

**ООО «НПО АКВИЛОН»**

**ТИТРАТОРЫ ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКИЕ АВТОМАТИЧЕСКИЕ  
АТП – 02**

**РУКОВОДСТВО ПО ЭКСПЛУАТАЦИИ**

**4215-012-81696414-2007 РЭ**

## **ВНИМАНИЮ ПОЛЬЗОВАТЕЛЕЙ!**

**1. Стыковка RS - 232 порта блока преобразования и дозирования с портом СОМ 2 компьютера должна производиться при ВЫКЛЮЧЕННОМ состоянии обоих устройств.**

**Нарушение этой обязательной рекомендации может привести к выходу из строя портов и неработоспособности титратора.**

**2. При установке границы перезаполнения дозатора по объему должны быть не менее, чем на 0,1 мл меньше номинального объема дозатора (т.е. не менее 19,9 мл и не более 49,9 мл).**

**В противном случае может происходить сбой отсчета объема или даже выход из строя дозатора.**

**3. В перерывах рекомендуется после завершения титрования промыть дозатор, оставив в рабочей полости дозатора несколько капель дистиллированной воды.**

Настоящее «Руководство по эксплуатации» (далее РЭ) предназначено для изучения обслуживающим персоналом основных правил устройства и эксплуатации «Титраторов потенциометрических автоматических АТП-02».

Титраторы используются совместно с компьютером и программным комплексом «Titrate 5.x», в связи этим рекомендуется использовать одновременно текстовый документ «Руководство пользователя», которое вводится в Ваш компьютер одновременно с вводом программного комплекса и может быть распечатано.

## 1. ОБЩИЕ СВЕДЕНИЯ

Титраторы автоматические потенциометрические АТП-02 предназначены для измерения концентрации ионов и веществ в растворах в автоматическом режиме различными методами объемного титрования (нейтрализации, окисления-восстановления, комплексонометрии и т.д). Титраторы позволяют также измерять активность ионов водорода (значение рН) и других ионов (значение рХ), ЭДС электродных систем и других источников постоянного тока, температуру растворов, а также могут быть использованы в качестве дозаторов высокой точности.

Титратор АТП-02 работает только в комплекте с компьютером. (См.п.2.4).

Программа «Titrate 5.x » и ее модификации обеспечивают автоматический сбор и обработку исходных данных и данных измерения, формирование протоколов, отчетов и баз данных. В титраторе АТП-02 программа обеспечивает также автоматическое управление процессом титрования и измерений, задание параметров; ввод, редактирование и сохранение в памяти компьютера методик титрования, а также протоколов измерений.

Титраторы предназначены для применения в аналитических испытательных лабораториях, осуществляющих государственный и производственный контроль безопасности и качества продукции и сырья, питьевой воды, объектов окружающей среды, технологических процессов в химической и перерабатывающей промышленности, воды технологического цикла в тепловой и атомной энергетике, а также решения задач криминалистической и судебно - медицинской экспертизы, а также в научно-исследовательских лабораториях.

По устойчивости к воздействию климатических факторов окружающей среды титраторы соответствует исполнению УХЛ категории 4.2 по ГОСТ 15150

Обозначение прибора в документации и при его заказе: «Титраторы потенциометрические автоматические АТП-02 «ТУ 4215-012-81696414-2007

## 2. ОСНОВНЫЕ ТЕХНИЧЕСКИЕ ДАННЫЕ

2.1. Максимальные объемы титранта (объем дозатора) - 20 или 50 мл.

Дискретность отсчета –0,001 мл. Предусмотрена возможность выдачи дозы большего объема с повторным заполнением дозатора, а также программой предусмотрена возможность замены дозатора на дозатор большего или меньшего объема(20 мл на 50 мл и наоборот). Замена дозатора должна быть отражена при настройке программы.

2.2.. Диапазон измерения (по входному сигналу):

по напряжению, мВ - от минус 2000,0 до 2000,0;

по величине рН (рХ), ед. рН (рХ) – от минус 20,0 до 20,0;

по температуре, °С - от минус 40 до 60.

2.3. Титраторы обеспечивает работу с электродными системами, имеющими:

- сопротивление цепи измерительного электрода до 1000 МОм;

- сопротивление цепи вспомогательного электрода до 20 кОм.

В режиме измерения рН (рХ) растворов титраторы обеспечивают работу с электродными системами, имеющими зависимость ЭДС электродной системы от измеряемой активности ионов следующего вида:

$$E = E_{и.} + K \cdot S \cdot (pX - pX_{и.}), \text{ мВ} \quad (1)$$

где  $E_{и.}$ ,  $pX_{и.}$  - координаты изопотенциальной точки электродной системы, мВ и рН(рХ) соответственно;

$K$  – коэффициент равный 0,9....1,1

$S_t$  - значение крутизны электродной системы, равное минус  $(54,19 + 0,1984t) / N$ , мВ/рН (рХ), при температуре  $t$ , град.С.

где  $N$  – валентность измеряемого иона с учетом полярности.

Для электродных систем, не имеющих нормированного значения координат изопотенциальной точки, э.д.с. этой системы выражается формулой

$$E = E_0 + K \cdot S_t \cdot \text{рХ} / N \text{ мВ, где } E_0 - \text{э.д.с. при } \text{рХ} = 0$$

2.4. Титратор предназначен для работы с компьютером уровня не ниже Pentium1 с тактовой частотой не менее 100 МГц и палитрой 16 бит. ОС – Windows, программа постоянно адаптируется под новые версии Windows.

2.5. Питание титратора производится от сети однофазного переменного тока 50 Гц напряжением 220 В., потребляемая мощность не более 50 ВА.

2.6 Масса титратора - не более 5 кг.

2.7. Предел допускаемого значения основной абсолютной погрешности при измерении величины рН (рХ) соответствует  $\pm 0,01$  ед.рН (рХ).

2.8. Предел допускаемого значения основной абсолютной погрешности при измерении окислительно-восстановительного потенциала соответствует  $\pm 1$  мВ.

2.9. Предел допускаемого значения основной абсолютной погрешности при измерении температуры соответствует  $\pm 1^\circ \text{C}$ .

2.10. Предел допускаемого значения основной относительной погрешности дозирования объема соответствует  $\pm 1,0\%$ .

2.11. Предел допускаемого значения основной относительной погрешности при измерении концентрации соответствует  $\pm 2,0\%$ .

2.12. Предел допускаемого значения среднего квадратического отклонения случайной составляющей относительной погрешности титрования соответствует  $\pm 0,5\%$ .

2.13. Входное сопротивление титраторов не менее 30 ГОм.

2.14. Время установления рабочего режима титраторов не превышает 10 минут.

2.15. Время непрерывной работы титраторов не менее 8 часов.

2.16. Титратор предназначен для работы в следующих условиях;

температура окружающей среды - от 10 до 35 °С;

относительная влажность воздуха от 30 до 80 %;

помещение – пожаро- взрывобезопасное;

температура растворов от 0 до 100 °С;

Растворы, применяемые при титровании не должны образовывать пленок и не содержать фтор-ионов (фтористоводородной (плавиковой) кислоты и ее солей), которые агрессивны по отношению к стеклу измерительного электрода и корпусу дозатора.

### 3. КОМПЛЕКТНОСТЬ

#### 3.1. В комплект поставки титратора входят:

| Обозначение               | Наименование  | шт |
|---------------------------|---|----|
| 4215-012-81696414-2007 БД | Блок преобразования и дозирования*  | 1  |
| 4215-012-81696414-2007 Ш  | Штатив для электрода (штанга + лапка с кнопкой-фиксатором)                                | 1  |
| 4215-012-81696414-2007 ММ | Магнитная мешалка   | 1  |
| 4215-012-81696414-2007 К  | Комплект принадлежностей и запасных частей  | 1  |
| 4215-012-81696414-2007 РЭ | «Титраторы потенциметрические автоматические АТП мод. АТП-02» Руководство по эксплуатации | 1  |
| 4215-012-81696414-2007 ПС | «Титраторы потенциметрические автоматические АТП мод. АТП-02. Паспорт»                    | 1  |
| 4215-012-81696414-2007 МП | Инструкция «Титраторы автоматические потенциметрические АТП. Методика поверки»            | 1  |
|                           | Программное обеспечение «Titrate 5.x»   | 1  |
|                           | Электрод ЭСЛК-01.7**  | 1  |
|                           | Персональный компьютер***   |    |

#### Примечание

- \* Объем дозатора в блоке преобразования и дозирования определяется по согласованию потребителя с предприятием-изготовителем. Дополнительно может быть поставлен дозатор того же или альтернативного объема (50мл).
- \*\* Допускается вместо комбинированного электрода поставка измерительного рН электрода и вспомогательного.
- \*\*\* Персональный компьютер согласованной конфигурации и комплектности поставляется за отдельную плату по согласованию с потребителем.

#### 3.2 Комплект принадлежностей и запасных частей каждого титратора включает:

|                                 |       |
|---------------------------------|-------|
| Термопреобразователь            | 1 шт. |
| Гидравлические линии            | 1 к-т |
| Мешальник для магнитной мешалки | 1 шт. |
| Кабель для связи с компьютером  | 1 шт. |
| Крышка на бутыл (с адаптером)   | 1 к-т |
| Наконечник                      | 1 шт. |

### 4. ПРИНЦИП ДЕЙСТВИЯ И УСТРОЙСТВО ТИТРАТОРА

Принцип действия титратора заключается в автоматическом дозировании титранта, подаваемого в анализируемый раствор, при потенциметрической индикации состава этого раствора и измерении объема поданного титранта.

Титратор представляет собой автоматическую поршневую бюретку, управляемую компьютером и включает в себя преобразователь, имеющий три канала измерения: напряжения, температуры и объема. Титратор построен на микропроцессорной базе.

Канал измерения напряжения представляет собой встроенный рН-метр и аналого-цифровой преобразователь (АЦП), преобразующие сигнал от электродной системы в стандартный цифровой код, подаваемый на микропроцессор.

По каналу измерения температуры сигнал от термопреобразователя подается непосредственно на микропроцессор, где он преобразуется в цифровой код.

В канале измерения объема происходит формирование импульсов управления шаговым двигателем привода поршня бюретки и подсчет этих импульсов, благодаря чему формируется информация об объеме раствора (титранта), поданного в анализируемый раствор.

Управление АЦП в первом канале, преобразование сигнала температуры в цифровой код и управление формированием импульсов управления двигателем, как и синхронизация работы всего преобразователя осуществляется микропроцессором, который также формирует выходной информационный сигнал и получает сигналы управления от компьютера.

В зависимости от величины сигнала первого канала и конкретной программы компьютер управляет подачей титранта по времени включения и скорости вращения шагового двигателя, дозируя титрант с необходимой точностью. Для повышения точности титрования и исключения перетитрования в качестве основного режима титрования используется дискретный (импульсный) режим титрования, а также предусмотрены непрерывный и ручной режимы. При этом в дискретном (импульсном) режиме предусмотрено постепенное уменьшение длительности импульса подачи, а также средней скорости подачи раствора при одновременном постепенном увеличении паузы между соседними импульсами. В непрерывном режиме происходит только постепенное уменьшение скорости подачи раствора.

Указанные изменения в зависимости от режима работы происходят по мере увеличения крутизны кривой титрования или по мере приближения к заданной точке потенциала (мВ) или к ожидаемому значению объема точки эквивалентности при входе кривой в установленную зону (область ожидаемых значений по объему).

Следует отметить, что в соответствующем режиме до входа в установленную зону (область ожидаемых значений точки эквивалентности) происходит быстрая непрерывная подача титранта с установленной скоростью.

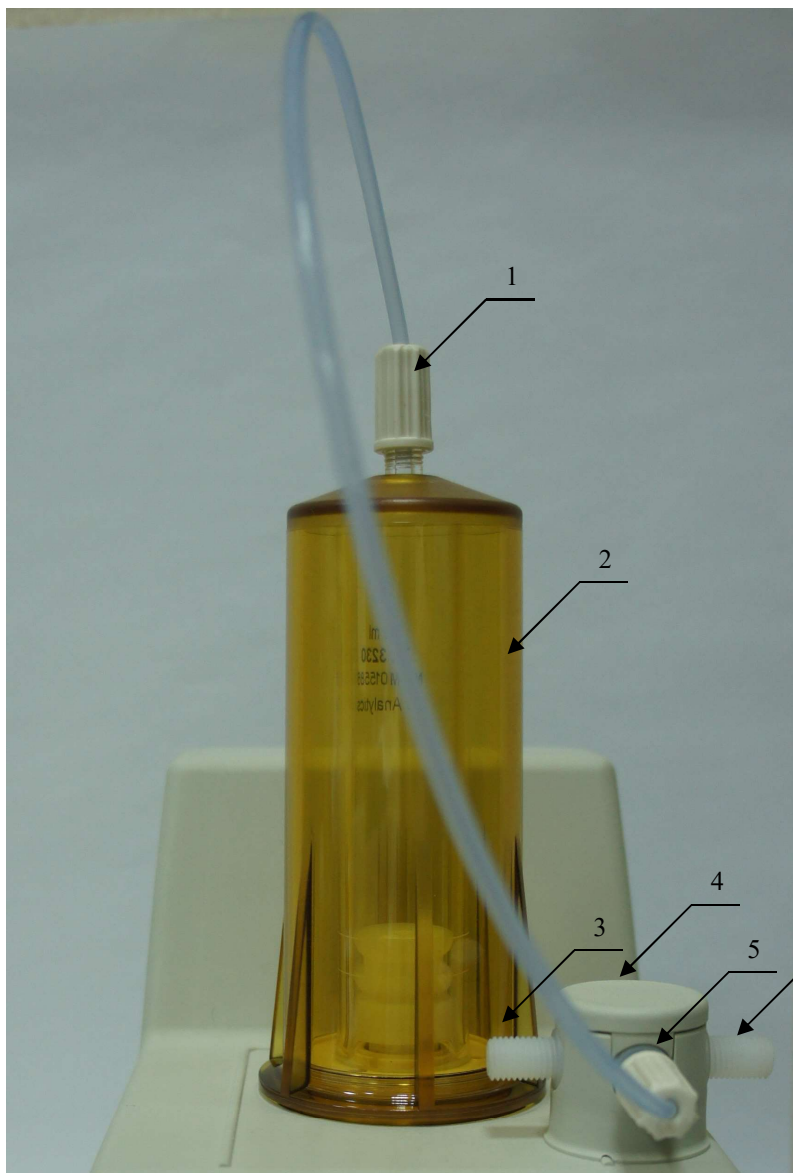
По мере прохода и удаления от этой же точки происходят обратные изменения параметров титрования.

С этой же целью в приборе предусмотрены два режима регистрации кривой титрования: непрерывный и точечный (по точкам), при точечной регистрации также возможно табличное задание в дискретном (импульсном) режиме.

В ручном режиме осуществляется дискретный (импульсный) режим подачи с установленным значением длительности импульса и скорости подачи.

Предпочтительными являются дискретные (импульсные) режимы титрования при точечной регистрации, поскольку они дают большую точностью. Непрерывный режим используется для экономии времени титрования.

Для исключения недотитрования и экономии титранта окончание титрования может задаваться как по объему, так и по значению потенциала («Автостоп»).



Отчет и протокол измерения содержат информацию о концентрации измеряемого вещества (или иона), кривую титрования в интегральной и дифференциальной формах, а также значение объема титранта и координаты точки окончания титрования в ед. рН (рХ) или мВ.

Конструктивно титратор выполнен в корпусе из химически стойкой пластмассы.

Вид задней панели титратора.

- 1 – Штуцер дозатора;
- 2 – Дозатор;
- 3 - Штуцер дозирования;
- 4 – Клапан электромагнитный;
- 5 – Штуцер подачи;
- 6 – Штуцер набора;
- 7 – Разъем вспомогательного электрода;
- 8 – Разъем комбинированного электрода;
- 9 – Разъем RS-232 (компьютерный кабель);
- 10 – Разъем термопреобразователя;
- 11- Выключатель «Сеть»;
- 12 – Выход кабеля питания.

Дозирующее устройство (дозатор), выполненное из специального боросиликатного стекла помещено в прозрачный пластмассовый корпус и находится на верхней части корпуса преобразователя.

Конструктивно дозатор вместе с клапаном и гидравлическими линиями может быть легко заменен аналогичным дозатором с клапаном и гидравлическими линиями простой разборкой и сборкой, предусмотренными программой.

Штатив и магнитная мешалка крепятся к корпусу. Питание магнитной мешалки подводится через ее крепление к корпусу. Обороты мешалки регулируются.

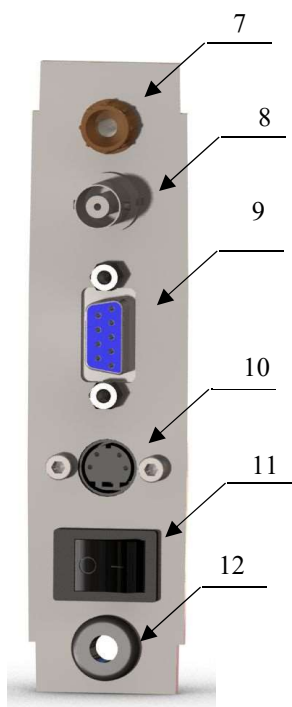


Рис.1 Вид задней панели титратора

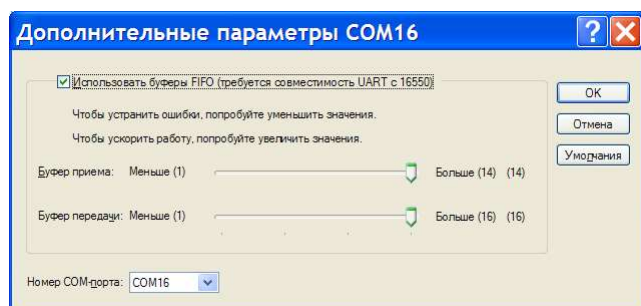
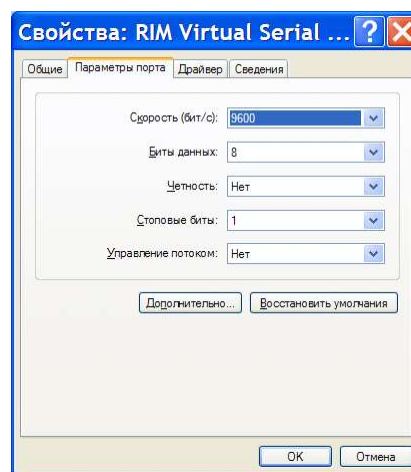
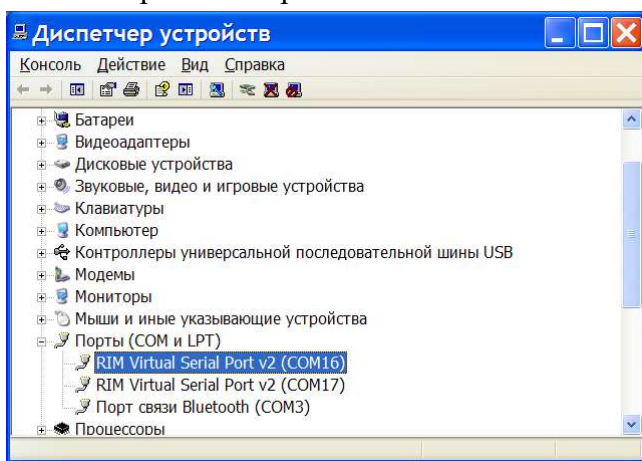
На дозирующем устройстве имеется штуцер (рис.1, п.1), через который происходит его заполнение и дозирование при титровании .

Заполнение и дозирование происходит через переключающийся по команде электромагнитный клапан (рис.1, п.4) (в программе переключатель потока «Заполнение-Титрование»). Заполнение дозатора происходит автоматически после прихода плунжера в предельное верхнее положение несколько меньшее номинальной величины объема дозатора, а также каждый раз после включения титратора.

Клапан имеет три штуцера: подачи, набора и дозирования (рис.1, п.3,5,6).. Клапан расположен на корпусе блока.

Электродная система состоит из комбинированного рН-электрода (или какого либо измерительного и вспомогательного электрода) и термопреобразователя, устанавливаемых на штативе. Для использования электродной системы, состоящей из двух электродов, дополнительно предусмотрено гнездо для подключения вспомогательного электрода (сравнения). Высокоомный измерительный электрод (например, стеклянный) подключается к тому же разъему, что и комбинированный..

На задней стенке корпуса расположены: разъем подключения комбинированного (или измерительного) электрода (рис.1, п.8) и гнездо для подключения вспомогательного электрода (рис.1,п.7), разъем термопреобразователя и разъем для связи с компьютером, который служит для подключения RS- порта компьютера. Программа позволяет выбирать порт от 1 до 4. В случае использования USB-COM адаптера необходимо перенастроить его на любой свободный из этих портов (т.к. по умолчанию USB-COM адаптер может «выбрать» под себя при установке порт больший чем COM4. (перенастройка номера порта производится в диспетчере устройств в Windows). Например для Windows XP в закладке «Параметры порта» -Дополнительно-Номер COM-порта.





Поскольку программа унифицирована с некоторыми специальными видами программ, требующих подключение нескольких устройств к нескольким портам, при настройке настоящей программы необходимо выбрать вариант «ОДНОКАНАЛЬНЫЙ РЕЖИМ» и выбрать СОМ-порт к которому подключен титратор.

При некоторых видах титрования, например аргентометрическом, в качестве вспомогательного электрода применяется стеклянный рН-электрод. Он должен быть подключен к гнезду комбинированного (измерительного) электрода, а измерительный, например, серебряный электрод, должен быть подключен к гнезду вспомогательного.

Программный комплекс «Titrate 5.x» и его модификации имеет две основные программы «Исследователь» и «Анализатор», первая используется в случаях, когда титрование производится по совершенно новой или частично отредактированной методике или при частичном изменении каких-либо параметров. Вторая программа используется при проведении однотипных идентичных методик, имеющихся в программе «Исследователь» и применяется для ускорения процесса титрования.

Кроме того, программный комплекс предусматривает режим рН (рХ) –метра-редоксметра, режим калибровки рН-метра под конкретный электрод, режим разборки дозатора, а также режим промывки, который может быть использован как режим дозатора пробы высокой точности.

## **5. ПОДГОТОВКА ТИТРАТОРА К РАБОТЕ**

5.1. Распакуйте титратор и установите его на столе. Корпус блока преобразования и дозирования уложите на стол с тем, чтобы был удобный доступ к дну прибора. Возьмите корпус магнитной мешалки в руку и вставьте ее контакты-защелки в отверстия дна корпуса справа и слегка потяните назад. При креплении мешалки одновременно происходит ее подключение. При необходимости разборки легким усилием приподнимите фиксирующий рычажок и толкните мешалку вперед.

5.2. Произведите подготовку стеклянного комбинированного электрода к работе, проверьте уровень хлористого калия в полости между измерительным (внутренним электродом) и наружным корпусом электрода. Уровень заливки должен быть всегда выше уровня титруемого раствора в стакане. Для заливки откройте пробку на корпусе электрода и используйте 3,5 М или насыщенный охлажденный раствор хлористого калия, приготовленный на горячей кипяченой воде. Мембрану (шарик) электрода вымочите в 0,1 Н растворе соляной кислоты или в дистиллированной воде в течение не менее 10 часов, погружая в раствор только шарик комбинированного электрода. (Для измерительного электрода, не комбинированного, последнее требование не обязательно). В перерывах между измерениями электрод хранить таким же образом в тех же растворах, с закрытым для заполнения отверстием, которое при измерениях должно быть открыто). При использовании комбинированного электрода его подготовка к работе осуществляется в соответствии с его описанием.

5.3. Закрепите держатель штатива. Наденьте держатель электродов на стойку штатива, пользуясь имеющейся на ней кнопкой.

5.4. Установите в держателе стеклянный комбинированный электрод (измерительный и вспомогательный электроды), термопреобразователь и предварительно собранный дозирующий наконечник, соединенный линией подачи раствора с правым штуцером (рис.1, п.3) переключающего клапана. Линию заполнения подключите к левому штуцеру клапана (рис.1, п.6), а свободный конец линии опустите в бутылку с титрантом или с дистиллированной водой (для

промывки). Средний штуцер переключающего клапана (рис.1,п.5) соедините со штуцером дозатора (рис.1,п.1).

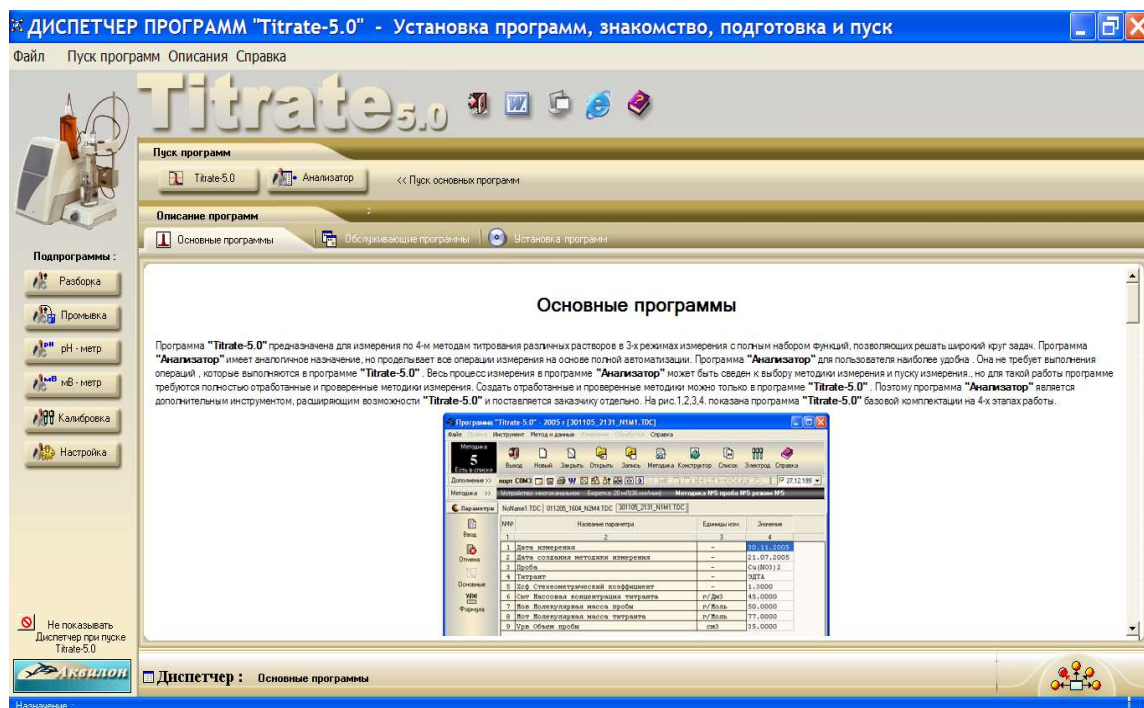
5.5. Подключите к блоку выводы комбинированного электрода (измерительного и вспомогательного электродов), термопреобразователя и кабель от последовательного порта «Com 2» компьютера. Программа «Titrator 5.x» при поставке прибора рассчитана по умолчанию на подключение именно к этому порту. Для данной программы следует обязательно выбирать **однопортовую систему**. Проверьте правильность соединений последовательного порта «Com 2». **Если этот порт в компьютере использовать невозможно, можно использовать порт Com 1, 3 или 4 последнее обстоятельство должно быть учтено при настройке программы.**

Включите и подготовьте к работе компьютер. Подключите титратор к сети 220 В 50 Гц, не включая титратор выключателем на задней стенке блока преобразования и дозирования. **Не нарушайте указанный порядок включения.**

5.6. Произведите установку программы с прилагаемого компакт-диска. Для установки программы требуется Microsoft Windows XP, Windows 2000, или Windows 7,8,10 или более новая версия операционной системы Windows.

- Для установки программы запустить файл «Setup.exe» с компакт диска TITRATE 5.x.
- Далее следуйте указаниям программы установки в окне (подтверждайте команды «Next» («Далее») и «Finish» («Конец») в результате чего будет создана программная группа «Titrator 5.x Base». Для запуска программы настройки выбираем Dispatcher program Titrator 5.0. выбрав «Настройка» устанавливаем COM-порт к которому присоединен титратор.

В программном комплексе имеется программа «Диспетчер программ», из окна которой (рис.2) просто выйти на любой режим работы титратора, нажатием соответствующей иконки и подтверждением «ОК-Пуск»:



- «Анализатор» - в одноименную программу титрования,
- «Калибровка» - в режим калибровки электрода перед измерением pH или перед титрованием по величине pH,

- «Настройка» - в режим выбора и настройки нужного порта, а также объема дозатора и соответствующей данному объему максимально возможной скорости подачи титранта.
- «Разборка» - в режим разборки дозатора,
- «Промывка» - в режим промывки дозатора или режим дозирования,
- «рН- метр» - в режим рН-метра,
- мВ-метр – режим милливольтметра.

5.7. Включите титратор (блок преобразования и дозирования) выключателем на задней стенке блока, при этом поршень титратора обязательно должен опуститься в крайнее нижнее положение, если он в нем не находился, при достижении нижнего положения происходит включение и выключение электродвигателя привода клапана, о чем свидетельствует характерный звук.

Вызовите режим «Настройка» установите однопортовый режим и нужный порт компьютера (предпочтительно «Com 2»). В зависимости от объема дозатора (20 или 50 мл) и соответственно максимальной скорости подачи раствора (36 или 90 мл/мин) титратор может работать с дозатором на 20 или 50 мл. Установите соответствующие друг другу объем и скорости. При смене дозатора на дозатор другого объема произведите соответствующую настройку.

5.8. Для обеспечения точности титрования перед проведением титрования необходимо выполнить промывку дозатора, удаление воздуха и воздушных пузырьков, после чего дозатор может быть заполнен нужным титрантом.

### **ВНИМАНИЕ!**

**При первичном включении титратора дозатор всегда обрабатывает заполнение. (Плунжер уходит в крайнее нижнее положение).**

Предварительная промывка может быть осуществлена дистиллированной водой, окончательную промывку для повышения точности титрования рекомендуется производить титрантом. Рекомендуется 6-ти шаговая процедура «Полоскание-первоначальное заполнение»:

1. Заполнение дозатора.
2. Дозирование раствора вместе с оставшимся воздухом.
3. Заполнение дозатора.
4. Дозирование раствора с удалением воздушных пузырьков.
5. Заполнение дозатора.
6. Рабочее дозирование (титрование).

Следите за линией заполнения титранта в дозаторе, конец патрубка должен быть опущен глубоко в бутылку с титрантом для исключения подсасывания воздуха. Промывка и заполнение дозатора производится по имеющимся в программе методике (программный элемент «Промывка»), вызываемому из окна диспетчера программ (п.6.1) в начале программы или из этапа «Измерение». Методика требует установки общего количества промывочного раствора в зависимости от количества циклов промывки и скорости подачи раствора. Для вызова методики в «Диспетчере программ» кликните иконку «Промывка». Настройте нужные Вам объем и скорость подачи промывочного раствора и затем кликните кнопку «Пуск-ОК». Если понадобится остановить промывку до достижения заданного объема, кликните кнопку «Стоп».

В случае необходимости дозатор может быть разобран и собран для более тщательной промывки со снятием корпуса дозатора. Разборка производится согласно указаниям, приведенным в окне программного элемента «Разборка», которая запускается тоже из диспетчера

программ аналогично программе «Промывка», а также непосредственно из меню Windows или из программы «Исследователь» (через подменю «Инструмент» и опцию «Разборка титратора»). В последнем случае программа «Исследователь» закрывается и для проведения измерений следует ее вызвать заново. В программе приведены все необходимые указания.

При разборке обратите внимание на положение метки на корпусе дозатора (двойное ребро жесткости), которое при сборке и разборке должно находиться напротив меток, нанесенных на корпусе преобразователя у основания дозатора. В собранном виде это ребро должно находиться по оси лицевой и задней панелей, при разборке – на боковой отметке справа у основания. Перед разборкой плунжер дозатора должен быть приведен в крайнее нижнее положение.

При разборке дозатора предварительно следует развернуть корпус дозатора от одной метки до другой на  $90^\circ$  против часовой стрелки, при сборке – в обратном порядке. Корпус дозатора выталкивается (и затягивается) вместе со штоком. Промывку следует производить через штуцер, не вытаскивая шток с плунжером. Пуск разборки и сборки осуществляется командой «ОК» после выполнения и подтверждения всех указаний после выбора предварительно выбранных соответствующих команд «Разборка» или «Сборка».

Как было указано выше, опции «Промывка» и «Разборка» могут быть вызваны также с рабочего окна программы «Анализатор» и на этапе «Измерение» программы «Исследователь» (см. соответствующие иконки в окнах).

5.9. В начальный период эксплуатации и при необходимости создания и использования новой методики выберите вид программы «Исследователь», поскольку эта программа более гибкая, позволяет варьировать имеющимися протоколами на любом из 4-х этапов титрования: 1-й - ввод параметров, 2-й – измерение, 3-й – обработка результата измерений и 4-й - формирование протокола (отчет). Этапы в этой программе активизируются пользователем (см. далее «левая инструментальная доска»), в отличие от автоматического следования этапов друг за другом в программе «Анализатор». Только в режиме «Исследователь» возможно создание новых и редактирование старых методик. Кроме того, режим «Исследователь» позволяет реализовать ручной режим управления титратором.

Ручной режим является единственно возможным при альтернативных методах индикации, например, при фотометрической.

Рекомендуется использовать пробы растворов, обеспечивающих использование титранта в объеме от 25 до 75% номинального объема дозатора.

5.10. В случае применения ранее использовавшихся методик выберите вид программы «Анализатор». В этой программе используются методики созданные ранее в программе «Исследователь».

Программа «Анализатор» рассчитана, главным образом, на автоматическое проведение множества однотипных анализов, методики которых уже имеются в таблице методик, поскольку эта таблица общая для обеих программ.

5.11. Необходимые сведения о программах на отдельных этапах можно вызвать при необходимости на экран, кликнув по иконке «Справка», которая имеется в ряде окон.

При вызове справочника загружается раздел, соответствующий активизированному этапу работы. О вызове справочника с главного меню программы «Исследователь» будет изложено ниже, Текстовое описание программы «Руководство пользователя» можно отдельно вывести из меню компьютера на рабочий стол

## 6. КАЛИБРОВКА

При измерениях в ед. рН (рХ) титратор должен быть предварительно откалиброван по конкретному электроду. Может быть использована калибровка, проведенная ранее, или сделанная заново. Если ордината используется (задана) в «мВ», калибровка не нужна. От пользователя требуется подтверждение нужного варианта.

Калибровка проводится по 2-м – 5-ти буферным или контрольным растворам (точкам). Значение рН должно быть задано в трехзначном виде, например, «7.25», «0.00» и т.д. Если пределы линейности электрода охватывают весь диапазон измерений, то достаточно калибровка по двум точкам в этом диапазоне. Всегда следует проводить измерения внутри диапазона калибровки, минимизируя по возможности этот диапазон.

Для проведения калибровки в рабочем окне кликните по иконке «Электрод» (или вызовите режим «Калибровка» в «Диспетчере» программ. Выберите новый электрод или ограничьтесь изменением калибровки ранее примененного электрода.

Предусмотрено два вида калибровки: первый - при постоянной (или маломеняющейся) температуре, а также при значениях рН, близких к изопотенциальной точке, второй - при существенном изменении температуры. Необходимо предварительно оценить возможную погрешность, вызванную изменением температуры, учитывая, что потенциал электрода изменяется примерно на 0,2 мВ/градус на каждую единицу рН по мере ее удаления от изопотенциальной точки..

Нажмите кнопку «Калибровать», укажите паспортные данные электрода в появившемся окне и введите дату. Нажмите кнопку «Далее» и следуйте диалоговому режиму в окне. Убедитесь, что термокомпенсатор подключен, и индицируется температура раствора.

Погрузите электрод в буферный раствор №1, выдержите несколько минут, введите название и значение рН буферного раствора №1 при данной температуре, нажмите кнопку «Пуск» и, после установления показаний, кнопку «Стоп».

Кнопкой «Далее» перейдите к раствору №2, введите его аналогично первому.

Если калибровка проводится по большему числу растворов, для ввода значений следующих растворов нажимайте кнопку «Далее». Если калибровка ограничена двумя растворами, нажмите кнопку «Готово».

В новом окне нажмите кнопку «Крутизна» и введите ее значение, нажав кнопку «Запись». В новом окне введите название файла с расширением KLB и сохраните файл нажатием соответствующей кнопки. Подтвердите значение крутизны во вновь появившемся окне («ОК»).

Если необходимо изменить калибровку, существовавшую ранее, выделите в первом окне курсором строчку с нужным типом электрода и нажмите кнопку «Изменить2», а затем нажмите кнопку «Калибровать» и далее поступайте аналогично изложенному выше.

Если калибровка не производится, значение крутизны можно взять из существующих файлов калибровки («Из файла»). Там же можно просмотреть все существующие файлы калибровки. Выбранное значение крутизны необходимо подтвердить («ОК»).

В дальнейшем при работе титратора в режиме измерения рН в окне рН-метра необходимо выбрать файл Вашего электрода с нужным значением крутизны, в противном случае показания рН будут носить случайный характер. Для этого следует нажать кнопку «Выбор» и подтвердить выделенный Вами курсором файл («ОК»).

После этого можно пользоваться рН-метром. Нажатием кнопки «Паспорт» можно убедиться, что выбрана нужная калибровка нужного электрода.

Значение крутизны должно быть не менее 0,89 от теоретического значения минус 58,16 мВ/рН (для одновалентных катионов при температуре 20 °С), для анионов знак крутизны положительный, для двухвалентных ионов величина крутизны вдвое меньше.

**При титровании с поиском точки эквивалентности и титровании до заданной точки в случаях, когда температура меняется в небольших пределах, описанный выше процесс калибровки является достаточным.**

Для растворов с существенно отличающимися значениями температур можно ограничиться введенными номинальными паспортными значениями координаты изопотенциальной точки электрода. Для более точной настройки паспортные значения следует уточнить и заменить значениями, полученными при описанном ниже методе калибровки, который отличается дополнительной настройкой по нагретому (охлажденному) раствору. Переход к вводу данных раствора №3 (нагретого или охлажденного) осуществляется нажатием кнопки «Готово».

Данные вводятся из таблицы рН стандартных растворов или вручную с клавиатуры. В завершение калибровки нажмите одну из кнопок «Готово» или «Достаточно». Следуйте указаниям программы в окне и введите уточненные значения рН<sub>и</sub> и Е<sub>и</sub>, полученные в результате этой настройки для учета температурной компенсации.

Значения рН наиболее распространенных буферных растворов при разных температурах в процессе калибровки можно внести автоматически, выделив нужное значение в таблице, открывающейся после нажатия иконки «рН».

В альтернативном случае значение рН внесите с клавиатуры. Во время калибровки при смене растворов промывайте электрод (электроды) дистиллированной водой и осушайте фильтровальной бумагой.

## **7. ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ**

7.1. Условия транспортирования титратора должны соответствовать условиям хранения 3 по ГОСТ15150.

7.2. Транспортирование титратора в транспортной упаковке должно осуществляться всеми видами транспорта в крытых транспортных средствах.

7.3. Размещение и крепление в транспортных средствах упакованных изделий должны обеспечивать их устойчивое положение, исключать возможность их смещения и ударов друг о друга и о стенки транспортных средств.

7.4. Во время погрузо-разгрузочных работ ящики не должны подвергаться резким ударам и воздействию атмосферных осадков. Способ укладки в транспортных средствах должен исключать перемещение ящиков. При погрузке и выгрузке необходимо выполнять требования, предупреждающие повреждения маркировки на транспортной таре.

7.5. Титратор в транспортной упаковке должен храниться на подставках или стеллажах, исключающих механические повреждения, в условиях, соответствующих условиям 1 по ГОСТ 15150-69 при отсутствии в окружающем воздухе газов и паров кислот и щелочей, вызывающих коррозию.

7.6. Распаковку титратора производят в сухих отапливаемых помещениях после суточного пребывания в них, если при транспортировании и хранении температура воздуха окружающей среды была ниже +10 °С.

## **8. ВОЗМОЖНЫЕ НЕИСПРАВНОСТИ И ИХ УСТРАНЕНИЕ**

8.1. Магнитный мешалник не вращается при включении мешалки и установке регулятора оборотов в положении максимума - отсоедините мешалку от блока преобразования и дозирования и промойте контакты на мешалке.

8.2. Дозатор не заполняется - проверьте правильность соединения гидравлических линий и положение всасывающего патрубка в бутылки с титрантом.

8.3. Не дозируется раствор - проверьте правильность установки дозатора, убедитесь в отсутствии воздуха и пузырьков в дозаторе и тракте.

8.4. На мониторе диагностируется: «Порт занят или не найден» или «Не найден титратор». Проверьте правильность соединения выхода титратора с СОМ-портом компьютера.

При иных сбоях программы, в частности при некорректном выходе из какого-либо этапа или части программы, иногда требуется выключение и включение титратора (иногда компьютера), в отдельных случаях может потребоваться перезагрузка программы.

8.5. Шток дозатора застрял - выключите питание блока преобразования и дозирования. Выйдите из программы. Включите питание блока преобразования и дозирования - шток дозатора должен прийти в крайнее нижнее положение.

Внимательно изучите разделы 4 и 5 настоящего руководства.

**ДЛЯ СОВЕРШЕНСТВОВАНИЯ СВОИХ НАВЫКОВ РАБОТЫ С ТИТРАТОРОМ И ПРОГРАММОЙ ИСПОЛЬЗУЙТЕ ПРОГРАММУ РУКОВОДСТВА ПОЛЬЗОВАТЕЛЯ, КОТОРАЯ ВВОДИТСЯ В ПАМЯТЬ КОМПЬЮТЕРА ВМЕСТЕ С ПРОГРАММНЫМ ОБЕСПЕЧЕНИЕМ.**

**ИСПОЛЬЗУЙТЕ ПОДМЕНЮ «СПРАВКА» НА ВСЕХ ЭТАПАХ РАБОТЫ ПРОГРАММЫ.**

**УТВЕРЖДАЮ**



Руководитель ЦИ СИ «ВНИИМС»

В.Н.Яншин

2007

**ИНСТРУКЦИЯ  
ТИТРАТОРЫ ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКИЕ  
АВТОМАТИЧЕСКИЕ АТП  
МЕТОДИКА ПОВЕРКИ  
4215-012-81696414-2007 МП**



Настоящая инструкция распространяется на титраторы потенциметрические автоматические АТП (далее по тексту – титраторы), предназначенные для измерения массовой концентрации ионов и веществ в растворах в автоматическом режиме различными методами титрования. Настоящая инструкция устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок. Межповерочный интервал - 1 год.

## 1. ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

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

Таблица 1

| Наименование операции  | Номер пункта инструкции | Проведение операций |                         |
|--|-------------------------|---------------------|-------------------------|
|  |                         | После ремонта       | В процессе эксплуатации |
| 1. Внешний осмотр  | 4.1                     | да                  | да                      |
| 2. Опробывание   | 4.2                     | да                  | да                      |
| 4. Определение метрологических характеристик                                       | 4.3                     | да                  | да                      |
| 4.1 Определение основной относительной погрешности измерения массовой концентрации | 4.3.1                   | да                  | да                      |
| 4.2 Определение относительной СКО случайной составляющей погрешности               | 4.3.2                   | да                  | да                      |

## 2. СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1. При проведении поверки необходимо применять следующие средства измерений и реактивы (табл.2)

Таблица 2

| Наименование средства поверки                 | Нормативно-технические характеристики |
|---|---------------------------------------|
| Стандарт-титры соляной кислоты, 0,1Н          | ТУ 2641-001-49415344-99               |
| Стандарт-титры натрия тетраборнокислого, 0,1Н | ТУ 2641-001-49415344-99               |
| Дистиллированная вода                         | ГОСТ 6709-72                          |
| Колбы мерные вместимостью 1 дм <sup>3</sup>   | ГОСТ 1770-74                          |
| Пипетки градуированные                        | ГОСТ 29227-91                         |

Примечание. Допускается применять иные средства поверки, не уступающие по своим метрологическим и техническим характеристикам средствам, указанным в табл.2.

### 3. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

Поверку выполняют при следующих условиях:

|  |  |
|--|--|
| - температура окружающего воздуха, °С            | 20 ± 5                                 |
| - относительная влажность окружающего воздуха, % | от 30 до 80                            |
| - атмосферное давление, кПа                      | от 84 до 106,7<br>(630+ 800 мм рт.ст.) |
| - напряжение переменного тока, В                 | 220 ±10%                               |
| - частота напряжения переменного тока, Гц        | 50±1                                   |
| - время установления рабочего режима, мин        | 10                                     |

Анализируемые растворы не должны образовывать пленок на электродах и не должны содержать фторид-ионов

### 4 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

#### 4.1 Внешний осмотр

- прибор не должен иметь механических повреждений;
- соединительные кабели должны быть исправными.

#### 4.2. Опробование и подготовка к поверке.

4.2.1. При опробовании проверяют работоспособность прибора в режиме дозирования в соответствии с руководством по эксплуатации. При этом одновременно проверяют герметичность гидравлической системы.

4.2.2 Подготовку титраторов к поверке выполняют в соответствии с руководством по эксплуатации.

4.2.3 Контрольные растворы соляной кислоты концентрации 0,1М и натрия тетраборнокислого концентрации 0,05 М готовят в соответствии с паспортом на стандарт-титры по ГОСТ 25794.1.

#### 4.3 Определение метрологических характеристик

4.3.1 Определение основной относительной погрешности измерения массовой концентрации. Определение основной относительной погрешности по концентрации проводят на реакции нейтрализации, на контрольных растворах, приготовленных по 4.2.3.

Подготавливают титратор для работы в режиме поиска конечной точки титрования в соответствии с эксплуатационной документацией.

В стакан для титрования пипеткой дозируют 10,0 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты и 20 см<sup>3</sup> дистиллированной воды и титруют раствором тетраборнокислого натрия в соответствии с руководством по эксплуатации титратора. Титрование повторяют 10 раз. Результаты измерения массовой концентрации регистрируют и вычисляют среднее арифметическое значение  $\bar{C}$  по формуле 1:

$$\bar{C} = \frac{\sum C_i}{10}, \text{ мг / дм}^3, \quad (1)$$

где  $C_i$  - измеренное значение концентрации массовой титруемого вещества (HCl), мг/дм<sup>3</sup>.

Вычисляют значение основной относительной погрешности титратора ( $\delta$ ) в соответствии с формулой 2:

$$\delta, \% \quad (2) \quad \delta = \frac{\bar{C} - C_{am}}{C_{am}} \cdot 100$$

где  $C_{am}$  - аттестованное значение концентрации титруемого вещества (HCl), мг/см<sup>3</sup>.

Значения основной относительной погрешности измерения массовой концентрации не должно превышать для мод. АТП-02 -  $\pm 2\%$ ; мод. АТП-01 -  $\pm 2,5\%$ .

4.3.2 Определение относительного СКО случайной составляющей погрешности измерения массовой концентрации.

Определение относительного среднего квадратического отклонения случайной составляющей погрешности измерения массовой концентрации ( $S_c$ ) рассчитывают, используя результаты измерений, полученные по п.4.3.1 по формуле 3:

$$S_c, \% \quad (3) \quad S_c = \sqrt{\frac{\sum (C_i - \bar{C})^2}{n - 1}} \cdot \frac{100}{C_{am}}$$

где n- число определений.

**Полученное значение относительного СКО случайной составляющей погрешности измерения массовой концентрации не должно превышать для мод. АТП-02 - 0,5 %; мод. АТП-01 – 1,0 %.**

## 5. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

5.1. Результаты поверки титраторов заносят в протокол,

5.2. Положительные результаты поверки титратора оформляют выдачей свидетельства установленной формы по ПР 50.2.006-94.

5.3. Титраторы, не удовлетворяющие требованиям настоящей инструкции, к эксплуатации не допускают. На них выдают извещение о непригодности с указанием причин. Титраторы изымают из обращения и после ремонта подвергают повторной поверке.

Начальник отдела ВНИИМС

Начальник сектора ВНИИМС



Ш.Р. Фаткуддинова

О.Л. Рутенберг