

Приложение А к руководству
по эксплуатации.



УТВЕРЖДАЮ

Заведующий отделом руководителя ГЦИ СИ
«ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

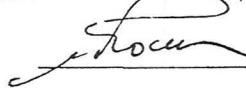
В.С. Александров

12 2006 г.

ТИТРАТОРЫ
автоматические серии Т
моделей
Т50, Т70, Т90
фирмы "Mettler Toledo GmbH", Швейцария

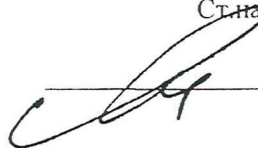
МЕТОДИКА ПОВЕРКИ
МП 242-0435-2006

Руководитель отдела
ГЦИ СИ «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

 Д.А. Конопелько

« _____ » 2006 г.

Ст. научный сотрудник

 М.А. Мешалкин

Санкт-Петербург
=2006=

Настоящая методика поверки распространяется на титраторы автоматические серии Т моделей Т50, Т70, Т90, производства фирмы «Mettler-Toledo GmbH» (Швейцария) и устанавливает методы и средства их первичной и периодической поверок. Межповерочный интервал – 1 год.

1. ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

1.1. При проведении поверки должны выполняться операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1.

№	Наименование операции	Наименование документа, в котором изложена методика поверки	Обязательность проведения операций при поверке	
			первичной	периодической
1	Внешний осмотр	п 4.1 настоящей методики	Да	Да
2	Опробование и проверка общего функционирования	п 5.1 и 5.2 настоящей методики	Да	Да
3	Определение основных метрологических характеристик:			
	3.1. Определение абсолютной погрешности канала измерений рН ¹ .	п 5.3.1. настоящей методики	Да	Да
	3.2. Определение абсолютной погрешности канала измерения температуры ² .	п. 5.3.2 настоящей методики		
	3.3. Определение относительной погрешности дозирующего устройства.	п. 5.3.3 настоящей методики	Да	Да
	3.4. Определение относительной погрешности титратора при титровании контрольных растворов хлористого натрия ³	п. 5.3.4 настоящей методики	Да	Да
3.5. Определение относительной погрешности канала измерения удельной электрической проводимости ⁴	п. 5.3.4 настоящей методики	Да	Да	

Примечания:

¹ операция по поверке проводится при комплектowaniu титратора датчиком для измерения рН.

² операция по поверке проводится при комплектowaniu титратора датчиком измерения температуры.

³ операция по поверке проводится при комплектowaniu титратора хлорсеребряным электродом.

⁴ операция по поверке проводится при комплектowaniu титратора датчиком измерения электропроводности.

1.2. Если при проведении той или иной операции поверки получен отрицательный результат, дальнейшая поверка прекращается и выдается извещение о непригодности.

2. СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1. При поверке должны применяться средства поверки, указанные в таблице 2.

Таблица 2.

№	Наименование средств поверки, тип	Метрологические характеристики
1.	Вода дистиллированная	ГОСТ6709-72
2.	Термометр лабораторный с диапазоном температур от 0 до 100 °С, цена деления 0,1 °С	ГОСТ 28498-90
3.	Стандарт-титры для приготовления буферных растворов второго разряда (рН)	ТУ 2642-001-42218836-96
4.	Стандартные образцы удельной электрической проводимости	ГСО 7374-97 ГСО 7375-97

5.	Стандарт-титр серебро азотнокислое	ТУ 6-09-2540-87
6.	Стандарт-титр натрий хлористый	ТУ 6-09-2540-87
7.	Термометры стеклянные ртутные	ГОСТ 13646-68
8.	Лабораторные весы II-го разряда	ГОСТ 24104-88 с НПВ 200г и погрешностью $\pm 0,2$ мг
9.	Лабораторный кондуктометр КЛ-4 ИМПУЛЬС по ГОСТ 22171-90 с	ГОСТ 22171-90. Диапазон измерений от 1×10^{-4} до 100 См/м; предел допускаемой относительной погрешности $\pm 0,25$ %
10.	Водяной термостат U-15	С погрешностью поддержания температуры $\pm 0,1^{\circ}\text{C}$, при 20°C
11.	Мерные колбы	2-го класса точности исполнения 2 по ГОСТ 1770

Примечание. Допускается использование других средств измерений, основные характеристики которых не хуже приведенных в табл.2.

2.2. Средства измерения, приведенные в п.2.1., должны иметь действующие свидетельства о поверке; ГСО должны иметь действующие паспорта.

3. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

3.1. При поверке титраторов необходимо соблюдать правила безопасности в соответствии с требованиями эксплуатационной документации на поверяемые средства поверки.

4. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ И ПОДГОТОВКА К НЕЙ

4.1. При проведении поверки должны соблюдаться следующие нормальные условия, указанные в таблице 3.

Таблица 3

Температура окружающего воздуха, $^{\circ}\text{C}$	20 ± 5
Относительная влажность воздуха, %	30...80
Атмосферное давление, кПа	84...106
Напряжение питания, В	$220 \pm 10\%$
Частота питающей сети, Гц	50...60
Отсутствие внешних электрических и магнитных полей (кроме Земного)	

4.2. Перед проведением поверки должны быть выполнены следующие подготовительные операции:

- после доставки прибора на поверку, он должен быть выдержан в помещении не менее 3-х часов,
- в соответствии с инструкцией по эксплуатации осуществить сборку титратора и приготовление титрантов,
- включить прибор в соответствии с инструкцией по эксплуатации.

4.3. Измерительные преобразователи, датчики и средства поверки должны быть подготовлены к работе в соответствии с их эксплуатационной документацией.

5. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

5.1 Внешний осмотр предусматривает проверку:

- наличие руководства по эксплуатации;
- комплектность должна соответствовать руководству по эксплуатации;
- наличие маркировки, тип и заводской номер прибора;

- отсутствие видимых механических повреждений;
- наличие четких надписей на органах управления;
- состояние разъёмов
- состояние лакокрасочных покрытий.

5.2. Опробование и проверка общего функционирования.

Опробование прибора происходит в автоматическом режиме.

Включить питание прибора. В случае успешного прохождения самотестирования на дисплее появляется главное меню программы управления прибором. В случае если прибор не прошел тестирование, на дисплее появляется сообщение об ошибке.

5.3. Определение метрологических характеристик.

5.3.1. Определение погрешности канала измерения рН осуществляется по буферным растворам для титраторов, приготовленным из стандарт-титров.

В соответствии с инструкцией подготавливают растворы со значениями рН равными 1,65; 6,86; 9,18. Проводят измерение рН в каждой контролируемой точке диапазона измерений и рассчитывают абсолютную погрешность Δ_{pH} по формуле:

$$\Delta_{pH} = pH_{з} - pH_{изм} \quad (1)$$

где Δ_{pH} - погрешность титратора при измерении рН, ед. рН,

$pH_{з}$ - заданное значение рН буферного раствора, ед. рН

$pH_{изм}$ - показания титратора, ед. рН

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

5.3.2. Определение абсолютной погрешности титратора в режиме измерения температуры раствора.

Определение проводят путём сравнения показаний помещенных в стакан с дистиллированной водой образцового термометра и датчика температур поверяемого титратора. Стакан закрепляют в штативе, температуру воды поддерживают на значениях $(5,0 \pm 0,1)^{\circ}\text{C}$; $(50,0 \pm 0,1)^{\circ}\text{C}$; $(85,0 \pm 0,1)^{\circ}\text{C}$ путем термостатирования.

Рассчитывают абсолютную погрешность как разность между показаниями образцового термометра и титратора.

Титратор признается выдержавшим испытание, если во всех контролируемых точках абсолютная погрешность не превышает $\pm 0,5^{\circ}\text{C}$.

5.3.3. Определение погрешности дозирующего устройства.

Определение проводят путём дозирования дистиллированной воды в чистые и сухие стеклянные стаканчики с крышкой (бюксы) с последующим взвешиванием на лабораторных весах. Выполняют не менее 5-ти дозирования в трех точках диапазона вместимости используемой бюретки.

Вычисляют среднее арифметическое результатов взвешивания доз в данной точке диапазона вместимости по формуле:

$$m_{cp} = \frac{\sum_{i=1}^n m_i}{n} \quad (2)$$

Среднее арифметическое значение объёма дозы V_{cp} , мл, определяют по формуле 1.

$$V_{cp} = \frac{m_{cp}}{\rho} \quad (3)$$

Объем *i*-ой дозы вычисляют по формуле:

$$V_i = \frac{m_i}{\rho} \quad (4)$$

Где:

m_i – масса *i*-ой дозы воды, сформированная каналом дозатора в *i*-ой точке диапазона (результат взвешивания).

ρ – плотность дистиллированной воды, значение которой при температуре от 14 до 23°C принимается равным 0,998 мг/мл.

Используя полученное значение V_{cp} определяют значение систематической составляющей относительной погрешности дозирующего устройства δ_0 , %, которую вычисляют по формуле :

$$\delta_0 = \frac{V_{cp} - V_{ном}}{V_{ном}} \times 100 \quad (5)$$

Где V_{cp} – среднее арифметическое значение объема дозы, мл;

$V_{ном}$ – номинальное (задаваемое титратором) значение объема, мл.

Определение среднего квадратичного отклонения (СКО) случайной составляющей относительной погрешности проводят путем расчета по результатам определения объемов n последовательных доз дистиллированной воды.

Значение относительно СКО в каждой контролируемой точке диапазона измерений, %, рассчитывают по формуле :

$$S_r = \frac{\sqrt{\frac{1}{n-1} \times \sum_1^n (V_i - V_{cp})^2}}{V_{cp}} \times 100 \quad (6)$$

Где V_i – объем *i*-ой дозы выбранного объема дозирования мл;

V_{cp} – среднее арифметическое значение объема дозы, мл.

Титратор признается выдержавшим испытание, если систематическая составляющая погрешности дозирующего устройства не превышает $\pm 0,5\%$, СКО случайной составляющей погрешности дозирующего устройства не превышает 0,3%.

5.3.4. Определение относительной погрешности титратора при титровании контрольных растворов.

5.3.4.1. В соответствии с руководством по применению стандарт-титра NaCl приготовить контрольный раствор №1. Контрольный раствор №2 готовится путем объемного разбавления в 10 раз раствора №1.

Таблица №1

№ контрольного раствора	Молярная концентрация контрольного раствора NaCl, моль/л
1	0,1
2	0,01

5.4.3.2 Перенести раствор №1 в ячейку для титрования. Титровать 0,01N раствором $AgNO_3$ до точки эквивалентности. Измерения повторить три раза.

5.3.4.3 Вычислить относительную погрешность по формуле:

$$\delta_T = \frac{(X_i - X_0)}{X_0} \times 100 \quad (7)$$

где: X_i - среднее арифметическое результатов 3-х измерений молярной концентрации NaCl, моль/л.

X_0 - заданное значение молярной концентрации NaCl, моль/л

5.4.3.4 Перенести раствор №2 в ячейку для титрования. Титровать 0,01N раствором AgNO₃ до точки эквивалентности. Измерения повторить три раза. Вычислить относительную погрешность по формуле (5).

Титратор признается выдержавшим испытание, если относительная погрешность при титровании контрольного раствора №1 не превышает ±5 %, а при титровании контрольного раствора №2 не превышает ±3 %.

5.3.5 Определение относительной погрешности канала измерения электропроводности

Определение проводят на контрольных растворах хлористого калия (приготовленных путем разбавления ГСО, указанных в таблице 2 настоящей методики) методом сличения показаний поверяемого кондуктометра с показаниями образцового кондуктометра (с учетом поправок на температуру поверочных растворов). Для поверки должно быть использовано 3 контрольных раствора, электропроводность которых лежит в начале, в середине и в конце диапазона измерений.

Значение относительной погрешности канала для каждой поверяемой точки δ_N , % рассчитывают по формуле:

$$\delta_N = \frac{(X_i - X_0)}{X_0} \times 100 \quad (8)$$

где X_i - среднее значение (по трем измерениям) УЭП поверочного раствора, измеренное поверяемым кондуктометром, мкСм/см (мСм/см);

X_0 - среднее значение (по трем измерениям) УЭП поверочного раствора, измеренное образцовым кондуктометром, мкСм/см (мСм/см).

За основную приведенную погрешность измерения принимают максимальную величину δ_N , полученную по формуле (6).

Титратор признается выдержавшим испытание, если относительная погрешность канала не превышает ± 5 %.

6. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

6.1. При проведении поверки составляется протокол результатов измерений, в котором указывается соответствие титратора предъявляемым к нему требованиям. Форма протокола приведена в Приложении А.

6.2. Титратор, удовлетворяющий требованиям настоящей методики, признается годным к применению.

6.3. Положительные результаты поверки оформляются свидетельством о поверке установленной формы.

6.4. При отрицательных результатах поверки применение прибора запрещается и выдается извещение о непригодности с указанием причины непригодности, а титратор не допускается к применению.

ПРОТОКОЛ

Поверки титратора серии Т модели _____

Серийный номер титратора _____

Дата выпуска _____

Организация предоставившая титратор на поверку _____

ИНН _____

Условия поверки :

Температура окружающего воздуха _____ °С

Атмосферное давление _____ кПа

Относительная влажность _____ %

РЕЗУЛЬТАТЫ ПОВЕРКИ

1. Результаты внешнего осмотра _____
2. Результаты проверки общего функционирования _____
3. Результаты определения метрологических характеристик:
 - 3.1. Результаты определения погрешности в режиме измерения рН _____
 - 3.2. Результаты определения погрешности в режиме изменения температуры _____
 - 3.3. Результаты определения погрешности дозирующего устройства:
систематической составляющей погрешности _____
СКО случайной составляющей погрешности _____

4. Заключение.

Титратор серии Т модели _____ соответствует (не соответствует) требованиям установленным в технической документации изготовителя.

Поверитель _____

Дата поверки

« _____ » _____ 200__ г.