




Титраторы автоматические серии Compact модель G20
фирмы «Mettler Tolloedo AG», Швейцария

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ


МП 242-0898-2009

и.р. 42899 - 09

Руководитель научно-исследовательского отдела
госэталонов в области физико-химических измерений
ГЦИ СИ "ВНИИМ им.Д.И.Менделеева"

 Л.А.Конопелько

Инженер-метролог

 А.Б. Копыльцова

Санкт-Петербург
2009 г.

1.1. Настоящая методика распространяется на титраторы автоматические серии Compact, модель G20, изготавливаемые «Mettler Toledo GmbH», Швейцария и устанавливает методы и средства их первичной и периодической поверки.

Межповерочный интервал - 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	6.1.	да	да
2.	Опробование и проверка общего функционирования	6.2.	да	да
3.	Определение метрологических характеристик: - абсолютной погрешности измерения pH; - относительной погрешности измерения массовой доли соляной кислоты в пробе; - СКО случайной составляющей погрешности.	6.3. 6.3.1 6.3.2 6.3.3	да	нет
4.	Определение метрологических характеристик в соответствии со стандартизированной МВИ	6.4.	нет	да

2. Средства поверки

2.1. Стандартные образцы состава веществ.

Таблица 2.

№	ГСО	Аттестованное значение	Погрешность аттестованного значения
1	ГСО 7438-98 «СО pH водных сред (комплект 1С) 1С-1 1С-2 1С-3 1С-4	pH 1,61 – 1,67 3,98 – 4,04 6,83 – 6,89 9,15 – 9,21	±0,01
2	ГСО 8194-2002 «СО состава соляной кислоты»	0,097 – 0,1030 моль/дм ³	±0,3 моль/дм ³

2.2. Вспомогательные реактивы и материалы:

1.2.1 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72;

1.2.2 Стандарт-титр натрия гидроокиси ТУ 2642-001-23164774-2002;

1.2.3 Термометры стеклянные ртутные по ГОСТ 13646-68;

1.2.4 Колбы мерные вместимостью 1000 см³ 2 кл точности, исполнения 2 по ГОСТ 1770;

1.2.5 Пипетки вместимостью 5.0; 10.0 см³, тип 2-1-2-5; 2-1-2-10 или тип 1-2-2-5; 1-2-2-10, 1 кл. точности, погрешность измерения 0,5%, ГОСТ 1770;

1.2.6 Стаканчики стеклянные с крышкой (бюксы) вместимостью 50 см³ по ГОСТ 1770;

2.3 Средства измерений должны иметь действующие свидетельства о поверке; ГСО должны иметь действующие паспорта.

Примечание: допускается применение других средств поверки, разрешенных к применения 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) °C
относительная влажность воздуха	не более 80%
атмосферное давление	не более 107 кПа
напряжение питания переменного тока	(220±5)В
частота переменного тока	(50±5) Гц

3.3. 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. Требования безопасности изложены в РЭ и в "Правилах технической эксплуатации электроустановок потребителей", утвержденных Госэнергонадзором от 21.12.1984г.

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.

5.2. Перед проведением поверки должны быть выполнены следующие операции:

- прибор должен быть выдержан в помещении не менее 3-х часов;
- осуществить сборку титратора и приготовление титрантов в соответствии с РЭ;
- включить прибор в соответствии с РЭ.

6. Проведение поверки

6.1. 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.

6.2. Опробование и подготовка к поверке.

6.2.1. 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.

6.2.2. Перед проведением поверки проводят следующие операции.

6.2.2.1. Проверяют срок годности титранта и при необходимости заменяют его свежим.

6.2.2.2. В режиме прокачки бюретки сбрасывают старый титрант из бюретки через наконечник.

6.2.2.3. Бюретку, распределительный клапан и подводящие линии промывают титрантом из бутылки путем автоматической прокачки титранта в режиме «бутылка с титрантом – бюретка» и «бюретка – наконечник для титрования»;

6.2.3. Выбирают соответствующую типу титрования программу установления титра (возможно использование стандартной программы установления титра).

6.2.4. В зависимости от типа титрования устанавливают титр соответствующего титранта на растворах, используемых при поверке (Таблица 2).

6.3. Определение метрологических характеристик при первичной поверке

6.3.1. Определение абсолютной погрешности в режиме измерения pH.

Определение погрешности в режиме измерения pH осуществляется по ГСО 7438 «СО pH водных сред (комплект 1С)», Таблица 2. Проводят измерение pH каждого из четырех ГСО комплекта в диапазоне, указанном в Таблице 2. Для каждого СО рассчитывают абсолютную погрешность ΔpH по формуле (1).

$$\Delta pH = pH_{CO} - pH_{изм} \quad (1)$$

где, ΔpH – абсолютная погрешность титратора при измерении pH,
 pH_{CO} ; $pH_{изм}$ – соответственно аттестованное значение pH СО и результат измерения.

Результаты определения признают положительными, если абсолютная погрешность измерения pH для каждого СО не превышает $\pm 0,04$.

6.3.2. Определение относительной погрешности при кислотно-основном титровании в водной среде.

В соответствии с инструкцией на стандарт-титр натрия гидроокиси готовят водный раствор с молярной концентрацией $0,100 \pm 0,001$ моль/дм³. В титровальную ячейку последовательно помещают 5,0; 10,0 см³ ГСО 8194-2002 «СО состава соляной кислоты», добавляют 100-150 см³ дистиллированной воды так, чтобы рабочая часть электродов была погружена в раствор до уровня, требуемого РЭ и титруют раствором натрия гидроокиси.

Относительную погрешность измерения содержания соляной кислоты δ_i (%) вычисляют по формуле (2).

$$\delta_i = \frac{A_0 \cdot V_{0i} - V_i \cdot T}{A_0 \cdot V_{0i}} * 100 \quad (2)$$

где: A_0 - аттестованное значение молярной концентрации соляной кислоты в СО, моль/дм³;

V_{0i} - аликвота СО соляной кислоты, помещенная в ячейку, дм³;

V_i - объем раствора натрия гидроокиси, пошедший на титрование i -ой аликвоты СО, дм³;

T - молярной концентрации натрия гидроокиси в титранте, моль/дм³.

Результаты определения признают положительными, если относительная погрешность измерения молярной концентрации соляной кислоты не превышает $\pm 2\%$.

6.3.3. Определение относительного СКО случайной составляющей погрешности титрования.

Выполняют пять измерений, вводя в титровальную ячейку 5,0 см³ ГСО. Вычисление относительного СКО случайной составляющей погрешности титратора производят по формуле (3):

$$S_r = \frac{100}{C_{\text{средн}}} \times \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (C_i - C_{\text{средн.}})^2}{n-1}}, \% \quad (3)$$

где: C_i - результат i -ого измерения, %;

$C_{\text{средн}}$ - среднее арифметическое значение результатов « n » измерений;

n - число измерений = 5.

Результаты определения признают положительными, если СКО случайной составляющей погрешности титрования не превышает 1,5 %.

6.4. Определение метрологических характеристик при периодической поверке

Периодическая поверка титратора проводится в соответствии с МИ 2531-91.

В зависимости от комплектации титратора детектирующими электродами, при проведении периодической поверки могут использоваться методики титрования, приведенные в Приложении 2 или МВИ, аттестованные в соответствии с ГОСТ 8.563.

7. Оформление результатов поверки

7.1. При проведение поверки работы прибора составляется протокол результатов измерений, в котором указывается соответствие прибора предъявляемым требованиям. Форма протокола приведена в Приложении.

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

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

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ

Наименование: титратор автоматический потенциометрический модель G20.

Зав. номер _____

Тип _____

Дата выпуска _____

Представлен _____

Условия поверки:

- температура окружающего воздуха, °C

- атмосферное давление, кПа

- относительная влажность, %

Таблица 1

Результат определения абсолютной погрешности анализатора

№ п/п	Определяемый показатель	Аттестованное значение в СО	Результат определения	Относительная погрешность, %
1	рН			
2	Соляная кислота			

Таблица 2

Результат определения относительного СКО случайной погрешности

Определяемый показатель (пример)	№ измерений	Результат измерения
Массовая концентрация соляной кислоты	1	
	2	
	3	
	4	
	5	
СКО		

Относительная погрешность измерения не превышает \pm %

Относительное СКО случайной погрешности не превышает %

Заключение _____

Подпись поверителя

Дата _____

Приложение 2

Стандартные методики титрования для проведения периодической поверки титраторов автоматических серии Compact, модель G20

1. Средства поверки

1.1. Стандартные образцы состава веществ.

Таблица 2.

№	Тип титрования или измерения	ГСО	Аттестованное значение	Погрешность аттестованного значения
1	Кислотно-основное титрование в водных и неводных средах ¹	ГСО 8194-2002 «СО состава соляной кислоты»	0,097 – 0,1030 моль/дм ³	±0,3 моль/дм ³
2	Аргентометрия (титрование хлорид-, бромид-, сульфид-, меркаптид-ионов) ¹	ГСО 8194-2002 «СО состава соляной кислоты»	0,097 – 0,1030 моль/дм ³	±0,3 моль/дм ³
3	Окислительно-восстановительное титрование ²	ГСО 8202-2002 «СО состава раствора йода»	0,0970 – 0,1030 моль/дм ³	±0,3 моль/дм ³

1.2. Вспомогательные реактивы и материалы:

1.2.1 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72;

1.2.2 Стандарт-титр натрия гидроокиси ТУ 2642-001-23164774-2002;

1.2.3 Серебро азотнокислое ГОСТ 1277, 0,1 н раствор;

1.2.4 Стандарт-титр натрия серноватистокислого, 0,1н, ТУ 6-09-2540-72;

1.2.5 Спирт изо-пропиловый абсолютный ГОСТ 9805-83;

1.2.6 Термометры стеклянные ртутные по ГОСТ 13646-68;

1.2.7 Колбы мерные вместимостью 1000, 500, 250, 100 см³ 2 кл точности, исполнения 2 по ГОСТ 1770;1.2.8 Пипетки вместимостью 1.0; 2.0; 5.0; 10.0 см³, тип 2-1-2-1; 2-1-2-2; 2-1-2-5; 2-1-2-10 или тип 1-2-2-1; 1-2-2-2; 1-2-2-5; 1-2-2-10, 1 кл. точности, погрешность измерения 0,5%, ГОСТ 1770;1.2.9 Стаканчики стеклянные с крышкой (бюксы) вместимостью 50 см³ по ГОСТ 1770.

2.1. Определение относительной погрешности титраторов при кислотно-основном титровании в водной или неводной среде.

Водная среда: в соответствии с инструкцией на стандарт-титр натрия гидроокиси готовят водный раствор с молярной концентрацией $0,100 \pm 0,001$ моль/дм³. В титровальную ячейку последовательно помещают 5,0; 10,0 см³ ГСО 8194-2002 «СО состава соляной кислоты», добавляют 100-150 см³ дистиллированной воды так, чтобы рабочая часть электродов была погружена в раствор до уровня, требуемого РЭ и титруют раствором

¹ Операция по поверке производится при комплектации титратора электродной парой, включающей серебряный электрод проволоочного или объемного типа и электрод сравнения или комбинированный серебряный электрод.

² Операция по поверке производится при комплектации титратора red|ox-электродом.

⁴ Операция по поверке титратора производится при его комплектации, включающей двойной платиновый электрод и ячейку для титрования по методу К. Фишера.

натрия гидроокиси, используя электродную пару для кислотно-основного титрования или комбинированный стеклянный электрод, предназначенный для работы в водных средах.

Неводная среда: в соответствии с инструкцией на стандарт-титр натрия гидроокиси готовят раствор в спирте этиловом (или спирте изо-пропиловом) с молярной концентрацией $0,100 \pm 0,001$ моль/дм³. В титровальную ячейку последовательно помещают 1,0; 5,0 см³ ГСО 8194-2002 «СО состава соляной кислоты» добавляют 100-150 см³ спирта изо-пропилового так, чтобы рабочая часть электродов была погружена в раствор до уровня, требуемого РЭ и титруют раствором натрия гидроокиси, используя электродную пару для кислотно-основного титрования или комбинированный стеклянный электрод, предназначенный для работы в неводной среде.

Относительную погрешность измерения содержания соляной кислоты δ_i (%) вычисляют по формуле (2).

$$\delta_i = \frac{A_0 \cdot V_{0i} - V_i \cdot T}{A_0 \cdot V_{0i}} * 100 \quad (2)$$

где: A_0 - аттестованное значение молярной концентрации соляной кислоты в СО, моль/дм³;

V_{0i} - аликвота СО соляной кислоты, помещенная в ячейку, дм³;

V_i - объем раствора натрия гидроокиси, пошедший на титрование i -ой аликвоты СО, дм³;

T - молярной концентрации натрия гидроокиси в титранте, моль/дм³.

Результаты определения признают положительными, если относительная погрешность измерения молярной концентрации определяемого вещества (соляной кислоты) не превышает ± 2 %.

2.2. Определение относительной погрешности титраторов при аргентометрическом титровании растворов хлорид-иона.

В соответствии с инструкцией на стандарт-титр серебра азотнокислого готовят водный раствор с молярной концентрацией $0,100 \pm 0,001$ моль/дм³. В титровальную ячейку последовательно помещают 0,5; 1,0 см³ ГСО 8194-2002 «СО состава соляной кислоты», добавляют 100-150 см³ дистиллированной воды так, чтобы рабочая часть электродов была погружена в раствор до уровня, требуемого РЭ и титруют раствором серебра азотнокислого используя электродную пару, включающую серебряный электрод и вспомогательный электрод (например, стеклянный электрод) или комбинированный серебряный электрод. Относительную погрешность измерения содержания хлорид-иона δ_i (%) вычисляют по формуле (2).

где: A_0 - аттестованное значение молярной концентрации соляной кислоты в СО, моль/дм³;

V_{0i} - аликвота СО соляной кислоты, помещенная в ячейку, дм³;

V_i - объем раствора СО состава серебра нитрата, пошедший на титрование i -ой аликвоты СО состава соляной кислоты, дм³;

T - аттестованное значение молярной концентрации серебра нитрата в СО, моль/дм³

Результаты определения признают положительными, если относительная погрешность измерения молярной концентрации определяемого вещества (хлорид-иона) не превышает ± 2 %.

2.3. Определение относительной погрешности титраторов при окислительно-восстановительном титровании растворов йода.

В соответствии с инструкцией на стандарт-титр натрия серноватистокислого готовят водный раствор с молярной концентрацией $0,100 \pm 0,001$ моль/дм³. В титровальную ячейку

последовательно помещают 5,0; 10,0 ГСО 8202-2002 «СО состава раствора йода», добавляют 100-150 см³ спирта изо-пропилового так, чтобы рабочая часть электродов была погружена в раствор до уровня, требуемого РЭ и титруют раствором натрия серноватистокислого, используя электродную пару, включающую платиновый red|ox электрод и вспомогательный электрод. Относительную погрешность измерения содержания йода δ_i (%) вычисляют по формуле (2),

где: A_0 - аттестованное значение молярной концентрации йода в СО, моль/дм³;

V_{0i} – аликвота СО состава йода, помещенная в ячейку, дм³;

V_i – объем раствора СО состава раствора натрия тиосульфата, пошедший на титрование i -ой аликвоты СО йода, дм³;

T – аттестованное значение молярной концентрации натрия тиосульфата в СО, моль/дм³.

Результаты определения признают положительными, если относительная погрешность измерения молярной концентрации определяемого вещества (йода) не превышает $\pm 2 \%$.