



**АНАЛИЗАТОР ЖИДКОСТИ
ТИТРОМЕТРИЧЕСКИЙ ЛАБОРАТОРНЫЙ
АТЛ-11М**

Методика поверки

ПРИЛОЖЕНИЕ 2

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

Анализатор жидкости титриметрический
лабораторный АТЛ-ГМ

Методика поверки

Лот №	Номер документа	Фамилия	Имя	Отчество
655	705-03-1172	Белкин	Юрий	Петрович

Лот №	Номер документа	Фамилия	Имя	Отчество
655	705-03-1172	Белкин	Юрий	Петрович

501-850-164-10

16

Настоящие методические указания распространяются на анализатор жидкости титрометрический лабораторный и устанавливают методику его первичной и периодической поверок.

Анализатор предназначен для объемного титрования воды в анализируемой пробе реагентом Фишера (классического или модифицированного состава) с бипотенциометрической или биамперометрической схемой измерения сигнала и нахождением конечной точки титрования по заданному значению сигнала.

При подготовке к поверке и при ее проведении необходимо руководствоваться разделами ПОДГОТОВКА К РАБОТЕ и ПОРЯДОК РАБОТЫ "Технического описания и инструкции по эксплуатации"

5Е1.550.164 ТО на анализатор жидкости титрометрический лабораторный АТЛ-ГМ

Межповерочный интервал - 1 год.

Изменение	Установка	Изменение	Установка
1	2	3	4
5	6	7	8
9	10	11	12
13	14	15	16

1	2	3	4
5	6	7	8

5Е1.550.164 ТО

115
52

I. ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

I.1. При проведении поверки должны выполняться следующие операции:

проверка комплектности и внешний осмотр анализатора по п.6.1;

определение относительной погрешности анализатора по п.6.2.

Номер документа	Номер инв. №	Числ. год	Месяц	День	Год
1044	1044	1984	янв	1	1984

Шт. коп.	№ документа	Подпись	Латин.
1	1044	Смирнова	Смирнова

581-550-164 Тю

1044

2. СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

При проведении поверки должны применяться следующие средства:

весы лабораторные, II кл., типа ВЛР-200 по ГОСТ 24104-80;

весы лабораторные, II кл., типа ВЛР-20 по ГОСТ 24104-80;

шприц на 10 мл, ТУ64-I-378-83;

микрошприц МШ-10 на 10 мкл, 2.833.024;

микрошприц МШ-50 на 50 мкл, 2.833.104;

реактив Фишера с титром 2-4 мг/мл, 0,8-1,2 мг/мл и с.1-0,2 мг/мл (см. приложение 3);

метанол ГОСТ 6995-77;

вода дистиллированная ГОСТ 6709-72;

10-ный раствор воды в метаноле (см. приложение 5);

резиновая трубка ГОСТ 5496-78;

тройник ТУ25-II-800-72;

манометр со шкалой 0,1 МПа (1 кгс/см², кл.0,4, ГОСТ 8521-72);

зажим;

воздух ГОСТ 17433-80.

Примечание. В случае отсутствия вышеуказанных средств поверки допускается применение аналогичных средств, характеристики которых не хуже указанных, пригодных для поверки в соответствии с требованиями настоящих методических указаний и при необходимости аттестованных органами Государственной или ведомственной метрологических служб.

Средства измерения должны иметь действующее клеймо о поверке.

Инв. №	Лот	№ документа	Подпись	Чистка
155	155	155	155	155

581.550.164-76

Метр

64

3. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

3.1. Глаздл. содержит

требования и сведения

дения, достаточные для обеспечения безопасности при поверке анализатора. К поверке анализатора допускаются лица, достигшие 18-летнего возраста и прошедшие производственное обучение, проверку знаний и инструктаж по безопасному обслуживанию анализатора.

3.2. Устанавливать, налаживать, ремонтировать и проверять анализатор, а также перегонять метanol, готовить реагент Фишера, стандартный раствор воды в метаноле должны лица, допущенные к работе с метанолом.

3.3. При поверке анализатора должны соблюдаться все требования техники безопасности, необходимые при работе с кислотами, щелочами и органическими растворителями (ЛВС), необходимо пользоваться индивидуальными средствами защиты.

3.4. При поверке анализатора, а также при приготовлении реагентов должны соблюдаться все требования безопасности, необходимые при работе со стеклянной посудой.

3.5. При поверке анализатора, а также при обезвреживании и уничтожении растворов после анализа должны соблюдаться основные правила безопасной работы в химических лабораториях, установленные Министерством химической промышленности 27.07.77 г.

3.6. Проверяемый анализатор должен находиться в вытяжном шкафу.

3.7. В отношении пожаро и взрывоопасности анализатор имеет обычное исполнение. Анализатор запрещается устанавливать в пожароопасных помещениях категорий А, Б и В.

3.8. Помещение, где проверяют анализатор, должно быть оснащено пожарным инвентарем, готовым к немедленному применению.

Изобретатель	Приемщик №	Изобретатель
Иванов Иван Иванович	Соколов Николай Николаевич	Иванов Иван Иванович

ША	Лист	Недату	Подп. Дата
----	------	--------	------------

ГОСТ 550-164-70

№

65

2) откалибровать микротрип на 50 мкл, заполнить микрошиприц дистиллированной водой до отметки 50 мкл, взвесить его на весах ВЛР-200 до и после дозирования, найти разницу, затем массу m_p (расчетная масса воды в мл), как среднее из пяти определений (результат любого определения должен отличаться от m_p не более, чем на 1 %);

3) установить дозирующее устройство на 25 мл;

4) заполнить жидкостные линии реактивом Фишера с титром 2 - 4 мг/мл;

5) в соответствии с ТО установить титр;

6) отдозировать с помощью БЛ в ячейку для титрования реактив Фишера и сделать на стеклах ячейки отметки (например, химическим карандашом) на уровнях 2, 5 и 10 мл, после чего реактив слить;

7) шприцом на 10 мл внести в ячейку 3 - 4 мл неосущенного метиола с содержанием воды не более 0,5 % по массовой доле, оттитровать его согласно ТО, общий объем раствора в ячейке должен быть не меньше 12,5 мл, т.е. уровень оттитрованного раствора должен быть на отметке 12,5 мл по предыдущему пункту, излишки раствора слить;

8) откалиброванным микрошиприцом на 50 мкл внести в ячейку для титрования 50 мкл дистиллированной воды.

Примечание. После отметки 25 мкл на микрошиприце воду необходимо вводить резким нажатием указательного пальца на поршень микрошиприца, при этом нужно следить, чтобы капля с микрошиприца упала не на стекла ячейки, а в раствор.

9) в соответствии с ТО оттитровать просу, записав показания ву, количество воды в просе в мл - m_o .

Сборник
нормативных
документов

Число документа
взятого
из архива
дата

Изм	Номер	Наименование	Подпись	Дата

10) вычислить относительную погрешность анализатора для каждого из пяти титрований.

6.3.3. Определение относительной погрешности анализатора на концентрации воды примерно 0,05 % по массовой доле.

Для определения погрешности необходимо выполнить следующие операции:

1) откалибровать микрошипци на 10 мкл на отметке 5 мкл, для чего заполнить микрошипец дистиллированной водой до отметки 5 мкл, взвесить его на весах ВЛР-20 до и после дозирования, найти разницу, затем массу m_0 (расчетная масса воды в мг), как среднее из пяти определений (результат любого определения должен отличаться от m_0 не больше, чем на 1 %);

2) установить дозирующее устройство на 25 мл (ячейка должна быть герметичной);

3) заполнить жидкостные линии реагентом Фишера с титром 0,8 - 1,2 мг/мл;

4) в соответствии с ТО установить титр;

5) шприцом на 10 мл ввести в ячейку 15 мл осуженного метанола с содержанием воды не выше 0,005 % по массовой доле, оттитровать его, общий объем раствора в ячейке не должен превышать отметки 12,5 мл, излишки раствора слить;

6) откалиброванным микрошипцом на 10 мкл внести в ячейку 5 мкл воды. См. примечание к п.6.3.2.8;

7) в соответствии с ТО оттитровать пробу, записав показания БУ, количество воды в пробе в мг - m_a .

8) оттитрованный раствор слить до отметки - 12,5 мл;

9) выполнить операции по п.п.6 - 8 не менее пяти раз;

10) вычислить относительную погрешность для каждого из пяти титрований.

6.3.4. Определение относительной погрешности анализатора на концентрации воды примерно 0,001 % по массовой доле.

Для определения погрешности необходимо выполнить следующие операции:

- 1) определение погрешности производить после поверки по п.6.3.3 и герметичности по п.5.3 (на ВА должно быть установлено дозирующее устройство на 2,5 мл, жидкостные линии заполнены реагентом Фишера с титром 0,8 - 1,2 мг/мл);
- 2) откалибровать микрошиприц на 10 мкл на отметку 5 мкл, для чего заполнить микрошиприц стандартным раствором воды в метаноле до отметки 5 мкл, взвесить его на весах ВЛР-20 до и после дозирования, найти разницу, вычислить массу стандартного раствора m_{st} , как среднее арифметическое из пяти определений (результат любого определения должен отличаться от m_{st} не больше, чем на 1 %);
- 3) найти расчетное количество воды в пробе - m_p ;
- 4) ввести в ячейку шприцом на 10 мл 50 мл осуженного метанола с содержанием воды не выше 0,005 % по массовой доле, оттитровать его, общий объем раствора в ячейке должен совпадать с меткой 50 мл, излишки раствора слить;
- 5) слить из жидкостных линий реагент Фишера с титром 0,8 - 1,2 мг/мл, заполнить жидкостные линии реагентом Фишера с титром 0,2 - 0,4 мг/мл;
- 6) в соответствии с ТО установить титр реагента Фишера;
- 7) откалиброванным микрошиприцом на 10 мкл ввести в ячейку 5,0 мкл стандартного раствора. См. примечание к п.6.3.2.8;
- 8) в соответствии с ТО оттитровать пробу, записав показания ЕУ - количество воды в пробе в мг - m_a ;
- 9) оттитрованный раствор слить до отметки 50 мл;
- 10) выполнить операции по п.п.6 - 8 не менее пяти раз;
- 11) определить относительную погрешность анализатора.

Изм	204	5986-88К	Лот №	1/4
Изм	Лот №	Номер документа	Проверка	Печать

БЕЛ-550-164 ТС

ЛС

6.3.5. Определение относительной погрешности анализатора на концентрации воды примерно 0,0002 % по массовой доле.

Для определения погрешности необходимо выполнить следующие операции:

- 1) установить на ЛА большую ячейку для титрования;
- 2) установить дозирующее устройство на 25 мл;
- 3) заполнить жидкостные линии реактивом Фишера 2 - 4 мг/мл;
- 4) отмерить в ячейку 250 мл реактива, оставить его там на сутки, сделав отметку на уровне 250 мл;
- 5) внести в ячейку для титрования шприцем из 10 мл 0,5 г/мл воды до изменения цвета раствора в ячейке, оттитровать его, объём оттитрованного раствора должен быть на отметке 250 мл, излишки слить;
- 6) установить дозирующее устройство на 2,5 мл;
- 7) заполнить жидкостные линии реактивом Фишера на 0,2 - 0,4 мг/мл;
- 8) в соответствии с ТО установить титр;
- 9) откалиброванным микроприцом на 10 мл внести в ячейку 5 мл стандартного раствора.

Примечание. Если для данной поверхности взят предыдущий стандартный раствор, то следует использовать и предыдущее калиброванное значение навески. Если взят новый раствор или новый микроприц, то следует заново откалибровать микроприц по п. 6.3.4.2;

найти расчетное количество воды в пробе - m_p .

- 10) в соответствии с ТО оттитровать пробу, записав показания ЕУ - количество воды в пробе в мг - m_0 .
- 11) оттитрованный раствор слить до отметки 250 мл;
- 12) определить относительную погрешность.

13) выполнить операции по п.п. 9 - 12 не менее пяти раз.

Примечание. Проверка по п.п. 6.3.2, 6.3.3 одновременно является проверкой возможности определения воды в растворах с концентрацией воды 100 % по массовой доле, а проверка по п.п. 6.3.4 и 6.3.5 соответственно проверкой возможности определения воды в растворах с концентрацией воды примерно 10 % по массовой доле.

Избранный	Надпись дана	Взяты №	Номер
1097	1097	89	89

300 1078-89 1097 89

ГБП 550.164 ТО

1097

7. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЯ

7.1. По п.п. 6.3.2 и 6.3.3 относительную погрешность анализатора найти по формуле

$$\delta_i = \frac{m_p - m_a}{m_p} \cdot 100 \quad (1)$$

где m_p — расчетное количество воды в мг;

m_a — показания ЕУ, т.е. найденное на анализаторе количество воды в мг;

i — порядковый номер измерения,

$i = 1, 2, 3, 4, 5$,

δ_i — относительная погрешность анализатора при

i — том определении.

Максимальное значение относительной погрешности анализатора из пяти определений не должно быть больше $+4\%$ и меньше -4% .

Если максимальное значение относительной погрешности анализатора больше $+4\%$ или меньше -4% , то поверка производится вновь.

Результаты повторной поверки являются окончательными.

7.2. По п.п. 6.3.4 и 6.3.5 предварительно найти расчетное количество воды по формуле

$$m_p = \frac{m_{cm} \cdot K}{100} \quad (2)$$

где m_{cm} — масса навески, внесенная калиброванным микротрищом в ячейку, в мг;

K — содержание воды в навеске, в %.

Затем найденное значение m_p и результаты определений подставить в формулу (1) и подсчитать относительную погрешность анализатора δ_i для каждого из пяти измерений по п.п. 6.3.4 и 6.3.5.

Изм. №	Изм. №	Изм. №
1	2	3
4	5	

изм. №	изм. №	изм. №	изм. №
изм. №	изм. №	изм. №	изм. №

511-550.164 ГО

№

максимальное значение относительной погрешности анализатора из трех измерений не должно быть больше + 6 % или меньше - 6 %.

Если максимальное значение относительной погрешности анализатора больше + 6 % или меньше - 6 %, то поверка производится вновь. Результаты повторной поверки являются окончательными.

Примечание. В связи с тем, что при переходах от поверки на одной концентрации воды к поверке на другой концентрации в ячейке происходит изменение концентрации воды примерно в пять - десять раз и при этом происходят процессы либо десорбции, либо ассорбции воды стенками крышки и чайки, допускается выброс значения первого определения. Рекомендуется производить пять определений воды, не считая первого.

7.3. Все результаты поверки вносят в таблицу 1
приложения 8.

Идентификационный номер издана	Вид документа	Номер документа
165	Лист № документа	1458

Шт	Лист	№ документа	Подп.	Дата

5М-550-164-Т0

111

8. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

- 8.1. Результаты поверки считаются положительными и анализатор признают годным к применению, если он отвечает требованиям настоящей методики.
- 8.2. Все результаты поверки заносят в протокол (приложение 9).
- 8.3. Положительные результаты ведомственной первичной поверки оформляют записью в паспорте в порядке, установленном ведомственной метрологической службой.
- 8.4. Положительные результаты ведомственной периодической поверки оформляют в порядке, установленном ведомственной метрологической службой.
- 8.5. Анализаторы, не удовлетворяющие требованиям настоящей методики, к применению не допускаются. На них выдают извещение о непригодности с указанием причин (приложение 10).

Идент.номер	Номер паспорта	Вид исп. №	Исполнитель	Дата
1694	372416554428			

Цвт	Испл	Н.одокум	Подп	Лист
15	1	1	1	1

БГТ.550-164-Т0

100%

**ЛИСТ РЕГИСТРАЦИИ ИЗМЕНЕНИЙ
ИНСТРУКЦИИ ПО ПОВЕРКЕ Анализатора жидкости
титрометрического лабораторного
АТЛ-11М**