чда
17.	Вода дистиллированная	ГОСТ 6709
18.	Калий бромноватокислый (калия бромат) (KBrO_3)	ГОСТ 4457, чда
19.	Калия бромистый (калия бромид) (KBr)	ГОСТ 4160, чда
20.	Натрий серноватистоокислый (натрия тиосульфат) ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \times 5\text{H}_2\text{O}$)	ГОСТ 27068, чда
21.	Кислота соляная (HCl)	ГОСТ 3118, чда
22.	Кислота уксусная	ГОСТ 61, чда
23.	1,1,1-трихлорэтан	
24.	Метанол	ГОСТ 6995, чда
25.	Циклогексен	

Допускается использовать другие средства поверки, по классу точности не ниже, предусмотренных методикой.

3. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

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

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

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

4. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

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

Режимные параметры устанавливают в соответствии с инструкцией по эксплуатации в зависимости от выбранного режима титрования (DET pH, MET pH, SET pH или KFT).

5. ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

Перед проведением поверки должны быть выполнены следующие подготовительные операции:

- после доставки прибора на поверку он должен быть выдержан в помещении не менее 3 часов;
- в соответствии с руководством по эксплуатации осуществить сборку титратора и приготовление титрантов;
- включить прибор в соответствии с руководством по эксплуатации, и прогреть в течение не менее 30 мин;
- при комплектации титраторов датчиком для вольтамперметрии и стендом для титрования по методу Карла Фишера, приготовить стандартный образец раствора изопропилового спирта согласно Приложению 3.

6. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1. Внешний осмотр.

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

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

6.2. Опробование.

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

6.3. Определение метрологических характеристик.

В зависимости от комплектации титратора датчиками, при проведении поверки могут использоваться методики титрования, описанные в Приложении 1. При наличии у пользователя аттестованной, в соответствии с ГОСТ 8.563, методики выполнения измерений, можно пользоваться данной методикой.

6.3.1. Определение абсолютной погрешности измерения pH (в случае комплектации титратора электродами типов 6.02xx.xxx) осуществляется по буферным растворам pH 2-го разряда. Проводится калибровка электрода по двум буферным растворам в соответствии с Руководством по эксплуатации фирмы. Проводится измерение pH третьего буферного раствора, значение pH которого лежит внутри диапазона, ограниченного калибровочными буферами. Абсолютная погрешность измерения pH рассчитывается по формуле:

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

ΔpH – абсолютная погрешность титратора при измерении pH, ед.pH;

$pH_{эт}$ – значение pH буферного раствора, ед.pH;

$pH_{изм}$ – показания титратора, ед.pH.

6.3.2. Определение основной относительной погрешности титрования.

В зависимости от используемого датчика выбирается стандартный образец и титрант в соответствии с Приложением 1. Рекомендации по программированию методики поверки титраторов даны в Приложении 2.

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

Относительная погрешность титрования рассчитывается по формуле:

$$\sigma = \frac{w_{пол} - w_{ам}}{w_{ам}} \times 100, \text{ где}$$

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

$w_{\text{тит}}$ - значение массы (концентрации), полученного в результате титрования образца, масс. доля, %;

Относительная погрешность не должна превышать 3% для титрования по методу Карла Фишера и 2% для всех остальных методов.

6.3.3. Полученные в процессе титрования результаты (масса, количество вещества, г) приводят к массе взятого для анализа образца:

$$W_{\text{пр}} = \frac{RSI_i}{m_i}, \text{ где } RSI - \text{значение массы (концентрации } i\text{-го образца, полученного в ре-}$$

зультате титрования;

m_i - масса навески, взятая для анализа, г.

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

$$CKO = \frac{1}{W_{\text{пр}}} \times \sqrt{\frac{\sum (W_{\text{пр}} - \overline{W_{\text{пр}}})^2}{(n-1)}} \times 100 \%,$$

где $\overline{W_{\text{пр}}} = \frac{\sum W_i}{n}$, где n - число измерений

Случайная составляющая погрешности титратора не должна превышать 1,0% по методу Карла Фишера и 0,5% для всех других методов титрования.

6.3.5. При комплектации титраторов двойными платиновыми электродами и в случае использования пользователем данного прибора для определения бромных чисел нефтепродуктов, полученное значение бромного числа 10%-ного раствора циклогексена должно находиться в диапазоне 18...20 граммов Br.

7. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

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

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

Начальник лаборатории № 448



В.В. Рыбин

Старший инженер



А.Г. Дубинчик

ПРИЛОЖЕНИЕ 1.

1. КИСЛОТНО-ОСНОВНОЕ ТИТРОВАНИЕ В ВОДНЫХ СРЕДАХ.

При комплектации титратора датчиками для кислотно-основного титрования (электроды типов 6.02xx.xxx) для поверки используется методика титрования бифталата калия (стандартный образец) раствором гидроксида натрия (титрант).

1.1. Подготовка к выполнению измерений.

1.1.1. Бифталат калия сушат в сушильном шкафу при температуре 105°C до постоянной массы.

1.1.2. Готовят титрант – водный раствор гидроокиси натрия с концентрацией 0,1 моль/л.

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

- программа для определения поправочного коэффициента для титранта;
- программа анализа стандартного образца.

1.1.4. Соберите бюретку в соответствии с руководством по эксплуатации, установите ее на титраторе и заполните титровальную бутылку титрантом. Проведите заполнение бюретки титрантом и осуществите процедуру промывки 2-3 раза для полного удаления воздуха из бюретки, подающих и дозирующих трубок.

1.2. Проведение измерений.

Навеску бифталата калия в пределах от 0,07 до 0,09 г с точностью 0,0002 г помещают в стакан для титрования и добавляют 50 мл дистиллированной воды. Запускают программу определения поправочного коэффициента для титранта и проводят серию не менее чем из 3 измерений с вычислением среднего поправочного коэффициента. Затем проводят серию из 7 измерений по программе анализа стандартного образца.

2. КИСЛОТНО-ОСНОВНОЕ ТИТРОВАНИЕ В НЕВОДНЫХ СРЕДАХ.

При комплектации титратора датчиком для кислотно-основного титрования в неводных средах (электрод типа 6.0229.100; 3-х электродная система с электродами 6.0150.100, 6.0729.100, 6.0303.100) для поверки используется методика определения массы бензойной кислоты (стандартный образец) титрованием гидроокиси калия в среде изопропилового спирта (титрант).

2.1. Подготовка к выполнению измерений.

2.1.1. Готовят титрант – раствор гидроокиси калия в изопропиловом спирте с концентрацией 0,1 моль/л.

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

- программа для определения поправочного коэффициента для титранта;
- программа анализа стандартного образца.

2.1.3. Соберите бюретку в соответствии с руководством по эксплуатации, установите ее на титраторе и заполните титровальную бутылку титрантом. Проведите заполнение бюретки титрантом и осуществите процедуру промывки 2-3 раза для полного удаления воздуха из бюретки, подающих и дозирующих трубок.

2.2. Проведение измерений.

Навеску бензойной кислоты в пределах от 0,07 до 0,12 г с точностью 0,0002 г помещают в стакан для титрования и добавляют 50 мл изопропилового спирта. Запускают программу определения поправочного коэффициента для титранта и про-

водят серию не менее чем из 3 измерений с вычислением среднего поправочного коэффициента. Затем проводят серию из 7 измерений по программе анализа стандартного образца.

3. АРГЕНТОМЕТРИЧЕСКОЕ ТИТРОВАНИЕ В ВОДНЫХ СРЕДАХ.

При комплектации титратора датчиком для аргентометрии (электрод типа 6.0430.100) для поверки используется методика определения массы хлористого натрия (стандартный образец) титрованием раствором нитрата серебра (титрант).

3.1. Подготовка к выполнению измерений.

3.1.1. Порошок хлористого натрия сушат в сушильном шкафу при температуре 105°C до постоянной массы.

3.1.2. Готовят титрант – водный раствор нитрата серебра с концентрацией 0,1 моль/л.

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

- программа для определения поправочного коэффициента для титранта;
- программа анализа стандартного образца.

3.1.4. Соберите бюретку в соответствии с руководством по эксплуатации, установите ее на титраторе и заполните титровальную бутылку титрантом. Проведите заполнение бюретки титрантом и осуществите процедуру промывки 2-3 раза для полного удаления воздуха из бюретки, подающих и дозирующих трубок.

3.2. Проведение измерений.

Навеску хлористого натрия в пределах от 0,03 до 0,05 г с точностью 0,0002 г помещают в стакан для титрования и добавляют 50 мл раствора азотной кислоты с концентрацией 0,1 моль/л (или серной кислоты с концентрацией 0,02 моль/л). Запускают программу определения поправочного коэффициента для титранта и проводят серию не менее чем из 3 измерений с вычислением среднего поправочного коэффициента. Затем проводят серию из 7 измерений по программе анализа стандартного образца.

4. ОКИСЛИТЕЛЬНО-ВОССТАНОВИТЕЛЬНОЕ ТИТРОВАНИЕ.

При комплектации титратора датчиком для окислительно-восстановительного титрования (электрод типа 6.0451.100) для поверки используется методика определения массы калия двуххромовокислого (бихромата калия) (стандартный образец) титрованием раствором аммоний-железо (II) сернокислым (соль Мора) (титрант).

4.1. Подготовка к выполнению измерений.

4.1.1. Готовят титрант – водный раствор соли Мораа с концентрацией 0,1 моль/л.

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

- программа для определения поправочного коэффициента для титранта;
- программа анализа стандартного образца.

4.1.3. Соберите бюретку в соответствии с руководством по эксплуатации, установите ее на титраторе и заполните титровальную бутылку титрантом. Проведите заполнение бюретки титрантом и осуществите процедуру промывки 2-3 раза для полного удаления воздуха из бюретки, подающих и дозирующих трубок.

4.2. Проведение измерений.

Навеску бихромата калия в пределах от 0,025 до 0,04 г с точностью 0,0002 г помещают в стакан для титрования и добавляют 50 мл 5% раствора серной кислоты. Запускают программу определения поправочного коэффициента для титранта и проводят серию не менее чем из 3 измерений с вычислением среднего поправочного коэффициента. Затем проводят серию из 7 измерений по программе анализа стандартного образца.

5. ТИТРОВАНИЕ ПО МЕТОДУ КАРЛА ФИШЕРА

При комплектации титратора датчиком для вольтамперметрии (электроды типа 6.0338.100 и 6.0341.100) и стендом для титрования по методу Карла Фишера для поверки используется методика определения массы воды в образце изопропилового спирта с известным содержанием воды (стандартный раствор) титрованием реагентом Карла Фишера (титрант).

5.1. Подготовка к выполнению измерений.

5.1.1. Готовят раствор изопропилового спирта согласно Приложению 3.

5.1.2. Соберите бюретку в соответствии с руководством по эксплуатации, установите ее на титраторе и заполните титровальную бутылку титрантом. Проведите заполнение бюретки титрантом и осуществите процедуру промывки 2-3 раза для полного удаления воздуха из бюретки, подающих и дозирующих трубок.

5.1.3. Перед началом анализа запускают программу предтитрования. Контролируют величину дрейфа. Оптимальная величина дрейфа при проведении поверки - менее 10 мкл/мин.

5.2. Проведение измерений.

5.2.1. Запускают программу для определения титра. Проводят серию не менее чем из 3 измерений. Результат измерений записывают с точностью до четвертой значащей цифры. Установленное значение титра вносят в программу.

5.2.2. Запускают программу определения содержания воды (KF). Взвешивание образца проводят с точностью 0,0002 г. Навеску образца, рассчитанную таким образом, чтобы количество титранта, пошедшего на титрование, соответствовало 30-70% объема бюретки, переносят в ячейку для титрования. Проводят серию из 7 измерений по программе анализа.

6. ОПРЕДЕЛЕНИЕ БРОМНОГО ЧИСЛА.

При комплектации титраторов двойными платиновыми электродами (типа 6.0341.100 и 6.0309.100) и в случае использования пользователем данного прибора для определения бромных чисел нефтепродуктов, используют метод определения бромного числа стандартного 10% раствора циклогексена в 1,1,1-трихлорэтаноле.

6.1. Подготовка к выполнению измерений.

6.1.1. Приготовление титранта.

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

6.1.1.2. Определяют молярность приготовленного титранта титрованием 0,1 М раствором тиосульфата натрия ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$). Растворяют 25 г тиосульфата натрия ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \times 5\text{H}_2\text{O}$) в воде и добавляют 0,01 г карбоната натрия (Na_2CO_3) для стабилизации раствора. Разбавляют до 1 литра и тщательно перемешивают. Устанавливают молярность раствора тиосульфата натрия с помощью любой общепринятой процедуры.

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

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

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

где M_1 – молярность раствора бромид-бромата;

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

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

5 – количество миллилитров раствора бромид-бромата;

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

6.3. Приготовление растворителя.

Готовят растворитель для титрования, смешав 714 мл ледяной уксусной кислоты, 134 мл 1,1,1-трихлорэтана, 134 мл метанола и 18 мл H_2SO_4 (1+5). Растворитель необходимо выдержать в течение 3-х дней.

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

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

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

Рекомендации по программированию методов для поверки титраторов.

1. КИСЛОТНО-ОСНОВНОЕ ТИТРОВАНИЕ В ВОДНЫХ СРЕДАХ.

Формула для определения поправочного коэффициента для титрования:

$$RS1 = C00 \times C01 / C02 / EP1$$

где: C00 – масса навески, г;

C01 – 10000;

C02 – молекулярная масса бифталата калия (204,23);

EP1 – количество титранта, пошедшее на титрование, мл.

Формула для расчета содержания бифталата калия:

$$RS1 = EP1 \times C01 \times C02 \times C04 / C03$$

где: C01 – концентрация гидроокиси калия (0,1 н);

C02 – молекулярная масса бифталата калия (204,23);

C03 – 1000;

C04 – поправочный коэффициент для титрования;

EP1 – количество титранта, пошедшее на титрование, мл.

2. КИСЛОТНО-ОСНОВНОЕ ТИТРОВАНИЕ В НЕВОДНЫХ СРЕДАХ.

Формула для определения поправочного коэффициента для титрования:

$$RS1 = C00 \times C01 / C02 / EP1$$

где: C00 – масса навески, г;

C01 – 10000;

C02 – молекулярная масса бензойной кислоты (122,12);

EP1 – количество титранта, пошедшее на титрование, мл.

Формула для расчета содержания бензойной кислоты:

$$RS1 = EP1 \times C01 \times C02 \times C04 / C03$$

где: C01 – концентрация гидроокиси калия (0,1 н);

C02 – молекулярная масса бензойной кислоты (122,12);

C03 – 1000;

C04 – поправочный коэффициент для титрования;

EP1 – количество титранта, пошедшее на титрование, мл.

Допускается поверка по методу кислотно-основного титрования в водных средах.

3. АРГЕНТОМЕТРИЧЕСКОЕ ТИТРОВАНИЕ В ВОДНЫХ СРЕДАХ.

Формула для определения поправочного коэффициента для титрования:

$$RS1 = C00 \times C01 / C02 / EP1$$

где: C00 – масса навески, г;

C01 – 10000;

C02 – молекулярная масса хлористого натрия (58,48);

EP1 – количество титранта, пошедшее на титрование, мл.

Формула для расчета содержания хлористого натрия:

$$RS1 = EP1 \times C01 \times C02 \times C04 / C03$$

где: C01 – концентрация нитрата серебра (0,1 н);

C02 – молекулярная масса хлористого натрия (58,48);

C03 – 1000;

C04 – поправочный коэффициент для титрования;
EP1 – количество титранта, пошедшее на титрование, мл.

4. ОКИСЛИТЕЛЬНО-ВОССТАНОВИТЕЛЬНОЕ ТИТРОВАНИЕ.

Формула для определения поправочного коэффициента для титрования:

$$RS1 = C00 \times C01 \times C02 / C03 / EP1$$

где: C00 – масса навески, г;

C01 – 10000;

C02 – 6;

C03 – молекулярная масса бихромата калия (294,18);

EP1 – количество титранта, пошедшее на титрование, мл.

Формула для расчета содержания бихромата калия:

$$RS1 = EP1 \times C01 \times C02 \times C04 / C03$$

где: C01 – концентрация аммоний-железо (II) сернокислый (0,1 моль/л);

C02 – молекулярная масса бихромата калия (294,18);

C03 – 6000;

C04 – поправочный коэффициент для титрования;

EP1 – количество титранта, пошедшее на титрование, мл.

5. ОПРЕДЕЛЕНИЕ БРОМНОГО ЧИСЛА

Формула для расчета бромного числа:

$$RS1 = (EP1 - C01) \times C02 \times C03 / C00$$

где: C01 – количество титранта, пошедшее на титрование холостой пробы, мл;

C02 – Молярность бромид-броматного раствора в пересчете на Br₂;

C03 – 15,98;

C00 – масса навески стандартного образца;

EP1 – количество титранта, пошедшее на титрование, мл.

МЕТОДИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ РАСТВОРА ИЗОПРОПИЛОВОГО СПИРТА

- Для приготовления стандартного раствора используют:
 - изопропиловый спирт по ТУ 6-09-402-85;
 - воду дистиллированную по ГОСТ 6709;
 - весы лабораторные специального класса точности с НПВ 200г по ГОСТ 24104-2001;
 - колбу с притертой пробкой вместимостью 100 мл.

Перед приготовлением раствора определяют содержание воды в изопропанол. Для этого проводят серию из трех измерений и фиксируют измеренное значение содержания воды (%). Рассчитывают среднее арифметическое. Повторяемость полученных результатов (r) не должна превышать 0,5%.

$$r = \frac{W_{\max} - W_{\min}}{W_{\text{ср}}} \times 100\%,$$

где $W_{\max}$ – максимальное полученное значение содержания воды;

$W_{\min}$ – минимальное полученное значение содержания воды;

$W_{\text{ср}}$ – среднее полученное значение содержания воды.

- На аналитических весах взвешивают пустую колбу с притертой пробкой емкостью 100 мл. В колбу вносят около 50 г изопропилового спирта. Фиксируют массу с точностью 0,0002 г. Далее в колбу добавляют дистиллированную воду массой около 1,5 г и фиксируют ее массу. Полученный раствор тщательно перемешивают.
- Содержание воды в полученном растворе ($C, \%$) определяют по формуле:

$$C = \frac{(w \times m) / 100 + g}{m + g} \times 100, \text{ где}$$

m – масса изопропанола, взятого для приготовления стандартного раствора, г.;

w – содержание воды в изопропанол, %;

g – масса воды, введенной в изопропиловый спирт, г.

ОПИСАНИЕ ТИПА СРЕДСТВ ИЗМЕРЕНИЙ

СОГЛАСОВАНО

Руководитель ГЦИ СИ
Заместитель Генерального Директора
ФГУ «Ростест-Москва»
А.С. Евдокимов
«04» июля 2008 г.

Титраторы Titrino (мод. 794, 798, 799) Titrand (мод. 808, 809, 857, 888, 890), Titrand plus (мод. 848, 877)	Внесен в Государственный реестр средств измерений Регистрационный № _____ Взамен № 25075-03
--	---

Выпускаются по технической документации фирмы "Metrohm AG", Швейцария.

НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Титраторы Titrino (мод. 794, 798, 799) Titrand (мод. 808, 809, 857, 888, 890), Titrand plus (мод. 848, 877) (далее - титраторы) предназначены для измерения концентрации ионов в водных и неводных растворах, содержания воды в неводных растворах и сухих веществах и могут применяться для экологического контроля, анализа питьевых и сточных вод, пищевых продуктов, нефтепродуктов и т.д.

ОПИСАНИЕ

Принцип действия титраторов основан на непрерывном измерении сигнала, поступающего с электродов, помещенных в анализируемый раствор ячейки для титрования, при добавлении титранта до достижения точки эквивалентности.

В комплект титраторов серии Titrino и Titrand plus входят: электронный блок управления и обработки данных, содержащий насос с шаговым двигателем и встроенную клавиатуру (серия Titrand plus), сменная дозирующая бюретка с емкостью для титранта, электроды, магнитная или лопастная мешалка, выносной пульт с клавиатурой (серия Titrino). Титраторы серии Titrand являются центральной частью модульной системы Titrand. Система управляется либо с помощью сенсорного экрана, либо с компьютера через USB порт с использованием программного обеспечения.

Титраторы имеют стандартные интерфейсы для подключения внешнего персонального компьютера, принтера и электронных весов.

Титрование выполняется автоматически, благодаря встроенному микропроцессору. Режимные параметры, способы обработки задаются при помощи клавиатуры или команд с компьютера. Титраторы снабжены жидкокристаллическими дисплеями, на которых высвечиваются заданные параметры, текущие результаты измерения (pH, объем титранта, величина дрейфа, график кривой титрования) и результаты измерения (pH в точке эквивалентно-

сти и объем титранта, потраченного на титрование; график кривой титрования). Полученные результаты могут быть сохранены в памяти, протоколы измерений могут быть распечатаны.

Модификации титраторов отличаются возможными режимами титрования, типом управления и установкой дозирующих устройств (таблица 1.).

Таблица 1.

	DET – динамическое титрование до точки эквивалентности	MET – монотонное титрование до точки эквивалентности	SET – титрование до конечной точки	KFT – определение воды по методу Карла Фишера	STAT – титрование при фиксированных значениях pH, U	Тип управления	Сменная бюретка	Дозирующая бюретка	Дискретность дозирования, шагов
794 Basic Titrino	+	+	+	-	-	Внешняя клавиатура	+	-	10'000
798MPT Titrino	+	+	+	-	-		+	-	10'000
799GPT Titrino	+	+	+	+	-		+	-	10'000
808 Titrand	+	+	+	-	-	Сенсорный дисплей / персональный компьютер	+	+	20'000
809 Titrand	+	+	+	-	-		-	+	10'000
857 Titrand	+	+	+	+	+		-	+	10'000
888 Titrand	+	+	+	-	-		+	+	20'000
980KF Titrand	-	-	-	+	-		+	-	20'000
848 Titrino plus	+	+	+	-	-	Клавиатура на панели прибора	+	-	10'000
877 Titrino plus	-	+	+	-	-		+	-	10'000

Потенциометрические титраторы могут работать в режиме измерения pH, температуры, напряжения поляризации U_{pol} , тока поляризации I_{pol} и концентрации.

Основные технические характеристики титраторов приведены в таблице 2.

ЗНАК УТВЕРЖДЕНИЯ ТИПА

Знак утверждения типа наносится на руководство по эксплуатации типографским способом и в виде клеевой этикетки на корпус титратора.

КОМПЛЕКТНОСТЬ

В комплект поставки титраторов входят:

- титратор;
- адаптер;
- кабель сетевого питания;
- контроллеры для управления прибором Titrand;

- мешалки и стенды титрования;
- оборудование для титрования согласно п.13 руководства по эксплуатации;
- дозаторы;
- электроды;
- датчики температуры;
- кабели для электродов и других принадлежностей;
- Руководство по эксплуатации с разделом «Методика поверки» - на русском языке.

Комплектация осуществляется по требованию заказчика, в соответствии со спецификацией фирмы.

ПОВЕРКА

Поверка титраторов производится в соответствии с Методикой поверки, являющейся разделом Руководства по эксплуатации, утвержденной ГЦИ СИ ФГУ «Ростест-Москва» в июне 2008 г.

Основные средства поверки:

- весы лабораторные класса точности специальный по ГОСТ 24104-2001 с пределом взвешивания 200 г;
- мерная посуда по ГОСТ 1770;
- водяной термостат с погрешностью поддержания температуры $\pm 0,1^{\circ}\text{C}$ при 25°C ;
- бюретки по ГОСТ 29251-91;
- дистиллированная вода по ГОСТ 6709;
- буферные растворы по ГОСТ 8.135;
- натрия гидроокись по ГОСТ 4328;
- калий гидрофталат ГСО 2216-81 или ТУ 6-09-4433-77;
- бензойная кислота по ГОСТ 10521;
- 2-пропанол (изопропиловый спирт) по ТУ 6-09-402-85;
- калия гидроокись по ГОСТ 24363;
- натрий хлористый ГСО 4391-88 или ГОСТ 4233;
- серебро азотнокислое ГОСТ 1277;
- кислота серная по ГОСТ 4204;
- калий двуххромовокислый ГОСТ 4220;
- аммоний-железо (II) сернокислый (соль Мора) по ГОСТ 4208;
- калий бромноватокислый (калия бромат) по ГОСТ 4457;
- калий бромистый (калия бромид) по ГОСТ 4160;
- натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) по ГОСТ 27068;
- кислота соляная по ГОСТ 3118;
- кислота уксусная по ГОСТ 61;
- метанол по ГОСТ 6995;
- 1,1,1-трихлорэтан;
- циклогексен.

Межповерочный интервал - 1 год.

НОРМАТИВНЫЕ И ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

ГОСТ 22729 «Анализаторы жидкости ГСП. Общие технические условия».

МИ 2639-2001 ГСИ «Государственная поверочная схема для средств измерений массовой доли компонентов в веществах и растворах»

Техническая документация фирмы "Metrohm AG", Швейцария.

ОСНОВНЫЕ ТЕХНИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ.

Таблица 2

Параметры	794 Basic Titrino	798 MPT Titrino	*799 GPT Titrino	808 Titrando	809 Titrando	857 Titrando	888 Titrando	890 KF Titrando	848 Titrino plus	877 Titrino plus
1. Диапазон измерений: - pH (pX), ед. pH - потенциал, мВ - массовая доля воды, %	±20,00 ±2000 --	±20,00 ±2000 --	±20,00 ±2000 0,001...100	±20,00 ±2000 --	±20,00 ±2000 --	±20,00 ±2000 0,001...100	±20,00 ±2000 --	- - 0,001...100	-13,00 ... + 20,00 ±1200 --	-13,00 ... + 20,00 ±1200 --
2. Пределы допускаемых значений относительной абсолютной погрешности измерения: - pH (pX), ед. pH - потенциал, мВ	± 0.03 ± 0.3	± 0.03 ± 0.3	± 0.03 ± 0.3	± 0.03 ± 0.3	± 0.03 ± 0.3	± 0.03 ± 0.3	± 0.03 ± 0.3	± 0.03 ± 0.3	± 0.03 ± 0.3	± 0.03 ± 0.3
3. Пределы допускаемых значений относительной погрешности титрования, % не более: - по Карлу Фишера - в режиме DET, MET, SET, STAT	- ± 2.0	- ± 2.0	± 3.0 ± 2.0	- ± 2.0	- ± 2.0	± 3.0 ± 2.0	- ± 2.0	± 3.0 ± 2.0	- ± 2.0	- ± 2.0
4. Относительное среднее квадратичное отклонение результатов измерений, % не более: - по Карлу Фишера - в режиме DET, MET, SET, STAT	- 0.5	- 0.5	1.0 0.5	- 0.5	- 0.5	1.0 0.5	- 0.5	1.0 0.5	- 0.5	- 0.5

Параметры	794 Basic Titrimo	798 MPT Titrimo	799 GPT Titrimo	808 Titrimo	809 Titrimo	857 Titrimo	888 Titrimo	890 KF Titrimo	848 Titrimo plus	877 Titrimo plus
5. Диапазон температуры окружающей среды, °C: - при эксплуатации - при хранении	+5...+45 -20...+60									
6. Электропитание: - напряжение питания, В - частота, Гц	220 ±22 50 ... 60									
7. Потребляемая мощность, Вт	15	15	15	45	45	45	45	45	45	45
8. Габаритные размеры, мм, не более - со встроенным дозатором - без встроенного дозатора	150x450x 275	150x450x 275	150x450x 275	142x450x 239 142x164x2 39	142x227x 231	142x227x 231	142x450x 239 142x164x 239	142x450x 239 142x164x 239	142x164x 310	142x164x 310
9. Масса, кг, не более: - со встроенным дозатором - без встроенного дозатора	3.4	3.6	3.6	2.95 2.82	2.82	2.82	2.95 2.82	2.95	2.95	2.95

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Титраторы Titrino (мод. 794, 798, 799), Titrand (мод. 808, 809, 857, 888, 890), Titrino plus (мод. 848, 877) утверждены с техническими и метрологическими характеристиками, приведенными в настоящем описании типа, метрологически обеспечены в эксплуатации согласно государственной поверочной схеме.

ИЗГОТОВИТЕЛЬ: фирма "Metrohm AG", Швейцария
Адрес: CH-9101 Herisau, Switzerland
телефон: 41- 71-353-85-85
факс: 41-71-353-89-01
CompuServe 100031, 3703

ЗАЯВИТЕЛЬ: Представительство фирмы в СНГ: ЗАО "Донау Лаб Москва"
Адрес: 123022, Москва, Звенигородское ш., 5
Тел.: 256-26-62, 256-26-40;

Представитель фирмы
ЗАО «Донау Лаб Москва»
Генеральный директор



Ю.А. Леликов