

СОГЛАСОВАНО

Генеральный директор
Гомельского завода
измерительных приборов
Ф. Кираспров



УТВЕРЖДАЮ

Директор
Гомельского ЦСМ
Б. Н. Шалаева



Система обеспечения единства измерений Республики Беларусь

БЛОК АВТОМАТИЧЕСКОГО ТИТРОВАНИЯ

БАТ-13.2

Методика поверки

ОМЗ 222-000 Д

МП ГМ 014-98

Разработчик
Главный конструктор
Гомельского завода
измерительных приборов
А. Г. Уваров

A handwritten signature in black ink, likely belonging to A. G. Uvarov.

Настоящая методика предназначена для поверки блоков автоматического титрования БАТ-15.2, БАТ-15.2МП (далее - приборы), предназначенных для автоматического управления процессом потенциометрического титрования растворов и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок.

Приборы используются совместно с универсальным лабораторным pH-метром-милливольтметром (иономером), имеющим аналоговый выход «0 – 2 В» (например, иономеры И-160 и их аналоги), в качестве установок для автоматического потенциометрического титрования, предназначенных для применения в лабораториях научно-исследовательских учреждений и промышленных предприятий различных отраслей экономики, в том числе для медико-гигиенических исследований, фармакологии, биологии, сельском хозяйстве, а также в учебном процессе.

Межповерочный интервал для прибора - 12 месяцев.

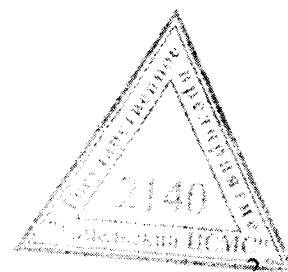
1 Операции поверки

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

Таблица 1

Наименование операции	Номер пункта МП	Проведение операции при	
		первичной поверке	периодической поверке
Внешний осмотр	7.1	да	да
Обробование	7.2		
Проверка уровней выходных сигналов приборов	7.2.1	да	да
Проверка электрической прочности изоляции между цепью сетевого питания и доступными частями приборов	7.2.2	да	нет
Проверка электрического сопротивления изоляции цепей приборов	7.2.3	да	да
Определение предела основной абсолютной погрешности установки напряжения конечной точки титрования	7.3.1	да	да
Определение пределов допускаемых значений основной относительной погрешности установки зоны импульсной подачи раствора датчиком ЗОНА	7.3.2	да	да
Определение пределов допускаемых значений основной относительной погрешности установки времени выдержки конца титрования датчиком ВЫДЕРЖКА	7.3.3	да	да
Определение зоны нечувствительности приборов по вводу	7.3.4	да	да
Определение предела допускаемых значений основной относительной погрешности автоматического титрования, выполняемого на установке, состоящей из прибора (с микробюреткой и клапаном) и универсального pH-метра-милливольтметра (иономера) и сходимости результатов	7.3.5	да	да

1.2 При получении отрицательного результата при проведении той или иной операции поверка прекращается.



2 Средства поверки

При проведении поверки должны быть применены средства поверки с характеристиками, указанными в таблице 2.

Таблица 2

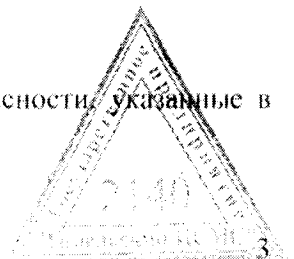
Номер пункта МП	Наименование и тип (условное обозначение) основного или вспомогательного средства поверки; обозначение нормативного документа, регламентирующего технические требования; разряд по государственной поверочной схеме и (или) метрологические и основные характеристики средства поверки
7.1	Визуально
7.2.1	Вольтметр постоянного тока Ц300. Верхний предел 20 В; класс точности 0,5; входное сопротивление не менее 10 кОм Магазин сопротивлений Р4831 ГОСТ 23737-79, диапазон показаний от 0,01 до 10^5 Ом, класс точности 0,02/2·10 ⁻⁶ . Калибратор напряжений Р3003, ТУ 25-04.3771-79. Диапазон изменения напряжения от 0 до 10 В, класс точности 0,01.
7.2.2	Универсальная пробойная установка УПУ-10 верхний предел выходного напряжения 3 кВ, мощность 0,25 кВ·А
7.2.3	Мегаомметр М 4100/3 ГОСТ 23706-79, номинальное напряжение 500 В, верхний предел показаний 500 МОм, класс точности 1,0 Секундомер СОСпр-18-2, класс точности 2,0
7.3.1	Калибратор напряжений Р3003, ТУ 25-04.3771-79. Диапазон изменения напряжения от 0 до 10 В, класс точности 0,01.
7.3.2	Калибратор напряжений Р3003, ТУ 25-04.3771-79. Диапазон изменения напряжения от 0 до 10 В, класс точности 0,01.
7.3.3	Калибратор напряжений Р3003, ТУ 25-04.3771-79. Диапазон изменения напряжения от 0 до 10 В, класс точности 0,01.
7.3.4	Калибратор напряжений Р3003, ТУ 25-04.3771-79. Диапазон изменения напряжения от 0 до 10 В, класс точности 0,01.
7.3.5	Лабораторный рН-метр, диапазон измерений от минус 1 до плюс 14 рН, выходное напряжение от 0 до 2 В, погрешность ± 0,05 рН (И-160) Микробюретка 10 мл исп.1 ТУ 25-11-1494-79 Стандарт-титры для приготовления образцовых буферных растворов 2-го разряда Модификации 2; 4; 11 ГОСТ 8.135-2004 Стандарт-титр кислоты соляная с (HCl) = 0,1 моль/дм ³ ТУ 2642-001-07500602-97 Раствор натрия тетрабората 10-водного Na ₂ B ₄ O ₇ ·10H ₂ O (буры) концентрацией 0,05 моль/дм ³ Измерительный электрод с верхним пределом рабочей температуры не более 50 °С (например, ЭСИ-43-07) Электрод сравнения ЭВЛ-1М3.1 Термометр ртутный ТЛ-4 4-Б, ТУ 25-2021.003-88, предел измерения от 0 до 55 °С, цена деления 0,1 °С.
Примечания – Допускается применять другие средства поверки, не приведенные в таблице, обеспечивающие определение метрологических характеристик приборов с требуемой точностью, аттестованные и поверенные в установленном порядке.	

3 Требования к квалификации поверителей

К проведению измерений при поверке и обработке результатов измерений допускаются лица, изучившие эксплуатационный документ на приборы, действующие правила эксплуатации электроустановок и правила работы с химическими растворами, аттестованные в качестве поверителей в установленном порядке.

4 Требования безопасности

При проведении поверки должны соблюдаться требования безопасности, указанные в разделе «Требования безопасности» эксплуатационного документа.



5 Условия поверки

5.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- | | |
|--|---|
| - температура окружающего воздуха | (20 ± 5) °С; |
| - относительная влажность при 25 °С | от 30 % до 80 %; |
| - атмосферное давление | от 84 до 106,7 кПа;
(от 630 до 800 мм рт. ст.) |
| - напряжение питания | (230 ± 23) В; |
| - частота тока питания | ($50 \pm 0,5$) Гц; |
| - вибрации, удары, тряска, влияющие на работу приборов | отсутствуют. |

5.2 Приборы на поверку должны представляться с эксплуатационным документом.

6 Подготовка к поверке

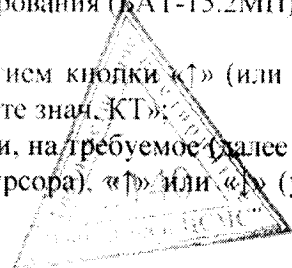
6.1 Перед проведением поверки должны быть выполнены следующие подготовительные работы:

- приборы перед включением выдержать при температуре (25 ± 5) °С и относительной влажности от 30 % до 80 % в течение 24 ч;
- прибор БАТ-15.2 заземлить;
- настроить рН-метр по двум буферным растворам согласно указаниям РЭ;
- произвести монтаж установки для титрования и выполнить соединения согласно указаниям РЭ (ПС) на прибор;
- подготовить к работе микробюретку, клапан и вспомогательные устройства (штатив, магнитная мешалка и др.) согласно ЭД на них;
- до начала титрования по 7.3.5 приготовить необходимые растворы, затем определить контрольным анализом значение объема приготовленного раствора буры, требуемого для титрования 8 – 10 мл приготовленного раствора HCl:
 - пробу раствора HCl смешать с дистиллированной водой в объеме 15 – 20 мл;
 - выполнить титрование раствора HCl раствором буры в присутствии смешанного индикатора с $pT = 5.1$ (раствор бромкрезолового зеленого в спирте концентрацией 0,1 % - три части; раствор метилового красного в спирте концентрацией 0,2 % - одна часть);
 - зафиксировать объем раствора буры, израсходованный при контрольном анализе (титровании);
 - повторить титрование контрольного раствора два раза, расхождение между значениями должно быть не более 0,04 мл.

6.2 Общие указания

Все испытания, предусматривающие проверку метрологических характеристик (параметров) приборов, проводить в режиме титрования вида «рХ» при направлении титрования «ВВЕРХ»

- подготовительные операции:
 - выполнить соединения согласно рисунку А.1 приложения А;
 - установить на калибраторе 0 мВ;
 - включить питание прибора и установить (БАТ-15.2МП) режим измерений коротким (1 – 2 с) нажатием кнопки «←» (для вида титрования «рХ») или «↓» (для вида титрования «mV»);
 - после прогрева не менее 10 мин выполнить исходные установки (режимы, значения параметров и др.), предусмотренные конкретным методом контроля:
 - для БАТ-15.2 – кнопками и ручками согласно указаниям ПС;
 - для БАТ-15.2МП – согласно РЭ и указаниями, изложенными ниже (перечисление б));
 - б) установка значений параметров процесса автоматического титрования (БАТ-15.2МП)
 - конечной точки титрования (далее - КТ)
 - включить задатчик «КТ, рХ» (или «КТ, mV») коротким нажатием кнопки «↑» (или «→»), при этом в нижней строке дисплея должна появиться надпись «Введите знач. КТ»;
 - обновить в верхней строке значение КТ, содержащееся в памяти, на требуемое (далее - редактирование) короткими нажатиями кнопок «→» (перемещение курсора), «↑» или «↓» (установка знака полярности «-» и цифр в разряде с курсором);



- ввести в память отредактированное значение КТ коротким нажатием кнопки «←». После ввода прибор автоматически возвращается в режим измерений («Из»), при этом на дисплее должны отображаться введенное значение КТ, значения коэффициента зоны Kz и параметра ВЫДЕРЖКА, содержащиеся в памяти, а также значение параметра ИТ (в верхней строке), соответствующее напряжению калибратора:

2) коэффициента зоны Kz

Значение параметра ЗОНА устанавливается путем ввода значения коэффициента зоны Kz, указывающего долю импульсной подачи в полном интервале титрования [КТ – ИТ], значение которого принимается за 1. При этом значение параметра ЗОНА в единицах рХ или мВ, соответствующее заданному задатчиком значению Kz, равно $Kz \cdot [КТ - ИТ]$;

- включить задатчик «ЗОНА» длительным (до появления в нижней строке надписи «Введите знач Kz») нажатием кнопки «↑»;

- отредактировать и ввести в память требуемое значение коэффициента Kz, выполнив соответствующие операции по перечислению 1);

- введенное значение должно отобразиться в верхней строке дисплея;

3) времени выдержки для окончания титрования (далее – параметр ВЫДЕРЖКА)

- включить задатчик «ВЫДЕРЖКА» длительным (до появления в нижней строке надписи «Введите выдержку») нажатием кнопки «→»;

- отредактировать и ввести в память требуемое значение параметра ВЫДЕРЖКА (операции по перечислению 1));

- введенное значение должно отобразиться в нижней строке дисплея;

4) начальной точки титрования (далее – параметр ИТ)

- включить режим измерений;

- установить на калибраторе напряжение, равное требуемому значению ИТ (с учетом полярности):

- значение ИТ должно отображаться в верхней строке дисплея;

- ввод установленного значения ИТ в оперативную память прибора осуществляется в момент включения режима автоматического титрования длительным (до появления в верхней строке дисплея надписи «ИТР») нажатием кнопки «←» (для вида титрования «рХ») или «↓» (для вида титрования «mV»);

Примечание – Далее операция включения режима автоматического титрования обозначается «включить ПУСК».

7 Проведение поверки

7.1 Внешний осмотр

При проведении внешнего осмотра должно быть установлено соответствие приборов следующим требованиям:

- отсутствие механических повреждений, влияющих на эксплуатационные качества и ухудшающих внешний вид;

- четкость надписей и маркировок;

- комплектность.

7.2 Опробование

Опробование приборов производится следующим образом:

1) Включить питание приборов.

2) Проверить работоспособность кнопок, ручек управления и возможность переключения ре кимов.

7.2.1 Проверка уровней выходных сигналов приборов:

- собрать установку согласно рисунку А.1 приложения А;

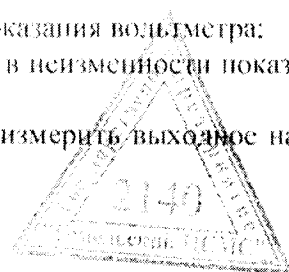
- подсоединить к гнездам «КЛАПАН» клапан и вольтметр постоянного тока; к гнездам «ВЫХОД» – нагрузку 2 кОм;

- установить на калибраторе напряжение 0 мВ;

- нажать кнопку «РУЧН» и, не отпуская ее, зарегистрировать показания вольтметра;

- устанавливая на калибраторе напряжение 1000 мВ, убедиться в неизменности показаний вольтметра при нажатой кнопке «РУЧН»;

- подсоединить вольтметр к гнездам «ВЫХОД» и аналогично измерить выходное напряжение.



Выходные напряжения должны быть:

- на выходе «КЛАПАН» - не менее 6 В при подключенном клапане;
- на выходе «ВЫХОД» - от 10 до 15 В при нагрузке 2 кОм при открытом клапане.

7.2.2 Электрическую прочность изоляции между цепью питания и доступными частями приборов проверять на универсальной пробойной установке мощностью не менее 250 В·А на стороне высокого напряжения.

- Выключатель питания прибора должен быть включен, кнопка «ПУСК» (БАТ-15.2) — отжата. Испытательное напряжение прикладывать между закороченными штырями вилки шнура питания и опорной точкой, в качестве которой использовать:

БАТ-15.2 — зажим защитного заземления;

БАТ-15.2МП — доступные части корпуса, покрытые металлической фольгой.

Испытательное напряжение плавно повысить от 0 до 1,5 кВ (до 3,0 кВ для БАТ-15.2МП) за время от 5 до 10 с и поддерживать неизменным в течение 1 мин. Уменьшить напряжение с такой же скоростью.

- При испытаниях не должны возникать разряды или повторяющиеся поверхностные пробои, сопровождающиеся резким возрастанием тока в испытываемой цепи.

7.2.3 Электрическое сопротивление функциональной изоляции цепей приборов проверять

а) входных и выходных цепей — тераомметром с рабочим напряжением (100 ± 10) В

- между закороченными гнездами «ВЫХОД» и закороченными гнездами «ВХОД». Высокоомный входной зажим тераомметра подсоединять к гнездам «ВЫХОД»;
- между закороченными гнездами «ВХОД» и опорной точкой (7.2.2). Высокоомный входной зажим тераомметра подсоединять к гнездам «ВХОД» (БАТ-15.2);

б) цепей питания — мегаомметром с номинальным напряжением 500 В:

- между закороченными штырями вилки шнура питания и опорной точкой.

Выключатель питания прибора должен быть включен; кнопка «ПУСК» (БАТ-15.2) - отжата. Электрическое сопротивление изоляции цепей приборов должно быть не менее:

а) входных и выходных цепей:

- 40 МОм — между выходом (соединитель «ВЫХОД») и общей точкой источника питания;
- 40 МОм — между общей точкой источника питания и корпусом прибора;

б) цепи сетевого питания:

- - 200 МОм — между цепью, подключаемой непосредственно к сети питания (далее — цепь питания) и корпусом приборов.

7.3.1 Определение пределов допускаемых значений основных абсолютных погрешностей установки напряжения конечной точки титрования

Основную абсолютную погрешность установки напряжения конечной точки титрования $U_{\text{т}}$ определять в точках N (значения параметра КТ), равных

БАТ-15.2: 0,0; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 рХ — устанавливается реохордом «ЗАДАННАЯ ТОЧКА»;

- 5, 10, 15 рХ — устанавливается нажатием кнопок с соответствующей маркировкой; реохорд — на отметке «0,0»;

20 рХ — устанавливается нажатием кнопки с маркировкой «15»; реохорд — на отметке «5,0».

БАТ-15.2МП: 0,000; $\pm 5,000$; $\pm 10,000$; 15,000; $\pm 19,950$ рХ.

а) подготовительные операции — по 6.2 для вида титрования «рХ»:

- установить значения параметров: ЗОНА 1 рХ (БАТ-15.2); ВЫДЕРЖКА 5с; коэффициент зоны К₂ 0,20 (БАТ-15.2МП);

- - кнопку «ВВЕРХ/ВНИЗ» в положение «ВВЕРХ» (БАТ-15.2);

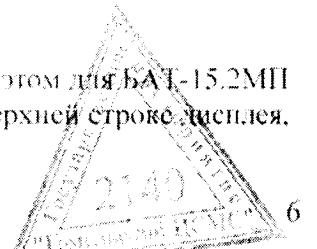
б) измерения:

- установить значение N = 0 рХ и включить ПУСК, при этом должен сработать клапан (подтверждается характерным щелчком якоря) и загореться индикатор «ПРОЦЕСС»;

- изменяя напряжения калибратора с дискретностью 0,1 мВ, зарегистрировать его значение (E 1), при котором индикатор «ПРОЦЕСС» гаснет (для БАТ-15.2МП — на дисплее надпись «ТИТР.» сменится надписью «ФИН.»);

- погасить сообщение «ФИН.» коротким нажатием кнопки «←»;

- - выполнить аналогичные операции для остальных значений N, при этом для БАТ-15.2МП после ввода каждого значения N установить калибратором показания в верхней строке дисплея,



отличающиеся от значения КТ (в нижней строке) на 0,010 – 0,003 рХ, после чего изменять напряжение калибратора с дискретностью 0,1 мВ:

- для БАТ-15.2 выполнить измерения для значений N, равных 0, 10, 20 рХ также при направлении титрования «ВНИЗ» (нажатой кнопке «ВВЕРХ/ВНИЗ»).

Основную абсолютную погрешность установки напряжения U_{KT} , Δ_{KT} , мВ, для каждой точки N рассчитать по формуле

$$\Delta_{KT} = E_{из} - 100N, \quad (1)$$

где $E_{из}$ – измеренное значение напряжения U_{KT} , зарегистрированное в момент окончания титрования, мВ;

100N – номинальное значение напряжения U_{KT} , соответствующее значению проверяемой точки N, мВ;

100 – коэффициент приведения значения параметра КТ ко входу, мВ/рХ

7.3.2 Пределы допускаемых значений основной относительной погрешности установки зоны импульсной подачи раствора определять в точках N, значения которых устанавливаются задатчиком «ЗОНА».

7.3.2.1 Погрешность прибора БАТ-15.2 определять в точках N, равных 1, 2, 3, 4, 5 рХ.

а) подготовительная операция

- установить задатчиком «ЗАДАВШАЯ ТОЧКА» значение параметра КТ 10,0 рХ;

- кнопку «ВВЕРХ/ВНИЗ» в положение «ВВЕРХ»;

б) измерения

- установить задатчиком «ЗОНА» значение N 1 рХ;

- установить на калибраторе исходное напряжение ($E_{нач}$) равное 900 мВ (соответствует началу зоны импульсной подачи при N = 1 рХ).

Примечание - Значение $E_{нач}$, мВ, для каждой точки N определяется выражением:

$$E_{нач} = (КТ - N) \cdot 100;$$

- включить ПУСК и изменяя напряжение калибратора с дискретностью 0,1 мВ, зарегистрировать его значение ($E_{из}$), при котором индикатор «ПРОЦЕСС» начинает мигать;

- продолжая увеличивать напряжения калибратора (со значения 998 мВ – с дискретностью 0,1 мВ), зарегистрировать его значение ($E_{из}$), при котором индикатор «ПРОЦЕСС» гаснет;

- выполнить аналогичные измерения для остальных значений N.

7.3.2.2 Погрешность прибора БАТ-15.2МП определять в точках N (значения коэффициента зоны Kz), равных 0,10; 0,25; 0,50; 1,00.

а) подготовительные операции – по 6.2 для вида титрования «mV»;

- включить режим измерений кнопкой «↓»;

- установить значение параметра ВЫДЕРЖКА 5 с.

Значения других параметров, устанавливаемых по ходу измерений в зависимости от значе- ний проверяемой точки N, приведены в таблице 3.

Таблица 3

Значения параметров процесса титрования		$Kz (N)$	Точка начала импульсного титрования $E_{нач}$, мВ
НТ (значение, установленное калибратором), мВ	КТ, мВ		
1000,0	0,0	0,10	110,0
-1000,0	1000,0	0,25	450,0
700,0	1000,0	0,5	820,0
-1990,0	-1890,0	1,00	-1995,0

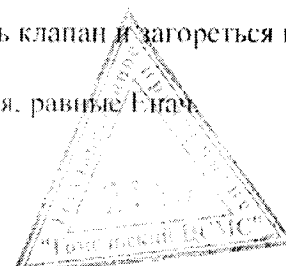
б) измерения

- установить задатчиком «ЗОНА» значение Kz , соответствующее первой точки N (0,1);

- установить значения конечной точки титрования КТ, затем на калибраторе установить значение начальной точки титрования НТ согласно таблице 3;

- включить процесс титрования кнопкой «↓», должен сработать клапан и загореться индикатор «ПРОЦЕСС»;

- установить калибратором показания в верхней строке дисплея, равные $E_{нач}$.



Если после этого:

1) наблюдаются мигания индикатора «ПРОЦЕСС», то зарегистрировать значение напряжения калибратора (E_M);

2) если мигания не происходят, то уменьшать напряжение калибратора с дискретностью 0,1 мВ до появления миганий и зарегистрировать значение E_M ;

- установить калибратором показания в верхней строке, отличающиеся от значения КТ (в нижней строке) на 0,5 – 1,0 мВ;

- изменяя напряжение калибратора с дискретностью 0,1 мВ, зарегистрировать его значение (E_M), при котором на дисплее появится сообщение «ФИН.»;

- аналогичные измерения выполнить для остальных точек N, используя данные таблицы 3. При этом в операции по перечислению 2) напряжение калибратора следует увеличивать (в указанных точках проверяется направление титрования «вверх», в первой точке – «вниз»).

• Относительную погрешность установки параметра ЗОНА $\gamma\%$, % для каждой точки N рассчитать по формуле

$$\gamma\% = \left(\frac{|E_N - E_M|}{A \cdot N} - 1 \right) \cdot 100, \quad (2)$$

где $|E_N - E_M|$ – измеренное значение параметра ЗОНА, мВ;

$A \cdot N$ – номинальное значение параметра ЗОНА, мВ;

A – для БАТ-15.2: коэффициент зависимости, равный 100 мВ/рХ;

для БАТ-15.2МП: интервал титрования, равный (КТ - ПТ), мВ;

N – значение проверяемой точки измерения, рХ (БАТ-15.2), (Кз для БАТ-15.2МП);

Пределы допускаемых значений основной относительной погрешности установки зоны импульсной подачи раствора задатчиком ЗОНА должны быть не более:

БАТ-15.2 – $\pm 40\%$ от установленного значения;

БАТ-15.2МП – $\pm 5\%$ от установленного значения.

7.3.3 Пределы допускаемых значений основной относительной погрешности установки времени выдержки конца титрование задатчиком ВЫДЕРЖКА определять в точках измерения N, разных:

БАТ-15.2 – 5, 10, 25, 35, 45 с;

БАТ-15.2МП – 5, 25, 50, 100, 150, 200 с.

а) подготовительные операции – по 6.2 для вида титрования «рХ»; значения параметров КТ 2,5 рХ, ЗОНА 0 рХ, (Кз = 0,00 – для БАТ-15.2МП); на калибраторе – 0 мВ; кнопку «ВВЕРХ/ВНИЗ» в положение «ВВЕРХ» (БАТ-15.2);

б) измерения:

- установить значение N 5 с;

для БАТ-15.2:

- включить «ПУСК»;

- изменяя напряжение калибратора, погасить индикатор «ПРОЦЕСС»;

- нажать кнопку «ВКЛ» и одновременно включить секундомер;

- остановить секундомер в момент загорания индикатора «КОНЕЦ»;

- отжать кнопку «ВКЛ»;

для БАТ-15.2МП:

- запустить титрование;

- установить калибратором показания в верхней строке дисплея, отличающиеся от значения КТ (в нижней строке) на 0,005 – 0,003 рХ;

- изменяя напряжение калибратора с дискретностью 0,1 мВ погасить индикатор «ПРОЦЕСС»;

- в момент погасания индикатора включить секундомер и остановить его при появлении сообщения «ФИН.».

Выполнить аналогичные измерения для остальных значений N.

Относительную погрешность установки параметра ВЫДЕРЖКА, $\gamma\%$, % для каждой точки N рассчитать по формуле

$$\gamma\% = \left(\frac{T}{N} - 1 \right) \cdot 100, \quad (3)$$

где T – измеренное значение параметра ВЫДЕРЖКА (показания секундомера в момент его остановки), с;



N – номинальное значение параметра ВЫДЕРЖКА, равное значению проверяемой точки N , с.
Пределы допускаемых значений основной относительной погрешности установки времени выдержки конца титрования задатчиком ВЫДЕРЖКА должны быть не более:

БАТ-15.2 – $\pm 40\%$ от установленного значения;

БАТ-15.2МП – $\pm 10\%$ от установленного значения.

7.3.4 Определение зоны нечувствительности приборов по входу

а) подготовительные операции: установить (6.2) значения параметров КТ 2.5 рХ, ЗОНА 0 рХ ($Kz = 0.00$ для БАТ-15.2МП), ВЫДЕРЖКА 45 с; на калибраторе 0 мВ;

б) измерения:

- включить «ПУСК»;

- изменяя напряжения калибратора (при показаниях рХ, отличающихся от КТ на 0.005 – 0.003 рХ, с дискретностью 0.1 мВ) зарегистрировать его значение (E_n), при котором индикатор «ПРОЦЕСС» погаснет;

- изменяя напряжение калибратора в обратном направлении, зарегистрировать его значение (E_z), при котором индикатор «ПРОЦЕСС» загорится снова.

Зону нечувствительности по входу ΔU , мВ, рассчитать по формуле

$$\Delta U = E_n - E_z, \quad (4)$$

где E_n (E_z) – напряжение калибратора в момент погасания (загорания) индикатора «ПРОЦЕСС», мВ.

Зона нечувствительности приборов по входу должна быть не более:

БАТ-15.2 – 2.0 мВ;

БАТ-15.2МП – 0.5 мВ.

7.3.5 Определение предела допускаемых значений основной относительной погрешности автоматического титрования, выполняемого на установке, состоящей из прибора (с микробюреткой и клапаном) и универсального рН-метра-милливольтметра (иономера) и сходимости результатов

7.3.5.1 Общие указания

Для проведения титрования использовать:

а) лабораторный рН-метр, обеспечивающий измерения в пределах от минус 1 до плюс 14 рН и имеющий аналоговый выход «0 – 2 В» (например, иономер И-160);

б) раствор соляной кислоты (НСl) концентрацией 0,1 моль/дм³ – в качестве титруемого раствора;

в) раствор натрия тетрабората 10-водного $Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$ (буры) концентрацией 0,5 моль/дм³ – в качестве титрующего раствора (далее – титрант);

г) буферные растворы – рабочие эталоны рН – 2-го разряда (номинальные значения рН при температуре 25 °С: 1,65; 4,01; 9,18) приготовленные из стандарт-титров модификаций 2, 5, 14 по ГОСТ 8.135-2004 – для настройки рН-метра.

д) термометр ртутный с верхним пределом измерений не более 55 °С;

е) оборудование, вспомогательные устройства и принадлежности согласно схеме установки для титрования, приведенной в приложении Б.

При этом рекомендуется использовать:

- измерительный (или комбинированный) электрод с верхним пределом рабочей температуры не более 50 °С (например, ЭСЛ-43-07);

- электрод сравнения ЭВЛ-1М3.1;

- микробюретку и клапан, входящие в комплект поставки прибора;

- стаканчики вместимостью 50 мл (диаметром около 35 мм);

- отдельную (вторую) микробюретку для дозирования проб титруемого раствора.

7.3.5.2 Подготовка к титрованиям

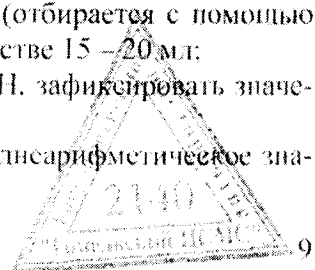
Подготовку к титрованиям произвести в соответствии с 6.1.

7.3.5.3 Указания по проведению титрований:

- проба титруемого раствора должна быть объемом от 8 до 10 мл (отбирается с помощью микробюретки); проба смешивается с дистиллированной водой в количестве 15 – 20 мл;

- произвести ручное титрование пробы до эквивалентной точки 7 рН, зафиксировать значение расхода буры;

- ручное титрование произвести не менее двух раз и вычислить среднearифметическое значение (V_m);



- объем пробы при ручном и всех автоматических титрованиях должен быть одинаковым с отклонением не более 0,04 мл;

- титрование проводить согласно указаниям РЭ (ПС) на прибор, при этом для БАТ-15.2МП установить (6.2) следующие значения параметров: $Kz = 1,00$; Выдержка 10 с, $KT = 7,000$ рХ.

7.3.5.4 Основную относительную погрешность автоматического титрования определять по результатам не менее 10 титрований раствора HCl раствором буры до эквивалентной точки (7 рН).

Результаты измерений рекомендуется оформлять в виде таблицы 4.

Таблица 4

Номер пробы HCl n	Объем пробы HCl V _п , мл	Значение объемов раствора буры, мл		
		объем при ручном титровании, V _т	фактически израсходованное (отсчет по микробюретке), V _i	среднеарифметическое $\bar{V} = \frac{\sum V_i}{n}$
1				
2				
...				
9				
10				

Измерения по 7.3.5.4 провести не менее двух раз.

Основную относительную погрешность титрования γ , %, рассчитать по формуле

$$\gamma = \left(\frac{\bar{V} - V_m}{V_m} \right) \cdot 100, \quad (5)$$

Основная относительная погрешность автоматического титрования не должна превышать ± 1 %.

7.3.5.5 Сходимость результатов титрования S, %, рассчитать по формуле

$$S = \sqrt{\frac{\sum (V_i - \bar{V})^2}{n-1}} \cdot \frac{100}{\bar{V}}, \quad (6)$$

где V_i , \bar{V} , n – значения по таблице 4.

Пределы допускаемых значений основной относительной погрешности автоматического титрования не должны превышать ± 1 %.

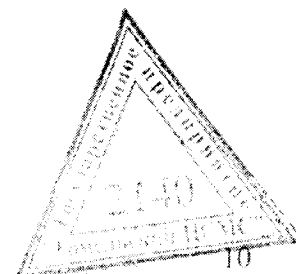
Сходимость результатов титрования должна быть не более 0,5 %.

8 Оформление результатов поверки

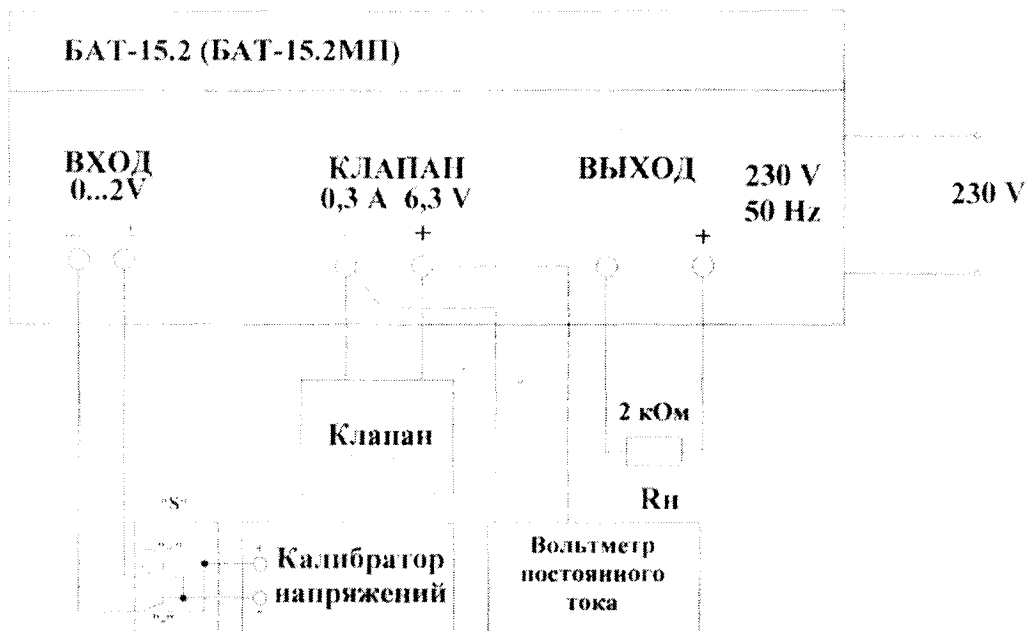
8.1 Результаты поверки заносят в протокол по форме приложения В.

8.2 При положительных результатах поверки приборов выдается свидетельство о поверке по форме ТКП 8.003–2011 и (или) ставится отметка в эксплуатационном документе.

8.3 Если по результатам поверки приборы не удовлетворяют предъявленным к ним требованиям, они бракуются. Свидетельства о поверке аннулируются. Выдается заключение о непригодности по ТКП 8.003–2011 с указанием причин непригодности.

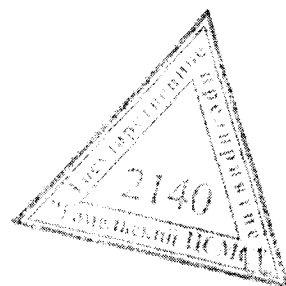


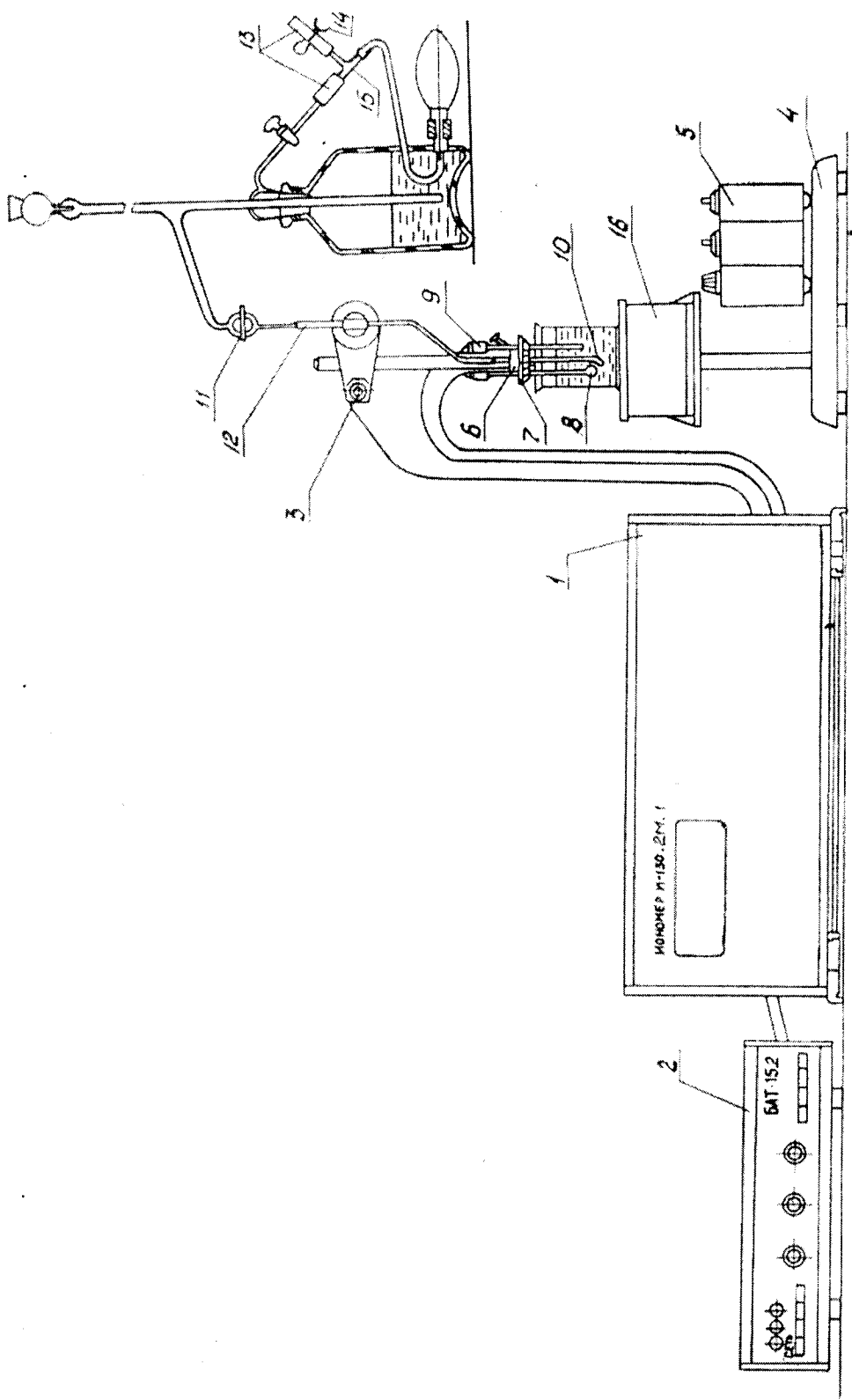
**Приложение А
(обязательное)
Схема соединений для проверки приборов**



«S» - переключатель полярности напряжения калибратора

Рисунок А.1 - Схема соединений для проверки приборов





Общий вид установки для потенциометрического титрования.

- 1 - Иномер, 2 - блок автоматического титрования,
- 3 - электромагнитный клапан, 4 - штатив,
- 5 - мешалка, 6 - бычья резина, 7 - держатель электрода, 8 - измерительный электрод,
- 9 - вспомогательный электрод, 10 - дозирующая трубка, 11 - однокордовый кран, 12 - трубка резина ф 4, 5 мм, 14 - зажим, 15 - тройник, 16 - октитор мешалки.

ТАБЛИЦА ПРАДУМРОБКИ ЗАДАТЧИКА
ЗАДАТЧАЯ ТОЧКА

Значение, соответствующее заданной точке		Помноженное значение заданного напряжения, соответствующее данной задачной точке. (U _{вх}), мВ
рХ	мВ	
0	0	0
1 (-1)	100 (-100)	100 (-100)
2 (-2)	200 (-200)	200 (-200)
3 (-3)	300 (-300)	300 (-300)
4 (-4)	400 (-400)	400 (-400)
5 (-5)	500 (-500)	500 (-500)
6 (-6)	600 (-600)	600 (-600)
7 (-7)	700 (-700)	700 (-700)
8 (-8)	800 (-800)	800 (-800)
9 (-9)	900 (-900)	900 (-900)
10 (-10)	1000 (-1000)	1000 (-1000)
11 (-11)	1100 (-1100)	1100 (-1100)
12 (-12)	1200 (-1200)	1200 (-1200)
13 (-13)	1300 (-1300)	1300 (-1300)
14 (-14)	1400 (-1400)	1400 (-1400)
15 (-15)	1500 (-1500)	1500 (-1500)
16 (-16)	1600 (-1600)	1600 (-1600)
17 (-17)	1700 (-1700)	1700 (-1700)
18 (-18)	1800 (-1800)	1800 (-1800)
19 (-19)	1900 (-1900)	1900 (-1900)
20 (-20)	2000 (-2000)	2000 (-2000)

Примечание. Промежуточные значения U_{вх} могут быть получены из выражения:

$$U_{вх} = A U_3.$$

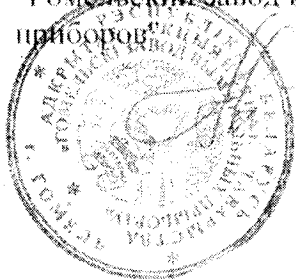
где A - коэффициент, равный 100 мВ/рХ при титровании по рХ;

A - коэффициент, равный 1 мВ/мВ при титровании по мВ;

U₃ - значение, установленное на задаатчике

СОГЛАСОВАНО

И.о. директора
Открытого акционерного общества
"Гомельский завод измерительных
приборов"



А.Г. Уваров
06.07.2015г.

УТВЕРЖДАЮ

Директор
Республиканского унитарного предприятия
«Гомельский центр стандартизации,
метрологии, сертификации»



А.В. Казачок
10.08.2015г.

ИЗВЕЩЕНИЕ 5М.10388
об изменении 2 МП ГМ 014-98

БЛОК АВТОМАТИЧЕСКОГО ТИТРОВАНИЯ
БАТ-15.2

М.П. 192100
10.08.2015г.
А.В. Казачок

ОАО "ГЗИП"	ОГК	ИЗВЕЩЕНИЕ 5М. 10388		ОБОЗНАЧЕНИЕ МПГМ 014-98			
ДАТА ВЫПУСКА		СРОК ИЗМ.			Лист 2	Листов 2	
ПРИЧИНА		Внедрение и изменение стандартов			КОД 4		
УКАЗАНИЕ О ЗАДЕЛЕ		Не отражается					
УКАЗАНИЕ О ВНЕДРЕНИИ							
ПРИМЕНЯЕМОСТЬ		БАТ-15.2					
РАЗОСЛАТЬ		По списку абонентов					
ПРИЛОЖЕНИЕ		На 3 листах					
ИЗМ.	СОДЕРЖАНИЕ ИЗМЕНЕНИЯ						
2	Лист 4, 10, 11 заменить.						
СОСТАВИЛ	Громько	<i>Громько</i>	06.07. 2015г.	Н.КОНТР.	Громько	<i>Громько</i>	06.07. 2015г.
ПРОВЕРИЛ	Уваров	<i>Уваров</i>	06.07. 2015г.	ПР.ЗАКАЗЧ.			
ИЗМЕНЕНИЕ ВНЕС							