

ЗАКАЗАТЬ

**ОБЩЕСТВО С ОГРАНИЧЕННОЙ ОТВЕТСТВЕННОСТЬЮ
«ЭКОНИКС-ЭКСПЕРТ»**

ОКПД2 26.51.53.140

УДК 543.24 / 543.551.4

Утверждаю
Генеральный директор
ООО «Эконикс – Эксперт»
_____ Н.К. Зайцев

«___» _____ 2023 г.

Титраторы автоматические ТИТРИОН 2.0

РУКОВОДСТВО ПО ЭКСПЛУАТАЦИИ

КТЖГ.418439.201РЭ

Руководитель разработки

_____ С.В. Шорин

«___» _____ 2023 г.

**Москва
2023**

СОДЕРЖАНИЕ

ВВЕДЕНИЕ	4
1 ТЕРМИНЫ И ОПРЕДЕЛЕНИЯ	4
2 КРАТКОЕ ОПИСАНИЕ	8
3 НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ	9
4 МЕРЫ БЕЗОПАСНОСТИ И УСЛОВИЯ ЭКСПЛУАТАЦИИ	10
5 ПРИНЦИП РАБОТЫ	10
5.1 Режимы работы и измерительные каналы	10
5.2 Принцип работы в режимах титрования	12
5.3 Принцип работы в режиме дозирования	14
5.4 Принцип работы в режиме статирования	14
5.5 Принцип работы в режиме измерения ЭДС электродной системы	14
5.6 Принцип работы в режиме измерения pH раствора	14
6 УСТРОЙСТВО	15
6.1 Состав титратора	15
6.2 Основной блок титратора	15
6.3 Сетевой адаптер питания основного блока	18
6.4 Весы	18
6.5 Кабель для подключения весов VIBRA AB323CE к основному блоку	19
6.6 Гибкие трубки	20
6.7 Направляющая для гибких трубок	20
6.8 Ёмкости для титрантов и вспомогательных растворов	20
6.9 Ёмкости для титруемого (анализируемого, дозируемого) раствора	21
6.10 Первичные измерительные преобразователи (ПИП)	22
6.11 Автоматический податчик образцов	25
6.12 Кабели для подключения к компьютеру	26
6.13 Модули беспроводной передачи данных (Bluetooth / Wi-Fi) и модуль для подключения к сети Ethernet	26
6.14 Внешний вид титратора в собранном виде	27
7 МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ И ТЕХНИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ	27
8 КОМПЛЕКТНОСТЬ	29
9 РАСПАКОВКА, СБОРКА, РАЗМЕЩЕНИЕ И ВКЛЮЧЕНИЕ	31
9.1 Распаковка	31
9.2 Сборка основного блока и подключение к электросети	31
9.3 Сборка весов и подключение к основному блоку	32
9.4 Размещение	32
9.5 Включение	32
10 ПОДГОТОВКА К РАБОТЕ	33
10.1 Установка ёмкостей для титрантов и вспомогательных растворов	33
10.2 Выбор ПИП и ёмкостей для титруемого (анализируемого) раствора	33
10.3 Подготовка и подключение ПИП	34
10.4 Установка ПИП, направляющей для гибких трубок и ёмкости с титруемым (анализируемым) раствором в разных режимах работы	35
10.5 Установка гибких трубок	40
11 ПОРЯДОК РАБОТЫ	48
11.1 Управление титратором	48
11.2 Главное меню	48
11.3 Работа в режиме измерения ЭДС электродной системы и окислительно-восстановительного потенциала (Eh)	49

11.4	Работа в режиме измерения pH раствора	54
11.5	Работа в режиме дозирования заданного объёма раствора	71
11.6	Работа в режиме полуавтоматического титрования	82
11.7	Работа в режиме автоматического титрования	161
11.8	Работа в режиме статирования	208
11.9	Настройка параметров работы титратора	209
11.10	Работа с передачей данных на ПК	211
11.11	Управление внутренней и внешней памятью титратора	212
11.12	Управление архивом результатов титрования	214
12	ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ	215
13	ГАРАНТИЙНЫЕ ОБЯЗАТЕЛЬСТВА	215
14	ТЕХНИЧЕСКОЕ ОБСЛУЖИВАНИЕ	216
15	УСЛОВИЯ ПО РЕМОНТУ	217
	Приложение А (справочное). Определение поправочного коэффициента для раствора серебра азотнокислого номинальной молярной концентрации $C(AgNO_3)$ 0,1 моль/дм ³ при титровании раствора натрия хлористого молярной концентрации $C(NaCl)$ 0,1 моль/дм ³ в режиме потенциометрического осадительного титрования	218

ВВЕДЕНИЕ

Настоящее руководство предназначено для ознакомления с конструкцией и правилами эксплуатации титраторов автоматических ТИТРИОН 2.0 (далее по тексту – титраторов, приборов).

В целях улучшения качества, в конструкцию титраторов и в данное руководство могут вноситься незначительные изменения, не ухудшающие технические и метрологические характеристики.

Компания ООО «Эконикс-Эксперт» не несет ответственности за любой ущерб, причиненный в результате несоблюдения требований данного руководства. Все эксплуатирующие данные приборы лица обязаны прочитать и понять данное руководство.

1 ТЕРМИНЫ И ОПРЕДЕЛЕНИЯ

В настоящем руководстве и в пользовательском интерфейсе титратора применены следующие термины с соответствующими определениями:

титрование: Метод количественного анализа, основанный на управляемом проведении стехиометрической химической реакции между анализируемым веществом, содержащимся в титруемом растворе, и титрующим веществом (титрантом) при их постепенном смешивании. По количеству титранта, израсходованного в ходе титрования, рассчитывают содержание анализируемого вещества в титруемом растворе.

титрант: Титрующее вещество, добавляемое в титруемый раствор в виде раствора точно известной концентрации или генерируемое непосредственно в ячейке с титруемым раствором в ходе электрохимического процесса. В случае волюметрического титрования термин «раствор титранта» обычно заменяют на «титрант», таким образом, в зависимости от контекста, термин «титрант» может обозначать как титрующее вещество, так и титрующий раствор.

титруемый раствор (образец, проба): Раствор, содержащий титруемое вещество.

способ подачи титранта: Титрование проводится двумя способами подачи титранта: путем добавлением раствора точно известной концентрации титрующего вещества (волюметрическое титрование) или путем генерации титрующего вещества непосредственно в ячейке с титруемым раствором в ходе электрохимического процесса (кулонометрическое титрование).

волюметрическое титрование: Титрование, в ходе которого титрант добавляется в титруемый раствор в виде титрующего раствора точно известной концентрации. По значению объема титрующего раствора, израсходованного в ходе титрования, рассчитывают содержание анализируемого вещества в титруемом растворе.

титратор: прибор, применяемый для проведения титрования и позволяющий автоматизировать некоторые операции, например, подачу титранта, контроль состава титруемого раствора, измерение объема титранта, замену образцов и т.д.

автоматическое титрование: Титрование с автоматической подачей или генерацией титранта по заданному оператором алгоритму. Активное участие оператора необходимо только для запуска процесса титрования.

полуавтоматическое титрование: Титрование с автоматизированной подачей титранта, проводимое под управлением оператора. Активное участие оператора, подающего последовательные команды титратору, необходимо в течение всего хода титрования.

первичный измерительный преобразователь (ПИП): Электрод, датчик, оптическая ячейка или иное устройство, предназначенное для контроля хода титрования и получения информации об изменении свойств и состава титруемого раствора в ходе титрования (например, pH, Eh, электрической проводимости, оптической плотности и т.д.), осуществляемого путём непрерывного измерения сигнала, поступающего в основной блок титратора от ПИП, помещенного в титруемый раствор или измеряющего оптические свойства титруемого раствора.

градуировка (калибровка): Процедура настройки титратора для работы с некоторыми ПИП, устанавливающая зависимость между сигналом, поступающим от ПИП и показателем раствора, измеряемым данным ПИП. Например, для работы с электродной системой, составленной из pH-электрода и электрода сравнения, градуировка заключается в установлении зависимости электродвижущей силы (ЭДС) электродной системы от водородного показателя (pH) раствора.

ячейка для титрования: Ёмкость с титруемым раствором и ПИП, помещенным в титруемый раствор или измеряющим оптические свойства титруемого раствора.

режим работы титратора: Титратор имеет различные режимы работы, отличающиеся назначением и функционированием, в том числе: титрование автоматическое и полуавтоматическое, дозирование, статирование, измерение ЭДС и pH.

метод титрования: Метод измерения сигнала ПИП, применяемый для контроля хода титрования. В зависимости от используемого ПИП и измеряемого им сигнала, оператор может выбрать один из следующих методов титрования:

- потенциометрический мВ;
- потенциометрический pH;
- кондуктометрический мкСм;
- фотометрический А;
- биамперометрический мкА;
- бипотенциометрический мВ.

вид титрования: характеристика титрования, определяемая видом протекающей химической реакции между титрующим и титруемым веществами. Титратор обеспечивает возможность проведения четырех известных видов титрования: кислотно-основного, окислительно-восстановительного, осадительного и комплексометрического.

режим титрования: Параметр работы титратора, включающий одну или несколько рабочих характеристик: режим измерения сигнала ПИП (метод титрования), вид протекающей химической реакции (вид титрования), а также способ подачи титранта

(волюметрический или кулонометрический). Режим титрования конкретизирует также тип применяемого ПИП.

Титратор обеспечивает возможность проведения титрования в следующих режимах:

- потенциметрическое кислотно-основное титрование;
- потенциметрическое окислительно-восстановительное титрование;
- потенциметрическое осадительное титрование;
- кондуктометрическое титрование;
- амперометрическое титрование;
- фотометрическое титрование;

способ титрования: Параметр работы титратора, устанавливающий один из двух способов определения точки эквивалентности и объема титранта, пошедшего на титрование: титрование «До конечной точки» или «Регистрация кривой» титрования. Выбор способа титрования доступен только для метода титрования «Потенциметрический pH».

титрование до конечной точки: Способ титрования, в ходе которого титратором фиксируется объем титранта, израсходованного на титрование до достижения заданного точно известного значения сигнала ПИП в точке эквивалентности, соответствующего моменту окончания реакции между титрантом и титруемым веществом. Данный способ применяют только в тех случаях, когда значение сигнала ПИП в точке эквивалентности точно известно и может быть задано в качестве конечной точки титрования. В остальных случаях следует применять способ «Регистрация кривой».

регистрация кривой титрования: Способ титрования, в ходе которого титратором регистрируется кривая титрования - график зависимости сигнала ПИП от объема титранта, на котором, по характерному перегибу, излому или иному резкому изменению значения сигнала ПИП, определяется точка эквивалентности химической реакции и соответствующее ей значение эквивалентного объема титранта.

прокачка: Операция, выполняемая для заполнения, промывки и опорожнения гибких трубок. Прокачку выполняют: в начале работы для заполнения гибких трубок растворами титранта или вспомогательными растворами; в ходе работы – для замены растворов в трубках; в конце работы – для промывки трубок и завершающего вытеснения растворов воздухом, чтобы оставить трубки сухими до следующего применения.

поточная (монотонная) подача титранта: подача титранта с заданной постоянной скоростью.

дискретная подача титранта: подача титранта порциями заданного объема с заданными паузами.

точка эквивалентности: Момент титрования, когда титрующее и титруемое вещества прореагировали полностью, то есть когда число эквивалентов добавляемого титранта равно числу эквивалентов определяемого вещества в образце.

эквивалентный объем титранта: значение объема титранта, пошедшего на волюметрическое титрование до достижения точки эквивалентности. значение

эквивалентного объема титранта необходимо для расчета содержания анализируемого вещества в образце.

параметры титрования: Список параметров, необходимых для создания алгоритма подачи титранта и проведения автоматического титрования. Параметры титрования задаются индивидуально для каждой методики титрования и сохраняются в памяти титратора для дальнейшей работы.

начальная доза: Параметр титрования, устанавливающий объем стартовой дозы титранта. Начальная доза титранта большого объема вносится однократно перед началом дискретной подачи малыми дозами с целью сокращения времени проведения титрования. Значение объема начальной дозы подбирают таким, чтобы оно не превышало значение эквивалентного объема и внесение начальной дозы не вызвало перетитрования. Если приблизительное значение эквивалентного объема не известно, устанавливают нулевое значение объема начальной дозы или проводят пробное титрование для установления его оптимального значения.

доза/пауза: Параметры титрования, устанавливающие значение объема доз и продолжительность пауз между дозами при дискретной подаче титранта. В случае потенциометрического кислотно-основного титрования методом «Потенциометрический pH» оператор может задать данные параметры отдельно для подачи титранта вне зоны и в зоне, например, вне зоны задать подачу титранта большими дозами с непродолжительными паузами, а в зоне, когда проводится наиболее ответственная стадия титрования, – малыми дозами с продолжительными паузами.

зона: Параметр титрования, проводимого методом «Потенциометрический pH», устанавливающий границы диапазона значений сигнала потенциометрического ПИП, в которых находится известное или прогнозируемое значение сигнала ПИП в точке эквивалентности. В случае регистрации кривой титрования оператор устанавливает две границы зоны (вход и выход); в случае титрования до конечной точки, являющейся границей зоны, – одну границу (вход). После установки границ зоны оператор может задать различные условия подачи титранта вне зоны и в зоне.

конечная точка титрования: Параметр титрования, проводимого методом «Потенциометрический pH» способом «До конечной точки», устанавливающий значение сигнала ПИП, при достижении которого титратор должен зафиксировать значение объема израсходованного титранта и завершить титрование. Способ титрования «До конечной точки» применяют только в тех случаях, когда значение сигнала ПИП в точке эквивалентности точно известно и может быть задано в качестве конечной точки титрования. В остальных случаях следует применять способ «Регистрации кривой».

окончание: Параметр титрования, проводимого способом «Регистрация кривой», устанавливающий пороговое значение сигнала ПИП или объема титранта, при достижении которого титратор должен завершить титрование.

индикатор: Окрашивающее вещество, добавляемое к титруемому раствору, позволяющее визуализировать изменение его состава в ходе титрования. Индикатор подбирают таким, чтобы интервал его цветового перехода включал точку эквивалентности протекающей химической реакции. Таким образом, индикатор позволяет определить координаты точки эквивалентности по резкому изменению

оптической плотности раствора, измеряемой в режиме фотометрического титрования.

методика титрования: Алгоритм операций автоматического титрования, выполняемых титратором по программе, созданной оператором и сохранённой в постоянной памяти титратора. Каждая методика имеет уникальный порядковый номер, название и набор параметров работы титратора. Сохранённые методики находятся в списке, отображающимся при входе в раздел «Автоматическое титрование». Для оперативного доступа к наиболее актуальным методикам, оператор может организовать отдельный список избранных методик.

При создании методики оператору доступны следующие настройки:

- редактирование названия методики;
- настройка подачи одного или двух вспомогательных растворов, добавляемых к титруемому раствору перед титрованием, с установкой значений объёма порций и паузы перед началом титрования, необходимой для перемешивания титруемого раствора и завершения химических реакций;
- настройка подачи титранта и контроля хода титрования: выбор метода титрования (потенциометрический мВ, потенциометрический рН, кондуктометрический, фотометрический, биамперометрический или бипотенциометрический), выбор способа титрования (до конечной точки или регистрация кривой), установка параметров титрования (список параметров зависит от метода и способа титрования и включает: объём начальной дозы, объём доз и продолжительность пауз между дозами при дискретной подаче титранта, границы зоны, значение окончания, значение плотности титранта);
- настройка параметров работы с автосамплером;
- редактирование формулы для расчета содержания анализируемого вещества в титруемом растворе.

методика выполнения измерений (МВИ): Установленная логическая последовательность операций и правил при измерении, выполнение которых обеспечивает получение результатов измерений в соответствии с принятым методом измерений. Как правило, МВИ оформляется в виде нормативного документа (ГОСТ, РД, ПНД Ф и пр.).

дозирование: Режим работы титратора, предназначенный для точного автоматического дозирования заданного объёма раствора весовым методом.

статирование: Режим работы титратора, предназначенный для автоматического периодического титрования раствора с целью поддержания стабильного значения измеряемого параметра раствора, например, значения рН, Е_h, оптической плотности, электрической проводимости и др. Дополнительно осуществляется сбор данных, характеризующих различные зависимости, например, зависимость объёма титранта, израсходованного на поддержание стабильного значения измеряемого параметра раствора, от времени и др.

2 КРАТКОЕ ОПИСАНИЕ

ТИТРИОН 2.0 – высокоточные универсальные титраторы с широкими возможностями автоматизации титриметрического анализа и улучшенным пользовательским интерфейсом.

Отличительной особенностью титраторов и преимуществом перед аналогами является весовой метод измерения объёма дозируемого раствора.

Конструктивно титраторы состоят из основного блока, оснащенного тремя перистальтическими насосами и гибкими трубками, и подключенных к нему электронных весов. На чаше весов устанавливаются ёмкости с титрантами или вспомогательными растворами. Передача данных об изменении массы титранта или вспомогательного раствора от весов к основному блоку осуществляется через интерфейс RS-232. Объём израсходованного на титрование титранта или добавленного вспомогательного раствора рассчитывается основным блоком автоматически через соответствующее значение плотности.

Таким образом, в отличие от аналогов, высокая точность титрования достигается без использования в конструкции дорогостоящих и сложных поршневых узлов.

Наличие трёх перистальтических насосов позволяет быстро (без перезаполнения системы) сменить титрант, внести в пробу вспомогательные растворы перед титрованием или слить из ячейки отработанный раствор и заполнить ее новым раствором перед титрованием. При этом можно реализовать разные сценарии работы: с тремя титрантами, с одним титрантом и двумя вспомогательными растворами, с двумя титрантами и одним вспомогательным раствором или с одним титрантом со сливом/заполнением ячейки.

Титраторы снабжены большим графическим цветным сенсорным дисплеем с высоким разрешением, предназначенным для ввода и вывода информации. При помощи дисплея осуществляется управление прибором и обработка полученных результатов.

Титраторы поддерживают разнообразные режимы титрования: потенциметрический, кондуктометрический, амперметрический и фотометрический для измерений содержания компонентов в различных объектах. При этом титрование может проводиться разными способами: до конечной точки или с регистрацией и последующей обработкой кривой титрования.

Для работы в разных режимах титраторы комплектуются соответствующими электродами, датчиками и ячейками.

Широкий спектр функций и гибкая настройка параметров позволяют провести анализ практически по любой из известных титриметрических методик.

В титраторах имеется встроенная память для хранения параметров титрования и результатов измерений. Пользователь может создавать и вносить в память прибора многочисленные методики титрования (готовые алгоритмы титрования с заданными параметрами). Все полученные результаты автоматически сохраняются в памяти вместе с дополнительной информацией (временем, датой и параметрами титрования). Данные из памяти могут быть выведены на дисплей, записаны на внешний носитель информации или отправлены на компьютер.

Для повышения производительности работы титраторы могут быть укомплектованы автосамплером – автоматическим податчиком образцов.

Таким образом, прибор «самодостаточен», т.е. получение, обработка и хранение результатов осуществляется титратором без использования других устройств. Тем не менее, при желании пользователь может подключить титратор к компьютеру и осуществлять на нем обработку и сохранение результатов измерений.

Титраторы имеют широкий ассортимент интерфейсов для подключения периферийных устройств и передачи данных: RS-232, USB, Wi-Fi, Bluetooth, Ethernet.

3 НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Титраторы предназначены для измерений объёма дозируемой жидкости, электродвижущей силы (ЭДС), pH, молярной концентрации компонентов, параметров кислотности, щелочности, кислотных и щелочных чисел и других

параметров, определяемых методами потенциметрического, кондуктометрического, амперометрического и фотометрического титрования в водных и неводных растворах, в органических и неорганических веществах, а также для титрования с поддержанием стабильного значения рН, Eh и др. показателей (режим статирования).

Титраторы могут применяться для экологического контроля, анализа питьевых, природных и сточных вод, почв, пищевой продукции, фармпрепаратов, нефтепродуктов и других объектов в лабораториях предприятий всех отраслей промышленности и научно-исследовательских организаций для решения разнообразных аналитических задач, а также в научных и образовательных целях.

4 МЕРЫ БЕЗОПАСНОСТИ И УСЛОВИЯ ЭКСПЛУАТАЦИИ

По требованиям безопасности титраторы соответствуют требованиям ГОСТ 12.2.091.

При работе с титраторами должны соблюдаться «Правила технической эксплуатации электроустановок потребителей», «Правила техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителей», утверждённые Госэнергонадзором, требования безопасности по ГОСТ 12.2.007.0, ГОСТ 12.1.005, ГОСТ 12.3.019 и требования, предусмотренные «Основными правилами безопасной работы в химической лаборатории», М; Химия, 1979-205с.

При работе с вредными веществами должны соблюдаться требования безопасности по ГОСТ 12.1.007.

К работе с титраторами должны допускаться лица с высшим или средним специальным образованием, имеющие необходимую квалификацию, прошедшие соответствующую подготовку, имеющие опыт работы в химической лаборатории, ежегодно проходящие проверку знаний техники безопасности и изучившие данный документ (КТЖГ.418439.201РЭ «Титраторы автоматические ТИТРИОН 2.0. Руководство по эксплуатации»).

Титраторы должны размещаться в горизонтальном положении в защищенном от прямого солнечного света, коррозионно-активных газов и вибраций месте.

Корпус прибора негерметичен! Не допускается работа во взрывоопасных зонах, так как проникающие внутрь горючие газы могут воспламениться от электрической искры.

Капли жидкостей, попадающие на поверхность прибора, следует немедленно удалять.

При эксплуатации прибора должны соблюдаться следующие условия:

- | | |
|---|----------------|
| - атмосферное давление, кПа | от 84 до 106,7 |
| - относительная влажность окружающего воздуха %, не более | 90 |
| - температура окружающего воздуха, °С | от 15 до 30 |

5 ПРИНЦИП РАБОТЫ

5.1 Режимы работы и измерительные каналы

Работа на титраторе выполняется в следующих режимах:

- ❖ Режимы **автоматического и полуавтоматического (ручного) титрования**, которые в зависимости от вида протекающей химической реакции (вида титрования) и измеряемого сигнала ПИП (метода титрования) разделяются на следующие режимы:

- режим потенциометрического кислотно-основного титрования;
- режим потенциометрического окислительно-восстановительного титрования;
- режим потенциометрического осадительного титрования;
- режим кондуктометрического титрования;
- режим амперометрического титрования;
- режим фотометрического титрования.

- ❖ Режим **дозирования** жидкости.
- ❖ Режимы **статирования** (титрования с поддержанием стабильного значения pH, Eh, электрической проводимости или оптической плотности раствора).
- ❖ Режим **измерения ЭДС** электродной системы.
- ❖ Режим **измерения pH** раствора.

В зависимости от режимов работы в титраторе выделяют следующие измерительные каналы:

- **измерительный канал объёма дозируемой жидкости**, предназначенный для работы в режиме дозирования;
- **измерительный канал ЭДС**, предназначенный для работы в режиме измерений ЭДС электродной системы;
- **измерительный канал pH**, предназначенный для работы в режиме измерений pH раствора (необходимо наличие pH-электрода и электрода сравнения для водных/неводных сред или комбинированного pH-электрода);
- **измерительный канал молярной концентрации компонентов в режиме потенциометрического кислотно-основного титрования**, предназначенный для работы в режиме потенциометрического кислотно-основного титрования (необходимо наличие pH-электрода и электрода сравнения для водных/неводных сред или комбинированного pH-электрода);
- **измерительный канал молярной концентрации компонентов в режиме потенциометрического окислительно-восстановительного титрования**, предназначенный для работы в режиме потенциометрического окислительно-восстановительного титрования (необходимо наличие редоксметрического электрода и электрода сравнения для водных/неводных сред или комбинированного редоксметрического электрода)
- **измерительный канал молярной концентрации компонентов в режиме потенциометрического осадительного титрования**, предназначенный для работы в режиме потенциометрического осадительного титрования (необходимо наличие ионоселективного электрода и электрода сравнения для водных/неводных сред или комбинированного ионоселективного электрода);
- **измерительный канал молярной концентрации компонентов в режиме кондуктометрического титрования**, предназначенный для работы в режиме кондуктометрического титрования (необходимо наличие универсального 2-х электродного датчика);
- **измерительный канал молярной концентрации компонентов в режиме амперометрического титрования**, предназначенный для работы в режиме амперометрического титрования (необходимо наличие универсального 2-х электродного датчика);
- **измерительный канал молярной концентрации компонентов в режиме фотометрического титрования**, предназначенный для работы в режиме фотометрического титрования (необходимо наличие фотометрической ячейки со сменными или встроенными источниками излучения).

5.2 Принцип работы в режимах титрования

Принцип работы в режимах титрования основан на управляемом проведении стехиометрической химической реакции между анализируемым веществом, содержащемся в титруемом растворе, и титрующим веществом (титрантом), которое добавляется в виде титрующего раствора. Объем добавляемого титранта измеряется прибором с высокой точностью.

Режим титрования, основанный на дозировании и измерении объема титранта, называется *волюметрическим*.

Контроль хода титрования (получение информации об изменении свойств и состава титруемого раствора в ходе титрования) осуществляется путём непрерывного измерения сигнала, поступающего в основной блок титратора от ПИП, помещенного в титруемый раствор или измеряющего оптические свойства титруемого раствора. В зависимости от вида протекающей химической реакции (вида титрования) используют ПИП, сигнал от которого резко меняется в точке эквивалентности химической реакции, а также устанавливают в титраторе соответствующий метод титрования (метод измерения сигнала).

Регистрируемые сигналы, методы титрования и типы ПИП для разных режимов титрования приведены в таблице 1.

В ходе титрования титратор регистрирует зависимость сигнала ПИП от объема добавляемого титранта.

Таблица 1 – Регистрируемые сигналы ПИП, методы титрования и типы ПИП для разных режимов титрования

Режим титрования	Регистрируемый сигнал (метод титрования)	Тип ПИП
Потенциометрическое кислотно-основное титрование	Электродвижущая сила (ЭДС) электродной системы («Потенциометрический мВ») или водородный показатель («Потенциометрический рН»)	рН-электрод и электрод сравнения для водных/неводных сред или комбинированный рН-электрод
Потенциометрическое окислительно-восстановительное титрование	ЭДС электродной системы («Потенциометрический мВ»)	Редоксметрический электрод и электрод сравнения для водных/неводных сред или комбинированный редоксметрический электрод
Потенциометрическое осадительное титрование	ЭДС электродной системы («Потенциометрический мВ»)	Ионоселективный электрод и электрод сравнения для водных/неводных сред или комбинированный ионоселективный электрод
Кондуктометрическое титрование	Электрическая проводимость («Кондуктометрический мкСм»)	Универсальный 2-х электродный датчик
Амперометрическое титрование	Сила тока при заданном постоянном напряжении («Биамперометрический мкА»)	Универсальный 2-х электродный датчик или два платиновых

		редоксметрических электрода
Фотометрическое титрование	Оптическая плотность или коэффициент пропускания при заданной длине волны излучения («Фотометрический А»)	Фотометрическая ячейка со сменными или встроенными источниками излучения

Принцип титрования в волюметрических режимах титрования

В волюметрических режимах титрант в виде титрующего раствора добавляется к титруемому раствору. Содержание определяемого вещества в титруемом растворе рассчитывается титратором по результатам измерения объёма титранта, израсходованного на титрование до полного прохождения химической реакции, который устанавливается одним из двух способов.

❖ Способ 1. Титрование до конечной точки титрования

Титратором фиксируется объём титранта, израсходованного на титрование до достижения заданного значения сигнала ПИП, соответствующего моменту окончания реакции между титрантом и титруемым веществом. Данный способ используется только в тех случаях, когда заранее известно точное значение сигнала ПИП в точке эквивалентности протекающей химической реакции, например, значение рН в точке эквивалентности кислотно-основной химической реакции. В силу этого ограничения, способ титрования «До конечной точки» доступен только при выборе метода титрования «Потенциометрический рН» с обязательной градуировкой электродной системы по буферным растворам – рабочим эталонам рН.

❖ Способ 2. Регистрация кривой титрования

Титратором регистрируется кривая титрования – график зависимости сигнала ПИП от объёма титранта, на котором, по характерному перегибу, излому или иному резкому изменению значения сигнала ПИП, определяется точка эквивалентности химической реакции и соответствующее ей значение эквивалентного объёма титранта. Данный способ является более информативным, исключает ошибки, связанные с неправильной установкой значения конечной точки титрования, некорректной градуировкой электродной системы и пр., и поэтому доступен при выборе любых методов титрования.

Подача титранта производится с помощью перистальтического насоса. Ёмкость с титрантом устанавливается на чаше электронных весов, передающих данные об изменении массы титранта в основной блок. Расчет израсходованного на титрование объёма титранта производится основным блоком автоматически по значению изменения массы титранта и значению его плотности. Таким образом, измерение объёма добавляемого титранта осуществляется весовым методом.

Дозирование титранта производится в непрерывном или дискретном режимах с автоматическим или ручным (полуавтоматическим) управлением. Пользователь может гибко настраивать параметры титрования: скорость подачи титранта, объём дозы, длительность паузы между дозами и пр. для достижения максимальной точности титрования. Например, пользователь может настроить прибор таким образом, чтобы по мере приближения к конечной точке титрования или при прохождении ожидаемого значения точки эквивалентности, дозы титранта уменьшались, а паузы увеличивались. Также пользователь может создавать и сохранять в памяти титратора готовые алгоритмы титрования с заданными параметрами (методики титрования).

5.3 Принцип работы в режиме дозирования

Дозирование заданного объема раствора производится автоматически с помощью перистальтического насоса. Ёмкость с дозируемым раствором устанавливается на чаше электронных весов, передающих данных об изменении массы раствора в основной блок. Расчет объема дозируемого раствора производится основным блоком автоматически по значению изменения массы раствора и значению его плотности. Таким образом, измерение объема дозируемого раствора осуществляется весовым методом.

Дозирование заданного объема раствора производится в две стадии с промежуточным взвешиванием для повышения точности. По результатам взвешивания титратор рассчитывает точное количество шагов двигателя насоса, необходимое для добавления раствора до заданного объема.

После завершения дозирования выполняется контрольное взвешивание, расчет фактического значения объема дозирования и расчет относительной погрешности дозирования.

5.4 Принцип работы в режиме статирования

Принцип работы в режиме статирования заключается в автоматическом периодическом титровании раствора с целью поддержания стабильного значения измеряемого параметра раствора: рН, Eh, оптической плотности или электрической проводимости.

Каждое новое титрование автоматически запускается при достижении значения допустимого отклонения и прекращается при возврате к заданному значению стабилизации. Режим титрования, в котором выполняется статирование, выбирается оператором в зависимости от стабилизируемого параметра раствора, подходящего для его измерения ПИП и соответствующего метода титрования. Например, рН-статирование в большинстве случаев удобнее проводить в режиме потенциметрического кислотно-основного титрования с рН-электродом методом титрования «Потенциметрический рН», Eh-статирование – в режиме потенциметрического окислительно-восстановительного титрования с редоксметрическим электродом методом титрования «Потенциметрический мВ» и т.д.

В ходе статирования титратор регистрирует различные зависимости, например, объем израсходованного титранта от времени, измеряемый параметр раствора от времени, измеряемый параметр раствора от объема титранта и др.

5.5 Принцип работы в режиме измерения ЭДС электродной системы

Принцип работы в режиме измерения ЭДС заключается в прямом измерении разности потенциалов между измерительным потенциметрическим электродом и вспомогательным электродом (электродом сравнения), погруженными в раствор, в том числе в измерении значения Eh растворов с использованием редоксметрического электрода в паре с электродом сравнения или комбинированного редоксметрического электрода.

При проведении поверки в данном режиме измеряют напряжение, подаваемое от внешнего источника.

5.6 Принцип работы в режиме измерения рН раствора

Принцип работы в режиме измерения рН заключается в прямом измерении разности потенциалов между погруженными в раствор рН-электродом и электродом сравнения, и расчетом значения рН раствора по методу градуировочного графика.

6 УСТРОЙСТВО

6.1 Состав титратора

Титратор состоит из основного блока, сетевого адаптера питания основного блока, электронных весов и кабеля для подключения весов к основному блоку.

В состав титратора в зависимости от комплектации входят также различные ПИП, ёмкости для титрантов и вспомогательных растворов, ёмкости для титруемых растворов, комплект гибких трубок, автоматический податчик образцов (автосамплер), кабели для подключения к компьютеру, модули беспроводной передачи данных (Bluetooth или Wi-Fi), модуль для подключения к сети Ethernet и другие периферийные устройства.

6.2 Основной блок титратора

Основной блок титратора работает под управлением встроенного программного обеспечения (далее - ПО), предназначенного для управления работой титратора и процессом измерений, для сбора, передачи, обработки, хранения, представления измерительной информации и автоматизации процессов измерений. Метрологически значимая часть ПО не выделена, все ПО является метрологически значимым.

Идентификация ПО осуществляется при включении титратора путем вывода на дисплей идентификационных данных (признаков) ПО: наименование «Titriton 2.0», версия не ниже 3.82. ПО является встроенным и не может быть выделено как самостоятельный объект.

Основной блок представляет собой лабораторный прибор, управляемый от встроенного микропроцессора и состоящий из электронных и электромеханических узлов, установленных в едином металлическом корпусе.

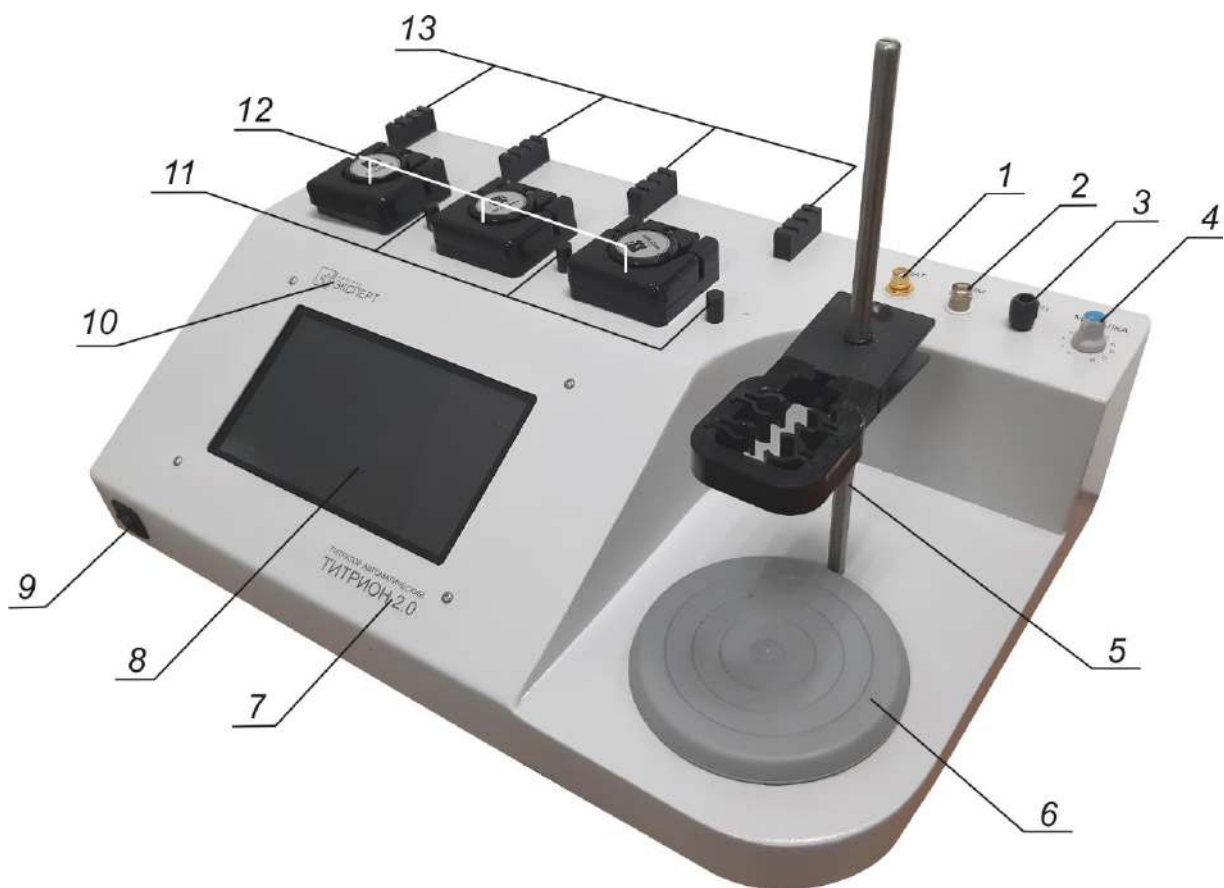
Внешний вид основного блока титратора представлен на рисунке 1.

Клавиша включения основного блока 9 находится на передней панели и имеет маркировку: «0» - основной блок выключен, «1» - основной блок включен.

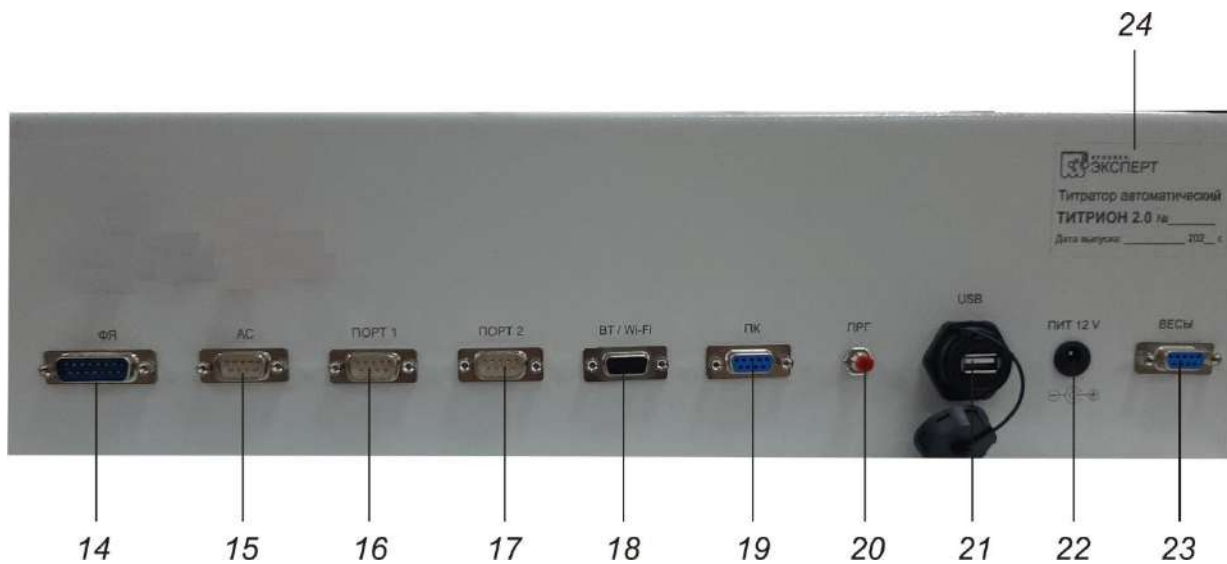
На наклонной передней панели основного блока находится графический цветной сенсорный жидкокристаллический дисплей 8, предназначенный для ввода команд управления, ввода информации (методов, режимов, способов, параметров титрования и другой информации) и вывода информации (результатов титрования и другой информации, полученных в ходе измерений или хранящихся в памяти).

На правой боковой горизонтальной панели основного блока находятся стойка штатива 5 с держателем и зажимами для установки ПИП и направляющей гибких трубок, а также полимерная платформа встроенной магнитной мешалки 6 для установки ёмкости с титруемым раствором. Ручка включения и регулировки скорости вращения магнитной мешалки 4 находится на верхней панели. Вокруг ручки нанесена кольцевая условная шкала скорости вращения, образованная разновеликими кругами и символом «x» - мешалка выключена.

В основном блоке установлены три перистальтических насоса, обеспечивающих перемещение жидкостей по гибким трубкам (дозирование титранта, вспомогательного раствора или слив оттитрованного раствора). Насосные головки 12, ограничители крышек насосных головок 11 и фиксаторы 13 для крепления гибких трубок находятся на верхней панели основного блока.



Общий вид



Вид сзади

Рисунок 1 – Внешний вид основного блока титратора

- 1 – разъём «ДАТ»;
- 2 – разъём «ИЗМ»;
- 3 – разъём «ВСП»;
- 4 – ручка включения и регулировки скорости вращения магнитной мешалки;
- 5 – стойка штатива с держателем и зажимами;

- 6 – платформа магнитной мешалки;
- 7 – надпись с наименованием изделия «Титратор автоматический ТИТРИОН 2.0»;
- 8 – дисплей;
- 9 – клавиша включения;
- 10 – логотип с наименованием фирмы-изготовителя «Эконикс-Эксперт»;
- 11 – ограничители крышек насосных головок;
- 12 – насосные головки;
- 13 – фиксаторы для крепления гибких трубок;
- 14 – разъём «ФЯ»;
- 15 – разъём «АС»;
- 16 – разъём «ПОРТ 1»;
- 17 – разъём «ПОРТ 2»;
- 18 – разъём «BT/Wi-Fi/Ethernet»;
- 19 – разъём «ПК»;
- 20 – кнопка «ПРГ» для сервисного обслуживания;
- 21 – разъём «USB»;
- 22 – разъём «ПИТ 12В»;
- 23 – разъём «ВЕСЫ»;
- 24 – табличка с логотипом фирмы-изготовителя «Эконикс-Эксперт», наименованием изделия «Титратор автоматический ТИТРИОН 2.0», заводским номером и датой выпуска.


На задней и наклонной передней панелях находятся надписи с логотипом фирмы-изготовителя «Эконикс-Эксперт» и наименованием изделия «Титратор автоматический ТИТРИОН 2.0». На задней панели расположена табличка 24 для нанесения информации о заводском номере и дате выпуска изделия.

Разъёмы (порты) для подключения сетевого адаптера питания 22, ПИП и периферийных устройств 1-3, 14-19, 21, 23 расположены на верхней и задней панелях основного блока. Маркировка, место расположения (номер позиции в рисунке «Внешний вид»), тип и назначение разъёмов основного блока титратора приведены в таблице 2.

Предусмотрена пломбировка основного блока титратора от несанкционированного доступа в виде нанесения пломбировочной наклейки на шов между задней панелью и днищем корпуса.

Таблица 2 – Маркировка, место расположения (номер позиции в рисунке 1), тип и назначение разъёмов основного блока титратора

Маркировка	№ поз.	Тип	Назначение
ДАТ	1	RCA гнездо	Подключение универсального 2-х электродного датчика в режимах амперометрического титрования и кондуктометрического титрования/статирования.
ИЗМ	2	BNC гнездо	Подключение измерительных электродов (в том числе комбинированных с электродом сравнения) в режимах измерения pH, ЭДС и в потенциометрических режимах титрования/статирования:

			- рН-электрода в режиме измерения рН и в режиме потенциометрического кислотно-основного титрования/статирования; - редоксметрического электрода в режиме измерения ЭДС и в режиме потенциометрического окислительно-восстановительного титрования/статирования; - ионоселективного электрода в режиме потенциометрического осадительного титрования.
ВСП	3	Однополюсное гнездо Ø 4 мм черное	Подключение электрода сравнения в режимах измерения рН, ЭДС и в потенциометрических режимах титрования/статирования (если к разъёму «ИЗМ» подключен некомбинированный электрод)
ФЯ	14	DB-15 вилка	Подключение фотометрической ячейки в режиме фотометрического титрования/статирования
АС	15	DB-9 вилка	Подключение автоматического податчика образцов (автосамплера)
ПОРТ 1	16	DB-9 вилка	Подключение периферийных устройств
ПОРТ 2	17	DB-9 вилка	Подключение периферийных устройств
BT/Wi-Fi/ Ethernet	18	DHS-15 гнездо	Подключение модуля беспроводной передачи данных BT/Wi-Fi или модуля для подключения к сети Ethernet
ПК	19	DB-9 гнездо	Подключение к компьютеру (интерфейс RS232)
USB	21	USB A гнездо	Подключение к компьютеру (интерфейс USB 2.0) или подключение внешнего носителя информации (USB Flash Drive)
ПИТ 12В	22	DJK-02A гнездо	Подключение сетевого адаптера питания по схеме --  --+
ВЕСЫ	23	DB-9 гнездо	Подключение электронных весов

На задней панели также находится кнопка 20 с маркировкой «ПРГ», используемая при выполнении сервисных операций.

6.3 Сетевой адаптер питания основного блока

Сетевой адаптер питания осуществляет преобразование переменного напряжения электрической сети в постоянное стабилизированное напряжение ($12 \pm 0,6$) В (выходной ток 1 - 1,5 А).

Адаптер имеет встроенную в корпус сетевую вилку и выходной кабель длиной 1 - 2 м с коннектором типоразмера (5,5×2,1×10) мм (внутренний контакт – «+», внешний – «-»).

6.4 Весы

Весы неавтоматического действия с действительной ценой деления шкалы не более 0,001 г (модель VIBRA AB323CE или аналог) подключают к основному блоку титратора с помощью соединительного кабеля для работы в режимах титрования, статирования и дозирования.

Весы осуществляют взвешивание ёмкости с титрантом или вспомогательным раствором и передачу результатов взвешивания в основной блок через интерфейс RS232. Настройка весов и установка параметров передачи данных,

обеспечивающих совместимость весов с основным блоком, выполняется фирмой-изготовителем титратора перед поставкой. Настройка весов различных марок индивидуальна.

Описание устройства весов содержится в их сопроводительном документе (руководстве по эксплуатации).

Внешний вид весов VIBRA AB323CE представлен на рисунке 2.

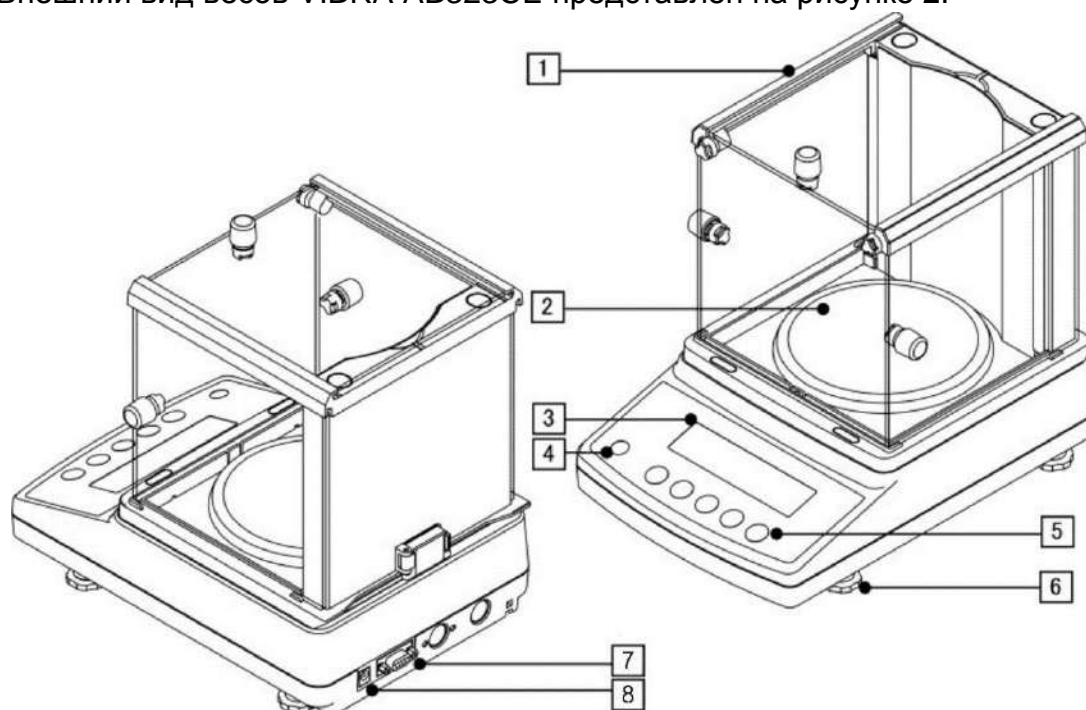


Рисунок 2 – Внешний вид весов VIBRA AB323CE

- 1 – ветрозащита;
- 2 – круглая платформа;
- 3 – дисплей;
- 4 – уровень;
- 5 – кнопки настроек и управления;
- 6 – регулируемые опоры;
- 7 – разъем для передачи данных (интерфейс RS232);
- 8 – разъем питания.

6.5 Кабель для подключения весов VIBRA AB323CE к основному блоку

Весы подключают к основному блоку титратора при помощи специального кабеля, осуществляющего передачу данных (DATA) от весов к основному блоку и подачу питающего напряжения (DC) от основного блока к весам.

Внешний вид кабеля для подключения весов VIBRA AB323CE к основному блоку представлен на рисунке 3.



Рисунок 3 – Внешний вид кабеля для подключения весов VIBRA AB323CE к основному блоку

Кабель имеет три разъёма, подключаемые следующим образом:

- «DATA/DC» – к разъёму «ВЕСЫ» основного блока (поз. 23 рис. 1);
- «DATA» – к разъёму RS232 весов (поз. 7 рис. 2);
- «DC» – к разъёму питания весов (поз. 8 рис. 2).

6.6 Гибкие трубки

Гибкие трубки предназначены для транспортирования титрантов и вспомогательных растворов в ёмкость для титрования, а также для слива отработанных растворов.

Трубки выполнены из силикона или химически стойкого полимера (PharMed-VPT или аналог) и имеют следующее сечение, Ø внутр./ Ø внешн., мм: 1/3; 2/4; 1,6/3,2 и др.

Транспортирование растворов по трубкам осуществляется при помощи перистальтических насосов. Трубки устанавливаются в насосных головках (поз. 12 рис. 1) и крепятся к корпусу основного блока при помощи фиксаторов (поз. 13 рис. 1). На трубках имеются специальные ограничители (утолщения), предотвращающие втягивание трубок внутрь насосных головок во время работы насосов.

Внешний вид гибких трубок с ограничителями представлен на рисунке 4.



Рисунок 4 – Внешний вид гибких трубок с ограничителями

6.7 Направляющая для гибких трубок

Направляющая для гибких трубок представляет собой стеклянную трубку или модуль из трёх склеенных стеклянных трубок, устанавливаемый вертикально в держатель стойки штатива основного блока с помощью зажима диаметром 6 мм. Направляющая предназначена для позиционирования гибких трубок в вертикальном положении и регулировки глубины погружения концов гибких трубок в титруемый раствор.

Внешний вид направляющей для гибких трубок представлен на рисунке 5.



Рисунок 5 – Направляющая для гибких трубок

6.8 Ёмкости для титрантов и вспомогательных растворов

Ёмкость для титранта или вспомогательного раствора представляет собой пластиковый стакан с герметично закрывающейся крышкой, устанавливаемый на

платформе весов. Крышка снабжена гермовводом для гибкой трубки, по которой жидкость транспортируется в ёмкость с титруемым раствором (в режимах титрования и статирования) или в ёмкость для приёма дозируемого раствора (в режиме дозирования). В крышке также имеется микроотверстие для ввода воздуха внутрь ёмкости при опускании уровня жидкости и выравнивания давления внутри и снаружи ёмкости.

При использовании титранта или вспомогательного раствора, не допускающего контакта с атмосферной влагой, ввод воздуха внутрь ёмкости осуществляется через хлоркальциевую трубку, заполненную твердым осушающим реагентом. В этом случае используется ёмкость с крышкой, в которой вместо микроотверстия имеется второй гермоввод для установки хлоркальциевой трубки.

Внешний вид ёмкостей для титрантов и вспомогательных растворов представлен на рисунках 6а и 6б.

Внимание! При заполнении ёмкостей титрантами и вспомогательными растворами и размещении заполненных ёмкостей на платформе весов следует учитывать, что суммарная масса заполненных ёмкостей не должна превышать значение максимальной нагрузки весов.



Рисунок 6 – Внешний вид ёмкостей для титранта или вспомогательного раствора с крышкой с микроотверстием (а) и с крышкой с гермовводом для установки хлоркальциевой трубкой;

6.9 Ёмкости для титруемого (анализируемого, дозируемого) раствора

6.9.1 Для работы в режимах измерения рН, ЭДС (Eh), дозирования, потенциометрического кислотно-основного и окислительно-восстановительного титрования/статирования, потенциометрического осадительного титрования, кондуктометрического титрования/статирования и амперометрического титрования в качестве ёмкости для титруемого раствора применяют стеклянные лабораторные стаканы вместимостью 50, 100, 150 или 250 см³, внешний вид которых представлен на рисунке 7.



Рисунок 7 – Внешний вид ёмкостей для титруемого (анализируемого) раствора, применяемых в режимах измерения pH, ЭДС (Eh), потенциометрического кислотно-основного и окислительно-восстановительного титрования/статирования, потенциометрического осадительного титрования, кондуктометрического титрования/статирования и амперометрического титрования

6.9.2 Для работы в режиме фотометрического титрования/статирования в качестве ёмкости для титруемого раствора применяют стеклянный лабораторный стакан вместимостью 50 см³ диаметром (37±1) мм, совместимый с фотометрической ячейкой ФЯ-1МТ, например, SIMAX Cat. No 153, внешний вид которого представлен на рисунке 8.



Рисунок 8 – Внешний вид ёмкости для титруемого раствора, применяемого в режиме фотометрического титрования/статирования

6.10 Первичные измерительные преобразователи (ПИП)

6.10.1 ПИП предназначены для работы:

- **в режимах титрования и статирования** для контроля хода титрования (получения информации об изменении свойств и состава титруемого раствора в ходе титрования), осуществляемого путём непрерывного измерения сигнала, поступающего в основной блок титратора от ПИП, помещенного в титруемый раствор или измеряющего оптические свойства титруемого раствора.
- **в режимах измерения pH и ЭДС** для измерений значения pH растворов и ЭДС электродных систем, в том числе для измерений значения Eh растворов.

6.10.2 Для измерения pH и потенциометрического кислотно-основного титрования/статирования применяют:

- рН-электрод (например, ЭС-10601) и электрод сравнения для водных сред (например, ЭСр-10103) или неводных сред (например, ЭСН-1);
- комбинированный рН-электрод (например, ЭСК-10601).

Допускается применение рН-электродов и электродов сравнения других марок отечественного или импортного производства с аналогичными характеристиками. Описание электродов приведено в их паспортах.

6.10.3 Для измерения E_h и потенциометрического окислительно-восстановительного титрования/статирования применяют:

- редоксметрический электрод (например, ЭПВ-1, ЭРП-101) и электрод сравнения для водных сред (например, ЭСр-10103) или неводных сред (например, ЭСН-1);
- комбинированный редоксметрический электрод (например, ЭРП-105).

Допускается применение редоксметрических электродов и электродов сравнения других марок отечественного или импортного производства с аналогичными характеристиками. Описание электродов приведено в их паспортах.

6.10.4 Для потенциометрического осадительного титрования применяют:

- ионоселективный электрод (например, ЭЛИТ-261, ЭСС-01, Tit-01, Tit-03) и электрод сравнения для водных сред (например, ЭСр-10101, ЭСр-10103) или неводных сред (например, ЭСН-1);
- комбинированный ионоселективный электрод (например, HI4115).

Допускается применение ионоселективных электродов и электродов сравнения других марок отечественного или импортного производства с аналогичными характеристиками. Описание электродов приведено в их паспортах.

Внешний вид некоторых ПИП, применяемых для измерений рН, E_h и титрования/статирования в потенциометрических режимах, представлен на рисунке 9.



Рисунок 9 – Внешний вид некоторых ПИП, применяемых для титрования/статирования в потенциометрических режимах
а – комбинированный рН-электрод ЭСК-10601;
б – редоксметрический электрод ЭПВ-1;
в – сульфидсерябряный (Ag/S-селективный) электрод ЭСС-01;
г – хлоридсеребряный (Ag/Cl-селективный) электрод Tit-01;
д – хлоридселективный электрод ЭЛИТ-261;
е – электрод сравнения для водных сред ЭСр-10101;
ж – электрод сравнения для неводных сред ЭСН-1.

Примечание – Внешний вид ПИП, входящих в комплект титратора, может отличаться от представленного на рисунках 9 - 11.

6.10.5 Для фотометрического титрования/статирования применяют фотометрическую ячейку ФЯ-1МТ со сменными оптическими элементами, встроенной магнитной мешалкой и кюветным отделением, адаптированным под установку стеклянного лабораторного стакана вместимостью 50 см³ диаметром (37±1) мм. Описание фотометрической ячейки приведено в её паспорте, внешний вид представлен на рисунке 10.

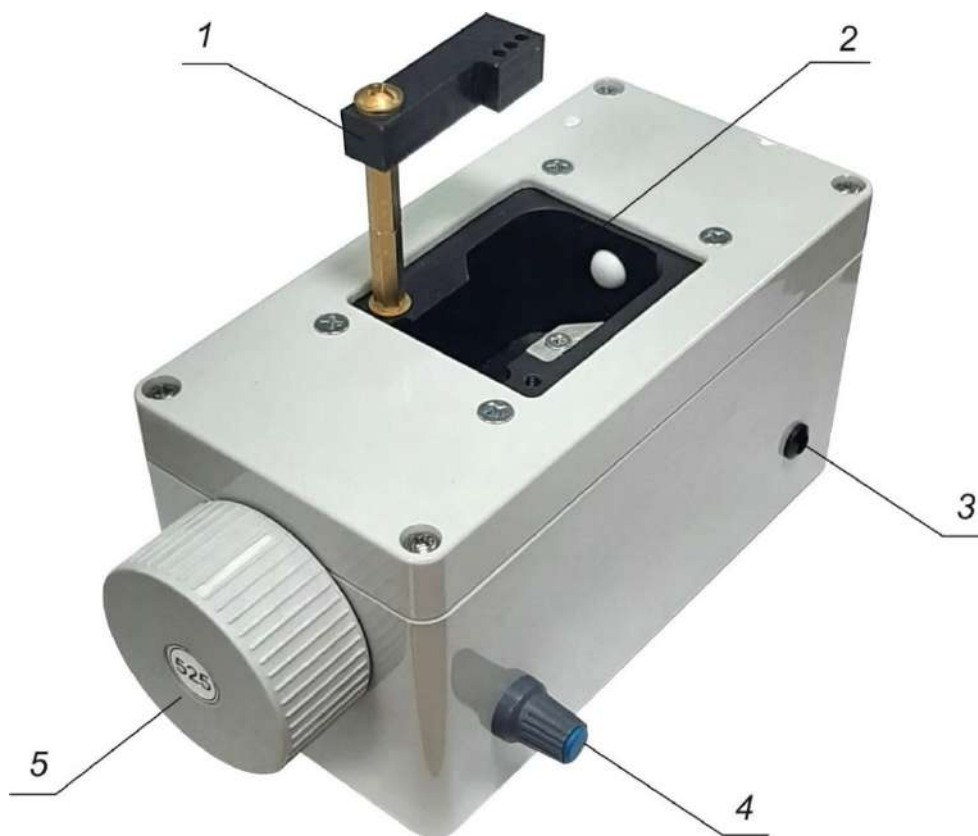


Рисунок 10 – Внешний вид фотометрической ячейки ФЯ-1МТ
1 – держатель гибких трубок;
2 – кюветное отделение, адаптированное под установку стакана диаметром (37±1) мм;
3 – светодиодный индикатор;
4 – ручка включения и регулировки скорости вращения встроенной магнитной мешалки;
5– сменный оптический элемент.

6.10.6 Для амперометрического титрования и кондуктометрического титрования/статирования применяют универсальный 2-х электродный датчик Tit-02, внешний вид которого представлен на рисунке 11. Описание датчика приведено в его паспорте.



Рисунок 11 – Внешний вид универсального 2-х электродного датчика Tit-02

6.11 Автоматический податчик образцов

Автоматический податчик образцов (автосамплер) AC-01/2D предназначен для повышения уровня автоматизации и производительности анализа. Автосамплер обеспечивает выполнение серии титрований в автоматическом режиме без участия оператора.

Автосамплер имеет основание, на котором расположена вращающаяся платформа с 15 отверстиями для установки ёмкостей с образцами (титруемыми растворами) и промывочными растворами, а также стойка с подвижным держателем ПИП и гибких трубок. Электромеханические приводы автосамплера обеспечивают погружение ПИП и трубок подачи титрантов и вспомогательных растворов в ёмкости, их извлечение из ёмкостей, смену ёмкостей по заданному алгоритму, а также перемешивание растворов в ёмкостях.

Описание автосамплера AC-01/2D приведено в его паспорте и инструкции по применению, внешний вид представлен на рисунке 12.

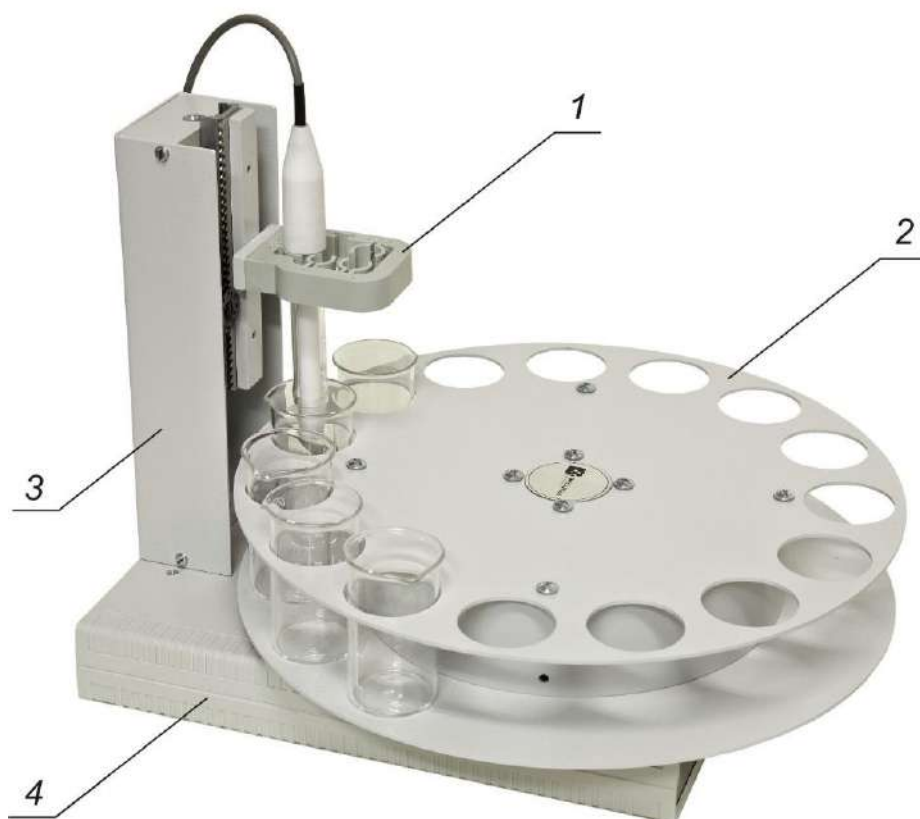


Рисунок 12 – Внешний вид автосамплера AC-01/2D

- 1 – подвижный держатель ПИП и гибких трубок;
- 2 – вращающаяся платформа с отверстиями для установки ёмкостей с образцами (титруемыми растворами) и промывочными растворами;
- 3 – стойка;
- 4 – основание.

6.12 Кабели для подключения к компьютеру

Кабели предназначены для подключения основного блока титратора к компьютеру с целью передачи данных по интерфейсу RS232 или USB 2.0.

Кабель для передачи данных по интерфейсу RS232 имеет два разъёма: разъём DB-9 (вилка), подключаемый к разъёму «ПК» основного блока титратора (поз. 19 рис. 1), и разъём DB-9 (гнездо), подключаемый к COM-порту компьютера.

Кабель для передачи данных по интерфейсу USB 2.0 имеет два разъёма USB A (вилка), один из которых подключают к разъёму «USB» основного блока титратора (поз. 21 рис. 1), другой – к USB-порту компьютера.

Внешний вид кабелей для подключения основного блока титратора к компьютеру представлен на рисунке 13.

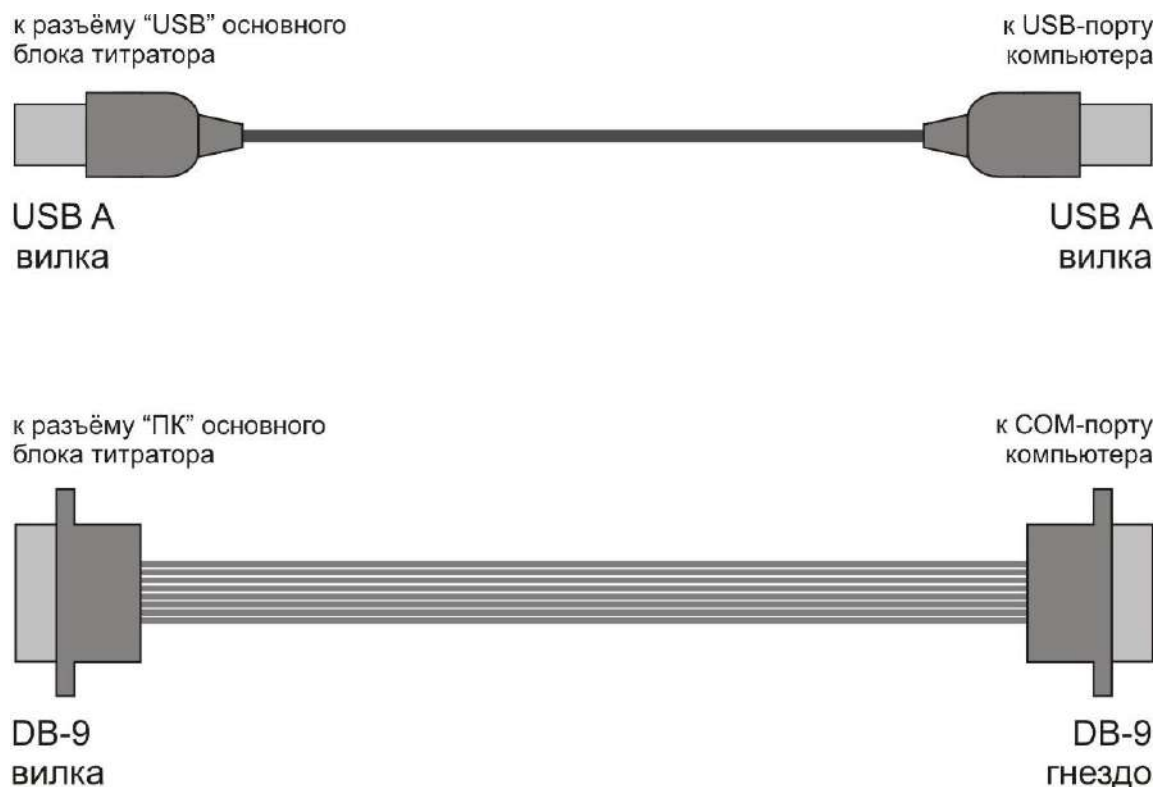


Рисунок 13 – Внешний вид кабелей для подключения основного блока титратора к компьютеру через интерфейс USB 2.0 (вверху) и RS-232 (внизу)

6.13 Модули беспроводной передачи данных (Bluetooth / Wi-Fi) и модуль для подключения к сети Ethernet

Для подключения титратора к беспроводным сетям Bluetooth, Wi-Fi или к сети Ethernet используют модули, подключаемые к разъёму «Bluetooth / Wi-Fi / Ethernet»

основного блока титратора (поз. 18 рис. 1). Модуль для подключения к сети Ethernet имеет также разъём RJ45 (гнездо) для подключения сетевого кабеля.
 Описание модулей приведено в их паспортах.

6.14 Внешний вид титратора в собранном виде

Внешний вид титратора в собранном виде на примере комплектации с одной ёмкостью для титранта, одной гибкой трубкой и ПИП для кислотно-основного потенциометрического титрования представлен на рисунке 14:



Рисунок 14 – Внешний вид титратора в собранном виде на примере комплектации с одной ёмкостью для титранта, одной гибкой трубкой и ПИП для кислотно-основного потенциометрического титрования

7 МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ И ТЕХНИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ

Метрологические характеристики представлены в таблицах 3.1-3.4.

Таблица 3.1 – Метрологические характеристики измерительного канала ЭДС

Наименование характеристики	Значение характеристики
Диапазон измерений ЭДС, мВ	от минус 2000 до 2000
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений ЭДС, мВ	±1,5

Таблица 3.2 – Метрологические характеристики измерительного канала рН

Наименование характеристики	Значение характеристики
Диапазон измерений рН	от 0 до 14*
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений рН	$\pm 0,05^*$
Примечание *) В комплекте с электродной системой.	

Таблица 3.3 – Метрологические характеристики измерительного канала объема дозируемой жидкости

Наименование характеристики	Значение характеристики
Диапазон измерений объема дозируемой жидкости, см ³	от 0,010 до 100**
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений объёма дозируемой жидкости в поддиапазоне от 0,010 до 2 см ³ включ. (абсолютная погрешность дозирования), см ³	$\pm 0,010^{**}$
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений объёма дозируемой жидкости в поддиапазоне свыше 2 до 100 см ³ включ. (относительная погрешность дозирования), %	$\pm 0,5^{**}$
Предел допускаемого абсолютного среднего квадратического отклонения (СКО) результатов измерений объема дозируемой жидкости в поддиапазоне от 0,010 до 2 см ³ включ., см ³	0,007**
Предел допускаемого относительного СКО результатов измерений объема дозируемой жидкости в поддиапазоне свыше 2 до 100 см ³ включ., %	0,3**
Примечание **) Границы диапазона измерений, пределы допускаемой абсолютной и относительной погрешности, а также пределы допускаемого абсолютного и относительного СКО результатов измерений объёма дозируемой жидкости установлены для титранта с плотностью близкой к 1 г/см ³ при комплектации титратора весами с действительной ценой деления шкалы не более 0,001 г, с поверочным интервалом не более 0,01 г и с максимальной нагрузкой не менее 120 г.	

Таблица 3.4 – Метрологические характеристики измерительных каналов молярной концентрации компонентов в режимах потенциметрического (кислотно-основного, окислительно-восстановительного, осадительного), фотометрического, кондуктометрического и амперометрического титрования

Наименование характеристики	Значение характеристики
Диапазон измерений молярной концентрации компонентов в режимах потенциметрического окислительно-восстановительного титрования и амперометрического титрования, моль/дм ³	от $1 \cdot 10^{-5}$ до 2
Диапазон измерений молярной концентрации компонентов в режимах потенциметрического (кислотно-основного и осадительного), кондуктометрического и фотометрического титрования, моль/дм ³	от $1 \cdot 10^{-3}$ до 2

Пределы допускаемой относительной погрешности измерений: - молярной концентрации компонентов в режимах потенциометрического (кислотно-основного, окислительно-восстановительного, осадительного) и фотометрического титрования, %	±2,0
- молярной концентрации компонентов в режимах кондуктометрического и амперометрического титрования, %	±3,0
Предел допускаемого относительного СКО результатов измерений: - молярной концентрации компонентов в режимах потенциометрического (кислотно-основного, окислительно-восстановительного, осадительного) и фотометрического титрования, %	1,0
- молярной концентрации компонентов в режимах кондуктометрического и амперометрического титрования, %	1,5

Основные технические характеристики представлены в таблице 4.

Таблица 4 – Основные технические характеристики

Наименование характеристики	Значение характеристики
Дискретность показаний: - ЭДС, мВ - рН - объёма дозируемой жидкости (дискретность дозирования), см ³	0,1 0,001 0,001
Параметры электропитания при работе через сетевой адаптер: - напряжение переменного тока питающей электросети, В - частота переменного тока питающей электросети, Гц - выходное напряжение постоянного тока сетевого адаптера, В - выходной постоянный ток сетевого адаптера, А	от 207,0 до 243,8 от 49 до 51 от 11,4 до 12,6 от 1,0 до 1,5
Габаритные размеры основного блока титратора (длина×ширина×высота), мм, не более	500×350×350
Масса основного блока титратора, кг, не более:	10
Рабочие условия эксплуатации: - атмосферное давление, кПа - относительная влажность окружающего воздуха, %, не более - температура окружающего воздуха, °С	от 84 до 106,7 90 от 15 до 30

8 КОМПЛЕКТНОСТЬ

Комплектность титратора соответствует таблице 5.

Таблица 5 - Комплектность титратора

Наименование	Обозначение	Количество
Титратор автоматический (основной блок)	ТИТРИОН 2.0	1 шт.

Электронные весы с действительной ценой деления шкалы не более 0,001 г	VIBRA AB323CE ¹	1 шт.
Кабель для подключения весов к основному блоку	-	1 шт.
Комплект гибких трубок	-	1 шт.
Направляющая для гибких трубок	-	1 шт.
Ёмкость для титранта или вспомогательного раствора	-	3 шт.
Ёмкость для титруемого раствора (лабораторный стеклянный стакан вместимостью 50 или 100 см ³)	-	2 шт.
Мешалка для магнитной мешалки	-	2 шт.
Сетевой адаптер питания	-	1 шт.
Автоматический податчик образцов (автосамплер)	АС-01/2Д	По заказу
Комплект ПИП и ячеек ²	-	По заказу
Комплект дополнительных принадлежностей ³	-	По заказу
Паспорт	КТЖГ.418439.201ПС	1 экз.
Руководство по эксплуатации	КТЖГ.418439.201РЭ	1 экз.
Методика поверки	-	1 экз.
<p>Примечания</p> <p>1 Обозначение электронных весов соответствует модели весов, входящих в комплект поставки титратора (VIBRA AB323CE или аналог).</p> <p>2 По требованию заказчика титратор комплектуется следующими ПИП и ячейками для работы в разных режимах:</p> <ul style="list-style-type: none"> • для измерения рН и потенциометрического кислотно-основного титрования/статирования - рН-электродом и электродом сравнения для водных/неводных сред или комбинированным рН-электродом; • для измерения Eh и потенциометрического окислительно-восстановительного титрования/статирования - редоксметрическим электродом и электродом сравнения для водных/неводных сред или комбинированным редоксметрическим электродом; • для потенциометрического осадительного титрования - ионоселективным электродом (например, Cl⁻-селективным, S²⁻-селективным, Ag⁺-селективным, и другими электродами) и электродом сравнения для водных/неводных сред или комбинированным ионоселективным электродом; • для кондуктометрического титрования/статирования - универсальным 2-х электродным датчиком; • для амперометрического титрования - универсальным 2-х электродным датчиком или двумя платиновыми электродами; • для фотометрического титрования/статирования - фотометрической ячейкой со сменными или встроенными источниками излучения; <p>3 По требованию заказчика титратор комплектуется следующими дополнительными принадлежностями:</p> <ul style="list-style-type: none"> • дополнительными ёмкостями для титранта или вспомогательного раствора; • дополнительными ёмкостями и ячейками для титруемого раствора; • дополнительными комплектами гибких трубок; • комплектом гибких трубок из химически стойкого материала; • кабелем для подключения к компьютеру; • модулем беспроводной передачи данных (Bluetooth или Wi-Fi); 		

- модулем для подключения к сети Ethernet;
- дополнительными электронными весами для взвешивания анализируемых образцов;
- другими дополнительными принадлежностями по спецификации фирмы-производителя.

Комплектность поставки каждого титратора приводится в паспорте и (или) упаковочном листе с указанием заводского номера и даты выпуска.

9 РАСПАКОВКА, СБОРКА, РАЗМЕЩЕНИЕ И ВКЛЮЧЕНИЕ

9.1 Распаковка

Извлеките титратор из транспортной упаковки и проведите внешний осмотр. Убедитесь, что титратор не имеет повреждений и его комплектность соответствует приведенной в упаковочном листе и паспорте. При обнаружении повреждений или неполной комплектности обратитесь к поставщику титратора.

После транспортирования при отрицательной температуре перед включением выдержите титратор при комнатной температуре не менее 1 часа.

9.2 Сборка основного блока и подключение к электросети

Установите стойку штатива (поз. 5 рис. 1), ввернув её резьбовым концом до упора в отверстие на правой боковой горизонтальной панели основного блока.

Установите на стойку держатель, слегка сжав полки зажима. Установите в держатель зажимы, подобрав типоразмер в соответствии с диаметром используемых ПИП, а также зажим 6 мм для установки направляющей для гибких трубок.

Внешний вид стойки штатива с держателем и зажимами представлен на рисунке 15.

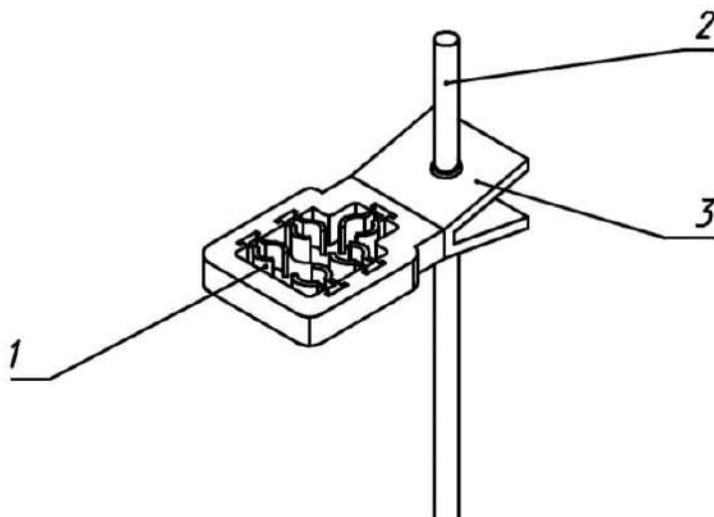


Рисунок 15 – Внешний вид стойки штатива (2) с держателем (3) и зажимами (1)

Подключите коннектор выходного кабеля сетевого адаптера питания к разъёму «ПИТ 12 V» основного блока (поз. 22 рис. 1). Включите вилку адаптера в розетку электросети.

9.3 Сборка весов и подключение к основному блоку

Соберите весы и установите защиту от ветра в соответствии с прилагаемым руководством по эксплуатации.

Подключите весы к основному блоку титратора при помощи специального кабеля, изображенного на рисунке 3. Кабель имеет три разъёма, подключаемые следующим образом:

- «DATA/DC» – к разъёму «ВЕСЫ» основного блока (поз. 23 рис. 1);
- «DATA» – к разъёму RS232 весов (поз. 7 рис. 2);
- «DC» – к разъёму питания весов (поз. 8 рис. 2).

Примечание – Настройка весов и установка параметров передачи данных, обеспечивающих совместимость весов с основным блоком, выполняется фирмой-изготовителем титратора перед поставкой. Настройка весов различных марок индивидуальна.

Для повторной настройки весов (например, после ремонта или замены весов) обратитесь к изготовителю титратора.

9.4 Размещение

При выборе места для размещения титратора необходимо минимизировать факторы, которые приводят к ошибкам при измерениях. Не размещайте титратор в местах, подверженных тряске, вибрации, перепадам температуры и влажности, воздействию воздушных потоков кондиционера и сквозняка, прямых солнечных лучей и интенсивных электромагнитных волн.

Разместите основной блок титратора на лабораторном столе и проверьте его на устойчивость. При необходимости отрегулируйте высоту винтовых опор, расположенных на дне основного блока, чтобы придать ему устойчивое положение. Для уменьшения высоты опоры вращайте её по часовой стрелке; для увеличения – против.

Разместите весы слева от основного блока. Отрегулируйте высоту винтовых опор, чтобы привести весы в строго горизонтальное устойчивое положение, контролируемое с помощью уровня на панели весов.

9.5 Включение

Включите основной блок титратора, переведя клавишу выключателя (поз. 9 рис. 1) в положение « I » (включено).

Прибор подаст короткий звуковой сигнал. На дисплее отобразится информация о приборе (наименование и серийный номер титратора, наименование встроенного программного обеспечения «Titron2.0», версия не ниже 3.82) и изготовителя (наименование, логотип, контакты). Через несколько секунд на дисплее отобразится главное меню управления титратором.

Включите весы, нажав кнопку « I » (On/Off). Убедитесь, что на весах установилось нулевое значение массы.

ВНИМАНИЕ! С момента включения весов до окончания загрузки и появления на индикаторе нулевого значения массы чаша весов должна оставаться ненагруженной. Не устанавливайте ёмкости для титрантов или вспомогательных растворов на чашу весов до окончания загрузки весов.

10 ПОДГОТОВКА К РАБОТЕ

10.1 Установка ёмкостей для титрантов и вспомогательных растворов

Установите на платформу весов одну, две или три ёмкости, в зависимости от планируемого сценария работы и требований методики выполнения измерений.

В режиме дозирования количество ёмкостей зависит от требуемого количества дозируемых растворов. Для дозирования одного раствора установите одну ёмкость. Для приготовления смесей, состоящих из двух или трёх растворов, установите, соответственно, две или три ёмкости.

В режимах волюметрического титрования и статирования количество ёмкостей зависит от количества используемых титрантов и вспомогательных растворов, вносимых в титруемый раствор перед титрованием. Для титрования с использованием одного титранта без предварительного добавления вспомогательных растворов установите одну ёмкость. Для титрования с использованием попеременно двух титрантов или одного титранта и одного вспомогательного раствора установите две ёмкости. Для титрования с использованием попеременно трёх титрантов или попеременно двух титрантов и одного вспомогательного раствора или одного титранта и двух вспомогательных растворов установите три ёмкости.

Заполните ёмкости титрантами или вспомогательными растворами, предусмотренными МВИ, принимая во внимание, что суммарная масса заполненных ёмкостей не должна превышать значение максимальной нагрузки весов.

Расположите заполненные ёмкости на чаше весов, как показано на рисунке 16.

Внимание! Перед установкой ёмкостей весы должны быть включены!

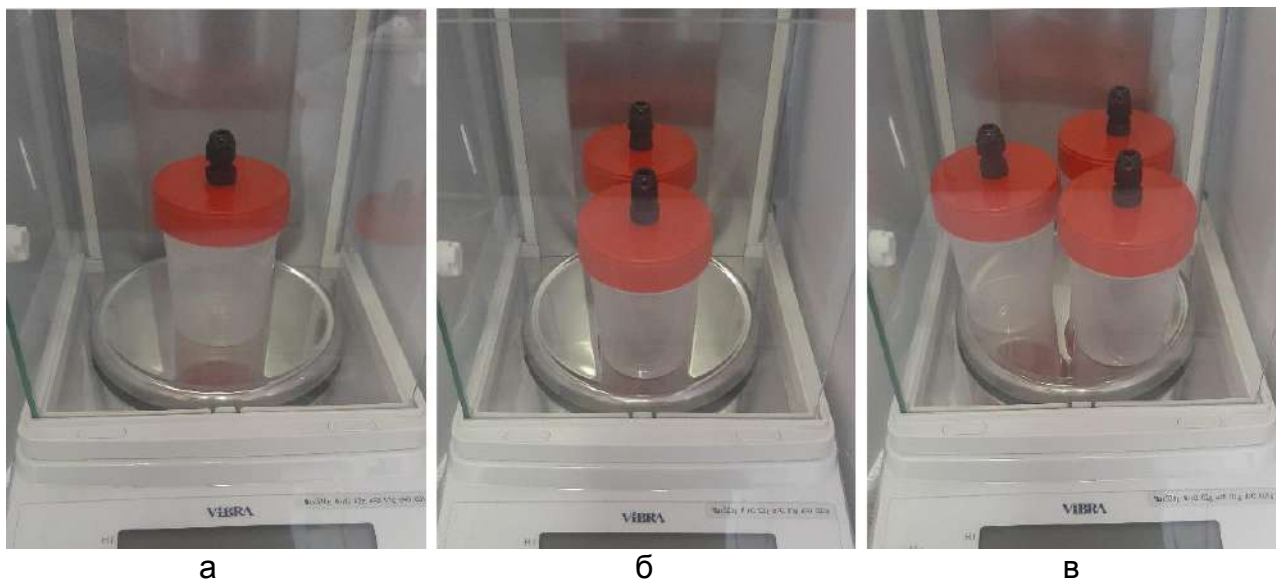


Рисунок 16 – Расположение одной (а), двух (б) или трёх (в) ёмкостей для титрантов или вспомогательных растворов на чаше весов

10.2 Выбор ПИП и ёмкостей для титруемого (анализируемого) раствора

Выбор ПИП и ёмкостей для титруемого (анализируемого) раствора определяется режимом работы титратора:

- ❖ для работы в режимах **титрования** (и соответствующих режимах **статирования**) выберите ПИП в соответствии с табл. 1 и п. 6.10 и ёмкость для титруемого раствора в соответствии с п. 6.9 для требуемого режима титрования;
- ❖ для работы в режиме **дозирования** используйте ёмкость, в которую требуется внести дозу раствора; ПИП не требуется;
- ❖ для работы в режиме **измерения рН** используйте те же ПИП и ёмкость, что и в режиме потенциометрического кислотно-основного титрования;
- ❖ для работы в режиме **измерения ЭДС** используйте те же ПИП и ёмкость, что и в режиме потенциометрического окислительно-восстановительного титрования для измерений E_h растворов (допускается подключение иных потенциометрических ПИП, источников напряжения и прочих устройств, в цепи которых требуется провести измерение ЭДС, при условии, что измеряемые значения не будут выходить за границы диапазона измерений ЭДС от минус 2000 до 2000 мВ).

10.3 Подготовка и подключение ПИП

Подготовьте ПИП к работе в соответствии с их паспортами и инструкциями по эксплуатации. При использовании электродов сравнения уделите особое внимание заполнению электролитом и смачиванию электролитического ключа.

Подключите ПИП к соответствующим разъёмам основного блока титратора. Порядок подключения с указанием места расположения разъёмов (№ позиции рис. 1 «Внешний вид основного блока титратора») для работы в разных режимах приведён в таблице 6.

Таблица 6 – Подключение ПИП к основному блоку

Режим работы	Тип ПИП	Обозначение разъёма для подключения ПИП на корпусе основного блока и № позиции рис. 1
Измерение рН и потенциометрическое кислотно-основное титрование/статирование	рН-электрод	«ИЗМ», поз. 2
	Электрод сравнения для водных/неводных сред	«ВСП», поз. 3
	Комбинированный рН-электрод	«ИЗМ», поз. 2
Измерение ЭДС (E_h) и потенциометрическое окислительно-восстановительное титрование/статирование	Редоксметрический электрод	«ИЗМ», поз. 2
	Электрод сравнения для водных/неводных сред	«ВСП», поз. 3
	Комбинированный редоксметрический электрод	«ИЗМ», поз. 2
Потенциометрическое осадительное титрование	Ионоселективный электрод	«ИЗМ», поз. 2
	Электрод сравнения для водных/неводных сред	«ВСП», поз. 3
	Комбинированный ионоселективный электрод	«ИЗМ», поз. 2

Кондуктометрическое титрование/статирование	Универсальный 2-х электродный датчик	«ДАТ», поз. 1
Амперометрическое титрование	Универсальный 2-х электродный датчик	«ДАТ», поз. 1
	Два редоксметрических электрода	«ДАТ», поз. 1
Фотометрическое титрование/статирование	Фотометрическая ячейка со сменными или встроенными источниками излучения	«ФЯ», поз. 14

10.4 Установка ПИП, направляющей для гибких трубок и ёмкости с титруемым (анализируемым) раствором в разных режимах работы

10.4.1 Установка ПИП и ёмкости с анализируемым раствором в режимах измерения рН и ЭДС (Eh)

Установите ёмкость для анализируемого раствора (п. 6.9.1) в центр платформы магнитной мешалки, расположенной на правой боковой горизонтальной панели основного блока (поз. 6 рис. 1). Внесите в ёмкость требуемый объём анализируемого раствора.

Установите электроды в держатель штатива (поз. 5 рис. 1), выбрав типоразмер зажимов в соответствии с диаметром используемых электродов:

- в режиме измерения рН установите рН-электрод и электрод сравнения или комбинированный рН-электрод (п. 6.10.2);
- в режиме измерения ЭДС (Eh) установите редоксметрический электрод и электрод сравнения или комбинированный редоксметрический электрод (п. 6.10.3).

Перемещая электроды в зажимах, а также держатель по стойке штатива, отрегулируйте положение электродов, чтобы они были погружены в раствор на максимально возможную глубину и не касались при этом стенок и дна ёмкости. Убедитесь, что раствор полностью покрывает чувствительные элементы электродов, в том числе электролитический ключ электрода сравнения.

Внешний вид ПИП (на примере комбинированного рН-электрода) и ёмкости с анализируемым раствором, установленных для работы в режиме измерения рН и ЭДС (Eh) показана на рисунке 17.

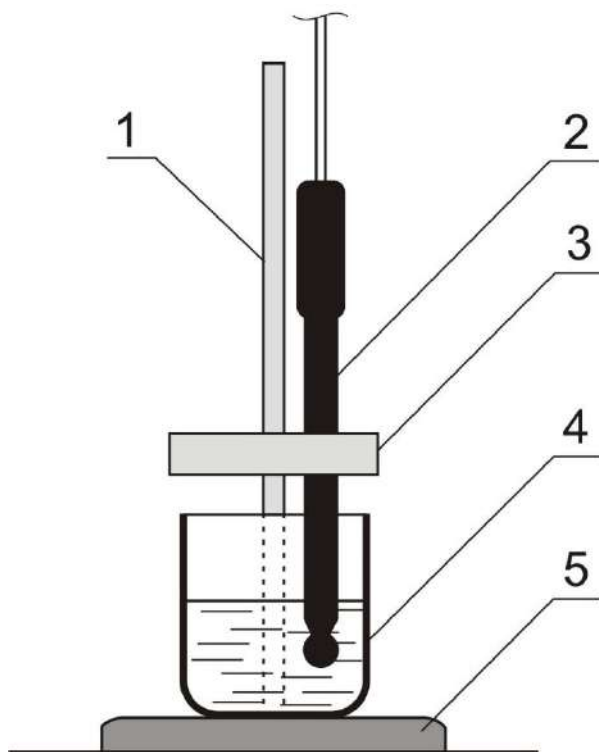


Рисунок 17 – Внешний вид ПИП (на примере комбинированного рН-электрода) и ёмкости с анализируемым раствором, установленных для работы в режиме измерения рН и ЭДС (Eh)

- 1 – стойка штатива;
- 2 – ПИП (на примере комбинированного рН-электрода);
- 3 – держатель штатива;
- 4 – ёмкость с анализируемым раствором;
- 5 – платформа магнитной мешалки.

10.4.2 Установка ПИП, направляющей для гибких трубок и ёмкости с титруемым раствором в режиме потенциометрического кислотно-основного титрования/статирования

Установите ёмкость для титруемого раствора (п. 6.9.1) в центр платформы магнитной мешалки, расположенной на правой боковой горизонтальной панели основного блока (поз. 6 рис. 1). Поместите в ёмкость магнитный мешальник.

Установите рН-электрод и электрод сравнения или комбинированный рН-электрод (п. 6.10.2) в держатель штатива (поз. 5 рис. 1), выбрав типоразмер зажимов в соответствии с диаметром используемых электродов. Установите направляющую для гибких трубок (п. 6.7) с помощью зажима диаметром 6 мм.

Внесите в ёмкость требуемый объём титруемого раствора.

Включите магнитную мешалку поворотом ручки (поз. 4 рис. 1) по часовой стрелке и отрегулируйте скорость перемешивания, чтобы оно было достаточно интенсивным, но не сопровождалось образованием глубокой воронки.

Перемещая направляющую и электроды в зажимах, а также держатель по стойке штатива, отрегулируйте положение электродов, чтобы они были погружены в раствор на максимально возможную глубину и не касались при этом стенок ёмкости и вращающегося магнитного мешальника. Убедитесь, что раствор полностью

покрывает чувствительные элементы электродов, в том числе электролитический ключ электрода сравнения.

Отрегулируйте положение направляющей для гибких трубок, чтобы её нижний конец располагался примерно на 1 см выше уровня раствора.

Примечание – Внесение титруемого раствора в ёмкость следует производить в последний момент непосредственно перед началом измерений, чтобы минимизировать время контакта раствора с атмосферным воздухом. Перед внесением раствора завершите все операции подготовки к работе и настройки титратора, включая установку гибких трубок, прокачку и пр.

Внешний вид ПИП (на примере комбинированного рН-электрода), направляющей для гибких трубок и ёмкости с титруемым раствором, установленных для работы в режиме потенциометрического кислотно-основного титрования/статирования показан на рисунке 18.

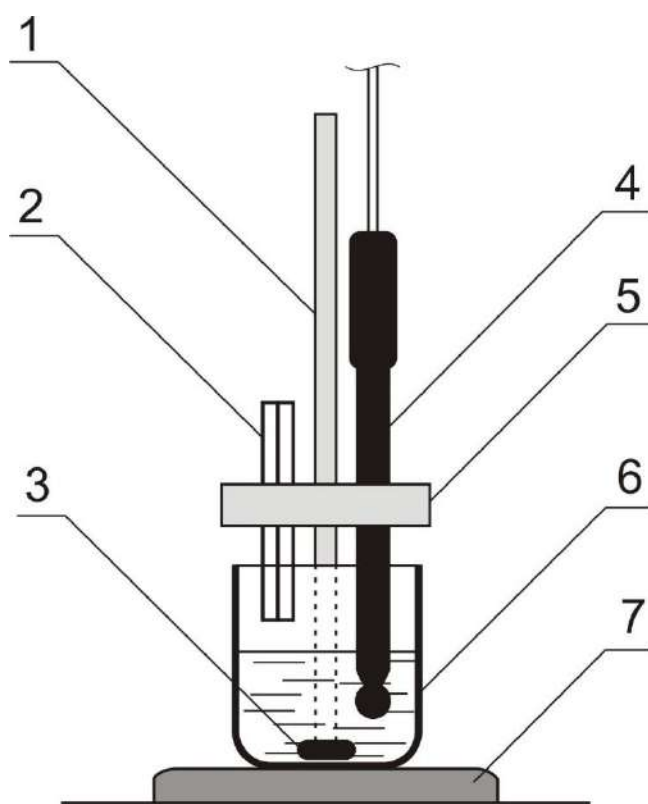


Рисунок 18 – Внешний вид ПИП (на примере комбинированного рН-электрода), направляющей для гибких трубок и ёмкости с титруемым раствором, установленных для работы в режиме потенциометрического кислотно-основного титрования/статирования

- 1 – стойка штатива;
- 2 – направляющая для гибких трубок;
- 3 – магнитный мешалник;
- 4 – ПИП (на примере комбинированного рН-электрода);
- 5 – держатель штатива;
- 6 – ёмкость с титруемым раствором;
- 7 – платформа магнитной мешалки.

10.4.3 Установка ПИП, направляющей для гибких трубок и ёмкости с титруемым раствором в режиме потенциометрического окислительно-восстановительного титрования/статирования

Выполните установку ПИП, направляющей для гибких трубок и ёмкости с титруемым раствором аналогично п. 10.4.2, используя в качестве ПИП редоксметрический электрод и электрод сравнения или комбинированный редоксметрический электрод (п. 6.10.3).

10.4.4 Установка ПИП, направляющей для гибких трубок и ёмкости с титруемым раствором в режиме потенциометрического осадительного титрования

Выполните установку ПИП, направляющей для гибких трубок и ёмкости с титруемым раствором аналогично п. 10.4.2, используя в качестве ПИП ионоселективный электрод и электрод сравнения или комбинированный ионоселективный электрод (п. 6.10.4).

10.4.5 Установка ПИП, направляющей для гибких трубок и ёмкости с титруемым раствором в режиме кондуктометрического титрования/статирования

Выполните установку ПИП, направляющей для гибких трубок и ёмкости с титруемым раствором аналогично п. 10.4.2, используя в качестве ПИП универсальный 2-х электродный датчик Tit-02 (п. 6.10.6).

10.4.6 Установка ПИП, направляющей для гибких трубок и ёмкости с титруемым раствором в режиме амперометрического титрования

Выполните установку ПИП, направляющей для гибких трубок и ёмкости с титруемым раствором аналогично п. 10.4.2, используя в качестве ПИП универсальный 2-х электродный датчик Tit-02 (п. 6.10.6) или два редоксметрических электрода.

10.4.7 Установка ПИП и ёмкости с титруемым раствором в режиме фотометрического титрования/статирования

Разместите фотометрическую ячейку ФЯ-1МТ (п. 6.10.5) справа от основного блока. Установите оптический элемент (картридж) с длиной волны излучения, соответствующей требованиям методики выполнения измерений.

Примечание – Если в методике выполнения измерений значение длины волны не указано, выберите такой картридж, который обеспечит достаточно большое различие показаний оптической плотности раствора до и после титрования. Например, в ходе кислотно-основном титровании, когда титрантом является раствор щёлочи, а титруемый раствор содержит индикатор фенолфталеин, цвет фотометрируемого раствора меняется с бесцветного на малиновый. В этом случае целесообразно использовать картридж с длиной волны 505 или 525 нм, так как для зелёного света малиновый раствор является оптически плотным. Таким образом, при использовании данных картриджей, переход окраски раствора от бесцветной до малиновой в ходе титрования будет

сопровождаться значительным информативным скачком показаний оптической плотности.

Установите ёмкость для титруемого раствора (п. 6.9.2) в кюветное отделение фотометрической ячейки так, чтобы надписи, нанесённые на ёмкость, не располагались на пути луча. Вращением стакана добейтесь такого положения, чтобы надписи оказались направленными к длинной стороне кюветного отделения, как показано на рисунке 19.

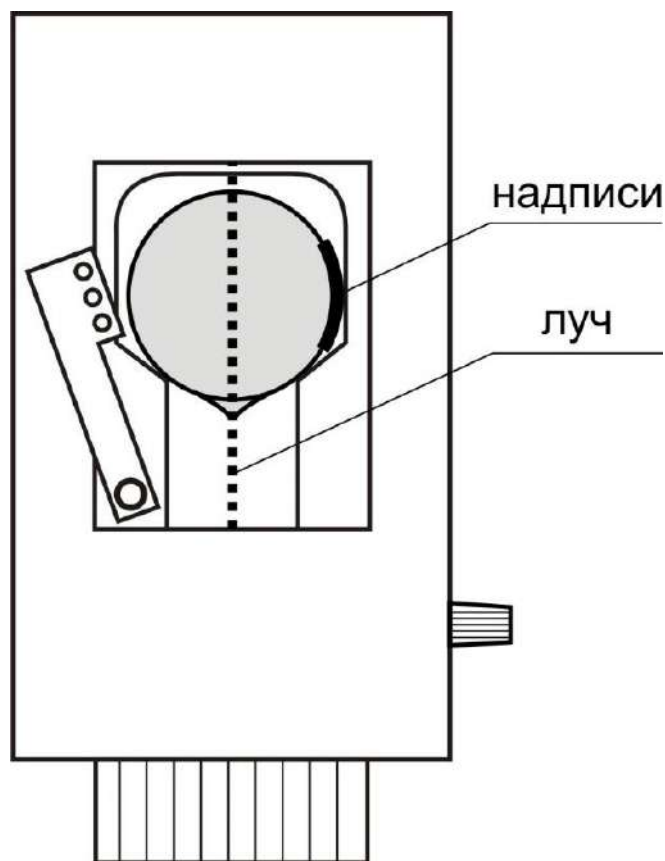


Рисунок 19 – Расположение ёмкости с титруемым раствором в кюветном отделении фотометрической ячейки

Внесите в ёмкость требуемый объём титруемого раствора (не менее 15 см³). Уровень раствора в ёмкости должен быть выше уровня, на котором проходит луч.

Поместите в ёмкость магнитный мешальник. Включите встроенную в фотометрическую ячейку магнитную мешалку поворотом ручки (поз. 4 рис. 12) по часовой стрелке и установите необходимую скорость перемешивания. Перемешивание не должно быть чрезмерно интенсивным, чтобы образующаяся в растворе воронка не опускалась до уровня луча.

Примечание – Внесение титруемого раствора в ёмкость следует производить в последний момент непосредственно перед началом измерений, чтобы минимизировать время контакта раствора с атмосферным воздухом. Перед внесением раствора завершите все операции подготовки к работе и настройки титратора, включая установку гибких трубок, прокачку и пр.

10.5 Установка гибких трубок

10.5.1 Рекомендации по выбору типа и количества гибких трубок для разных режимов работы

Гибкие трубки предназначены для транспортирования титрантов и вспомогательных растворов для работы в режимах титрования, статирования и дозирования.

Для транспортирования растворов, не разрушающих силикон, используют трубки из силикона. Для транспортирования агрессивных растворов, разрушающих силикон, используют трубки из химически стойкого полимера (PharMed-BPT или аналог).

Устанавливают одну, две или три гибкие трубки Ø внутр./ Ø внешн. 1/3 или 1,6/3,2 мм, в зависимости от планируемого сценария работы и требований методики выполнения измерений. При этом количество трубок должно соответствовать количеству ёмкостей для титрантов и вспомогательных растворов, установленных на платформе весов.

В режиме дозирования количество трубок зависит от требуемого количества дозируемых растворов. Для дозирования одного раствора устанавливают одну трубку. Для приготовления смесей, состоящих из двух или трёх растворов, устанавливают, соответственно, две или три трубки.

В режимах волюметрического титрования и статирования количество трубок зависит от количества используемых титрантов и вспомогательных растворов, вносимых в титруемый раствор перед титрованием. Для титрования с использованием одного титранта без предварительного добавления вспомогательных растворов устанавливают одну трубку. Для титрования с использованием попеременно двух титрантов или одного титранта и одного вспомогательного раствора устанавливают две трубки. Для титрования с использованием попеременно трёх титрантов или попеременно двух титрантов и одного вспомогательного раствора или одного титранта и двух вспомогательных растворов устанавливают три трубки.

10.5.2 Установка гибких трубок для транспортирования титрантов и вспомогательных растворов

Описание установки гибких трубок приведено отдельно для трёх участков:

- от ёмкости с титрантом или вспомогательным раствором до первого фиксатора на основном блоке;
- от первого до последнего фиксатора на основном блоке;
- от последнего фиксатора на основном блоке до ёмкости для титруемого или дозируемого раствора.

10.5.2.1 Установка гибких трубок на участке от ёмкости с титрантом или вспомогательным раствором до первого фиксатора на основном блоке

Для каждой устанавливаемой трубки выполните следующие операции.

Закрепите гибкую трубку в одном из пазов крайнего левого фиксатора для гибких трубок (поз. 13 рис. 1), расположенного на верхней панели основного блока титратора, так, чтобы слева от фиксатора остался участок трубки 25-30 см.

Откройте правую (обращённую к основному блоку) дверцу ветрозащиты весов и вставьте конец гибкой трубки в отверстие гермоввода в крышке ёмкости с титрантом или вспомогательным раствором, установленной на платформе весов.

Для этого ослабьте накидную гайку гермоввода в крышке ёмкости, повернув её на несколько оборотов против часовой стрелки. При этом сечение отверстия гермоввода увеличится. Проденьте гибкую трубку сквозь гермоввод так, чтобы её конец доходил до дна ёмкости. Далее, не прилагая большого усилия, зафиксируйте трубку вращением накидной гайки по часовой стрелке. Гермоввод должен надёжно фиксировать гибкую трубку, но не пережимать её. Участок гибкой трубки от гермоввода крышки ёмкости до фиксатора должен образовывать вывешенную в воздухе дугу в вертикальной плоскости, без провисаний и завалов в горизонтальную плоскость, без излишнего натяжения и без соприкосновения с ветрозащитой. При необходимости, сдвигая трубку в фиксаторе, измените длину участка трубки от гермоввода до фиксатора, чтобы обеспечить правильное положение.

Схема установки одной гибкой трубки на участке от ёмкости на весах до первого фиксатора на основном блоке представлена на рисунке 20.

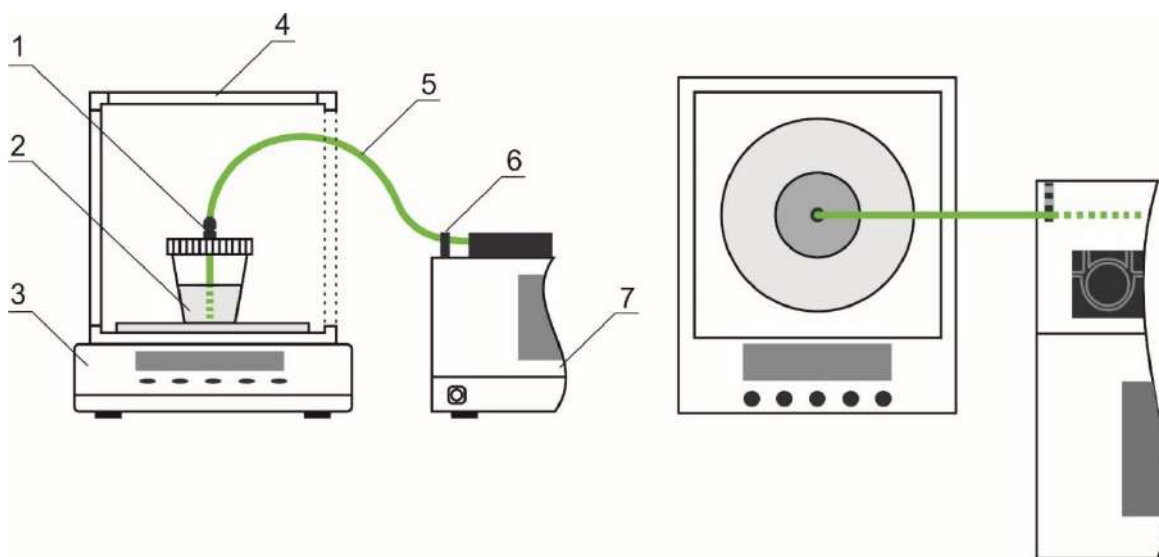


Рисунок 20 – Схема установки одной гибкой трубки на участке от ёмкости на весах до первого фиксатора на основном блоке

- 1 – гермоввод в крышке ёмкости с титрантом или вспомогательным раствором;
- 2 – ёмкость с титрантом или вспомогательным раствором;
- 3 – весы;
- 4 – ветрозащита;
- 5 – гибкая трубка;
- 6 – фиксатор для гибких трубок;
- 7 – основной блок титратора.

При использовании двух или трёх гибких трубок (и, соответственно, двух или трёх ёмкостей с титрантами или вспомогательными растворами) выполните их установку аналогичным образом, закрепляя их в двух или трёх пазах крайнего левого фиксатора для гибких трубок.

Схема установки двух и трёх гибких трубок на участке от ёмкостей на весах до первого фиксатора на основном блоке представлена на рисунке 21.

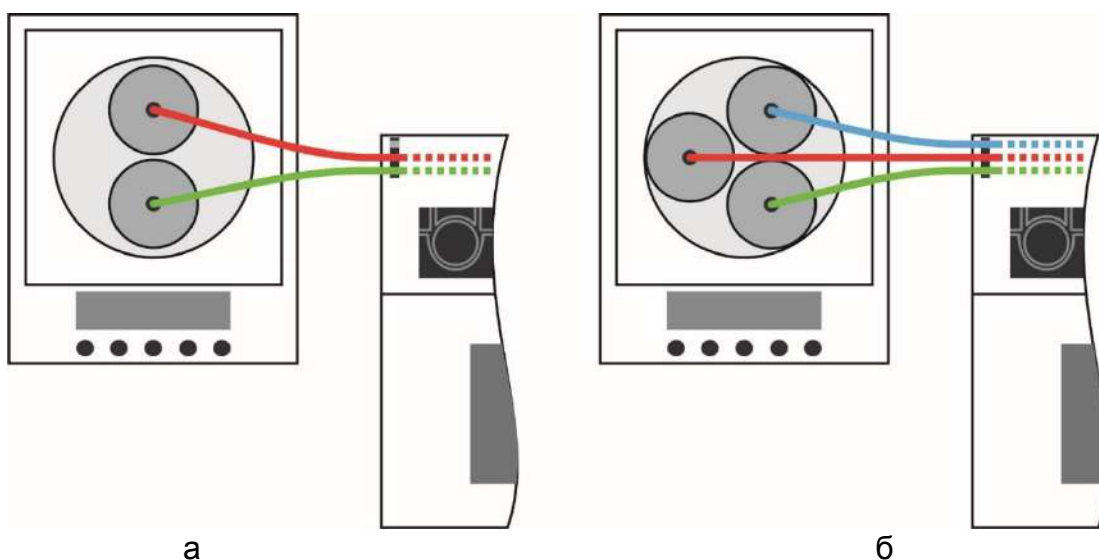


Рисунок 21 – Схема установки двух (а) и трёх (б) гибких трубок на участке от ёмкостей на весах до первого фиксатора на основном блоке

10.5.2.2 Установка гибких трубок на участке от первого до последнего фиксатора на основном блоке

Установите гибкие трубки в насосные головки (поз. 12 рис. 1) и фиксаторы (поз. 13 рис. 1), расположенные на верхней панели основного блока титратора, в соответствии со схемами, представленными на рисунках 22 - 24 (для удобства, трубки изображены на схеме разными цветами).

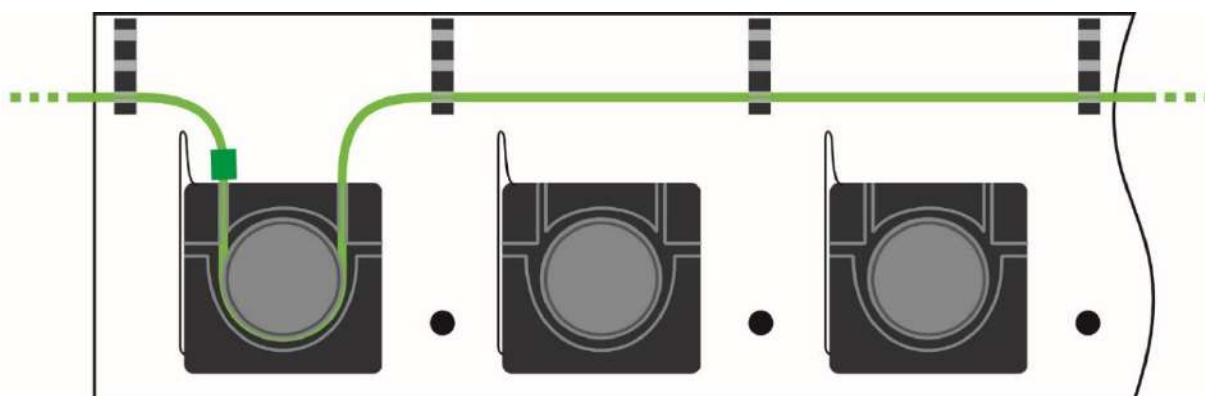


Рисунок 22 – Схема установки одной гибкой трубки на участке от первого до последнего фиксатора на верхней панели основного блока

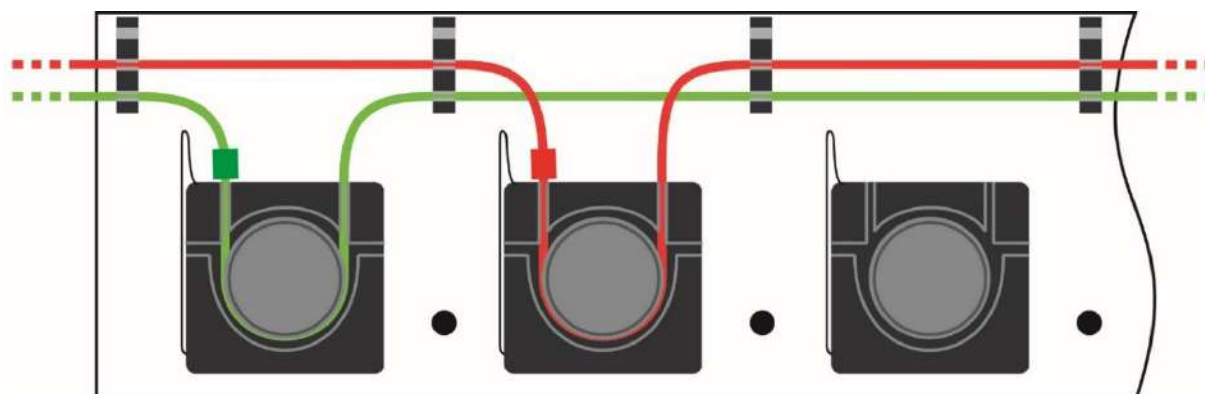


Рисунок 23 – Схема установки двух гибких трубок на участке от первого до последнего фиксатора на верхней панели основного блока

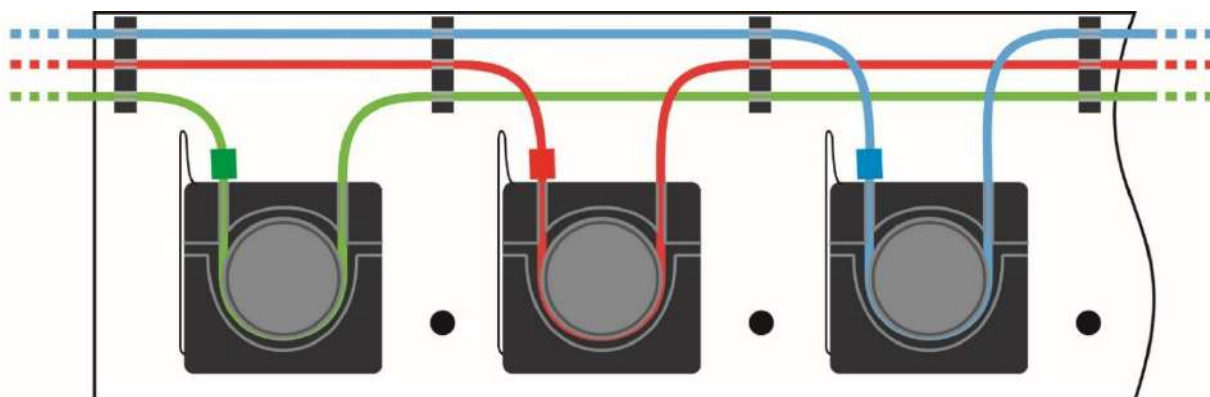


Рисунок 24 – Схема установки трех гибких трубок на участке от первого до последнего фиксатора на верхней панели основного блока

Для установки гибкой трубки в насосную головку выполните следующие операции. Откройте крышку насосной головки до упора в ограничитель (поз. 11 рис. 1), потянув за фиксатор крышки, как показано на рисунках 25 и 26. Вставьте трубку в пазы насосной головки так, чтобы трубка образовала петлю, протянутую по роликам, как показано на рисунке 27. При этом ограничитель, закреплённый на трубке, должен примыкать к левому (ближнему к фиксатору крышки) пазу. При необходимости, сдвиньте ограничитель по трубке, чтобы установить его в правильное положение. Закройте крышку насосной головки. Фиксатор крышки должен вернуться в исходное положение с характерным щелчком, как показано на рисунке 28.



Рисунок 25 – Насосная головка без трубки с закрытой крышкой



Рисунок 26 – Насосная головка без трубки с открытой крышкой



Рисунок 27 – Насосная головка с установленной трубкой с открытой крышкой

Рисунок 28 – Насосная головка с установленной трубкой с закрытой крышкой

10.5.2.3 Установка гибких трубок на участке от последнего фиксатора на основном блоке до ёмкости для титруемого или дозируемого раствора

Завершите установку гибких трубок одним из следующих способов в зависимости от типа ёмкости для титруемого или дозируемого раствора и режима работы.

При использовании ёмкости по п. 6.9.1 (в режимах дозирования, потециометрического кислотно-основного титрования/статирования, потенциометрического окислительно-восстановительного титрования/статирования, потенциометрического осадительного титрования, кондуктометрического титрования/статирования и амперометрического титрования) вставьте свободные концы гибких трубок в направляющую (п. 6.7), закреплённую в зажиме держателя на стойке штатива (поз. 5 рис. 1). Отрегулируйте положение трубок, чтобы их концы погрузились в титруемый раствор на максимально возможную глубину и не касались при этом вращающегося магнитного мешалника (в режимах дозирования/статирования) или оказались в непосредственной близости от дна ёмкости (в режиме дозирования).

Схемы установки гибких трубок на участке от последнего фиксатора на основном блоке до ёмкости для титруемого или дозируемого раствора по п. 6.9.1 в режимах титрования/статирования и дозирования представлены на рисунках 29 - 31.

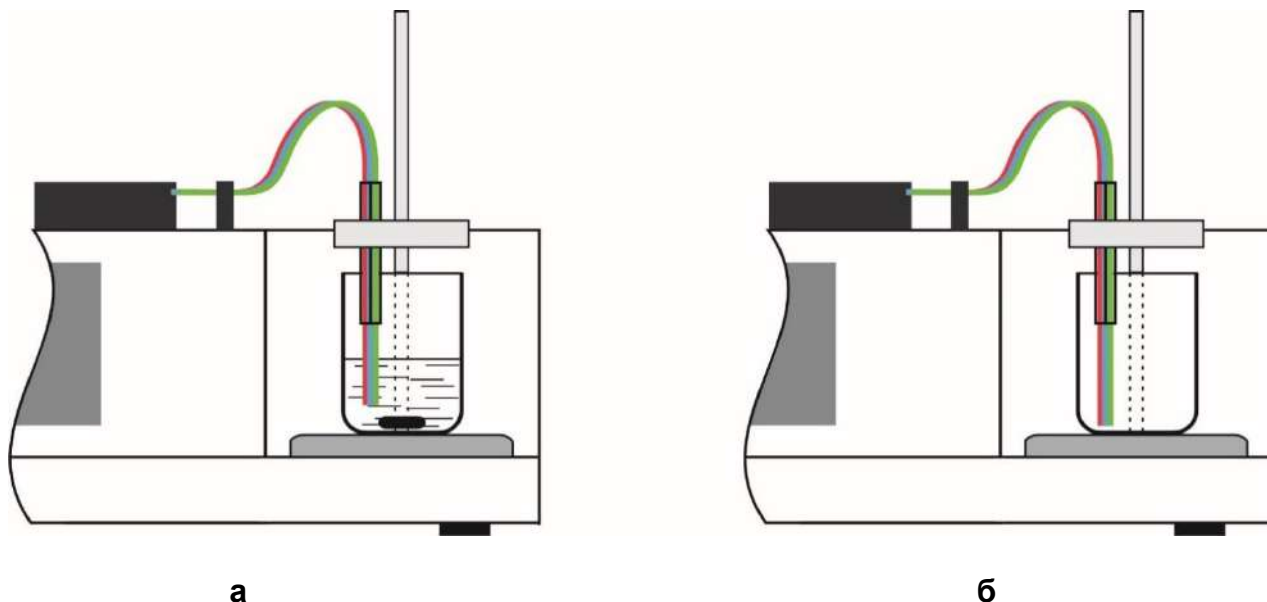


Рисунок 31 – Схема установки трех гибких трубок на участке от последнего фиксатора на основном блоке до ёмкости для титруемого или дозируемого раствора в режимах титрования/статирования (а) и дозирования (б)

При использовании ёмкости по п. 6.9.2, размещенной в фотометрической ячейке по п. 6.10.5 (в режиме фотометрического титрования/статирования), вставьте свободные концы гибких трубок в держатель гибких трубок (поз. 1 рис. 12). Отрегулируйте положение держателя чтобы трубки располагались вдоль внутренней стенки ёмкости и не перекрывали ход луча. Отрегулируйте положение трубок в держателе, чтобы их концы погрузились в титруемый раствор на максимально возможную глубину и не касались при этом вращающегося магнитного мешалника.

Схема установки гибких трубок на участке от последнего фиксатора на основном блоке до ёмкости для титруемого раствора по п. 6.9.2 представлена на рисунках 32 - 34.

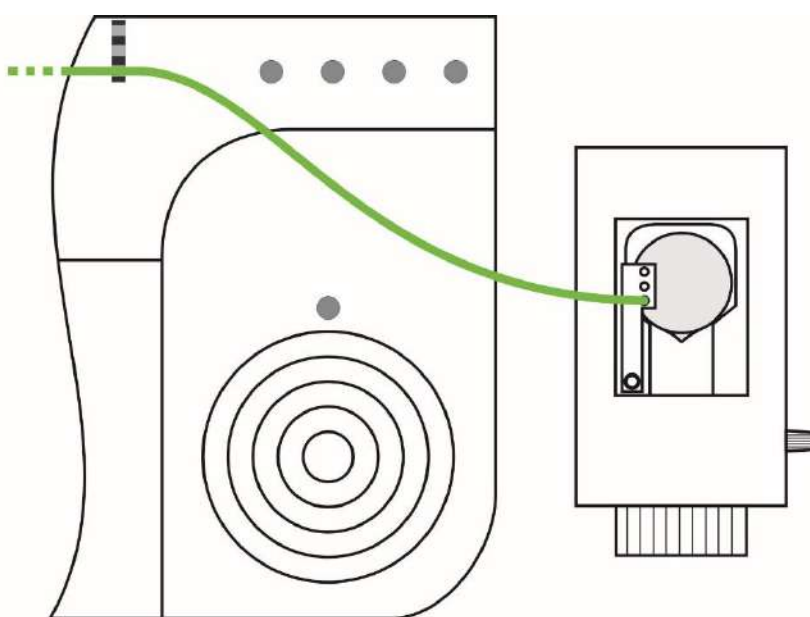


Рисунок 32 – Схема установки одной гибкой трубки на участке от последнего фиксатора на основном блоке до ёмкости для титруемого раствора по п. 6.9.2

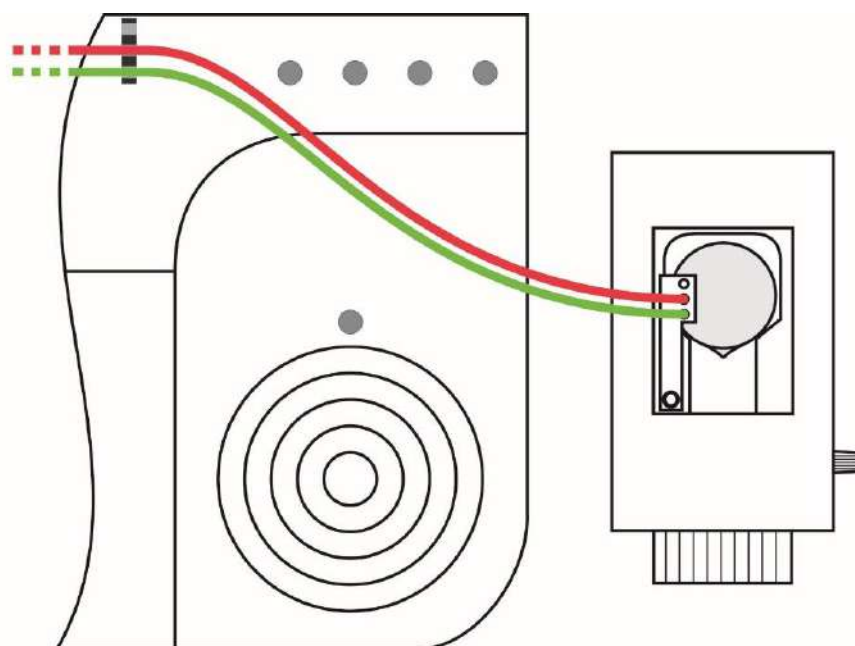
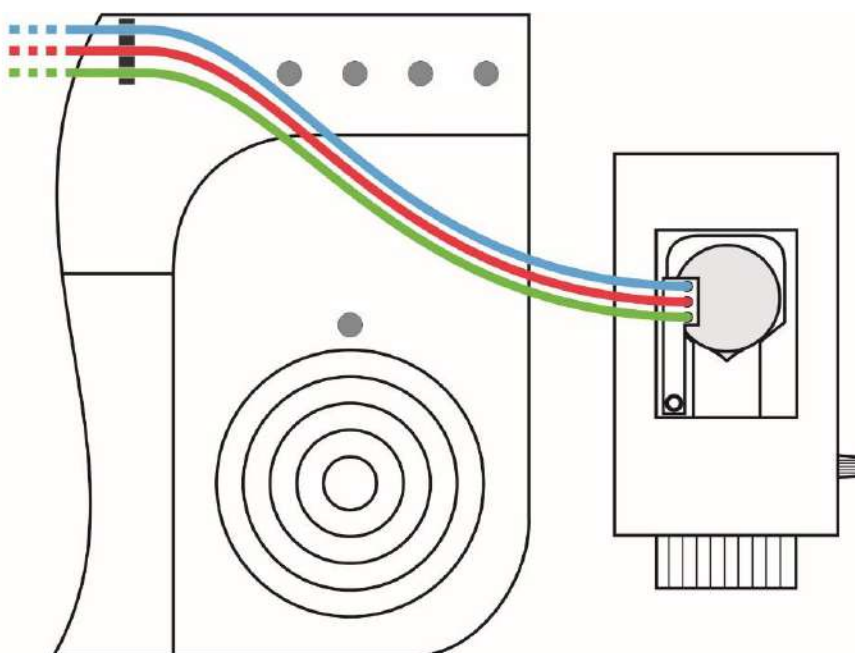


Рисунок 33 – Схема установки двух гибких трубок на участке от последнего фиксатора на основном блоке до ёмкости для титруемого раствора по п. 6.9.2



В

Рисунок 34 – Схема установки трёх гибких трубок на участке от последнего фиксатора на основном блоке до ёмкости для титруемого раствора по п. 6.9.2

11 ПОРЯДОК РАБОТЫ

11.1 Управление титратором

Титратор работает под управлением встроенного программного обеспечения «Titriion 2.0».

Управление титратором осуществляется с помощью ёмкостного сенсорного дисплея, путем касания пальцем или специальным ёмкостным стилусом области дисплея, соответствующей той или иной команде управления. Для удобства данные области оформлены в виде цветных геометрических фигур (далее по тексту - кнопок) с соответствующими надписями, символами или иными графическими идентификаторами команд управления. Касание (далее по тексту – нажатие) кнопки приводит к выполнению соответствующей команды.

Пользовательский интерфейс включает главное меню с разделами и подразделами, переход между которыми сопровождается изменением отображаемого на дисплее окна с информацией.

11.2 Главное меню

После включения пользователем основной блок титратора проводит самодиагностику для проверки защиты данных измерений. В случае успешного завершения самодиагностики на дисплее отобразится окно главного меню управления, включающего 9 кнопок управления, точное московское время и дату (в верхней строке) и служебную информацию о статусе устройства (в нижней строке).

Из главного меню осуществляется переход в разделы и подразделы меню титратора для управления титратором в разных режимах работы, доступа к архиву результатов титрования, управления памятью и настройки титратора.

Окно главного меню управления представлено на рисунке 35.

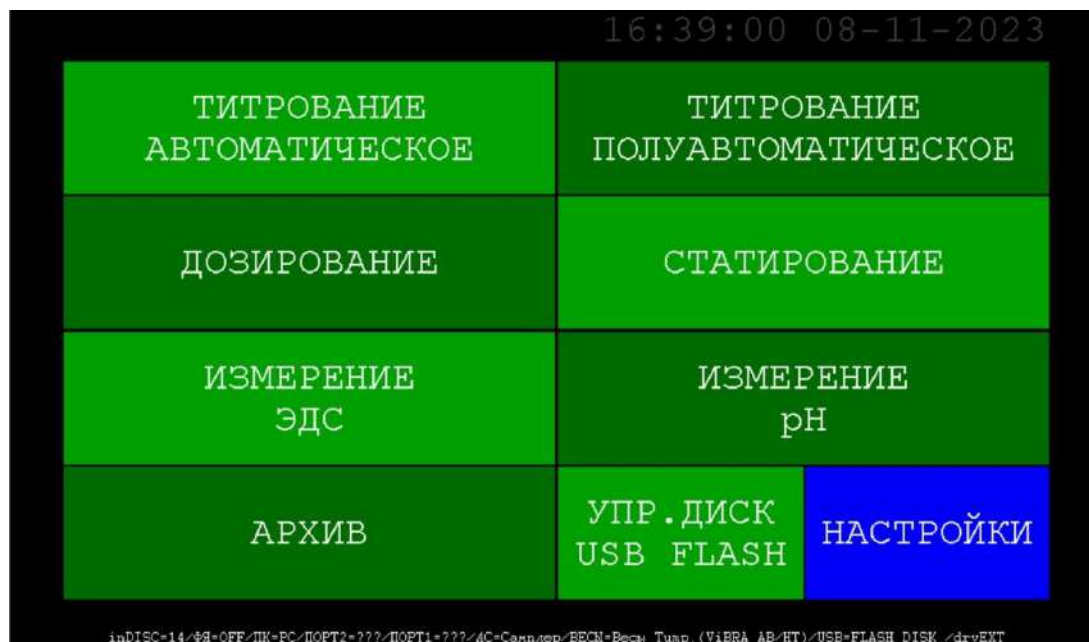


Рисунок 35 – Окно главного меню управления

Кнопка	Назначение
ТИТРОВАНИЕ АВТОМАТИЧЕСКОЕ	Переход в раздел методик автоматического титрования (автоматическое титрование по сохранённым методикам или создание новых методик автоматического титрования)
ТИТРОВАНИЕ ПОЛУАВТОМАТИЧЕСКОЕ	Переход в раздел полуавтоматического титрования (титрование с ручным регулированием параметров титрования без использования сохранённых методик)
СТАТИРОВАНИЕ	Переход в раздел статирования (автоматическое периодическое титрование раствора с поддержанием стабильного значения измеряемого параметра раствора)
ДОЗИРОВАНИЕ	Переход в раздел дозирования (автоматическое дозирование заданного объёма раствора)
ИЗМЕРЕНИЕ ЭДС	Переход в раздел измерения ЭДС (измерения ЭДС электродной системы и окислительно-восстановительного потенциала раствора)
ИЗМЕРЕНИЕ рН	Переход в раздел измерения рН (градуировка электродной системы и измерение рН раствора)
АРХИВ	Переход в раздел архива (просмотр результатов титрования, сохранённых в памяти титратора)
УПР. ДИСК USB FLASH	Переход в раздел управления дисками (управление внутренней и внешней памятью титратора)
НАСТРОЙКИ	Переход в раздел настроек (настройка параметров работы титратора)

Примечание – Цветовое оформление отображаемой на дисплее информации (фона, кнопок, надписей и пр.), а также вид и стиль оформления некоторых отображаемых элементов, может отличаться от приведенного в настоящем руководстве. Выбор цветовой схемы дисплея производится в разделе «Настройки» главного меню.


11.3 Работа в режиме измерения ЭДС электродной системы и окислительно – восстановительного потенциала (Eh)

11.3.1 Подготовка к измерениям ЭДС и Eh

Приступая к измерениям ЭДС и Eh, выполните следующие подготовительные операции:

- подготовьте и подключите ПИП по п. 10.3;
- установите ПИП и ёмкости с анализируемым раствором – по п. 10.4.1.

11.3.2 Проведение измерений ЭДС и Eh

Нажмите кнопку  в главном меню управление. На дисплее отобразится окно раздела «Измерение ЭДС», показанное на рисунке 36:

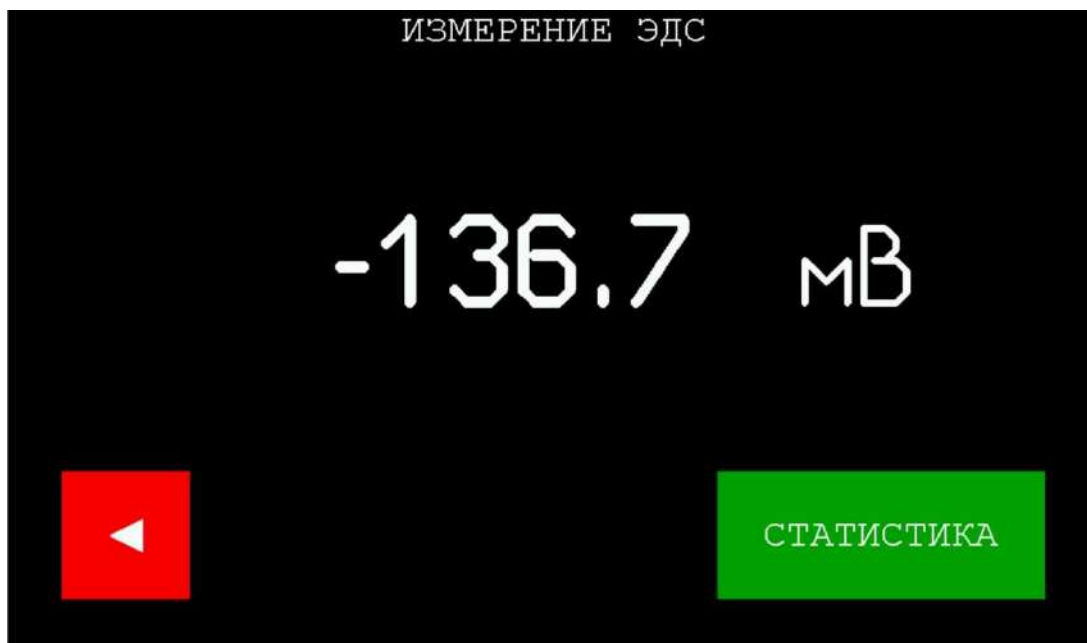





Рисунок 36 – Окно раздела «Измерение ЭДС»

Кнопка	Назначение
	Выход из режима измерения ЭДС и возврат в главное меню
	Переход в раздел статистической обработки результатов измерений

В центре окна крупным шрифтом будет отображаться измеряемое значение ЭДС.

Дождитесь стабилизации показаний и зафиксируйте результат измерения ЭДС (в данном случае, например, значение «-136,7 мВ»).

Примечание – Стабильность отображаемого результата измерения ЭДС зависит от характеристик используемой электродной системы и ряда других условий, поэтому практически всегда наблюдается некоторый дрейф показаний во времени. Результат считают стабильным, когда дрейф замедляется и становится незначительным. В случае измерений ЭДС с допускаемой погрешностью $\pm 1,5$ мВ обычно дожидаются замедления дрейфа до уровня не более 1 мВ за 30 секунд и фиксируют результат измерения ЭДС с округлением до целого значения.

После завершения измерений ЭДС (E_h) нажмите кнопку  для возврата в главное меню.

11.3.3 Проведение серии измерений ЭДС и E_h с статистической обработкой результатов

Для повышения достоверности результата измерения ЭДС рекомендуется провести серию последовательных измерений ЭДС и статистическую обработку полученной совокупности результатов с нахождением среднего арифметического значения и среднего квадратического отклонения (СКО) результатов измерений ЭДС. Для этого добавьте результаты нескольких последовательных измерений в

раздел «Статистика» и титратор автоматически рассчитает среднее арифметическое значение и СКО.

Для получения статистически обработанного результата выполните следующие действия:

- ❖ Выполните первое измерение серии и после стабилизации показаний нажмите кнопку **СТАТИСТИКА**. На дисплее отобразится окно раздела «Статистика», показанное на рисунке 37.



Рисунок 37 – Окно раздела «Статистика»


Кнопка	Назначение
	Выход из раздела «Статистика» и возврат в раздел «Измерение ЭДС»
	Поля для добавления результатов серии измерений ЭДС
	Добавление текущего результата для составления совокупности результатов
	Удаление составленной совокупности результатов и очистка полей для составления новой совокупности

*Примечание – Если поля заполнены результатами предыдущей серии измерений, нажмите кнопку **Стереть всё** для очистки полей.*

ДОБАВИТЬ
-136.7

- ❖ Нажмите кнопку для добавления первого результата (в данном случае, «-136,7») в поле с номером «01»:

01. -136.7

- ❖ Нажмите кнопку  для возврата в раздел «Измерение ЭДС», проведите следующее (второе) измерение ЭДС. После стабилизации

СТАТИСТИКА

показаний (например, «-136,3») нажмите кнопку для перехода в раздел «Статистика». Нажмите кнопку

ДОБАВИТЬ
-136.3

для добавления второго результата (в данном


02. -136.3

случае, «-136,3») в поле с номером «02»:

- ❖ После добавления второго результата на дисплее начнут отображаться итоги статистической обработки совокупности результатов измерений: среднее арифметическое значение ЭДС (мВ) и СКО, выраженное в абсолютных (мВ) и относительных (%) единицах (рисунок 38).



Рисунок 38 – Окно раздела «Статистика» с итогами статистической обработки двух результатов измерений

- ❖ Нажмите кнопку  для возврата в раздел «Измерение ЭДС», и проведите несколько следующих измерений ЭДС, добавляя аналогичным образом результаты в поля с номерами «03» - «10». После добавления каждого результата среднее арифметическое значение и СКО будут рассчитаны заново. Рекомендуется провести от 5 до 10 измерений. На рисунке 39 показано окно раздела «Статистика» с итогами статистической обработки семи результатов измерений.

СТАТИСТИКА			
01. -136.7	06. -136.7	мВ	
02. -136.3	07. -136.5	СРЕДНЕЕ -136.4	
03. -136.6	08. -136.4	СКО (7) 0.31	
04. -135.8	09. -136.4	0.23%	
05. -136.4	10. -136.4		
	Стереть всё		

Рисунок 39 – Окно раздела «Статистика» с итогами статистической обработки семи результатов измерений

- ❖ Если один из результатов заметно отличается от остальных (является выбросом из совокупности результатов), нажмите на поле с этим результатом для его исключения из совокупности. Данный выброс станет отображаться тёмным шрифтом, среднее арифметическое значение и СКО будут заново пересчитаны по остальным результатам. Повторное нажатие на поле с исключённым результатом вновь вернёт его в совокупность результатов. Данную операцию можно выполнить с любым количеством полученных результатов. На рисунке 40 показано окно раздела «Статистика» с исключённым результатом под номером «04» и заново пересчитанными итогами статистической обработки результатов измерений ЭДС. Как видно из рисунка, исключение одного результата привело к двукратному уменьшению СКО.

СТАТИСТИКА			
01. -136.7	06. -136.7	мВ	
02. -136.3	07. -136.5	СРЕДНЕЕ -136.5	
03. -136.6	08.	СКО (6) 0.16	
04. -136.8	09.	0.12%	
05. -136.4	10.		
	Стереть всё		

Рисунок 40 – Окно раздела «Статистика» с итогами статистической обработки результатов измерений ЭДС после исключения одного результата

- ❖ После завершения серии последовательных измерений ЭДС и получения итогов статистической обработки результатов нажмите кнопку

Стереть всё

, чтобы удалить имеющуюся совокупность результатов и освободить поля для заполнения новыми результатами измерений ЭДС и составления новой совокупности.

11.4 Работа в режиме измерения рН раствора

11.4.1 Подготовка к измерению рН


Приступая к измерениям рН, выполните следующие подготовительные операции:

- подготовьте и подключите ПИП – по п. 10.3;
- установите ПИП и ёмкость с анализируемым раствором по п. 10.4.1.
- приготовьте буферных растворов - рабочих эталонов рН для градуировки и контрольных измерений по прилагаемым к ним инструкциям; перед измерениями необходимо привести растворы к температуре $(25,0 \pm 0,2) ^\circ\text{C}$;
- выполните градуировку прибора по буферным растворам - рабочим эталонам рН по п. 11.4.4.

Примечание – Градуировку рекомендуется проводить непосредственно перед измерениями. Допускается приступать к измерениям без градуировки при условии проведения измерения рН в контрольном растворе (рабочем эталоне рН), в результате которого отклонение показаний прибора от номинального значения рН контрольного раствора не будет превышать 0,05 рН. В противном случае, проведение градуировки носит обязательный характер.

11.4.2 Проведение измерения pH

Измерение
pH

Нажмите кнопку  в главном меню управление. На дисплее отобразится окно раздела «Измерение pH», показанное на рисунке 41:

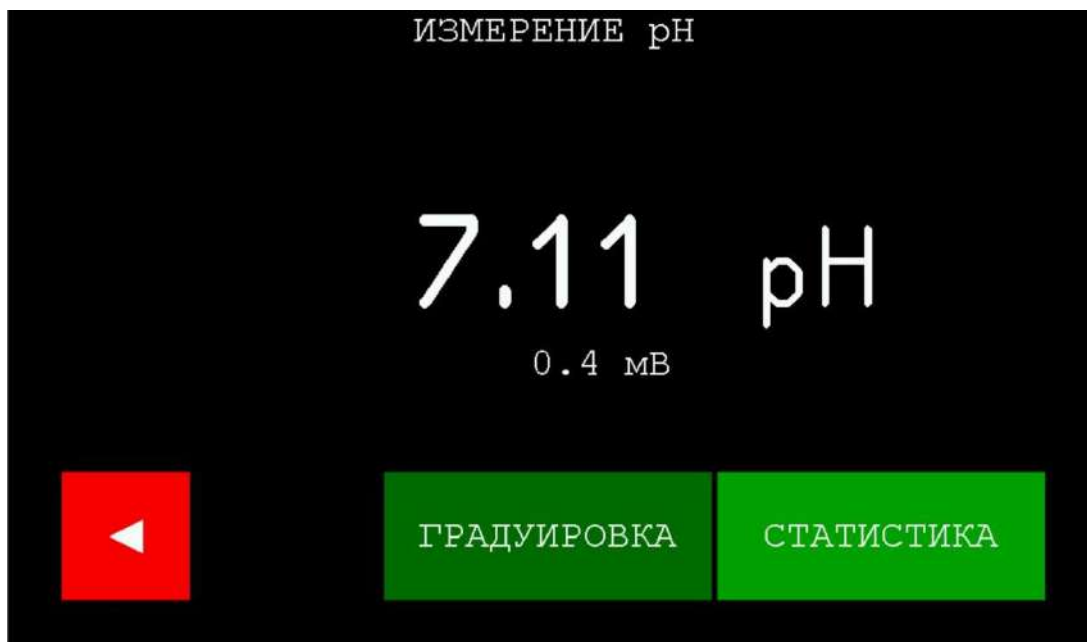






Рисунок 41 – Окно раздела «Измерение pH»

Кнопка	Назначение
	Выход из раздела измерения pH и возврат в главное меню
	Переход в раздел градуировки
	Переход в раздел статистической обработки результатов измерений

В центре окна крупным шрифтом будет отображаться измеряемое значение pH, под ним мелким шрифтом – измеряемое значение ЭДС электродной системы.

Дождитесь стабилизации показаний и зафиксируйте результат измерения pH, отображаемый в центре окна (в данном случае, например, значение «7,11 pH»).

Примечание – Стабильность отображаемого результата измерения pH зависит от характеристик используемой электродной системы и ряда других условий, поэтому практически всегда наблюдается некоторый дрейф показаний во времени. Результат считают стабильным, когда дрейф замедляется и становится незначительным. В случае измерений pH с допускаемой погрешностью $\pm 0,05$ pH обычно дожидаются замедления дрейфа до уровня не более 0,03 pH за 30 секунд и фиксируют результат.

После завершения измерений pH нажмите кнопку  для возврата в главное меню.

11.4.3 Проведение серии измерений pH с статистической обработкой результатов

Для повышения достоверности результата измерения pH рекомендуется провести серию последовательных измерений pH и статистическую обработку полученной совокупности результатов с нахождением среднего арифметического значения и среднего квадратического отклонения (СКО) результатов измерений pH. Для этого добавьте результаты нескольких последовательных измерений в раздел «Статистика» и титратор автоматически рассчитает среднее арифметическое значение и СКО.

Для получения статистически обработанного результата измерения pH выполните первое измерение серии и после стабилизации показаний нажмите



кнопку. Далее выполните действия, аналогичные получению статистически обработанного результата измерения ЭДС, изложенные в п. 11.3.3.

11.4.4 Проведение градуировки по буферным растворам – рабочим эталонам pH

11.4.4.1 Вход в раздел «Градуировка pH»



Нажмите кнопку в окне раздела «Измерение pH». На дисплее отобразится окно раздела «Градуировка pH» с результатами последней сохранённой градуировки в виде градуировочной таблицы, в которой каждая строка соответствуют определенной градуировочной точке, например, показанное на рисунке 42:

ГРАДУИРОВКА pH				НАКЛОН
1	9.18 pH	-120.0 мВ	ИЗМ	} -58.0 мВ /pH
2	4.01 pH	180.0 мВ	ИЗМ	

◀ Добавить точки

Рисунок 42 – Окно раздела «Градуировка pH»

Кнопка	Назначение
	Выход из раздела градуировки рН и возврат в раздел измерения рН
	Порядковые номера градуировочных точек
	рН-координаты градуировочных точек (значения рН буферных растворов – рабочих эталонов рН при 25 °С, использованных для градуировки)
	ЭДС-координаты градуировочных точек (измеренные в соответствующих буферных растворах или введенные вручную значения ЭДС электродной системы)
	Команда начать измерение ЭДС электродной системы в соответствующем буферном растворе
	Значение наклона электродной функции, рассчитанное для пары соседних градуировочных точек
	Добавление градуировочных точек к имеющимся в таблице

В данном случае, приведён пример градуировки по двум точкам с использованием буферных растворов – рабочих эталонов рН, воспроизводящих значения 9,18 и 4, 01 рН при 25 °С. При этом в 1-м столбце указывается номер градуировочной точки, во 2-м – значение рН буферного раствора – рабочего эталона рН при 25 °С, использованного для данной градуировочной точки, в 3-м – значение ЭДС электродной системы, измеренное в данном буферном растворе. Правее таблицы отображаются значения наклона электродной функции, рассчитанные для каждой пары соседних градуировочных точек.

Для проведения новой градуировки с использованием тех же самых буферных растворов, сразу перейдите к измерениям ЭДС.

Для проведения новой градуировки с использованием иных буферных растворов (в том числе с изменением количества используемых буферных растворов), отредактируйте градуировочную таблицу в соответствии с п. 11.4.4.2.

11.4.4.2 Редактирование градуировочной таблицы

Пользователю доступны три инструмента редактирования градуировочной таблицы: изменение рН-координат, добавление и удаление градуировочных точек.

❖ Изменение рН-координат градуировочных точек

Изменение рН-координат градуировочных точек требуется в тех случаях, когда они не соответствуют значениям рН буферных растворов, используемых для проведения новой градуировки.

Нажмите на кнопку с тем значением рН, которое требуется изменить. Например, если вместо буферного раствора «9,18 рН» планируется проводить градуировку с

использованием буферного раствора «6,86 рН», нажмите кнопку рН-координаты

9.18 рН

соответствующей градуировочной точки: . На дисплее отобразится окно для ввода значения рН в виде клавиатуры с заголовком «Точка калибровки в рН от 0 до 14», показанное на рисунке 43:




Рисунок 43 – Окно для ввода значения рН


Нажимая на кнопки с обозначениями цифр и десятичной точки, наберите на клавиатуре требуемое число, например, «6.86». Набранное значение будет отображаться в поле сверху, как показано на рисунке 44:



Рисунок 44 – Окно для ввода значения рН с набранным значением «6.86»

Примечание – Значение рН должно находиться в диапазоне от 0 до 14.

В случае ошибки при наборе значения рН нажмите кнопку , чтобы стереть последний набранный символ.

Для выхода без сохранения набранного значения рН нажмите кнопку . Чтобы сохранить набранное значение рН в градуировочной таблице нажмите

кнопку .

Если набранное значение рН, например, «15», выходит за границы диапазона допустимых значений, оно не будет сохранено в памяти титратора. На дисплее отобразится сообщение об ошибке, показанное на рисунке 45:

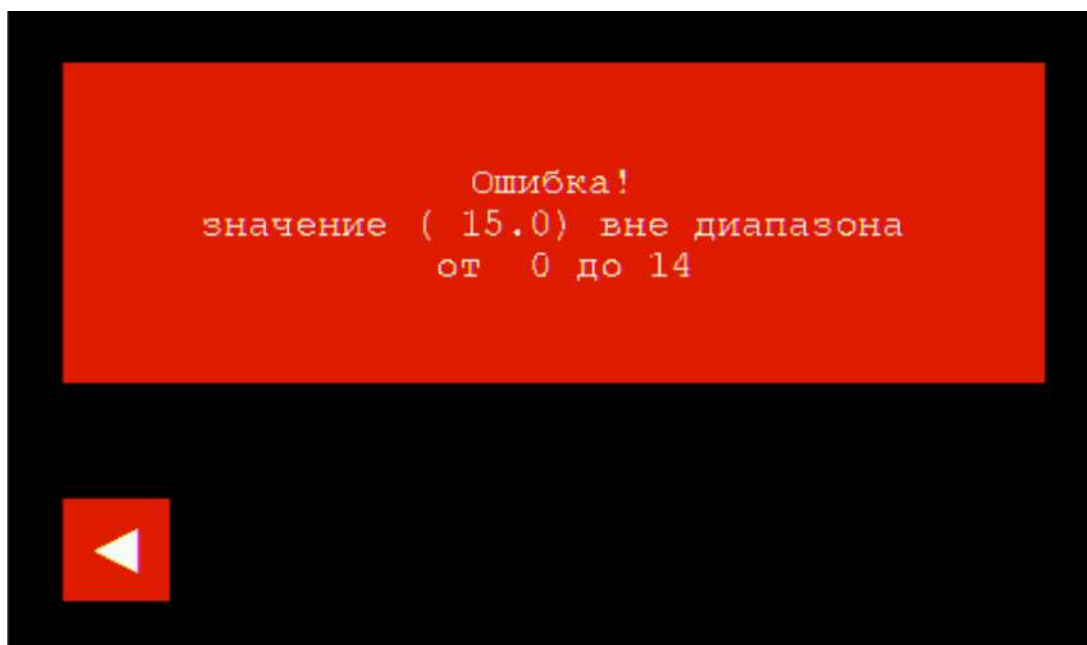



Рисунок 45 – Сообщение об ошибке ввода значения рН

Чтобы закрыть сообщение об ошибке и вернуться в окно раздела «Градуировка

рН», нажмите кнопку .

Если набранное значение рН находится в диапазоне допустимых значений, оно будет сохранено в памяти титратора. На дисплее отобразится окно раздела «Градуировка рН» с новым значением рН-координаты отредактированной градуировочной точки, показанное на рисунке 46:



Рисунок 46 – Окно раздела «Градуировка pH» после изменения pH-координаты градуировочной точки

При этом градуировочные точки автоматически упорядочатся в таблице по уменьшению значения pH-координаты, а также будут рассчитаны новые значения наклона электродной функции для каждой пары соседних градуировочных точек.

При необходимости, аналогичным образом, измените pH-координаты других градуировочных точек.

❖ Добавление градуировочных точек

В случае, когда количество буферных растворов – рабочих эталонов pH, применяемых для проведения новой градуировки, превосходит количество градуировочных точек в таблице, добавьте в таблицу требуемое количество дополнительных точек, чтобы уравнять количества точек и растворов.

Для добавления градуировочной точки в таблицу нажмите кнопку


Добавить точки

. На дисплее отобразится окно для ввода значения pH в виде клавиатуры с заголовком «Точка калибровки в pH от 0 до 14», показанное на рисунке 43.

Нажимая на кнопки с обозначениями цифр и десятичной точки, наберите на клавиатуре число, соответствующее значению pH добавляемого буферного раствора при 25 °С, например, «10.01». Набранное значение будет отображаться в поле сверху, как показано на рисунке 47:



Рисунок 47 – Окно для ввода значения рН с набранным значением «10.01»

В случае ошибки при наборе значения рН нажмите кнопку , чтобы стереть последний набранный символ.

Для выхода без сохранения набранного значения рН нажмите кнопку .

Чтобы сохранить набранное значение рН и добавить в градуировочную таблицу новую градуировочную точку с соответствующей рН-координатой нажмите кнопку



Если набранное значение рН выходит за границы диапазона допускаемых значений, оно не будет сохранено в памяти титратора. На дисплее отобразится сообщение об ошибке, аналогичное показанному на рисунке 45.

Если набранное значение рН находится в диапазоне допускаемых значений, на дисплее отобразится окно раздела «Градуировка рН» с добавленной градуировочной точкой, показанное на рисунке 48:



Рисунок 48 – Окно раздела «Градуировка pH» после добавления градуировочной точки

При этом ЭДС-координате добавленной точки будет присвоено значение по умолчанию «0,0 мВ», градуировочные точки автоматически упорядочатся в таблице по уменьшению значения pH-координаты, а также будут рассчитаны новые значения наклона электродной функции для каждой пары соседних градуировочных точек.

При необходимости, аналогичным образом, добавьте в градуировочную таблицу четвертую и пятую градуировочные точки.

Примечание – Градуировочная таблица может содержать минимум 2 и максимум 5 градуировочных точек

❖ Удаление градуировочных точек

В случае, когда количество градуировочных точек в таблице превосходит количество буферных растворов – рабочих эталонов pH, применяемых для проведения новой градуировки, удалите из таблицы требуемое количество точек, чтобы уравнивать количества точек и растворов.

Для удаления градуировочной точки из таблицы нажмите кнопку с обозначением её порядкового номера. Например, чтобы удалить первую градуировочную точку с pH-координатой «10,01 pH» из градуировочной таблицы,

представленной на рисунке 48, нажмите кнопку 1. На дисплее отобразится окно с запросом на удаление указанной градуировочной точки, показанное на рисунке 49:

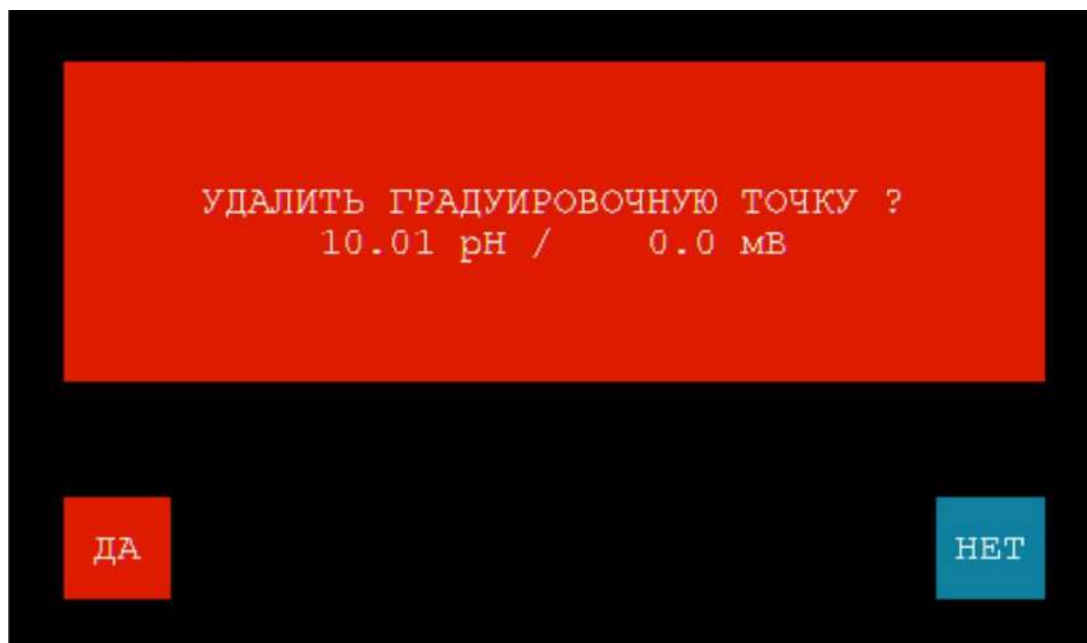


Рисунок 49 – Окно с запросом на удаление градуировочной точки

Чтобы отменить удаление точки и вернуться в раздел «Градуировка pH» без

изменения градуировочной таблицы, нажмите кнопку

Чтобы подтвердить удаление точки и вернуться в раздел «Градуировка pH» с

изменением градуировочной таблицы, нажмите кнопку . На дисплее отобразится окно раздела «Градуировка pH» с изменённой градуировочной таблицей, в которой выбранная градуировочная точка будет отсутствовать. При этом оставшиеся градуировочные точки автоматически упорядочатся в таблице по уменьшению значения pH-координаты, а также будут рассчитаны новые значения наклона электродной функции для каждой пары соседних градуировочных точек.

При необходимости, аналогичным образом, удалите требуемое количество градуировочных точек.

Примечание – Функция удаления градуировочных точек доступна, когда градуировочная таблица содержит от трёх до пяти точек. Если таблица содержит две градуировочные точки (минимально возможное количество), функция удаления становится недоступной.

11.4.4.3 Измерение ЭДС электродной системы в буферных растворах – рабочих эталонах pH (измерение ЭДС-координат градуировочных точек)

Проведите измерение ЭДС-координаты каждой градуировочной точки таблицы. Для примера, рассмотрим вариант, когда после редактирования градуировочная таблица имеет исходный вид, представленный на рисунке 50.

ГРАДУИРОВКА pH				НАКЛОН
1	9.18 pH	0.0 мВ	ИЗМ	-0.0 мВ/pH
2	6.86 pH	0.0 мВ	ИЗМ	
3	4.01 pH	0.0 мВ	ИЗМ	-0.0 мВ/pH


Добавить точки

Рисунок 50 – Исходный вид градуировочной таблицы перед измерениями ЭДС-координат градуировочных точек

Погрузите электродную систему в буферный раствор – рабочий эталон pH, приведённый к температуре $(25,0 \pm 0,2)$ °C, значение pH которого при температуре 25 °C соответствует pH-координате первой градуировочной точки (в данном случае,

pH = 9,18) и нажмите кнопку ИЗМ в первой строке таблицы.

Прибор перейдёт в состояние измерения ЭДС-координаты первой градуировочной точки и градуировочная таблица примет вид, показанный на рисунке 51.

ГРАДУИРОВКА pH				ОТМ	00:01
1	9.18 pH	-130.6 мВ	ВВОД		
2	6.86 pH	0.0 мВ	ИЗМ		
3	4.01 pH	0.0 мВ	ИЗМ		


Добавить точки

Рисунок 51 – Вид градуировочной таблицы при измерении ЭДС-координаты первой градуировочной точки

В поле ЭДС-координаты первой градуировочной точки будет отображаться измеряемое значение ЭДС электродной системы. Вместо кнопки **ИЗМ** появятся кнопки **ВВОД** и **ОТМ**. Нажатием кнопки **ОТМ** можно завершить измерение и вернуться к исходному виду градуировочной таблицы без сохранения текущего результата.

Справа от первой строки появятся показания таймера, отсчитывающего время проведения измерения **00:01**.

Дождитесь стабилизации показаний (замедления дрейфа до уровня не более 0,03 pH за 30 секунд) и нажмите кнопку **ВВОД** для сохранения результата измерения ЭДС-координаты первой градуировочной точки. Градуировочная таблица примет вид, показанный на рисунке 52.

ГРАДУИРОВКА pH				НАКЛОН
1	9.18 pH	-130.9 мВ	ИЗМ	} -56.4 мВ/pH
2	6.86 pH	0.0 мВ	ИЗМ	
3	4.01 pH	0.0 мВ	ИЗМ	} -0.0 мВ/pH



Добавить точки

Рисунок 52 – Вид градуировочной таблицы после сохранения результата измерения ЭДС-координаты первой градуировочной точки

В поле ЭДС-координаты первой градуировочной точки будет отображаться сохранённое значение ЭДС электродной системы, а также будет рассчитано новое значение наклона электродной функции для первой пары соседних градуировочных точек.

Аналогичным образом проведите измерение ЭДС-координаты второй градуировочной точки. Для этого извлеките электродную систему из раствора, промойте дистиллированной водой и погрузите в следующий буферный раствор – рабочий эталон pH, приведённый к температуре $(25,0 \pm 0,2) ^\circ\text{C}$, значение pH которого при температуре $25 ^\circ\text{C}$ соответствует pH-координате второй градуировочной точки

(в данном случае, pH = 6,86) и нажмите кнопку **ИЗМ** во второй строке таблицы.

Прибор перейдет в состояние измерения ЭДС-координаты второй градуировочной точки и градуировочная таблица примет вид, показанный на рисунке 53.

ГРАДУИРОВКА pH				
1	9.18 pH	-130.9 мВ	ИЗМ	
2	6.86 pH	-0.2 мВ	ВВОД	ОТМ 00:04
3	4.01 pH	0.0 мВ	ИЗМ	

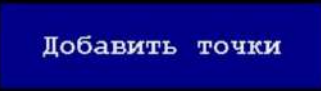




Рисунок 53 – Вид градуировочной таблицы при измерении ЭДС-координаты второй градуировочной точки

Дождитесь стабилизации показаний (замедления дрейфа до уровня не более

0,03 pH за 30 секунд) и нажмите кнопку  для сохранения результата измерения ЭДС-координаты второй градуировочной точки. Градуировочная таблица примет вид, показанный на рисунке 54.

ГРАДУИРОВКА pH				
1	9.18 pH	-130.9 мВ	ИЗМ	НАКЛОН } -56.4 мВ/pH
2	6.86 pH	-0.2 мВ	ИЗМ	
3	4.01 pH	0.0 мВ	ИЗМ	} -0.1 мВ/pH

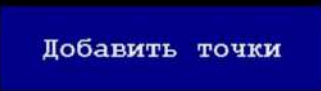



Рисунок 54 – Вид градуировочной таблицы после сохранения результата измерения ЭДС-координаты второй градуировочной точки

В поле ЭДС-координаты второй градуировочной точки будет отображаться сохранённое значение ЭДС электродной системы, а также будут рассчитаны новые значение наклона электродной функции для каждой пары соседних градуировочных точек.

Аналогичным образом проведите измерение ЭДС-координаты последней третьей градуировочной точки. Для этого извлеките электродную систему из раствора, промойте дистиллированной водой и погрузите в следующий буферный раствор – рабочий эталон рН, приведённый к температуре $(25,0 \pm 0,2) ^\circ\text{C}$, значение рН которого при температуре $25 ^\circ\text{C}$ соответствует рН-координате третьей

ИЗМ

градуировочной точки (в данном случае, рН = 4,01) и нажмите кнопку в третьей строке таблицы.

Прибор перейдёт в состояние измерения ЭДС-координаты третьей градуировочной точки и градуировочная таблица примет вид, показанный на рисунке 55.

ГРАДУИРОВКА рН				
1	9.18 рН	-130.9 мВ	ИЗМ	
2	6.86 рН	-0.2 мВ	ИЗМ	
3	4.01 рН	166.1 мВ	ВВОД	ОТМ 00:03




Рисунок 55 – Вид градуировочной таблицы при измерении ЭДС-координаты третьей градуировочной точки

Дождитесь стабилизации показаний (замедления дрейфа до уровня не более

ВВОД

0,03 рН за 30 секунд) и нажмите кнопку для сохранения результата измерения ЭДС-координаты третьей градуировочной точки. Градуировочная таблица примет вид, показанный на рисунке 56.

ГРАДУИРОВКА pH				НАКЛОН
1	9.18 pH	-130.9 мВ	ИЗМ	} -56.4 мВ/pH
2	6.86 pH	-0.2 мВ	ИЗМ	
3	4.01 pH	165.9 мВ	ИЗМ	} -58.3 мВ/pH





Рисунок 56 – Вид градуировочной таблицы после сохранения результата измерения ЭДС-координаты третьей градуировочной точки

В поле ЭДС-координаты третьей градуировочной точки будет отображаться сохранённое значение ЭДС электродной системы, а также будут рассчитаны новые значение наклона электродной функции для каждой пары соседних градуировочных точек.

После завершения измерений ЭДС-координат всех градуировочных точек убедитесь, что значения наклона электродной функции, рассчитанные для каждой пары градуировочных точек, находятся в диапазоне от минус 55 мВ до минус 60 мВ, что отвечает нормальной чувствительности применяемой электродной системы. В противном случае проведите обслуживание электродной системы в соответствии с прилагаемыми к ней паспортами или замените электродную систему и повторите градуировку. Применение электродной системы с наклоном электродной функции, не отвечающим вышеуказанному требованию, не рекомендуется.

Для завершения градуировки и возврата в раздел «Измерение pH» нажмите

кнопку .

11.4.4.4 Ввод значений ЭДС электродной системы (ввод ЭДС-координат)

В случае применения электродной системы, для которой известны точные значения ЭДС в буферных растворах – рабочих эталонах pH, допускается ручной ввод ЭДС-координат в градуировочную таблицу без проведения измерений ЭДС электродной системы в соответствующих буферных растворах по п. 11.4.4.3.

Для примера, рассмотрим вариант, когда после редактирования градуировочная таблица имеет исходный вид, представленный на рисунке 50, и все ЭДС-координаты имеют нулевые значения.

Нажмите кнопку ЭДС-координаты первой градуировочной точки с pH-координатой «9.18». На дисплее отобразится окно для ввода значения ЭДС в виде клавиатуры с заголовком «Точка калибровки в мВ от -2000 до 2000», показанное на рисунке 57:

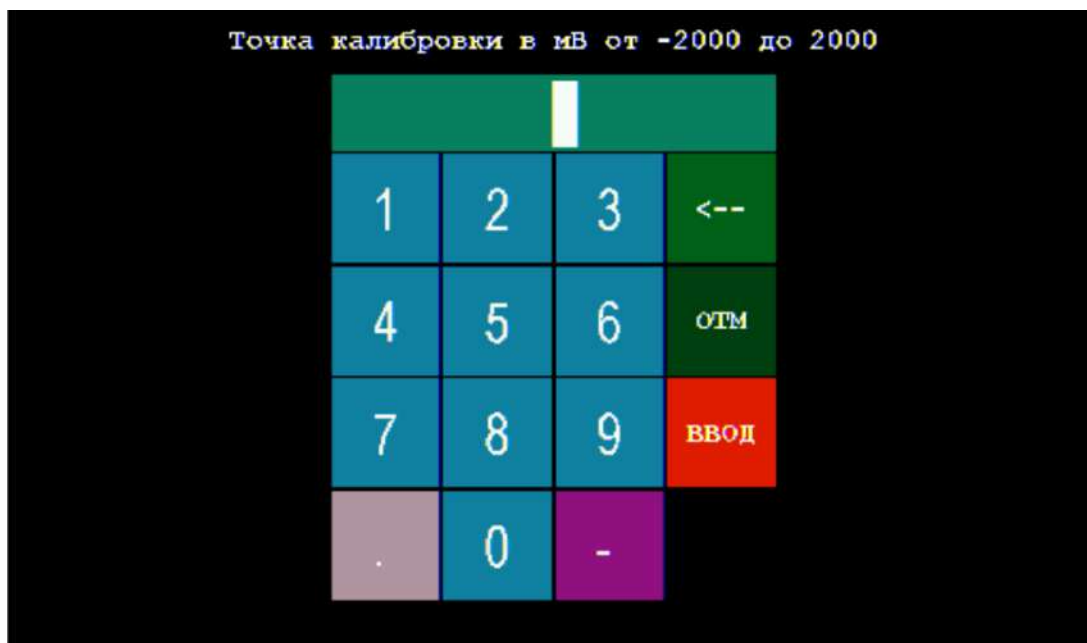



Рисунок 57 – Окно для ввода значения ЭДС


Нажимая на кнопки с обозначениями цифр, знака минус и десятичной точки, наберите на клавиатуре число, соответствующее известному значению ЭДС применяемой электродной системы в буферном растворе $pH = 9.18$ при $25\text{ }^{\circ}\text{C}$, например, «-128.6». Набранное значение будет отображаться в поле сверху, как показано на рисунке 58:



Рисунок 58 – Окно для ввода значения ЭДС с набранным значением «-128.6»

Примечание – Значение ЭДС должно находиться в диапазоне от -2000 до 2000 мВ.

В случае ошибки при наборе значения ЭДС нажмите кнопку , чтобы стереть последний набранный символ.

Для выхода без сохранения набранного значения ЭДС нажмите кнопку . Чтобы сохранить набранное значение ЭДС в градуировочной таблице нажмите

кнопку .

Если набранное значение ЭДС, например, «2500», выходит за границы диапазона допускаемых значений, оно не будет сохранено в памяти титратора. На дисплее отобразится сообщение об ошибке, показанное на рисунке 59:

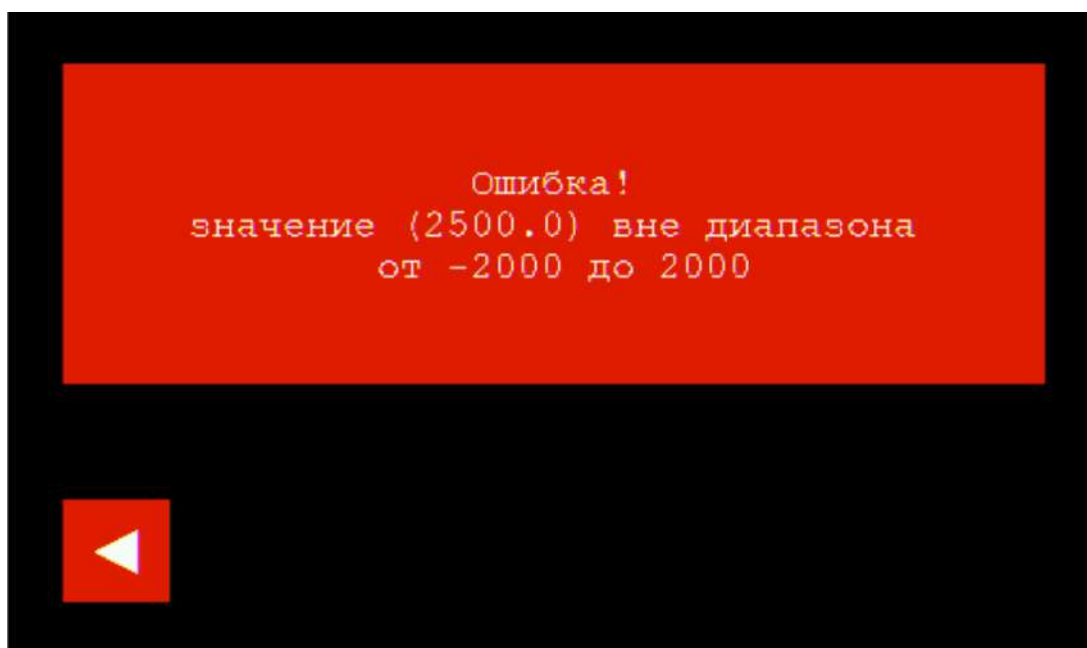



Рисунок 59 – Сообщение об ошибке ввода значения ЭДС

Чтобы закрыть сообщение об ошибке и вернуться в окно раздела «Градуировка рН», нажмите кнопку .

Если набранное значение ЭДС находится в диапазоне допускаемых значений, оно будет сохранено в памяти титратора. На дисплее отобразится градуировочная таблица с введённым вручную значением ЭДС-координаты первой градуировочной точки, показанное на рисунке 60:

ГРАДУИРОВКА pH				НАКЛОН
1	9.18 pH	-128.6 мВ	ИЗМ	} -55.4 мВ/pH
2	6.86 pH	0.0 мВ	ИЗМ	
3	4.01 pH	0.0 мВ	ИЗМ	} -0.0 мВ/pH


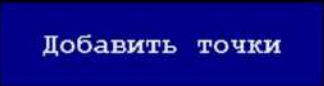



Рисунок 60 – Вид градуировочной таблицы после сохранения введённой ЭДС-координаты первой градуировочной точки

При этом будут рассчитаны новые значения наклона электродной функции для каждой пары соседних градуировочных точек.

Аналогичным образом введите ЭДС-координаты других градуировочных точек.

После завершения ввода ЭДС-координат всех градуировочных точек убедитесь, что значения наклона электродной функции, рассчитанные для каждой пары градуировочных точек, находятся в диапазоне от минус 55 мВ до минус 60 мВ, что отвечает нормальной чувствительности применяемой электродной системы. В противном случае проведите измерения ЭДС-координат по п. 11.4.4.3.

Для завершения градуировки и возврата в раздел «Измерение pH» нажмите

кнопку .

11.5 Работа в режиме дозирования заданного объёма раствора

11.5.1 Подготовка к дозированию

Приступая к дозированию заданного объёма раствора, выполните следующие подготовительные операции:

- установите одну, две или три ёмкости с дозируемыми растворами по п. 10.1 (количество ёмкостей зависит от требуемого количества дозируемых растворов: для дозирования одного раствора установите одну ёмкость; для приготовления смесей, состоящих из двух или трёх растворов, установите, соответственно, две или три ёмкости);

- установите ёмкость, в которую будут поступать дозируемые растворы в центр платформы магнитной мешалки (поз. 6 рис. 1);

- установите направляющую для гибких трубок (п. 6.7) с помощью зажима диаметром 6 мм в держатель штатива (поз. 5 рис. 1);

- установите одну, две или три гибкие трубки по п. 10.5 (количество трубок должно соответствовать количеству ёмкостей с дозируемыми растворами).

11.5.2 Вход в раздел «Дозирование автоматическое»

ДОЗИРОВАНИЕ



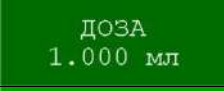
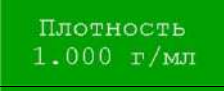




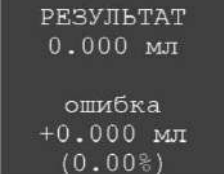
Нажмите кнопку  в главном меню управление. На дисплее отобразится окно раздела «Дозирование автоматическое», показанное на рисунке 61:



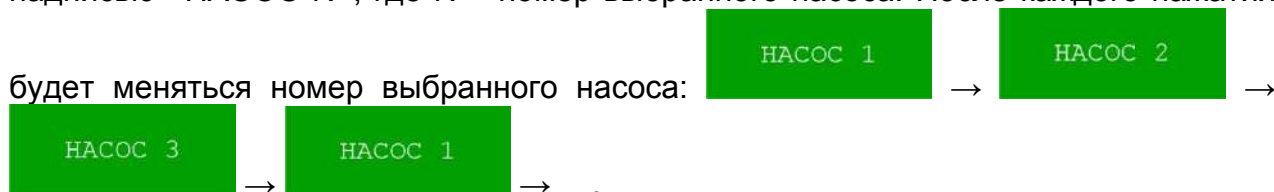
Рисунок 61 – Окно раздела «Дозирование автоматическое»


Кнопка	Назначение
	Выход из раздела дозирования и возврат в главное меню
	Отображение текущего / установка нового значения объема дозы раствора
	Отображение текущего / установка нового значения плотности раствора
	Отображение текущего / выбор нового номера насоса для проведения дозирования (номер 1, 2 или 3)
	Команда начать / остановить прокачку
	Команда начать дозирование раствора
	Переход в раздел статистической обработки результатов дозирования
	Поле отображения фактического результата дозирования и значений абсолютной и относительной ошибок дозирования (отклонения от заданного значения объема дозы)

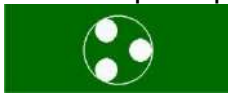
11.5.3 Заполнение гибких трубок дозируемыми растворами

Приступая к дозированию предварительно заполните каждую установленную гибкую трубку соответствующим дозируемым раствором. На время выполнения данной операции замените ёмкость, в которую должны поступать дозируемые растворы, на ёмкость для слива.

Для заполнения гибкой трубки раствором выберите насос, в котором она установлена. Выбор насоса производится последовательными нажатиями кнопки с надписью «НАСОС N», где N – номер выбранного насоса. После каждого нажатия



Выберите требуемый насос и нажмите кнопку с изображением символа насосной головки , чтобы начать прокачку раствора. Выбранный насос включится, раствор начнёт заполнять гибкую трубку. Работа насоса будет сопровождаться вращением символа насосной головки. Дождитесь полного заполнения гибкой трубки раствором (раствор должен некоторое время сливаться в

ёмкость для слива) и повторно нажмите кнопку  для остановки прокачки.

Заполните аналогичным образом все установленные гибкие трубки, выбирая соответствующие насосы.

Замените ёмкость для слива на ёмкость, в которую будут поступать дозируемые растворы.

11.5.4 Установка параметров дозирования (ввод значений объёма дозы и плотности дозируемого раствора)

Для установки параметров дозирования введите значения объёма дозы и плотности дозируемого раствора для каждого задействованного насоса. По умолчанию для каждого насоса установлены следующие значения: объём дозы – 1,000 мл, плотность – 1,000 г/мл.

Примечание – В настоящем руководстве и в меню титратора принято использовать следующие единицы объёма: «мл» (1 мл = 1 см³) и «мкл» (1 мкл = 1 мм³).

Выберите первый из задействованных насосов с установленной гибкой трубкой, заполненной первым дозируемым раствором, например, «НАСОС 1».

Введите требуемое значение объёма дозы для выбранного насоса. Для этого


нажмите кнопку . На дисплее отобразится окно для ввода значения объёма в виде клавиатуры с заголовком «Объём дозы в мл от 0,01 до 100,0», показанное на рисунке 62:



Рисунок 62 – Окно для ввода значения объёма дозы


Нажимая на кнопки с обозначениями цифр и десятичной точки, наберите на клавиатуре число, соответствующее требуемому значению объёма дозы в мл, например, «1.5». Набранное значение будет отображаться в поле сверху, как показано на рисунке 63:



Рисунок 63 – Окно для ввода значения объёма дозы с набранным значением «1.5»

Примечание – Значение объёма дозы должно находиться в диапазоне от 0,01 до 100 мл.



В случае ошибки при наборе числа нажмите кнопку , чтобы стереть последний набранный символ.

Для выхода без сохранения набранного значения объёма дозы нажмите кнопку



Чтобы сохранить набранное значение объёма дозы в памяти титратора



нажмите кнопку

Если набранное значение объёма дозы, например, «110», выходит за границы диапазона допускаемых значений, оно не будет сохранено в памяти титратора. На дисплее отобразится сообщение об ошибке, показанное на рисунке 64:

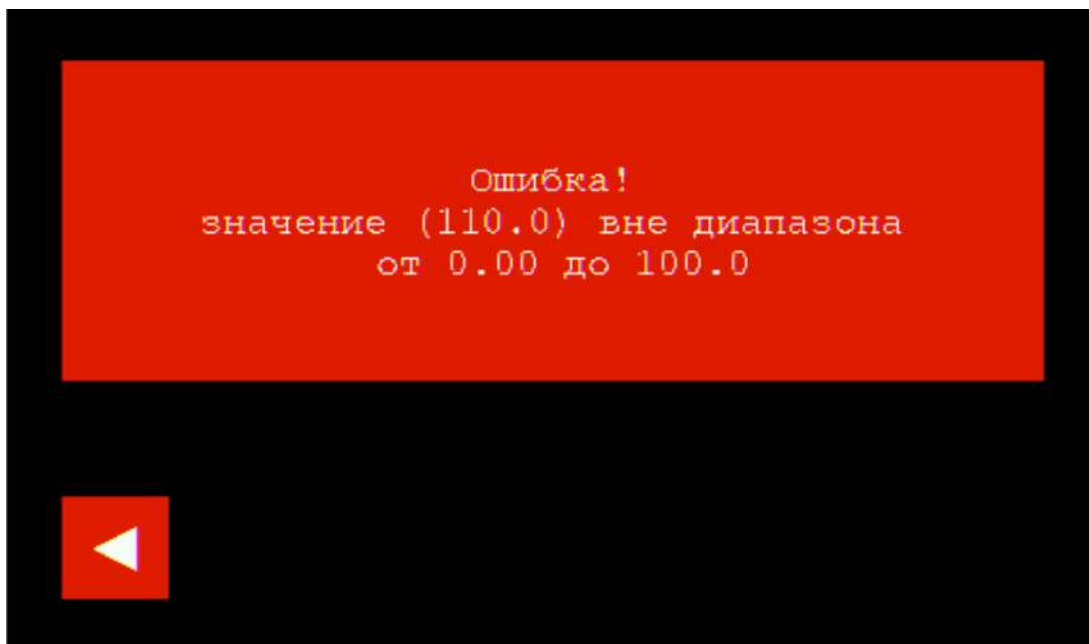



Рисунок 64 – Сообщение об ошибке ввода значения объёма дозы

Чтобы закрыть сообщение об ошибке и вернуться в окно раздела «Дозирование

автоматическое», нажмите кнопку .

Если набранное значение объёма дозы находится в диапазоне допускаемых значений, оно будет сохранено в памяти титратора. На дисплее отобразится окно раздела «Дозирование автоматическое» с новым значением объёма дозы для выбранного насоса, показанное на рисунке 65:



Рисунок 65 – Окно раздела «Дозирование автоматическое» после сохранения нового значения объёма дозы для насоса 1

Введите значение плотности дозируемого раствора для выбранного насоса.

Плотность
1.000 г/мл

Для этого нажмите кнопку Плотность
1.000 г/мл. На дисплее отобразится окно для ввода значения плотности в виде клавиатуры с заголовком «Плотность в г/мл от 0,50 до 2,00», показанное на рисунке 66:



Рисунок 66 – Окно для ввода значения плотности

Примечание – Информацию о плотности раствора можно получить с использованием литературных справочных данных или экспериментально, взвесив точно заданный объём раствора и рассчитав значение плотности ρ в


г/мл по формуле: $\rho = m/V$, где m – масса заданного объема раствора в г, V – заданный объем раствора в мл.

Нажимая на кнопки с обозначениями цифр и десятичной точки, наберите на клавиатуре число, соответствующее значению плотности в г/мл первого дозируемого раствора, например, «1.005». Набранное значение будет отображаться в поле сверху, как показано на рисунке 67:



Рисунок 67 – Окно для ввода значения плотности с набранным значением «1.005»

Примечание – Значение плотности должно находиться в диапазоне от 0,50 до 2,0 г/мл.

В случае ошибки при наборе числа нажмите кнопку , чтобы стереть последний набранный символ.

Для выхода без сохранения набранного значения плотности нажмите кнопку



Чтобы сохранить набранное значение плотности в памяти титратора нажмите



кнопку

Если набранное значение плотности, например, «2,5», выходит за границы диапазона допустимых значений, оно не будет сохранено в памяти титратора. На дисплее отобразится сообщение об ошибке, показанное на рисунке 68:

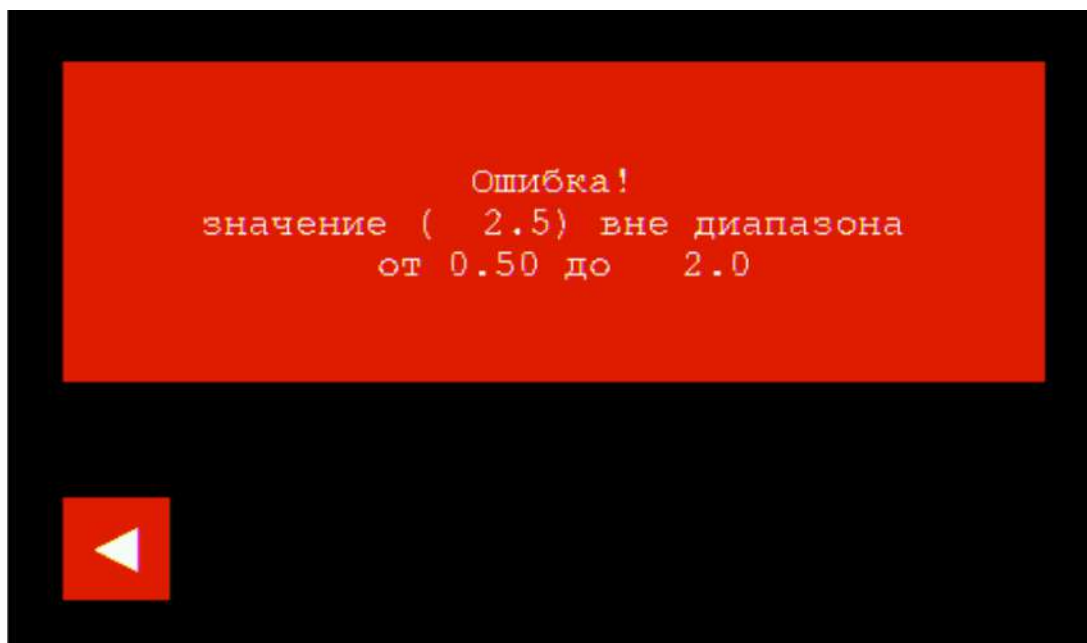


Рисунок 68 – Сообщение об ошибке ввода значения плотности

Чтобы закрыть сообщение об ошибке и вернуться в окно раздела «Дозирование

автоматическое», нажмите кнопку .

Если набранное значение плотности находится в диапазоне допустимых значений, оно будет сохранено в памяти титратора. На дисплее отобразится окно раздела «Дозирование автоматическое» с новым значением плотности дозируемого раствора для выбранного насоса, показанное на рисунке 69:



Рисунок 69 – Окно раздела «Дозирование автоматическое» после сохранения нового значения плотности для насоса 1

Аналогичным образом настройте параметры дозирования для всех задействованных насосов.

Например, если для дозирования задействованы все три насоса (используются три дозируемых раствора), то выберите «НАСОС 2», введите значения объёма дозы и плотности второго дозируемого раствора, далее выберите «НАСОС 3» и введите значения объёма дозы и плотности третьего дозируемого раствора. Таким образом, каждый насос будет индивидуально настроен для дозирования конкретного раствора.


Установленные параметры дозирования будут храниться в постоянной памяти титратора, пока не будут изменены пользователем. При каждом входе в раздел «Дозирование автоматическое» будут отображаться последние установленные значения объёма дозы и плотности дозируемых растворов.

11.5.5 Проведение дозирования

Выберите насос и убедитесь, что установлены верные параметры дозирования (установленные значения плотности соответствует плотности раствора, который перекачивает выбранный насос; установленное значение объёма дозы соответствует требуемому значению).



СТАРТ

Нажмите кнопку . Выбранный насос включится, начнётся дозирование соответствующего раствора. Работа насоса будет сопровождаться вращением символа насосной головки.

В поле отображения результата начнут отображаться увеличивающиеся значения объёма дозируемого раствора, перекаченного насосом.

В процессе дозирования титратор выполнит четыре взвешивания ёмкости с дозируемым раствором, установленной на платформе весов: при старте, после дозирования 0,1 - 0,3 мл, после дозирования 80 % объёма дозы и в завершении дозирования. Взвешивания необходимы для автоматической калибровки дозирующей системы титратора и алгоритмизации работы насоса. Каждое взвешивание длится несколько секунд (обычно от 2 до 5). На время взвешивания дозирование прервётся: насос отключится, символ насосной головки перестанет вращаться, раздастся звуковой сигнал, в поле отображения результата появится предупреждающая надпись «ВЗВЕШИВАНИЕ» (рисунок 70).



Рисунок 70 – Окно раздела «Дозирование автоматическое» в момент остановки дозирования для взвешивания ёмкости с дозируемым раствором

ВНИМАНИЕ! Во время остановок соблюдайте особую осторожность, чтобы не исказить результаты взвешивания: не дотрагивайтесь до весов и гибких трубок, исключите движение воздушных потоков. В противном случае дозирование будет выполнено с ошибками.


После окончания дозирования насос отключится, символ насосной головки перестанет вращаться, на дисплее в окне раздела «Дозирование автоматическое» отобразится фактический результат дозирования, а также значения абсолютной и относительной ошибок дозирования (отклонение от установленного значения объёма дозы), как показано на рисунке 71.



Рисунок 71 – Окно раздела «Дозирование автоматическое» после завершения дозирования

Кнопка «Статистика» изменит цвет и станет активной. При необходимости проведите серию дозирования, добавляя результаты в раздел «Статистика» для выполнения статистической обработки результатов серии дозирования (титратор автоматически рассчитает среднее арифметическое значение объема дозирования и СКО). Данная операция выполняется аналогично проведению серии измерений ЭДС и Eh с статистической обработкой результатов по п. 11.3.3.

Если прибор подготовлен к дозированию двух растворов, выберите следующий задействованный насос, убедитесь, что установлены верные параметры дозирования (установленные значения плотности соответствует плотности раствора, который перекачивает выбранный насос; установленное значение объема

дозы соответствует требуемому значению) и нажмите кнопку . Прибор выполнит автоматическое дозирование второго раствора.

Если прибор подготовлен к дозированию трёх растворов, аналогичным образом проведите дозирование третьего раствора.






11.5.6 Промывка и опорожнение гибких трубок

Внимание! После завершения дозирования в обязательном порядке следует промыть и опорожнить все заполненные растворами гибкие трубки. Не оставляйте на долгое время трубки заполненными, это может негативно сказаться на их механических свойствах и привести к их преждевременному разрушению.

Не оставляйте крышки насосных головок с установленными в них гибкими трубками закрытыми на долгое время, так как из-за продолжительного нахождения в сжатом виде трубки слипаются и становятся непригодными к дальнейшему применению. После завершения работы на титраторе обязательно откройте крышки насосных головок.

После завершения дозирования выполните промывку и опорожнение каждой заполненной дозируемым раствором гибкой трубкой следующим способом.

Замените ёмкость, в которую поступали дозируемые растворы, на ёмкость для слива.

Последовательными нажатиями кнопки  →  →  →  → выберите насос, в котором установлена подлежащая промывке гибкая трубка. Нажмите кнопку с изображением символа  насосной головки, чтобы начать прокачку раствора.

Аккуратно снимите с платформы весов ёмкость с перекачиваемым по трубке раствором и ослабьте накидную гайку гермоввода в крышке ёмкости, повернув её на несколько оборотов против часовой стрелки.

Извлеките из гермоввода конец гибкой трубки и погрузите его в стакан с промывочной жидкостью (дистиллированной водой или другим подходящим растворителем, не агрессивным к материалу, из которого изготовлены гибкие трубки).

Подождите не менее 30 секунд, чтобы промывочная жидкость полностью заполнила гибкую трубку, вытеснив находящийся в ней дозируемый раствор.

Извлеките конец гибкой трубки из стакана с промывочной жидкостью и подождите не менее 30 секунд, чтобы промывочная жидкость была полностью вытеснена воздухом.

Когда промывочная жидкость будет полностью вытеснена, нажмите кнопку



, чтобы остановить прокачку.

Ополосните промывочной жидкостью оба конца гибкой трубки снаружи, чтобы смыть с них остатки дозируемого раствора.

В завершении откройте крышку насосной головки и оставьте её в открытом положении до следующего использования титратора.

11.6 Работа в режиме полуавтоматического титрования

Режим полуавтоматического титрования рекомендуется применять в тех случаях, когда требуется проанализировать образец максимально оперативно и нет необходимости в создании и сохранении в памяти титратора методики для последующих титрований подобных образцов.

11.6.1 Подготовка к полуавтоматическому титрованию

Приступая к полуавтоматическому титрованию, выполните следующие подготовительные операции:

- установите одну, две или три ёмкости с титрантами, которые планируется использовать для проведения полуавтоматического титрования, по п. 10.1;

- подготовьте и подключите ПИП, соответствующие применяемому режиму титрования, по п. 10.3;

- установите ПИП, направляющую для гибких трубок и ёмкость с титруемым раствором в соответствии с применяемым режимом титрования по п. 10.4.2 – 10.4.7;

- установите одну, две или три гибкие трубки по п. 10.5 (количество трубок должно соответствовать количеству ёмкостей с титрантами).

- для работы в режиме полуавтоматического потенциометрического кислотно-основного титрования приготовьте буферные растворы - рабочие эталоны pH для градуировки и контрольных измерений по прилагаемым к ним инструкциям (перед измерениями необходимо привести растворы к температуре $(25,0 \pm 0,2)$ °C) и выполните градуировку прибора по п. 11.4.4.

Примечание – Градуировку рекомендуется проводить непосредственно перед титрованием. Допускается приступать к титрованию без градуировки при условии проведения измерения pH в контрольном растворе (рабочем эталоне pH), в результате которого отклонение показаний прибора от номинального значения pH контрольного раствора не будет превышать 0,05 pH. В противном случае, проведение градуировки носит обязательный характер.

11.6.2 Вход в раздел «Титрование полуавтоматическое»


ТИТРОВАНИЕ
ПОЛУАВТОМАТИЧЕСКОЕ

Нажмите кнопку в главном меню управление. На дисплее отобразится окно раздела «Титрование полуавтоматическое», показанное на рисунке 72:



Рисунок 72 – Окно раздела «Титрование полуавтоматическое»

Кнопка	Назначение
	Отображение текущего / установка нового метода титрования из списка: <ul style="list-style-type: none"> - потенциометрический мВ; - потенциометрический рН; - бипотенциометрический мВ; - биамперометрический мкА; - кондуктометрический мкСм; - фотометрический А.
	Отображение текущего / установка нового способа титрования «Регистрация кривой» или «До конечной точки» (выбор доступен только для метода «Потенциометрический рН»; для остальных методов – только «Регистрация кривой»)
	Поле отображения показаний ПИП и значения объёма израсходованного титранта
	Поле отображения графика (кривой титрования)

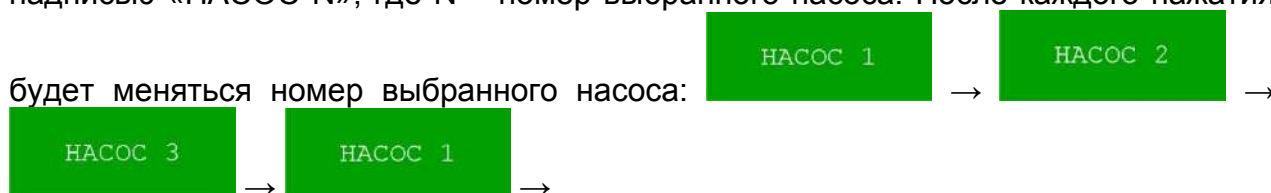
	Выход из раздела полуавтоматического титрования и возврат в главное меню
	Очистка поля отображения графика
	Отображение текущего / установка нового значения плотности титранта
	Отображение текущего / выбор нового номера насоса для дозирования титранта (номер 1, 2 или 3)
	Команда начать / остановить прокачку
	Переход к обработке графика
	Панель управления подачей титранта

11.6.3 Заполнение гибких трубок титрантами

Приступая к титрованию предварительно заполните каждую установленную гибкую трубку соответствующим титрантом. На время выполнения данной операции замените ёмкость с титруемым раствором на ёмкость для слива.

Для заполнения гибкой трубки титрантом выберите насос, в котором она установлена. Выбор насоса производится последовательными нажатиями кнопки с надписью «НАСОС N», где N – номер выбранного насоса. После каждого нажатия

будет меняться номер выбранного насоса:



Выберите требуемый насос и нажмите кнопку с изображением символа



насосной головки, чтобы начать прокачку титранта. Выбранный насос включится, титрант начнёт заполнять гибкую трубку. Работа насоса будет

сопровождаться вращением символа насосной головки. Дождитесь полного заполнения гибкой трубки титрантом (титрант должен некоторое время сливаться в



ёмкость для слива) и повторно нажмите кнопку для остановки прокачки.

Заполните аналогичным образом все установленные гибкие трубки, выбирая соответствующие насосы.

После заполнения всех установленных гибких трубок титрантами замените ёмкость для слива на ёмкость с титруемым раствором.

11.6.4 Настройка параметров полуавтоматического титрования

11.6.4.1 Указания по настройке параметров полуавтоматического титрования

Настройка параметров полуавтоматического титрования включает следующие операции:

- установку метода титрования;
- установку способа титрования (только для метода «Потенциометрический рН»);
- ввод значения плотности титранта;
- установку параметров подачи титранта (выбор режима подачи титранта, ввод значения скорости подачи титранта в потоковом режиме, ввод значений объёма дозы титранта и продолжительности паузы между дозами в дискретном режиме).


Настройка параметров выполняется индивидуально для каждого задействованного насоса.

По умолчанию для каждого насоса установлены следующие параметры: метод – «Потенциометрический мВ», способ – «Регистрация кривой», плотность – 1,000 г/мл, режим подачи титранта – «Поток», скорость подачи титранта – 5 мл/мин.

Для изменения параметров выберите первый из задействованных насосов с установленной гибкой трубкой, заполненной первым титрантом, например, «НАСОС 1», и выполните установку параметров по п. 11.6.4.2 – п. 11.6.4.8. Далее, выбирая следующие задействованные насосы («НАСОС 2» и «НАСОС 3») выполните установку параметров аналогичным образом.

11.6.4.2 Установка метода полуавтоматического титрования

В зависимости от применяемого режима титрования установите соответствующий ему метод титрования для каждого задействованного насоса. Выбор метода титрования для разных режимов титрования производится в соответствии с таблицей 1 п. 5.2.

Для установки метода титрования нажмите кнопку с названием текущего установленного метода . На дисплее отобразится окно со списком доступных методов титрования, показанное на рисунке 73:

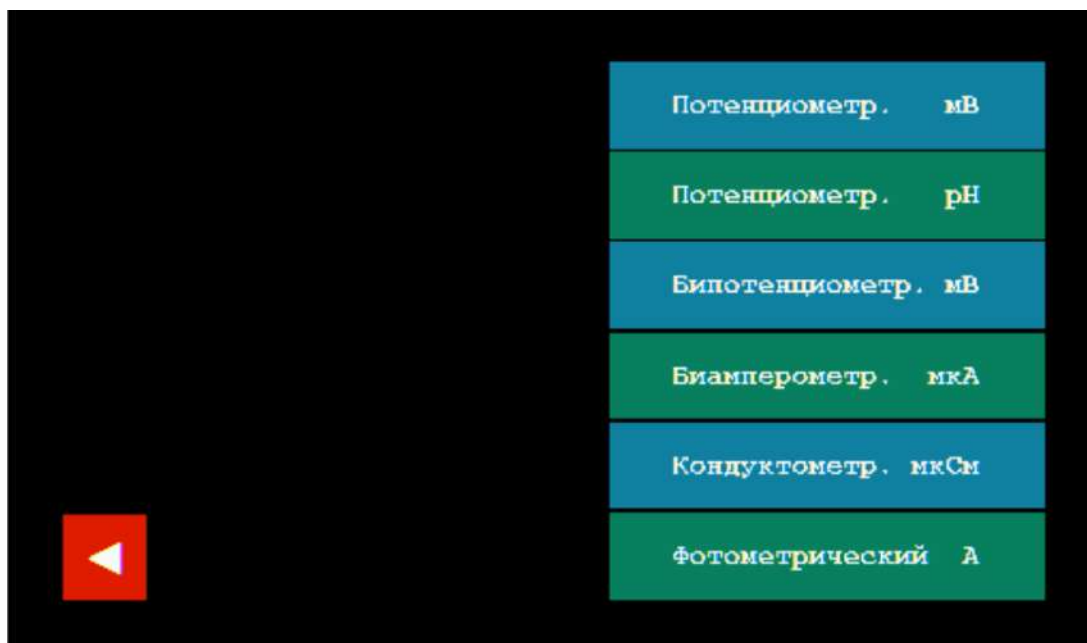


Рисунок 73 – Окно со списком доступных методов титрования

Для возврата в окно раздела «Титрование полуавтоматическое» без изменения

текущего установленного метода нажмите кнопку



Для установки нового метода титрования, например, «Кондуктометрический мкСм», нажмите на кнопку с названием соответствующего метода

Кондуктометр. мкСм

, после чего на дисплее отобразится окно раздела «Титрование полуавтоматическое» с новым установленным методом титрования для первого задействованного насоса и текущими показаниями ПИП, показанное на рисунке 74



Рисунок 74 – Окно раздела «Титрование полуавтоматическое» с установленным методом титрования «Кондуктометрический мкСм»

Для некоторых выбранных методов титрования потребуется дополнительная настройка:

Настройка метода титрования «Потенциометрический рН»

При выборе метода титрования «Потенциометрический рН» (кнопка **Потенциометр. рН**) в окне раздела «Титрование полуавтоматическое» рядом с наименованием установленного метода появится кнопка **КАЛИБР** для перехода в раздел «Градуировка рН» (рисунок 75).

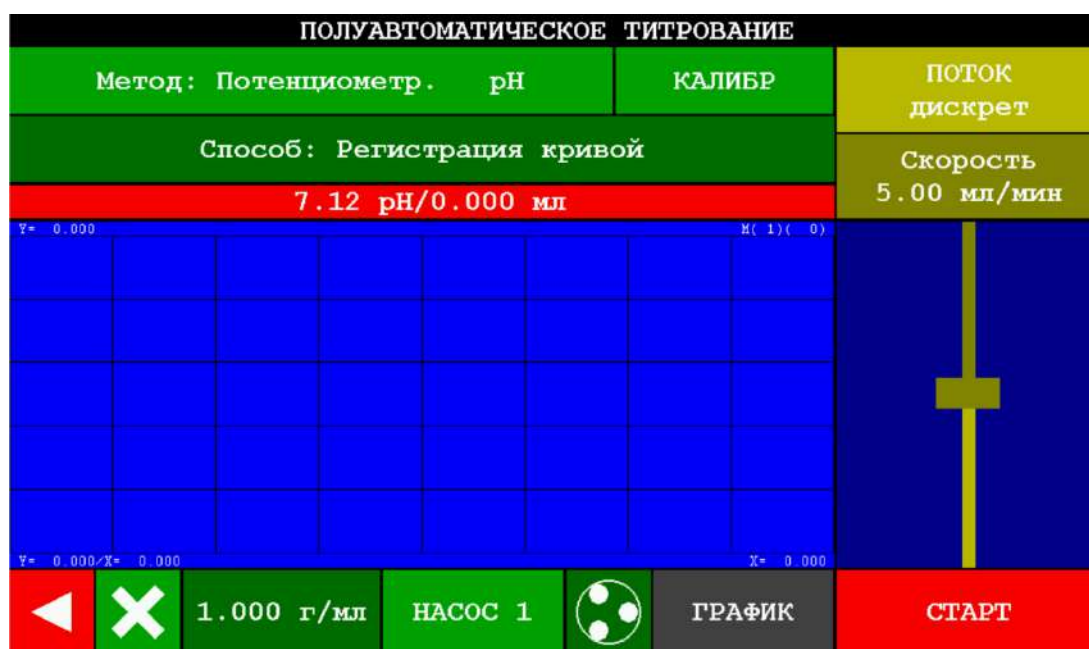


Рисунок 75 – Окно раздела «Титрование полуавтоматическое» с установленным методом титрования «Потенциометрический рН»

В случае необходимости градуировки применяемой электродной системы нажмите на кнопку **КАЛИБР** и проведите градуировку по буферным растворам – рабочим эталонам рН по п. 11.4.4.

Настройка метода титрования «Фотометрический А»

При выборе метода титрования «Фотометрический А» (кнопка **фотометрический А**) в окне раздела «Титрование полуавтоматическое» рядом с наименованием установленного метода появится кнопка **<<0>>** для зануления показаний ПИП по холостой пробе, которое необходимо выполнить перед началом титрования.

Если холостой пробой является непосредственно титруемый раствор, находящийся в ёмкости, установленной в фотометрической ячейке перед началом

титрования, нажмите кнопку **<<0>>** для зануления. Если холостой пробой является иной раствор, на время зануления замените ёмкость с титруемым раствором на аналогичную ёмкость с холостой пробой.

Убедитесь, что после выполнения зануления показание оптической плотности в поле отображения показаний ПИП приняло нулевое значение (рисунок 76):



Рисунок 76 – Окно раздела «Титрование полуавтоматическое» с установленным методом титрования «Фотометрический А» после зануления показаний ПИП по холостой пробе

Настройка метода титрования «Бипотенциометрический мВ»

При выборе метода титрования «Бипотенциометрический мВ»

Бипотенциометр. мВ

в окне раздела «Титрование полуавтоматическое»

рядом с наименованием установленного метода появится кнопка **2.0 мкА**, предназначенная для отображения текущего / установки нового значения силы тока, пропускаемого через ПИП.

Если требуется изменить текущее значение силы тока, нажмите кнопку **2.0 мкА**. На дисплее отобразится окно для ввода значения силы тока в виде клавиатуры с заголовком «Сила тока в мкА от 0 до 255», показанное на рисунке 77:



Рисунок 77 – Окно для ввода значения силы тока, пропускаемого через ПИП при титровании по методу «Бипотенциометрический мВ»


Нажимая на кнопки с обозначениями цифр и десятичной точки, наберите на клавиатуре число, соответствующее требуемому значению силы тока в мкА, например, «50». Набранное значение будет отображаться в поле сверху, как показано на рисунке 78:



Рисунок 78 – Окно для ввода значения силы тока с набранным значением «50»

Примечание – Значение силы тока должно находиться в диапазоне от 0 до 255 мкА.



В случае ошибки при наборе числа нажмите кнопку , чтобы стереть последний набранный символ.

Для выхода без сохранения набранного значения силы тока нажмите кнопку



Чтобы сохранить набранное значение силы тока в памяти титратора нажмите



кнопку

Если набранное значение силы тока, например, «300», выходит за границы диапазона допускаемых значений, оно не будет сохранено в памяти титратора. На дисплее отобразится сообщение об ошибке, показанное на рисунке 79:

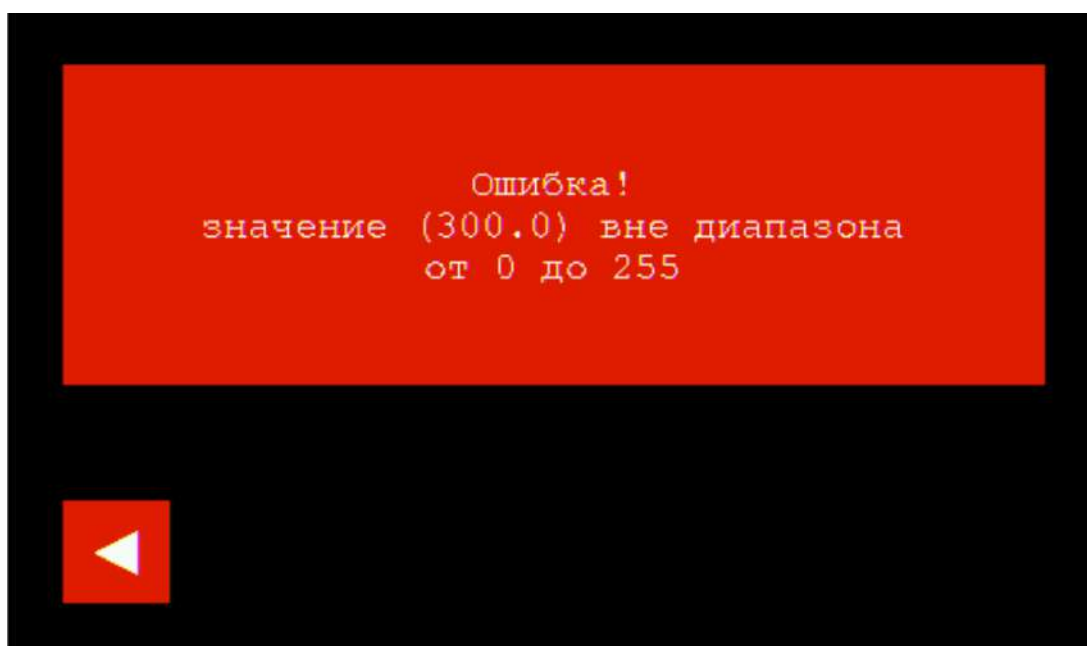



Рисунок 79 – Сообщение об ошибке ввода значения силы тока

Чтобы закрыть сообщение об ошибке и вернуться в окно раздела «Титрование

полуавтоматическое», нажмите кнопку .

Если набранное значение силы тока находится в диапазоне допускаемых значений, оно будет сохранено в памяти титратора. На дисплее отобразится окно раздела «Титрование полуавтоматическое» с новым значением силы тока, пропускаемого через ПИП, например, «50 мкА» (рисунок 80):



Рисунок 80 – Окно раздела «Титрование полуавтоматическое» после сохранения нового значения силы тока, пропускаемого через ПИП

Настройка метода титрования «Биамперометрический мкА»

При выборе метода титрования «Биамперометрический мкА»

Биамперометр. мкА

в окне раздела «Титрование полуавтоматическое»

20 мВ

рядом с наименованием установленного метода появится кнопка , предназначенная для отображения текущего / установки нового значения напряжения, подаваемого на ПИП.

Если требуется изменить текущее значение напряжения, нажмите кнопку

20 мВ

. На дисплее отобразится окно для ввода значения напряжения в виде клавиатуры с заголовком «Напряжение в мВ от 0 до 1800», показанное на рисунке 81:



Рисунок 81 – Окно для ввода значения напряжения, подаваемого на ПИП при титровании по методу «Биамперометрический мкА»


Нажимая на кнопки с обозначениями цифр и десятичной точки, наберите на клавиатуре число, соответствующее требуемому значению напряжения в мВ, например, «50». Набранное значение будет отображаться в поле сверху, как показано на рисунке 82:



Рисунок 82 – Окно для ввода значения напряжения с набранным значением «50»

Примечание – Значение напряжения должно находиться в диапазоне от 0 до 1800 мВ.



В случае ошибки при наборе числа нажмите кнопку , чтобы стереть последний набранный символ.

Для выхода без сохранения набранного значения напряжения нажмите кнопку



Чтобы сохранить набранное значение напряжения в памяти титратора нажмите



кнопку

Если набранное значение напряжения, например, «2000», выходит за границы диапазона допускаемых значений, оно не будет сохранено в памяти титратора. На дисплее отобразится сообщение об ошибке, показанное на рисунке 83:

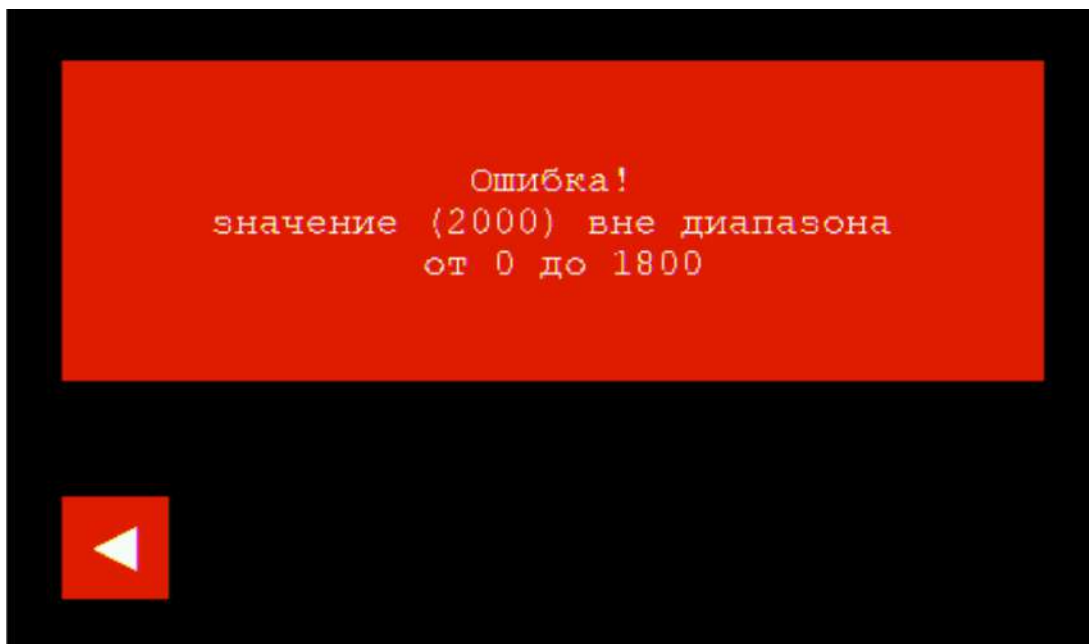



Рисунок 83 – Сообщение об ошибке ввода значения напряжения

Чтобы закрыть сообщение об ошибке и вернуться в окно раздела «Титрование

полуавтоматическое», нажмите кнопку .

Если набранное значение напряжения находится в диапазоне допускаемых значений, оно будет сохранено в памяти титратора. На дисплее отобразится окно раздела «Титрование полуавтоматическое» с новым значением напряжения, подаваемого на ПИП, например, «50 мВ» (рисунок 84):



Рисунок 84 – Окно раздела «Титрование полуавтоматическое» после сохранения нового значения напряжения, подаваемого на ПИП

11.6.4.3 Установка способа полуавтоматического титрования (только для метода «Потенциометрический рН»)

Для всех методов полуавтоматического титрования по умолчанию установлен способ титрования «Регистрация кривой». Выбор одного из двух возможных способов титрования («Регистрация кривой» или «До конечной точки») возможен только для метода «Потенциометрический рН». Для всех остальных методов полуавтоматического титрования доступен единственный способ – «Регистрация кривой».

Установите метод титрования «Потенциометрический рН» в соответствии с п. 11.6.4.2. На дисплее отобразится окно, показанное на рисунке 75. Для установки требуемого способа титрования нажмите на кнопку с отображением текущего способа. Каждое нажатие будет сопровождаться изменением отображаемого

способа: Способ: Регистрация кривой или Способ: До конечной точки 7.00 рН

При выборе способа «До конечной точки» появится дополнительная кнопка 7.00 рН, предназначенная для отображения / установки значения конечной точки титрования (КТТ) – значения рН раствора, при достижении которого титратор остановит подачу титранта. По умолчанию задано значение КТТ 7,00 рН. Если

требуется изменить текущее значение, нажмите кнопку 7.00 рН. На дисплее отобразится окно для ввода значения конечной точки титрования в виде клавиатуры с заголовком «Значение конечной точки в рН от 0 до 14», показанное на рисунке 85:

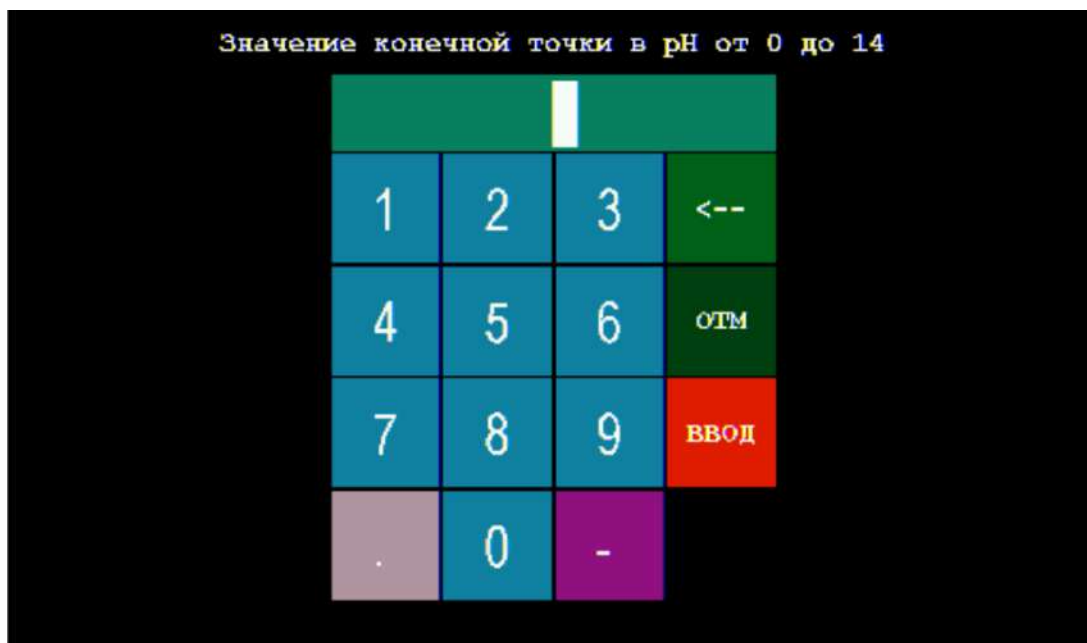



Рисунок 85 – Окно для ввода значения конечной точки титрования


Нажимая на кнопки с обозначениями цифр и десятичной точки, наберите на клавиатуре число, соответствующее требуемому значению КТТ в единицах рН, например, «8.3». Набранное значение будет отображаться в поле сверху, как показано на рисунке 86:



Рисунок 86 – Окно для ввода значения конечной точки титрования с набранным значением «8.3»

Примечание – Значение КТТ должно находиться в диапазоне от 0 до 14 рН.

В случае ошибки при наборе числа нажмите кнопку , чтобы стереть последний набранный символ.

Для выхода без сохранения набранного значения КТТ нажмите кнопку . Чтобы сохранить набранное значение КТТ в памяти титратора нажмите кнопку

.

Если набранное значение КТТ, например, «15», выходит за границы диапазона допустимых значений, оно не будет сохранено в памяти титратора. На дисплее отобразится сообщение об ошибке, показанное на рисунке 87:

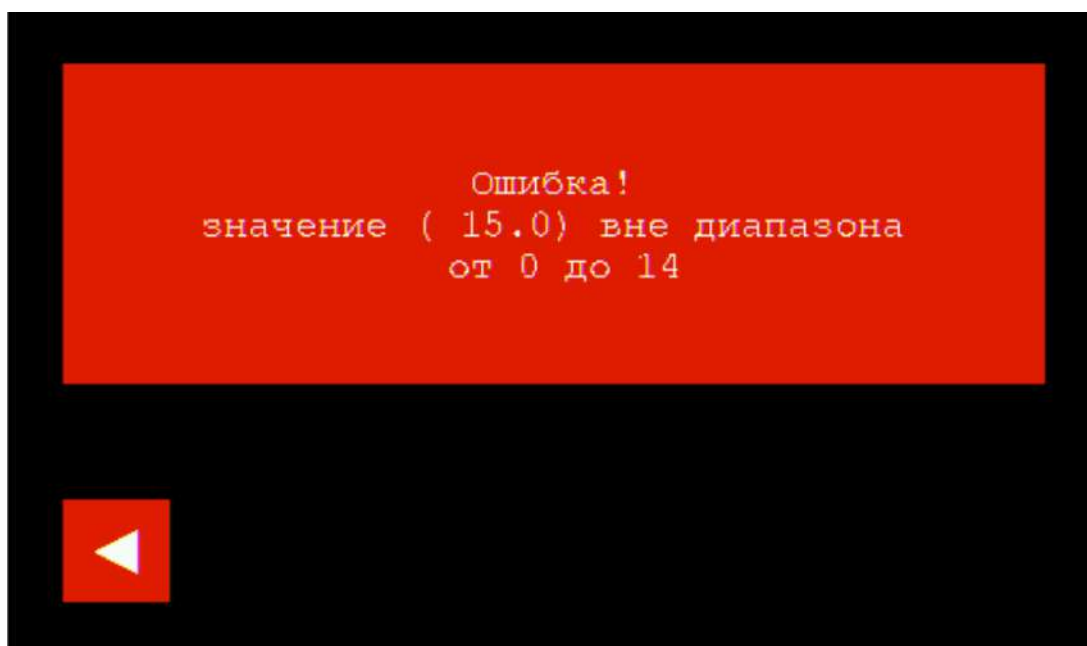



Рисунок 87 – Сообщение об ошибке ввода значения КТТ

Чтобы закрыть сообщение об ошибке и вернуться в окно раздела «Титрование полуавтоматическое», нажмите кнопку .

Если набранное значение КТТ находится в диапазоне допустимых значений, оно будет сохранено в памяти титратора. На дисплее отобразится окно раздела «Титрование полуавтоматическое» с новым значением КТТ для метода титрования «Потенциометрический рН» и способа титрования «До конечной точки», например, «8.3 рН» (рисунок 88):



Рисунок 88 – Окно раздела «Титрование полуавтоматическое» после сохранения нового значения КТТ для метода титрования «Потенциометрический pH» и способа титрования «До конечной точки»

Примечание – При выборе способа титрования «До конечной точки» вместо кнопки перехода к обработке графика **ГРАФИК** будет отображаться кнопка перехода к просмотру результата титрования **РЕЗУЛЬТАТ**.

11.6.4.4 Ввод значения плотности титранта


Введите значение плотности титранта для выбранного насоса. Для этого нажмите кнопку с отображением текущего значения плотности **1.000 г/мл**. На дисплее отобразится окно для ввода значения плотности в виде клавиатуры с заголовком «Плотность в г/мл от 0,50 до 2,00», показанное на рисунке 66.

Примечание – Информацию о плотности титранта можно получить с использованием литературных справочных данных или экспериментально, взвесив точно заданный объём титранта и рассчитав значение плотности ρ в г/мл по формуле: $\rho = m/V$, где m – масса заданного объёма титранта в г, V – заданный объём титранта в мл.

Нажимая на кнопки с обозначениями цифр и десятичной точки, наберите на клавиатуре число, соответствующее значению плотности титранта в г/мл, например, «1.005». Набранное значение будет отображаться в поле сверху, как показано на рисунке 67.

Примечание – Значение плотности должно находиться в диапазоне от 0,50 до 2,0 г/мл.



В случае ошибки при наборе числа нажмите кнопку , чтобы стереть последний набранный символ.

Для выхода без сохранения набранного значения плотности нажмите кнопку



Чтобы сохранить набранное значение плотности в памяти титратора нажмите



кнопку

Если набранное значение плотности, например, «2,5», выходит за границы диапазона допускаемых значений, оно не будет сохранено в памяти титратора. На дисплее отобразится сообщение об ошибке, показанное на рисунке 68.

Чтобы закрыть сообщение об ошибке и вернуться в окно раздела «Титрование



полуавтоматическое», нажмите кнопку

Если набранное значение плотности находится в диапазоне допускаемых значений, оно будет сохранено в памяти титратора. На дисплее отобразится окно раздела «Титрование полуавтоматическое» с новым значением плотности дозируемого раствора для выбранного насоса, показанное на рисунке 89:



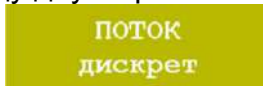
Рисунок 89 – Окно раздела «Титрование полуавтоматическое» после сохранения нового значения плотности для насоса 1

11.6.4.5 Выбор режима подачи титранта

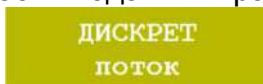
Подача титранта в ходе титрования производится в потоковом или дискретном режиме с помощью органов управления, расположенных на панели управления в правой части окна раздела «Титрование полуавтоматическое». По умолчанию установлен потоковый режим подачи титранта.

В зависимости от выбранного режима подачи титранта («ПОТОК» или «ДИСКРЕТ»), внешний вид панели управления будет иметь вид, показанный на рисунках 90 или 95. Наименование текущего режима подачи будет отображаться крупным шрифтом на верхней кнопке панели управления.

Для выбора требуемого режима подачи титранта нажмите на кнопку с наименованием текущего режима. Каждое нажатия будет приводить к переключению между двумя режимами:



- потоковый режим подачи титранта с регулированием скорости подачи титранта;



- дискретный режим подачи титранта с регулированием объёма дозы и продолжительности паузы между дозами.

Переключаться между режимами подачи титранта можно непосредственно в ходе титрования, выбирая оптимальный режим для каждой стадии титрования, например, в начале и конце титрования – потоковый режим, а при прохождении точки эквивалентности – дискретный.

11.6.4.6 Ввод значения скорости подачи титранта в потоковом режиме



Выберите потоковый режим подачи титранта. Панель управления подачей титранта будет иметь вид, показанный на рисунке 90.

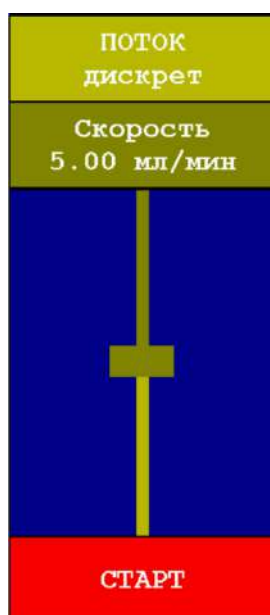
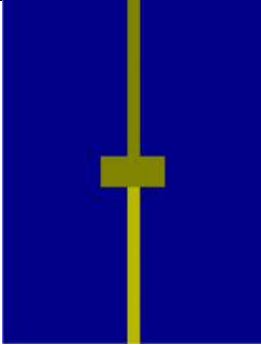



Рисунок 90 – Внешний вид панели управления подачей титранта в потоковом режиме

Кнопка	Назначение
Скорость 5.00 мл/мин	Отображение текущего / установка нового значения скорости подачи титранта (скорости титрования)

	«Ползунок» регулировки скорости подачи титранта
	Команда начать титрование

По умолчанию установлено значение скорости подачи титранта 5 мл/мин. Если требуется изменить текущее значение, воспользуйтесь ползунком регулировки скорости или введите новое значение с помощью клавиатуры. В первом случае переместите ползунок вниз для уменьшения или вверх для увеличения значения скорости. Текущее значение скорости будет отображаться на кнопке над ползунком.

Скорость
5.00 мл/мин


Во втором случае нажмите на кнопку . На дисплее отобразится окно для ввода значения скорости титрования в виде клавиатуры с заголовком «Скорость титрования в мл/мин от 0,1 до 10,0», показанное на рисунке 91:




Рисунок 91 – Окно для ввода значения скорости подачи титранта (скорости титрования)


Нажимая на кнопки с обозначениями цифр и десятичной точки, наберите на клавиатуре число, соответствующее требуемому значению скорости титрования в мл/мин, например, «3.5». Набранное значение будет отображаться в поле сверху, как показано на рисунке 92:




Рисунок 92 – Окно для ввода значения скорости титрования с набранным значением «3.5»

Примечание – Значение скорости титрования должно находиться в диапазоне от 0,1 до 10 мл/мин.

В случае ошибки при наборе числа нажмите кнопку , чтобы стереть последний набранный символ.

Для выхода без сохранения набранного значения скорости титрования нажмите кнопку  кнопку.

Чтобы сохранить набранное значение скорости титрования в памяти титратора нажмите кнопку .

Если набранное значение скорости титрования, например, «12», выходит за границы диапазона допустимых значений, оно не будет сохранено в памяти титратора. На дисплее отобразится сообщение об ошибке, показанное на рисунке 93:

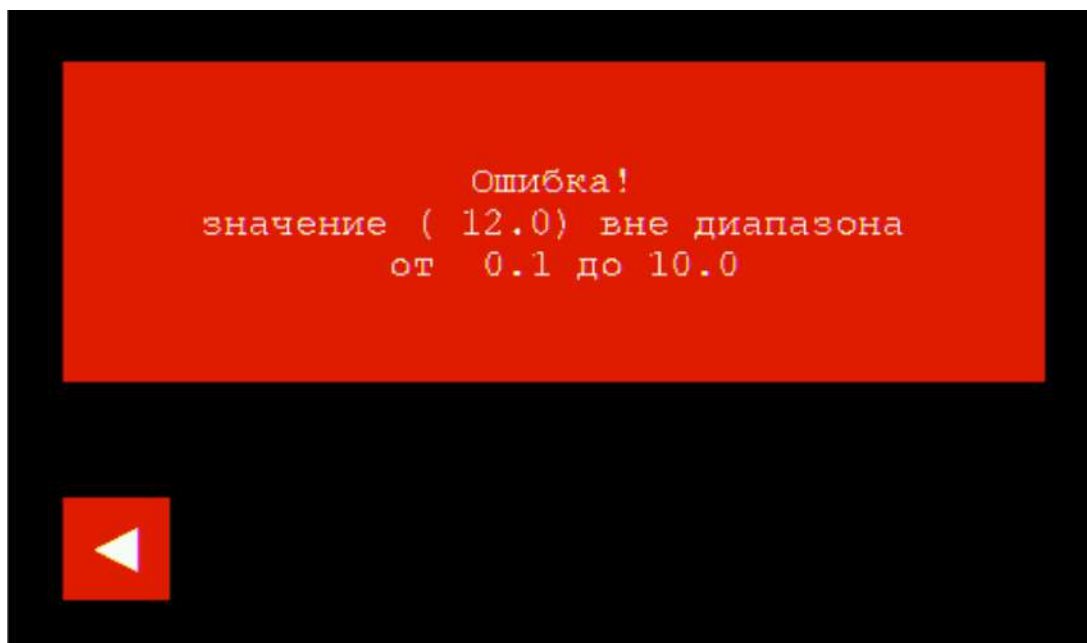



Рисунок 93 – Сообщение об ошибке ввода значения скорости титрования

Чтобы закрыть сообщение об ошибке и вернуться в окно раздела «Титрование

полуавтоматическое», нажмите кнопку .

Если набранное значение скорости титрования находится в диапазоне допустимых значений, оно будет сохранено в памяти титратора. На дисплее отобразится окно раздела «Титрование полуавтоматическое» с новым значением скорости титрования на соответствующей кнопке панели управления подачей титранта (рисунок 94):

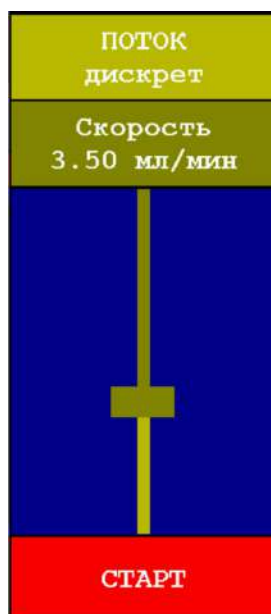


Рисунок 94 – Панель управления подачей титранта после сохранения нового значения скорости титрования 3,5 мл/мин

Примечание – Регулировать скорость подачи титранта можно не только перед началом титрования, но и непосредственно в ходе титрования во время работы насоса.

11.6.4.7 Ввод значения объёма дозы титранта в дискретном режиме



Выберите дискретный режим подачи титранта. Панель управления подачей титранта будет иметь вид, показанный на рисунке 95.

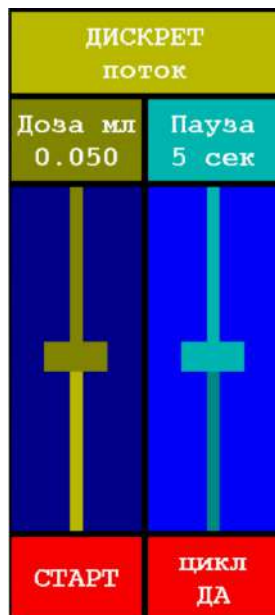



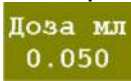
Рисунок 95 – Внешний вид панели управления подачей титранта в дискретном режиме

Кнопка	Назначение
	Отображение текущего / установка нового значения объёма дозы титранта
	«Ползунок» регулировки объёма дозы титранта
	Отображение текущего / установка нового значения продолжительности паузы между дозами титранта

	«Ползунок» регулировки продолжительности паузы между дозами титранта
СТАРТ	Команда начать титрование
ЦИКЛ ДА	Включение / отключение циклической подачи доз титранта

По умолчанию установлены следующие значения: объём дозы титранта - 0,05 мл; продолжительность паузы между дозами - 5 секунд.

Если требуется изменить текущее значение объёма дозы титранта, воспользуйтесь соответствующим ползунком регулировки или введите новое значение с помощью клавиатуры. В первом случае переместите ползунок вниз для уменьшения или вверх для увеличения значения объёма дозы. Текущее значение объёма дозы будет отображаться на кнопке над ползунком. Во втором случае

нажмите на кнопку . На дисплее отобразится окно для ввода значения объёма дозы титранта в виде клавиатуры с заголовком «Объём дозы в мл от 0,005 до 0,1», показанное на рисунке 96:

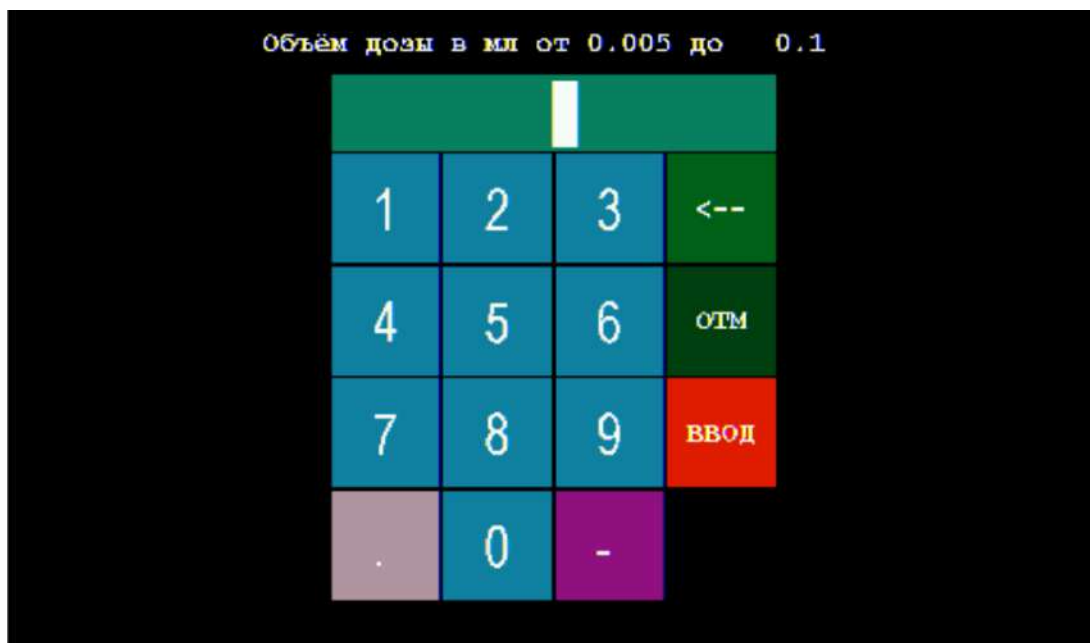


Рисунок 96 – Окно для ввода значения объёма дозы титранта


Примечание – Верхняя граница диапазона допускаемых значений объёма дозы (в данном случае 0,1 мл) соответствует установленному значению максимальной дозы и может изменяться пользователем в интервале от 0,005 до 100 мл (см. ниже).


Нажимая на кнопки с обозначениями цифр и десятичной точки, наберите на клавиатуре число, соответствующее требуемому значению объема дозы в мл, например, «0.02». Набранное значение будет отображаться в поле сверху, как показано на рисунке 97:



Рисунок 97 – Окно для ввода значения объема дозы титранта с набранным значением «0.02»

Примечание – Значение объема дозы титранта должно находиться в указанном диапазоне, в данном случае от 0,005 до 0,1 мл.

В случае ошибки при наборе числа нажмите кнопку , чтобы стереть последний набранный символ.

Для выхода без сохранения набранного значения объема дозы титранта нажмите кнопку .

Чтобы сохранить набранное значение объема дозы титранта в памяти титратора нажмите кнопку .

Если набранное значение объема дозы титранта, например, «0.2», выходит за границы диапазона допустимых значений, оно не будет сохранено в памяти титратора. На дисплее отобразится сообщение об ошибке, показанное на рисунке 98:

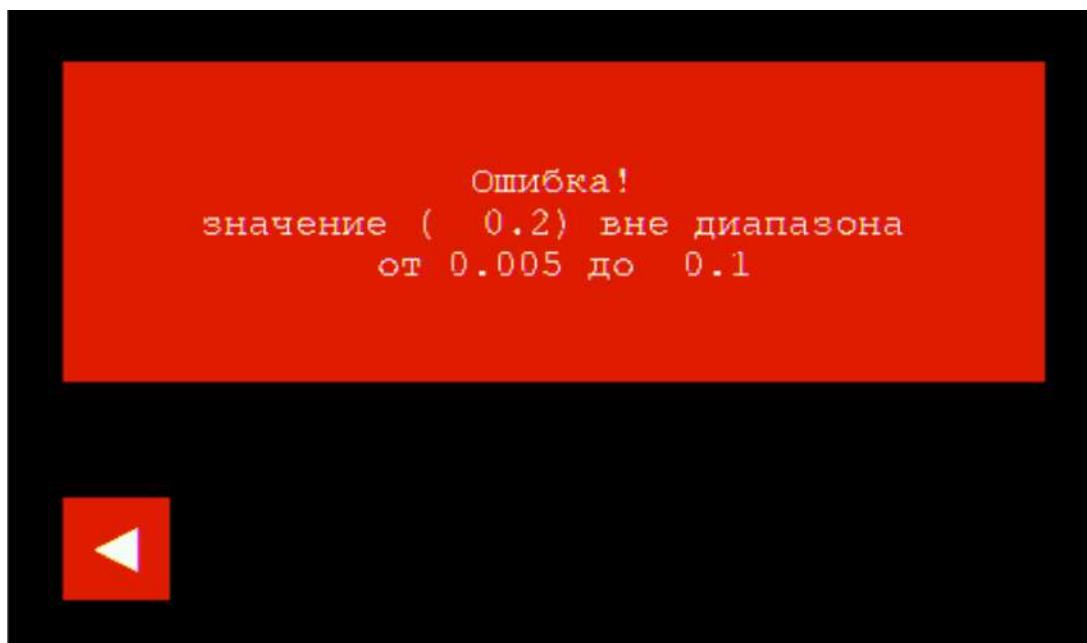


Рисунок 98 – Сообщение об ошибке ввода значения объёма дозы титранта

Чтобы закрыть сообщение об ошибке и вернуться в окно раздела «Титрование

полуавтоматическое», нажмите кнопку



Если набранное значение объёма дозы титранта находится в диапазоне допустимых значений, оно будет сохранено в памяти титратора. На дисплее отобразится окно раздела «Титрование полуавтоматическое» с новым значением объёма дозы титранта на соответствующей кнопке панели управления подачей титранта (рисунок 99):

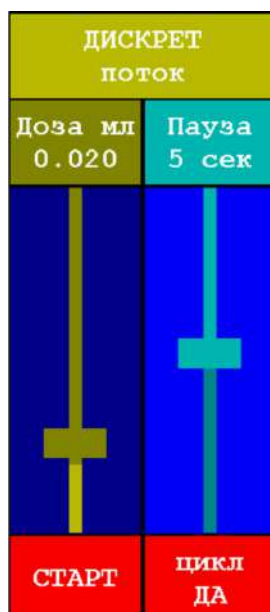


Рисунок 99 – Панель управления подачей титранта после сохранения нового значения объёма дозы титранта 0,02 мл

Если требуется изменить диапазон доступных для установки значений объёма дозы титранта, измените значение верхней границы диапазона, установив новое значение максимальной дозы. Например, для проведения титрования большими дозами (до нескольких мл) целесообразно установить значение максимальной дозы 10 мл. Напротив, для проведения титрования малыми дозами (менее 0,1 мл) лучше установить значение максимальной дозы 0,1 мл. Это позволит максимально эффективно использовать весь диапазон перемещений ползунка регулировки объёма дозы титранта для установки требуемых значений.

Для установки нового значения максимальной дозы титранта переведите ползунок регулировки объёма дозы в крайнее верхнее положение. Слово «Доза» в надписи на кнопке с текущим значением объёма дозы изменится на «МАХ», как показано на рисунке 100.

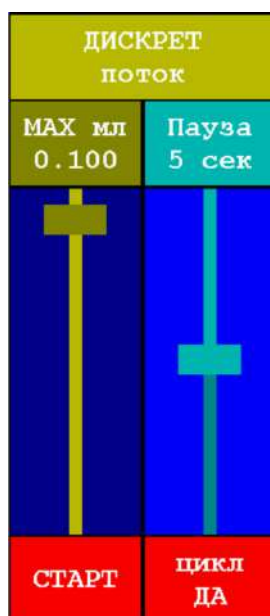


Рисунок 100 – Установка значения максимального объёма дозы титранта

МАХ мл
0.100

Нажмите на кнопку **МАХ мл 0.100**. На дисплее отобразится окно для ввода значения максимального объёма дозы титранта в виде клавиатуры с заголовком «Максимальный объём дозы в мл от 0.005 до 100.0», показанное на рисунке 101:



Рисунок 101 – Окно для ввода значения максимального объёма дозы титранта


Нажимая на кнопки с обозначениями цифр и десятичной точки, наберите на клавиатуре число, соответствующее требуемому значению максимального объёма дозы в мл, например, «0.5». Набранное значение будет отображаться в поле сверху, как показано на рисунке 102:



Рисунок 102 – Окно для ввода значения максимального объёма дозы титранта с набранным значением «0.5»

Примечание – Значение максимального объёма дозы титранта должно находиться в диапазоне от 0,005 до 100 мл.



В случае ошибки при наборе числа нажмите кнопку , чтобы стереть последний набранный символ.

Для выхода без сохранения набранного значения максимального объёма дозы



титранта нажмите кнопку

Чтобы сохранить набранное значение максимального объёма дозы титранта в



памяти титратора нажмите кнопку

Если набранное значение максимального объёма дозы титранта, например, «120», выходит за границы диапазона допускаемых значений, оно не будет сохранено в памяти титратора. На дисплее отобразится сообщение об ошибке, показанное на рисунке 103:

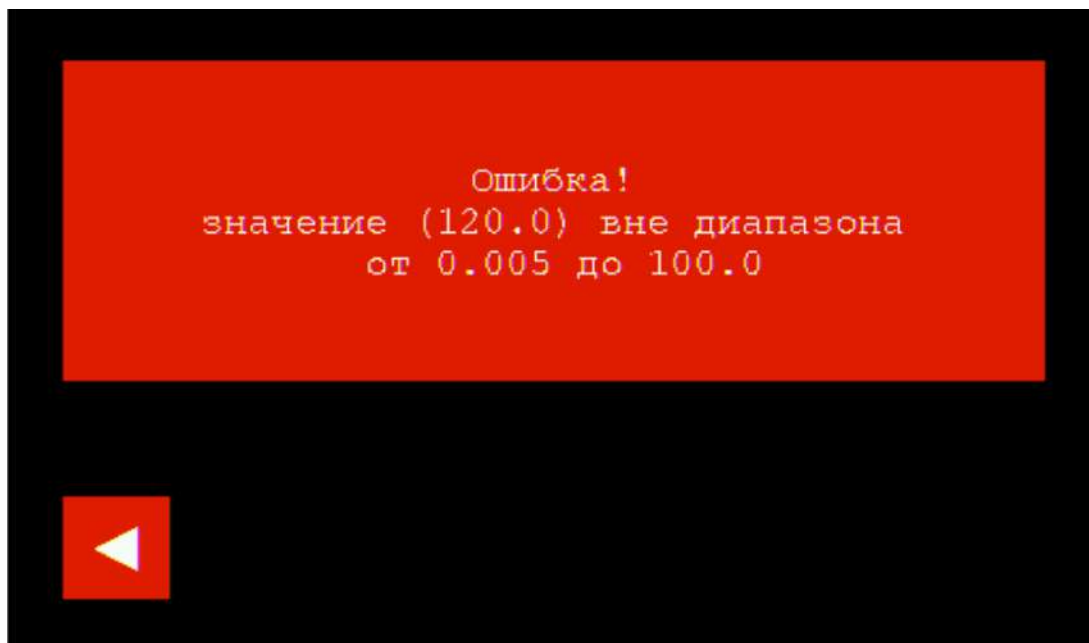


Рисунок 103 – Сообщение об ошибке ввода значения максимального объёма дозы титранта

Чтобы закрыть сообщение об ошибке и вернуться в окно раздела «Титрование



полуавтоматическое», нажмите кнопку

Если набранное значение максимального объёма дозы титранта находится в диапазоне допускаемых значений, оно будет сохранено в памяти титратора. На дисплее отобразится окно раздела «Титрование полуавтоматическое» с новым значением максимального объёма дозы титранта на соответствующей кнопке панели управления подачей титранта (рисунок 104):

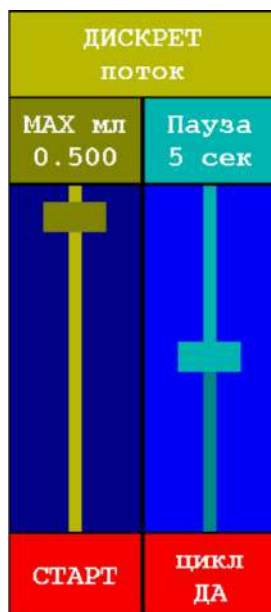


Рисунок 104 – Панель управления подачей титранта после сохранения нового значения максимального объема дозы титранта 0,5 мл

Перемещая ползунок регулировки объема дозы титранта, установите требуемое значение объема дозы титранта в новом доступном диапазоне (в данном случае от 0,005 до 0,5 мл), например, 0,3 мл, как показано на рисунке 105.

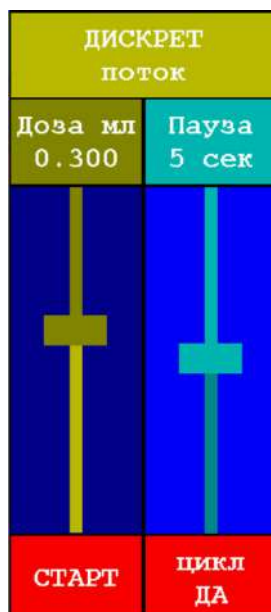


Рисунок 105 – Панель управления подачей титранта с установленным значением объема дозы титранта 0,3 мл после увеличения значения максимального объема дозы с 0,1 до 0,5 мл

Примечание – Регулировать объем дозы титранта можно не только перед началом титрования, но и непосредственно в ходе титрования во время работы насоса.

11.6.4.8 Ввод значения продолжительности паузы между дозами в дискретном режиме

Если требуется изменить текущее значение продолжительности паузы между дозами титранта, воспользуйтесь соответствующим ползунком регулировки или введите новое значение с помощью клавиатуры. В первом случае переместите ползунок вниз для уменьшения или вверх для увеличения значения продолжительности. Текущее значение продолжительности паузы будет отображаться на кнопке над ползунком. Во втором случае нажмите на кнопку

Пауза
5 сек

. На дисплее отобразится окно для ввода значения продолжительности паузы между дозами в виде клавиатуры с заголовком «Пауза между дозами в сек от 1 до 10», показанное на рисунке 106:



Рисунок 106 – Окно для ввода значения продолжительности паузы между дозами титранта


Примечание – Верхняя граница диапазона допустимых значений продолжительности паузы между дозами (в данном случае 10 сек) соответствует установленному значению максимальной продолжительности и может изменяться пользователем в интервале от 1 до 999 сек (см. ниже).


Нажимая на кнопки с обозначениями цифр и десятичной точки, наберите на клавиатуре число, соответствующее требуемому значению продолжительности паузы в сек, например, «3». Набранное значение будет отображаться в поле сверху, как показано на рисунке 107:




Рисунок 107 – Окно для ввода значения продолжительности паузы между дозами титранта с набранным значением «3»

Примечание – Значение продолжительности паузы между дозами титранта должно находиться в указанном диапазоне, в данном случае от 0 до 10 сек.

В случае ошибки при наборе числа нажмите кнопку , чтобы стереть последний набранный символ.

Для выхода без сохранения набранного значения продолжительности паузы нажмите кнопку .

Чтобы сохранить набранное значение продолжительности паузы в памяти титратора нажмите кнопку .

Если набранное значение продолжительности паузы между дозами титранта, например, «15», выходит за границы диапазона допустимых значений, оно не будет сохранено в памяти титратора. На дисплее отобразится сообщение об ошибке, показанное на рисунке 108:

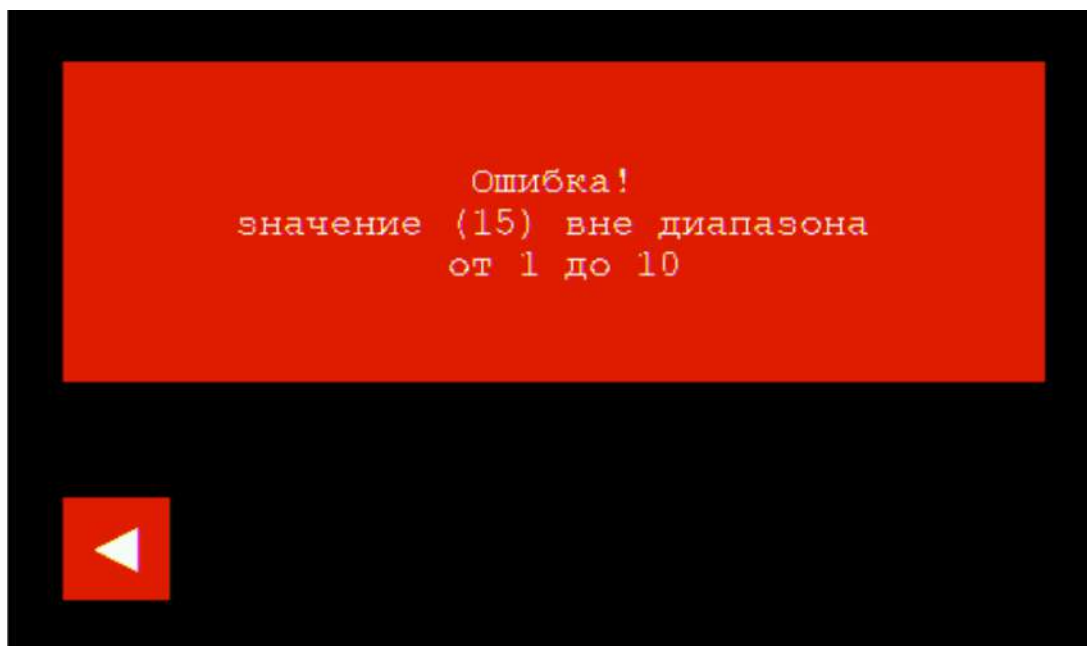



Рисунок 108 – Сообщение об ошибке ввода значения продолжительности паузы между дозами титранта

Чтобы закрыть сообщение об ошибке и вернуться в окно раздела «Титрование

полуавтоматическое», нажмите кнопку .

Если набранное значение продолжительности паузы находится в диапазоне допустимых значений, оно будет сохранено в памяти титратора. На дисплее отобразится окно раздела «Титрование полуавтоматическое» с новым значением продолжительности паузы между дозами титранта на соответствующей кнопке панели управления подачей титранта (рисунок 109):

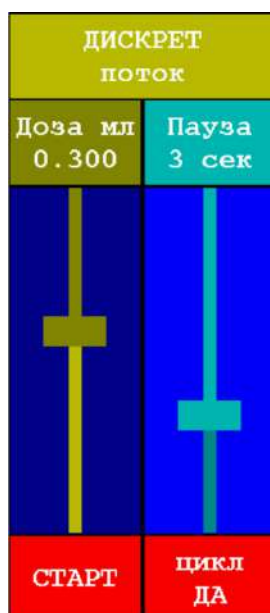


Рисунок 109 – Панель управления подачей титранта после сохранения нового значения продолжительности паузы между дозами титранта 3 мл

Если требуется изменить диапазон доступных для установки значений продолжительности паузы между дозами титранта, измените значение верхней границы диапазона, установив новое значение максимальной продолжительности паузы. Например, для проведения титрования с длительными паузами между дозами титранта (до нескольких десятков сек) целесообразно установить значение максимальной продолжительности 100 сек. Напротив, для проведения титрования с короткими паузами между дозами титранта (несколько сек) лучше установить значение максимальной продолжительности 10 сек. Это позволит максимально эффективно использовать весь диапазон перемещений ползунка регулировки продолжительности паузы для установки требуемых значений.

Для установки нового значения максимальной продолжительности паузы между дозами титранта переведите ползунок регулировки продолжительности паузы в крайнее верхнее положение. Слово «Пауза» в надписи на кнопке с текущим значением продолжительности паузы изменится на «МАХ», как показано на рисунке 110.

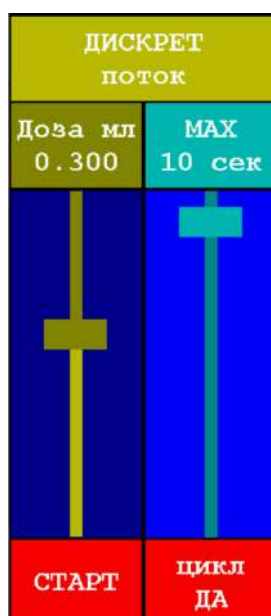


Рисунок 110 – Установка значения максимальной продолжительности паузы между дозами титранта


Нажмите на кнопку . На дисплее отобразится окно для ввода значения максимальной продолжительности паузы между дозами титранта в виде клавиатуры с заголовком «Максимальная пауза между дозами в сек от 1 до 999», показанное на рисунке 111:




Рисунок 111 – Окно для ввода значения максимальной продолжительности паузы между дозами титранта


Нажимая на кнопки с обозначениями цифр и десятичной точки, наберите на клавиатуре число, соответствующее требуемому значению максимальной продолжительности паузы в сек, например, «50». Набранное значение будет отображаться в поле сверху, как показано на рисунке 112:




Рисунок 112 – Окно для ввода значения максимальной продолжительности паузы между дозами титранта с набранным значением «50»

Примечание – Значение максимальной продолжительности паузы между дозами титранта должно находиться в диапазоне от 1 до 999 сек.

В случае ошибки при наборе числа нажмите кнопку , чтобы стереть последний набранный символ.

Для выхода без сохранения набранного значения максимальной продолжительности паузы между дозами титранта нажмите кнопку .

Чтобы сохранить набранное значение максимальной продолжительности паузы между дозами титранта в памяти титратора нажмите кнопку .

Если набранное значение максимальной продолжительности паузы между дозами титранта, например, «1000», выходит за границы диапазона допускаемых значений, оно не будет сохранено в памяти титратора. На дисплее отобразится сообщение об ошибке, показанное на рисунке 113:

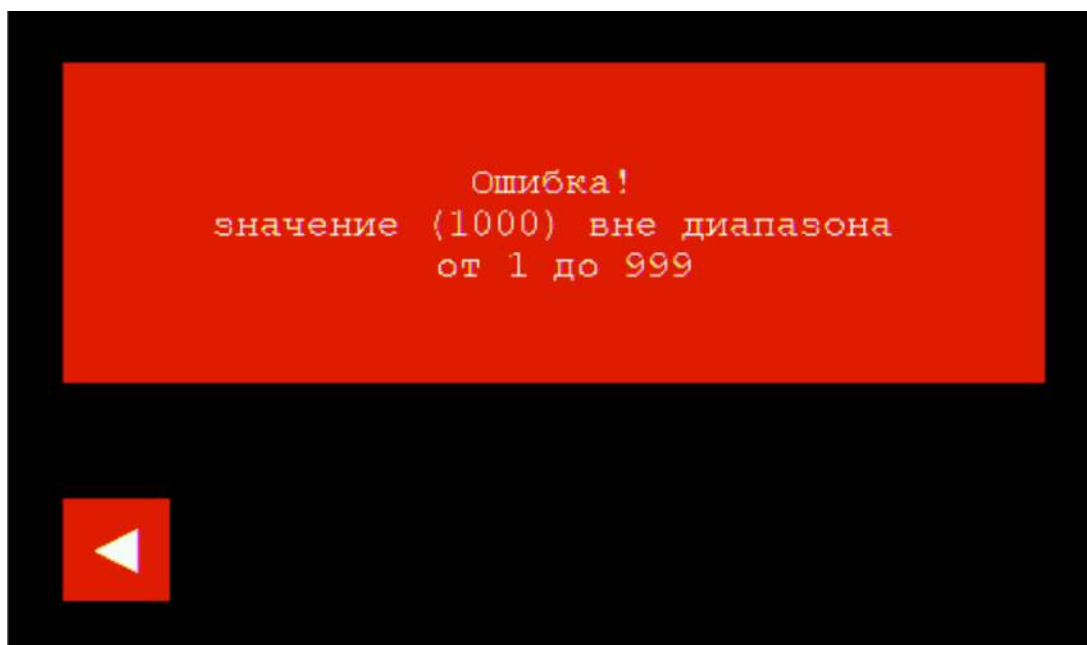



Рисунок 113 – Сообщение об ошибке ввода значения максимальной продолжительности паузы между дозами титранта

Чтобы закрыть сообщение об ошибке и вернуться в окно раздела «Титрование полуавтоматическое», нажмите кнопку .

Если набранное значение максимальной продолжительности паузы между дозами титранта находится в диапазоне допускаемых значений, оно будет сохранено в памяти титратора. На дисплее отобразится окно раздела «Титрование полуавтоматическое» с новым значением максимальной продолжительности паузы между дозами титранта на соответствующей кнопке панели управления подачей титранта (рисунок 114):

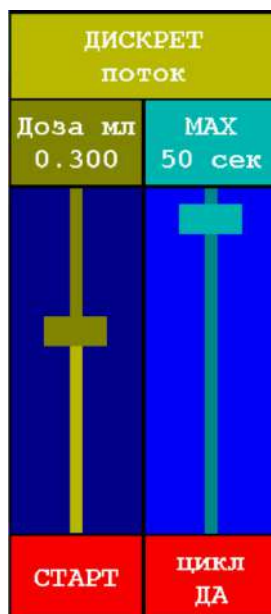


Рисунок 114 – Панель управления подачей титранта после сохранения нового значения максимальной продолжительности паузы между дозами титранта 50 сек

Перемещая ползунок регулировки продолжительности паузы между дозами титранта, установите требуемое значение продолжительности паузы в новом доступном диапазоне (в данном случае от 1 до 50 сек), например, 20 сек, как показано на рисунке 115.

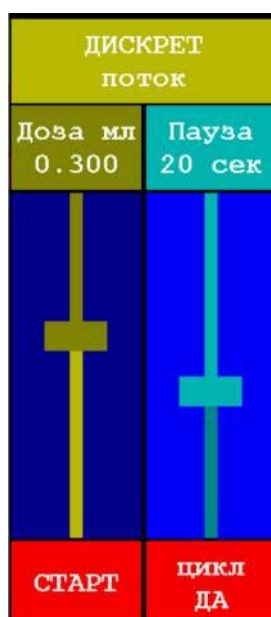


Рисунок 115 – Панель управления подачей титранта с установленным значением продолжительности паузы между дозами титранта 20 сек после увеличения значения максимальной продолжительности паузы между дозами титранта с 10 до 50 сек

Примечание – Регулировать продолжительность паузы между дозами титранта можно не только перед началом титрования, но и непосредственно в ходе титрования во время работы насоса.

11.6.5 Проведение полуавтоматического титрования

Проведение полуавтоматического титрования включает несколько стадий:

- запуск титрования;
- управление подачей титранта в ходе титрования;
- завершение подачи титранта;
- обработка кривой и просмотр результатов титрования;
- сохранение результатов и завершение титрования.

11.6.5.1 Запуск полуавтоматического титрования

Выберите насос, убедитесь, что установлены верные параметры титрования и

нажмите кнопку **СТАРТ** на панели управления подачей титранта. Титратор запустит процесс титрования, выбранный насос включится и начнётся подача соответствующего титранта, что будет сопровождаться следующими изменениями отображаемой на дисплее информации (рисунок 116):

- надпись на кнопке **СТАРТ** изменится на **СТОП**;
- работа насоса будет сопровождаться вращением символа насосной головки ;
- кнопки установки метода и способа титрования, номера насоса и значения плотности станут неактивными до момента завершения титрования;
- если титрование проводится способом «До конечной точки» методом «Потенциометрический рН», кнопка перехода к просмотру результата будет оставаться неактивной до момента достижения конечной точки титрования и прекращения подачи титранта;
- во время отображения команды **СТОП** до момента переключения на команду **СТАРТ** временно неактивными также становятся кнопки возврата в главное меню, очистки поля отображения графика, перехода к обработке графика (при титровании способом «Регистрация кривой») и выбора режима подачи титранта;
- в поле отображения графика начнётся построение кривой титрования с автоматическим масштабированием по высоте и ширине поля;
- над графиком начнут отображаться текущие показания ПИП и значение объёма израсходованного титранта.

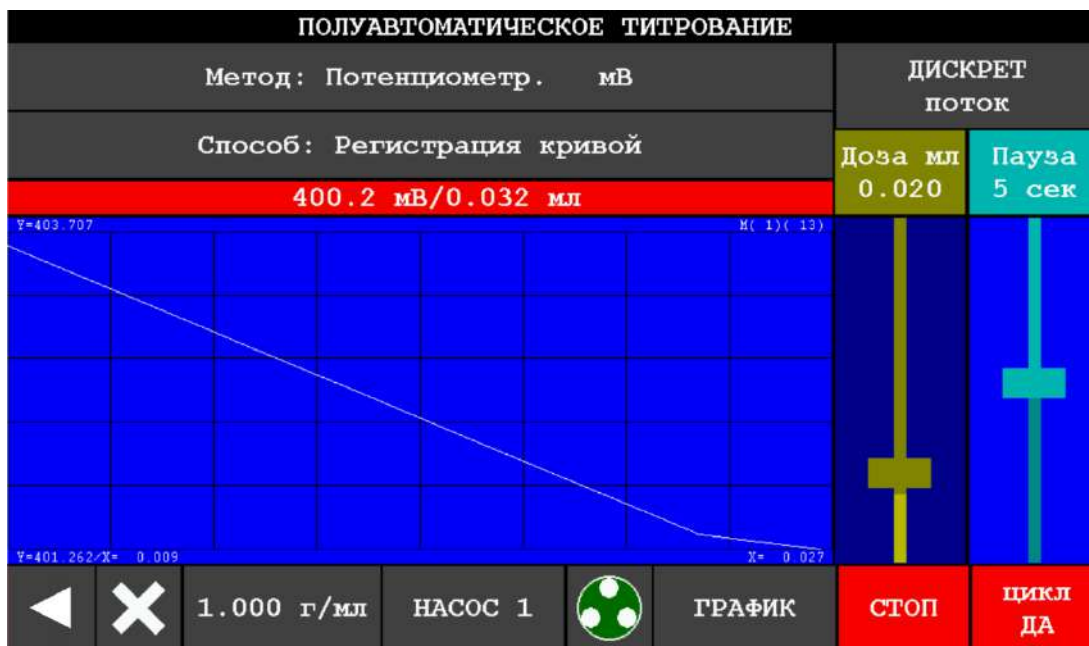


Рисунок 116 - Окно раздела «Титрование полуавтоматическое» после запуска титрования (на примере титрования методом «Потенциометрический мВ» способом «Регистрация кривой» с дискретной подачей титранта)

В процессе титрования титратор выполнит несколько взвешиваний ёмкости с титрантом, установленной на платформе весов, которые необходимы для автоматической калибровки дозирующей системы титратора и алгоритмизации работы насоса. Каждое взвешивание длится несколько секунд (обычно от 2 до 5). На время взвешивания титрование прервётся: насос отключится, символ насосной головки перестанет вращаться, раздастся звуковой сигнал, в поле отображения текущих показаний ПИП и значения объёма израсходованного титранта появится предупреждающая надпись «ВЗВЕШИВАНИЕ»:

ВЗВЕШИВАНИЕ

ВНИМАНИЕ! Во время остановок соблюдайте особую осторожность, чтобы не исказить результаты взвешивания: не дотрагивайтесь до весов и гибких трубок, исключите движение воздушных потоков. В противном случае титрование будет выполнено с ошибками.

11.6.5.2 Управление подачей титранта в ходе полуавтоматического титрования

В ходе титрования управляйте параметрами подачи титранта, используя потоковый и (или) дискретный режимы. Для переключения между режимами

прервите титрование нажатием кнопки **СТОП** и нажмите на кнопку с наименованием текущего режима. Каждое нажатие будет приводить к переключению между двумя режимами:

**ПОТОК
дискрет**

- потоковый режим подачи титранта с регулированием скорости подачи титранта;

ДИСКРЕТ
ПОТОК

- дискретный режим подачи титранта с регулированием объема дозы и продолжительности паузы между дозами.

Выбрав требуемый режим, установите оптимальные параметры подачи титранта: в режиме «ПОТОК» - скорость подачи в соответствии с п. 11.6.4.6; в режиме «ДИСКРЕТ» - объем дозы и продолжительность паузы в соответствии с п.

11.6.4.7 и п. 11.6.4.8, и нажмите кнопку **СТАРТ** для продолжения титрования. В дальнейшем параметры подачи титранта можно регулировать непосредственно во время работы насоса, не прерывая титрование. Прерывание титрования нажатием

кнопки **СТОП** необходимо только для переключения режимов подачи титранта.

При выборе режима «ДИСКРЕТ» последовательными нажатиями кнопки включения/отключения циклической подачи титранта установите требуемое

положение **ЦИКЛ ДА** или **ЦИКЛ НЕТ**:

- Для циклической подачи титранта установите переключатель в положение **ЦИКЛ ДА**. Подача титранта будет осуществляться автоматически дозами заданного объема с заданными паузами до тех пор, пока титрование не будет

прервано нажатием кнопки **СТОП**.

- Для подачи титранта единичными дозами установите переключатель в положение **ЦИКЛ НЕТ**. В этом случае после внесения каждой дозы заданного объема титрование будет автоматически прерываться и надпись на кнопке

СТОП будет меняться на **СТАРТ**. Для внесения каждой следующей дозы

требуется нажатие кнопки **СТАРТ**.

Примечание – Рекомендации по проведению титрования:

1 Для сокращения продолжительности титрования допускается вначале осуществлять подачу титранта в режиме «ПОТОК» с увеличенной скоростью, при условии, что она гарантировано будет остановлена до момента достижения точки эквивалентности, чтобы избежать.

2 При приближении к точке эквивалентности и при её прохождении рекомендуется осуществлять подачу титранта в режиме «ДИСКРЕТ» уменьшенными дозами с увеличенной продолжительностью паузы между дозами (не менее 5 секунд, в течении которых результаты измерений ПИП будут успевать принимать равновесные значения после внесения очередной дозы). Значение объема дозы выбирают таким, чтобы при прохождении точки эквивалентности (перегиба волны или излома кривой титрования) израсходовалось не менее 15 доз титранта.

3 В случае проведения титрования способом «Регистрация кривой» после прохождения точки эквивалентности рекомендуется не прерывать титрование, а продолжить подачу титранта, чтобы зарегистрировать небольшой участок кривой после точки эквивалентности. Это облегчит дальнейшую обработку

кривой титрования и обеспечит точность расчёта значения эквивалентного объёма.

4 В случае проведения титрования способом «До конечной точки» необходимо предварительно провести градуировку по буферным растворам – рабочим эталонам рН и ввести значение рН конечной точки титрования, которое должно соответствовать точно известному значению рН титруемого раствора в точке эквивалентности протекающей химической реакции между титруемым веществом и веществом-титрантом.

11.6.5.3 Завершение подачи титранта

11.6.5.3.1 Завершение подачи титранта при титровании способом «Регистрация кривой»

При титровании способом «Регистрация кривой» подачу титранта следует прекратить, когда на регистрируемой кривой титрования будет зафиксирован характерный участок прохождения точки эквивалентности.

В методах титрования «Потенциометрический мВ», «Потенциометрический рН» и «Фотометрический» данный участок должен иметь вид волны, например, показанный на рисунке 117:

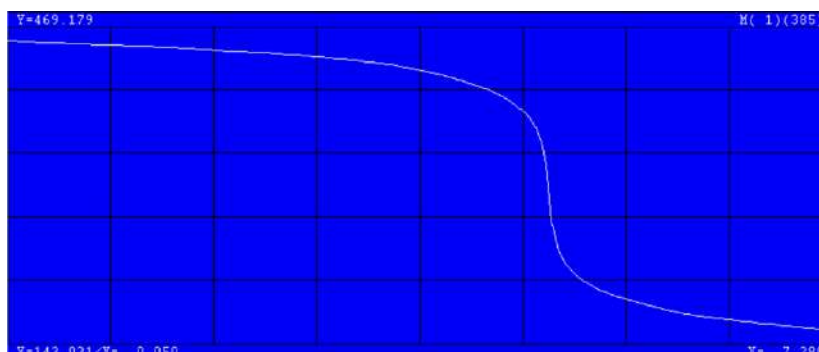


Рисунок 117 – Пример кривой титрования с участком в виде волны

В методах титрования «Бипотенциометрический мВ», «Биамперометрический мкА» и «Кондуктометрический мкСм» данный участок должен иметь вид излома линии, например, показанный на рисунке 118:



Рисунок 118 – Пример кривой титрования с участком в виде излома линии

Если в ходе титрования требуется оттитровать несколько веществ, содержащихся в титруемом растворе, подачу титранта следует прекратить только

тогда, когда на регистрируемой кривой титрования будут зафиксированы характерные участки прохождения точек эквивалентности для всех веществ, вступающих в реакцию с титрантом. Например, при определении карбонат-ионов и гидрокарбонат-ионов в титруемом растворе методом титрования «Потенциометрический мВ», подачу титранта следует прекратить, когда на регистрируемой кривой титрования будут зафиксированы два волнообразных участка, показанные на рисунке 119.

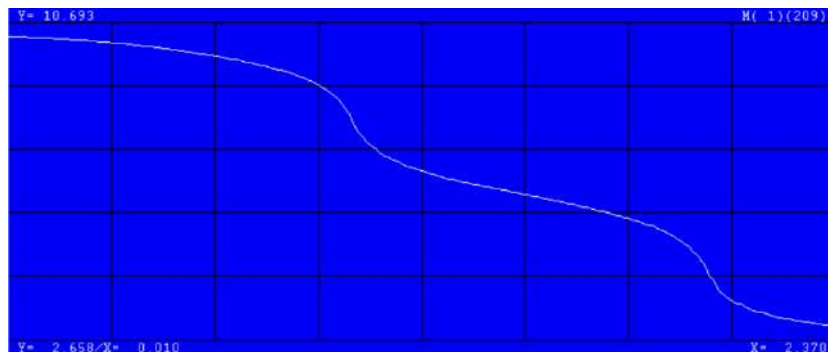



Рисунок 119 – Пример кривой титрования с двумя волнообразными участками


ГРАФИК

Получив кривую требуемого вида, нажмите кнопку **ГРАФИК**, выполните обработку кривой титрования и получите конечный результат титрования в соответствии с п. 11.6.5.4.1 – п. 11.6.5.4.3.

Если требуется выйти из режима «Титрование полуавтоматическое» без обработки кривой и просмотра результатов титрования и вернуться в главное меню,

нажмите кнопку . На дисплее появится запрос на сохранение файла с полученной кривой титрования. Выберите и выполните требуемое действие в соответствии с п. 11.6.5.5.1, после чего на дисплее отобразится главное меню.

Если требуется завершить текущее титрование без обработки кривой титрования, чтобы начать новое титрование, нажмите кнопку очистки поля

отображения графика . На дисплее появится запрос на сохранение файла с полученной кривой титрования. Выберите и выполните требуемое действие в соответствии с п. 11.6.5.5.1, после чего на дисплее отобразится окно режима «Титрование полуавтоматическое» в исходном состоянии: поле отображения графика будет очищено, кнопки установки параметров титрования будут активными.

11.6.5.3.2 Завершение подачи титранта при титровании способом «До конечной точки»

При титровании способом «До конечной точки» подача титранта автоматически прервется в тот момент, когда измеряемое значение ПИП станет больше (при увеличении показаний ПИП в ходе титрования) или меньше (при уменьшении показаний ПИП в ходе титрования), чем заданное значение конечной точки титрования в единицах pH. При этом:

- все кнопки управления, включая кнопки на панели управления подачей титранта, станут неактивными;

- в поле отображения графика будет отображаться кривая титрования, имеющая конечный участок в виде полуволены (как правило);
- в строке над графиком будут отображаться: последние зафиксированные показания ПИП, значение объёма израсходованного титранта, а также показания таймера, выполняющего обратный десятисекундный отсчёт выдержки, необходимой для подтверждения достижения конечной точки титрования.

В течении отсчета времени выдержки на дисплее будет отображаться информация, представленная на рисунке 120:

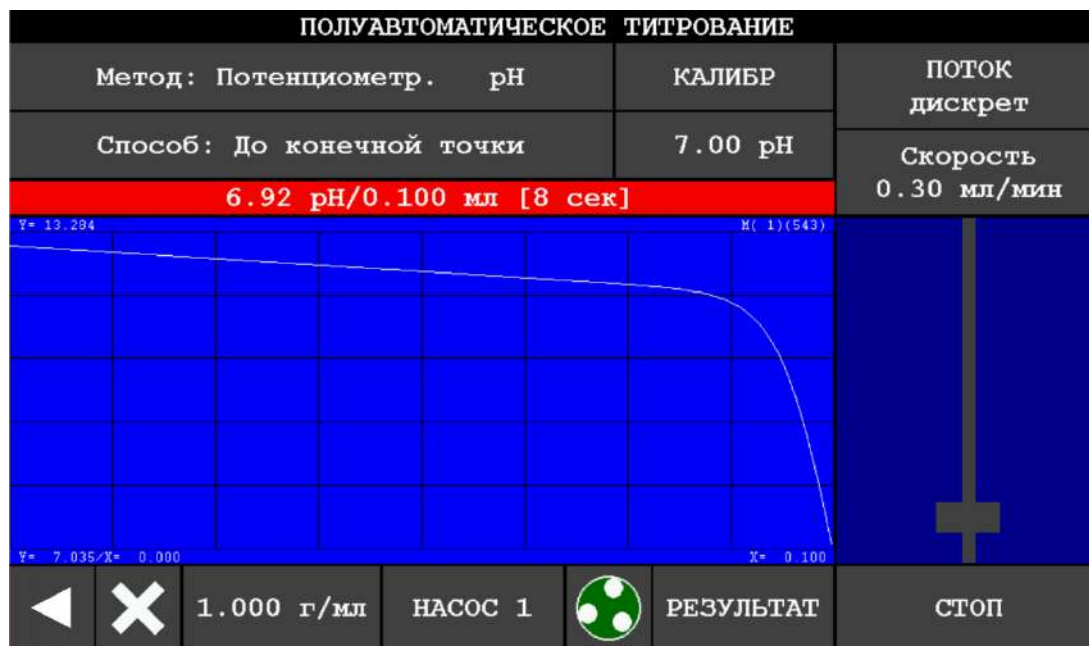


Рисунок 120 – Внешний вид окна раздела «Титрование полуавтоматическое» в ходе титрования способом «До конечной точки» в течении отсчета времени выдержки (на примере титрования щёлочи кислотой с установленной конечной точкой титрования 7,00 pH)

По истечении времени выдержки показание ПИП примет окончательное (равновесное) значение, которое может оказаться снова меньше (при увеличении показаний ПИП в ходе титрования) или больше (при уменьшении показаний ПИП в ходе титрования), чем заданное значение конечной точки титрования в единицах pH, т. е. окажется, что раствор недотитрован. Например, в рассматриваемом случае установлено значение конечной точки титрования 7,00 pH. В момент автоматической остановки титрования показание ПИП составляло 6,92 pH, но после окончания времени выдержки – 7,52 pH. Таким образом раствор требуется дотитровать. При этом панель управления подачей титранта вновь станет активной, как показано на рисунке 121:



Рисунок 121 – Внешний вид окна раздела «Титрование полуавтоматическое» в ходе титрования способом «До конечной точки» по истечении отсчета выдержки, когда требуется дотитровка (конечная точка титрования не достигнута)

Продолжите подачу титранта, пока титрование не будет повторно автоматически остановлено при достижении значения конечной точки титрования и не начнётся новый отсчет времени выдержки. Как правило, требуется не более одной дотитровки.


Если по истечении времени выдержки показание ПИП примет окончательное (равновесное) значение, которое будет больше (при увеличении показаний ПИП в ходе титрования) или меньше (при уменьшении показаний ПИП в ходе титрования), чем заданное значение конечной точки титрования в единицах рН, т. е. окажется, что раствор оттитрован до конца, то кнопка перехода к просмотру результата титрования

РЕЗУЛЬТАТ

станет активной, как показано на рисунке 122.

РЕЗУЛЬТАТ

Нажмите кнопку **РЕЗУЛЬТАТ** и перейдите к просмотру результата титрования в соответствии с п. 11.6.5.4.4.

Если требуется выйти из режима «Титрование полуавтоматическое» без просмотра результата и вернуться в главное меню, нажмите кнопку . На дисплее появится запрос на сохранение файла с полученным результатом титрования. Выберите и выполните требуемое действие в соответствии с п. 11.6.5.5.1, после чего на дисплее отобразится главное меню.

Если требуется завершить текущее титрование без просмотра результата, чтобы начать новое титрование, нажмите кнопку очистки поля отображения графика



. На дисплее появится запрос на сохранение файла с полученным результатом титрования. Выберите и выполните требуемое действие в соответствии с п. 11.6.5.5.1, после чего на дисплее отобразится окно режима «Титрование полуавтоматическое» в исходном состоянии: поле отображения графика будет очищено, кнопки установки параметров титрования будут активными.

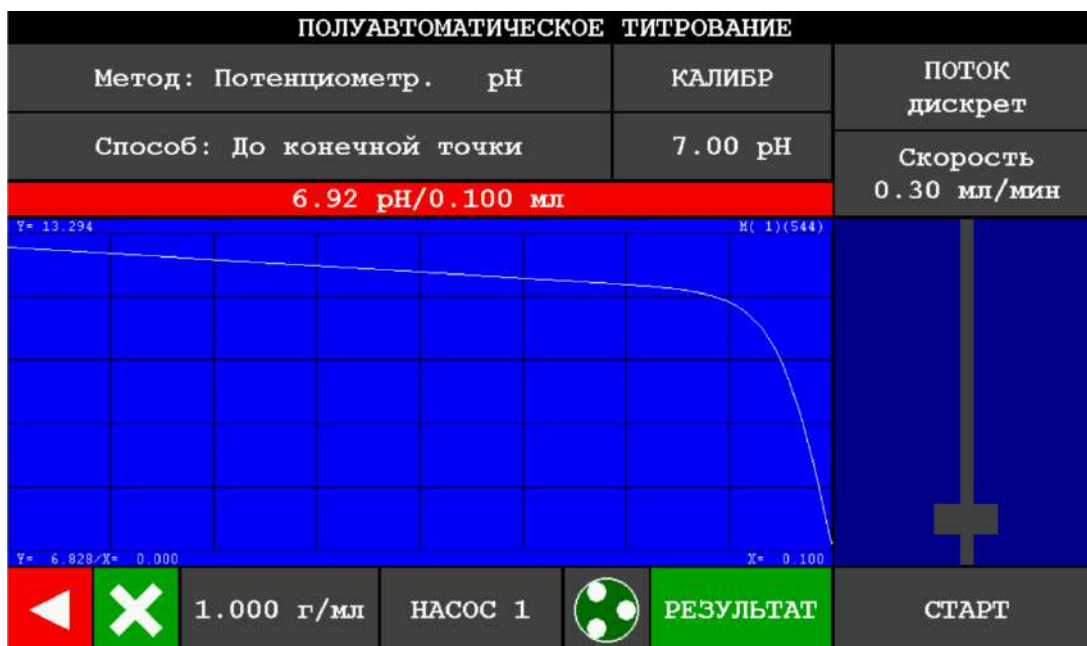


Рисунок 122 – Внешний вид окна раздела «Титрование полуавтоматическое» в ходе титрования способом «До конечной точки» по истечении отсчета выдержки, когда раствор оттитрован до конца (конечная точка титрования достигнута)

11.6.5.4 Обработка кривой и просмотр результата титрования

Для получения конечного результата титрования, проводимого способом «Регистрация кривой», выполните обработку полученной кривой титрования с целью нахождения на ней точек эквивалентности и значений объема титранта в этих точках (эквивалентного объема титранта), что в конечном итоге позволит рассчитать значение концентрации титруемого вещества по закону эквивалентов. При этом в зависимости от метода титрования применяются различные алгоритмы ручного и автоматизированного поиска точек эквивалентности на кривой титрования:

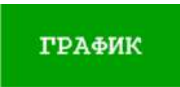

- для метода титрования «Потенциометрический pH» - по точкам перегиба волнообразных участков кривой титрования;
- для методов титрования «Потенциометрический мВ» - по точкам перегиба волнообразных участков кривой титрования или по точкам излома линейных участков;
- для методов «Бипотенциометрический мВ», «Биамперометрический мкА» и «Кондуктометрический мкСм» - по точкам излома линейных участков;
- для метода титрования «Фотометрический» - по точкам начала, конца или перегиба волнообразных участков кривой титрования в случае титрования с индикатором или по точкам излома линейных участков в случае безындикаторного титрования.

Конечный результат титрования (значения объема титранта в точках эквивалентности) доступен для просмотра на дисплее после завершения обработки кривой титрования.

В случае титрования, проводимого методом «Потенциометрический pH» способом «До конечной точки», прибор автоматически выполнит обработку полученного графика и отобразит на дисплее конечный результат (значение объема титранта в заданной конечной точке титрования).

11.6.5.4.1 Обработка кривой и просмотр результата титрования, выполненного способом «Регистрация кривой» методами «Потенциометрический мВ» и «Потенциометрический рН»

ГРАФИК

При нажатии кнопки  на дисплее отобразится окно раздела «Обработка кривой и просмотр результата», внешний вид которого представлен на рисунке 123 на примере кривой титрования с одним перегибом, полученной методом «Потенциометрический мВ». По умолчанию будет установлен способ обработки кривой титрования «По перегибу» ().

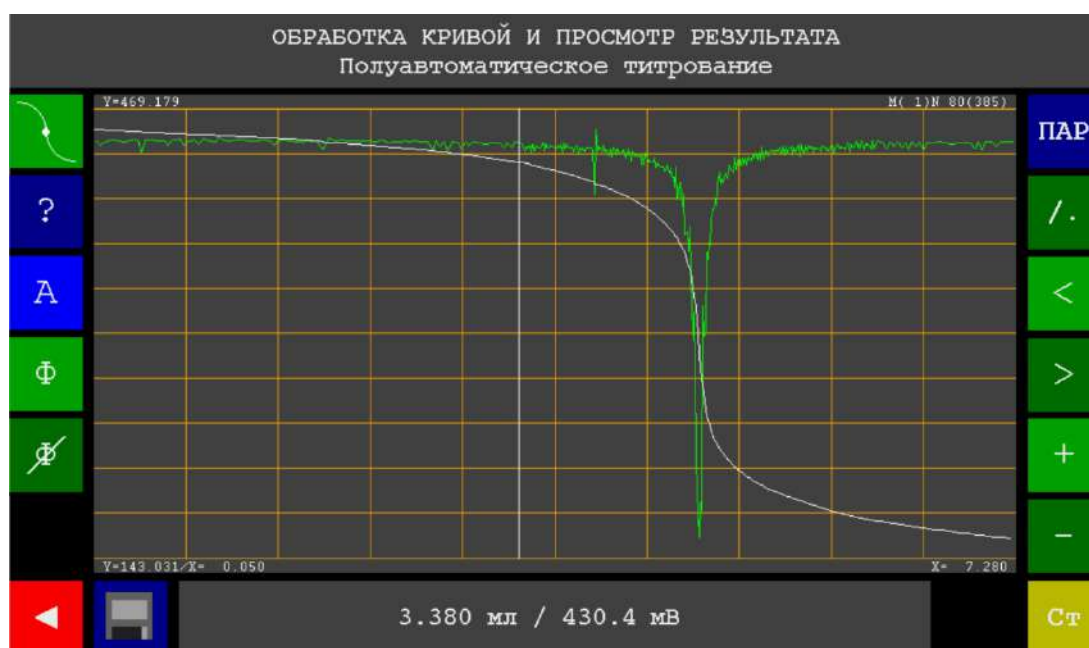










Рисунок 123 – Внешний вид окна раздела «Обработка кривой и просмотр результата» на примере кривой титрования с одним перегибом, полученной методом «Потенциометрический мВ»

Кнопка	Назначение
	Отображение текущего способа / переключение способов обработки кривой титрования ( - по перегибу,  - по излому)
	Вызов окна справки
	Включение / отключение автоматизированного поиска точек эквивалентности
	Фильтрация дифференциальной кривой титрования (в случае установки способа обработки кривой «По перегибу»)
	Сброс фильтрации дифференциальной кривой титрования (в случае установки способа обработки кривой «По перегибу»)
	Вызов окна параметров титрования

	Переключение способов отображения кривой титрования (точечный или кусочно-линейный)
	Сдвиг влево (вертикальной линии вдоль неотмасштабированной кривой или отмасштабированной кривой для фрагментированного просмотра)
	Сдвиг вправо (вертикальной линии вдоль неотмасштабированной кривой или отмасштабированной кривой для фрагментированного просмотра)
	Увеличение масштаба кривой титрования
	Уменьшение масштаба кривой титрования
	Переход в раздел статистической обработки результатов титрования
	Сохранение результатов титрования
	Выход из раздела «Обработка кривой и просмотр результата» и возврат в раздел «Полуавтоматическое титрование»

На дисплее отобразится кривая титрования в двух видах: интегральном (исходном) и дифференциальном (по первой производной). Сделано это для удобства визуальной обработки, так как на дифференциальной кривой титрования точка эквивалентности будет отвечать максимуму (или минимуму) пикообразного участка, который легче обнаружить, чем перегиб волнообразного участка на интегральной кривой. Кроме двух графиков на дисплее отобразится вертикальная линия, положение которой пользователь может изменять, смещая её влево / вправо. В нижней части дисплея отобразятся координаты точки пересечения вертикальной линии с интегральной кривой титрования.

Выполните обработку кривой титрования следующим образом: с помощью имеющихся инструментов обработки расположите вертикальную линию так, чтобы она пересекала дифференциальную кривую титрования в точке максимума (или минимума) пикообразного участка. Таким образом, вертикальная линия будет пересекать интегральную кривую титрования в точке перегиба волнообразного участка, то есть, в точке эквивалентности, координаты которой будут отображаться в нижней части дисплея и представлять собой конечный результат титрования.

Обработку кривой титрования выполняют в ручном (по умолчанию) или автоматизированном режиме.

Ручная обработка кривой титрования

Ручная обработка кривой титрования выполняется с применением инструментов масштабирования, сдвига, фильтрации и др.


Изменение масштаба кривой титрования

Как правило, при просмотре всей кривой титрования на дисплее целиком, пик на дифференциальной кривой визуально выглядит узким, что затрудняет точное определение точки его максимума / минимума. Чтобы увеличить (приблизить)


пикообразный участок нажмите кнопку  для увеличения масштаба кривой титрования. Каждое нажатие увеличит масштаб кривой в два раза. Таким образом,



кратность увеличения составляет 2^n , где n – количество нажатий кнопки .

Например, после одного нажатия масштаб кривой будет увеличен в два раза, после двух – в четыре, после трёх – в восемь и т.д.


Соответственно, для уменьшения масштаба, используйте кнопку , каждое нажатие которой будет уменьшать масштаб в два раза.


Сдвиг отмасштабированной кривой титрования

Если к кривой титрования был применён инструмент масштабирования , то на дисплее будет отображаться не вся кривая, а лишь её фрагмент, составляющий 1/2, 1/4, 1/8 и т.д. от исходной кривой в зависимости от кратности увеличения. При этом может оказаться, что данный фрагмент не будет включать волнообразный участок кривой. В этом случае следует сместить кривую титрования, чтобы в поле отображения графика попал требуемый фрагмент кривой титрования с волнообразным участком.

Многократными нажатиями кнопок  и  сдвиньте отмасштабированную кривую титрования, чтобы волнообразный участок разместился в центре дисплея.



Фильтрация дифференциальной кривой

Чтобы отфильтровать шум дифференциальной кривой титрования, затрудняющий поиск точки максимума / минимума пикообразного участка, нажмите на кнопку . Повторите нажатие несколько раз, пока кривая не примет сглаженный вид с чётко выраженной точкой максимума / минимума пикообразного участка.


Чтобы отменить применение фильтрации, нажмите кнопку сброса фильтра .

Сдвиг вертикальной линии

Чтобы совместить вертикальную линию с точкой максимума / минимума пика на дифференциальной кривой титрования, коснитесь дисплея и, не отрывая пальца, проведите им влево / вправо. Вертикальная линия будет перемещаться, строго повторяя движение пальца. После совмещения вертикальной линии с точкой максимума / минимума пика на дифференциальной кривой, уберите палец от дисплея.

Если масштаб кривой не был увеличен, то для сдвига вертикальной линии можно использовать кнопки  и . Если кривая титрования отмасштабирована, то сдвиг вертикальной линии возможен только путём касания дисплея.

Переключение способов отображения кривой титрования

По умолчанию интегральная и дифференциальная кривые титрования будут отображаться кусочно-линейным способом. Если требуется просмотреть отдельные точки, зарегистрированные прибором в ходе титрования, переключитесь на точечный способ отображения кривых титрования нажатием кнопки . На рисунке 124 представлен пример точечного способа отображения кривых титрования.

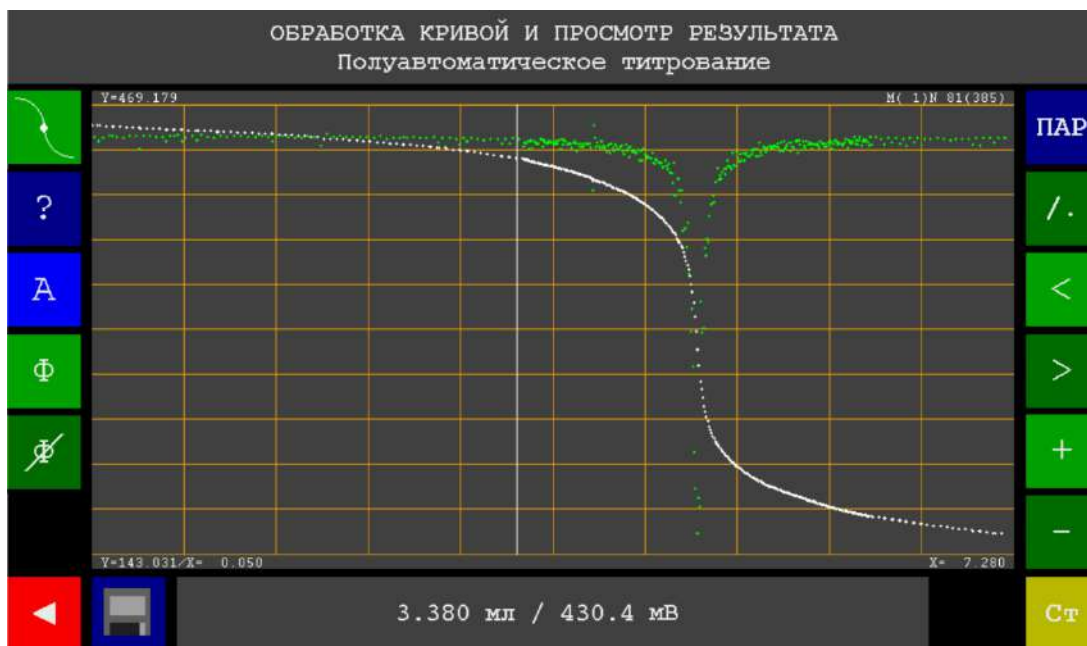




Рисунок 124 – Точечный способ отображения кривых титрования

Для обратного переключения на кусочно-линейный способ отображения повторно нажмите кнопку .

Вызов окна параметров титрования

Для просмотра метода и способа полуавтоматического титрования, которыми была получена обрабатываемая кривая, нажмите кнопку . На дисплее отобразится окно просмотра параметров титрования, представленное на рисунке 125.

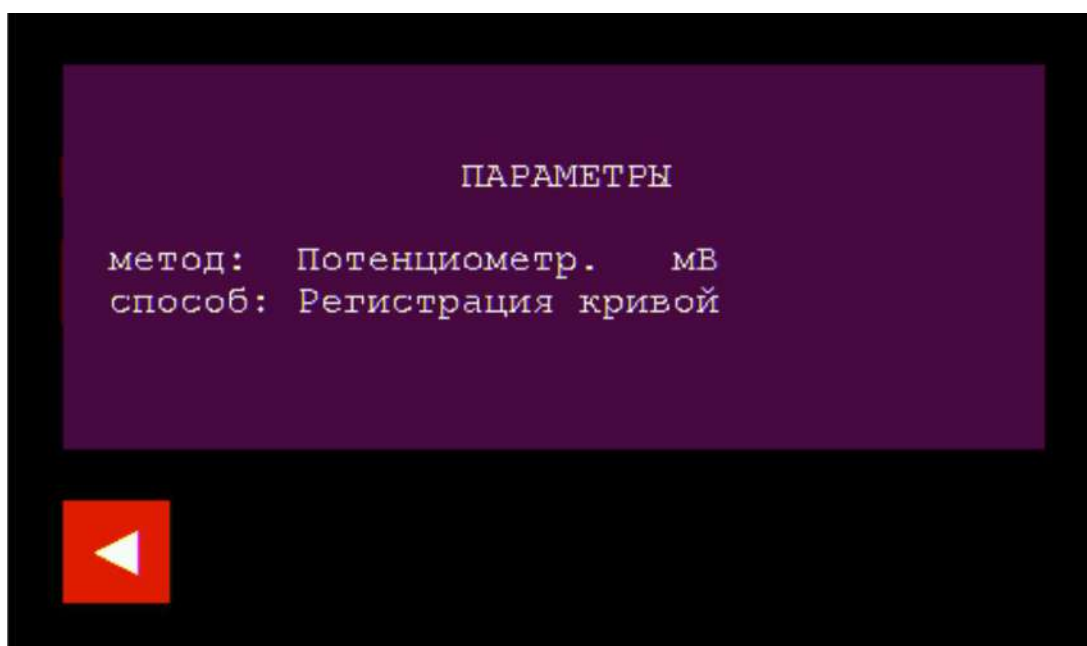




Рисунок 125 – Окно просмотра параметров полуавтоматического титрования

После завершения просмотра параметров нажмите кнопку  для возврата в окно раздела «Обработка кривой и просмотр результата».

Вызов окна справки

Для просмотра справки о назначении кнопок раздела «Обработка кривой и просмотр результата» нажмите кнопку . На дисплее отобразится окно просмотра справки (первое из двух), представленное на рисунке 126.

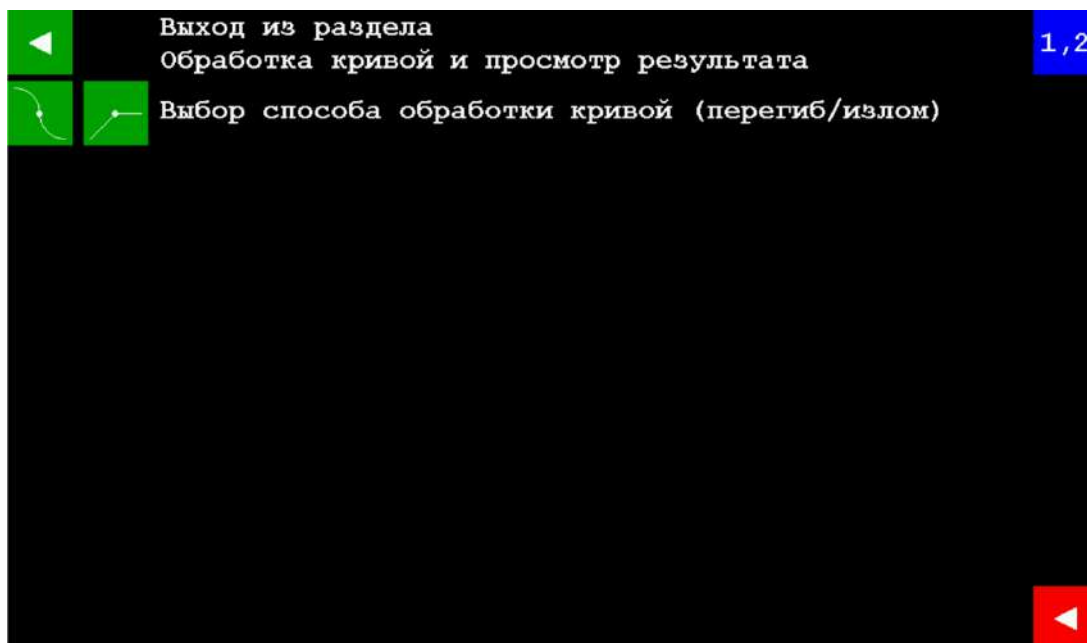
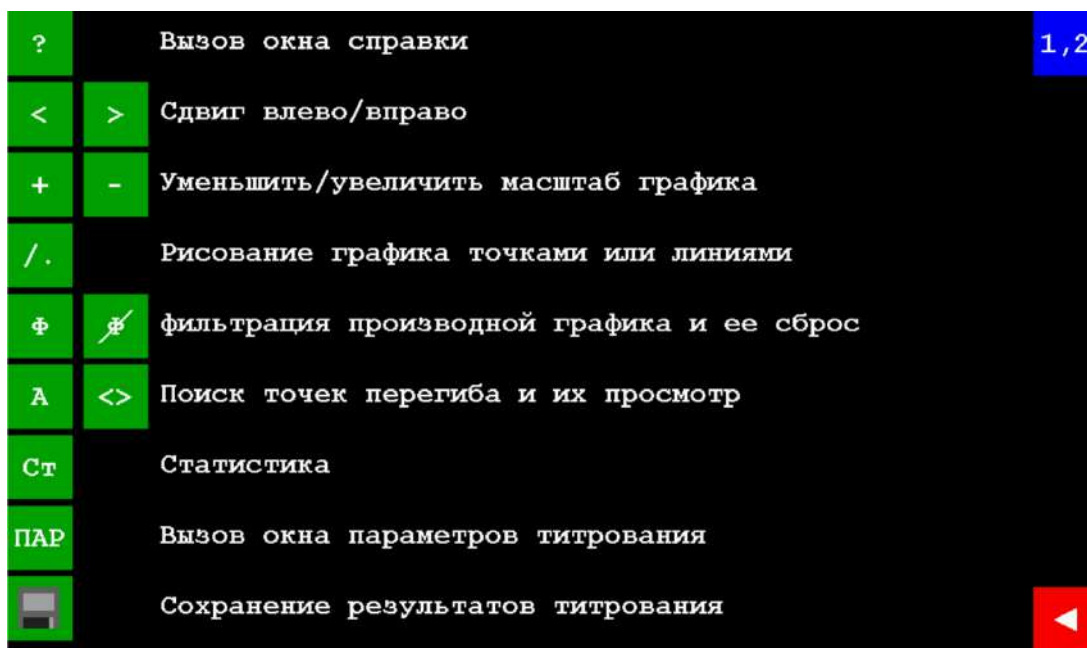

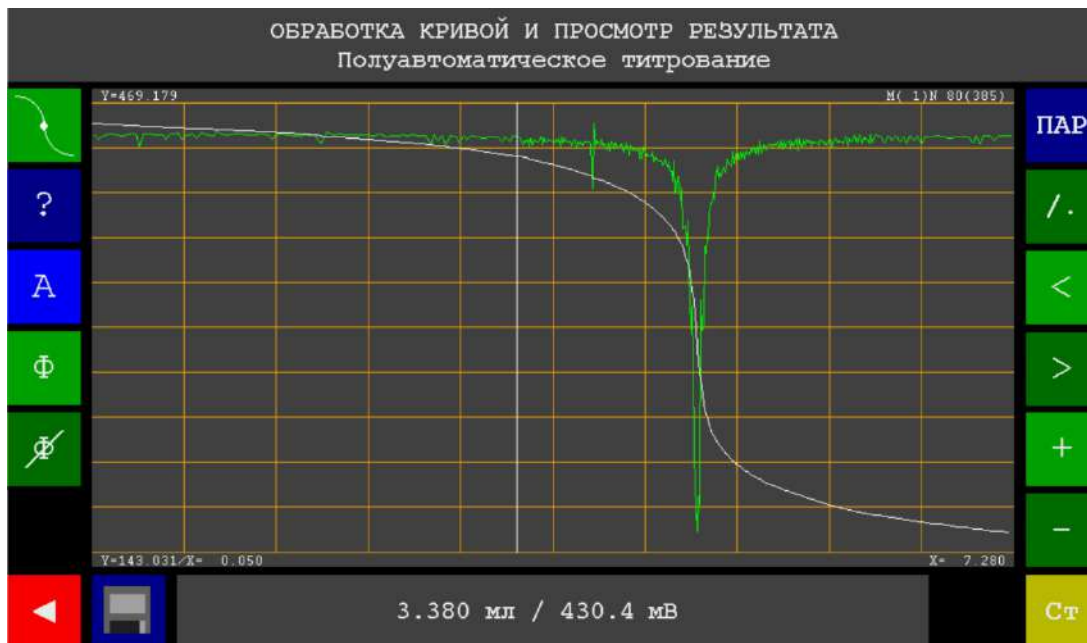


Рисунок 126 – Окна просмотра справки о назначении кнопок раздела «Обработка кривой и просмотр результата»

Для перехода ко второму окну просмотра справки нажмите кнопку .

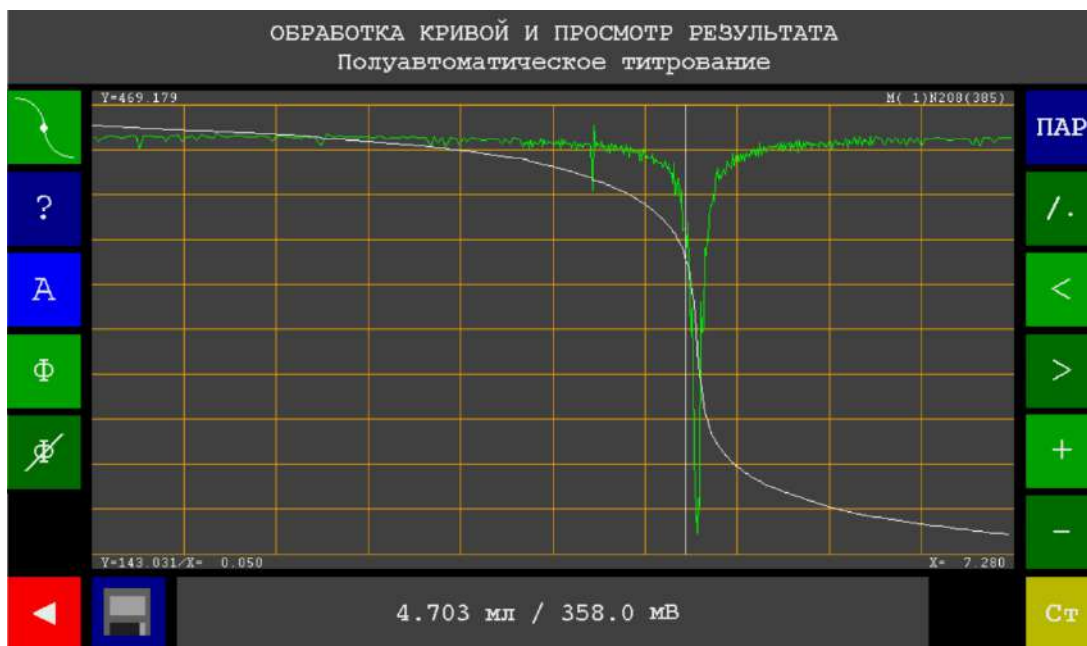
После завершения просмотра справки нажмите кнопку  для возврата в окно раздела «Обработка кривой и просмотр результата».


На рисунке 127 представлен пошаговый алгоритм ручной обработки кривой титрования (на примере кривой с одним перегибом, представленной на рисунке 123):




Шаг 1. Коснитесь дисплея пальцем в том месте, где ориентировочно находится вершина пика на дифференциальной кривой титрования, чтобы приблизить вертикальную линию к точке эквивалентности.






Шаг 2. Нажмите кнопку  4 раза, чтобы увеличить масштаб и приблизить волнообразный участок кривой титрования.

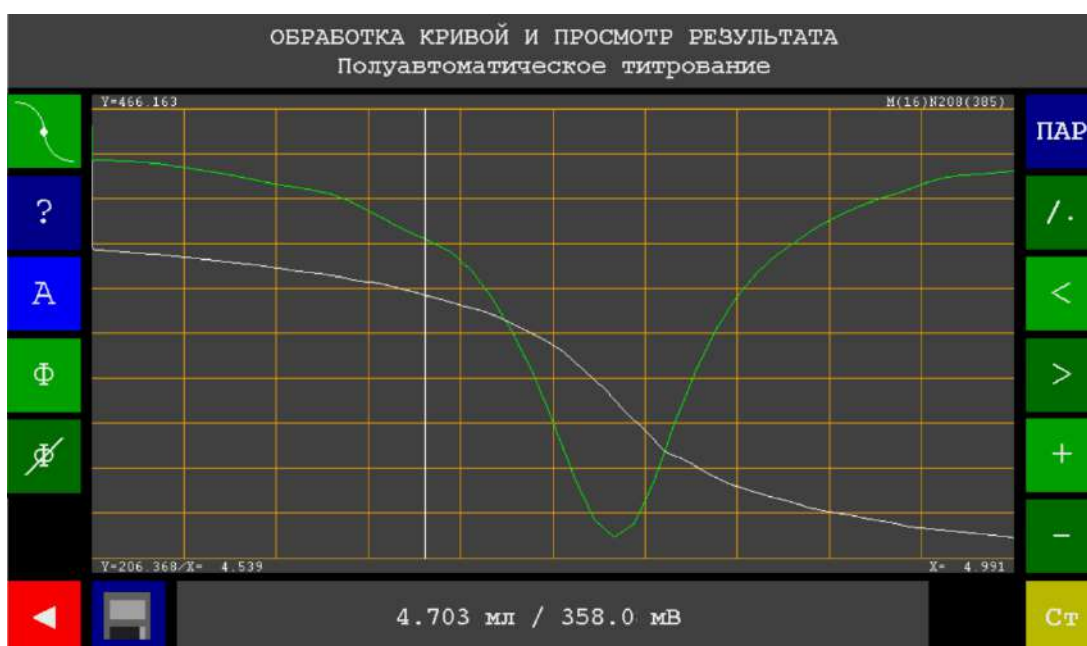



Шаг 3. Нажмите кнопку  3 раза, чтобы сместить отмасштабированную кривую влево и разместить волнообразный участок в центре дисплея.

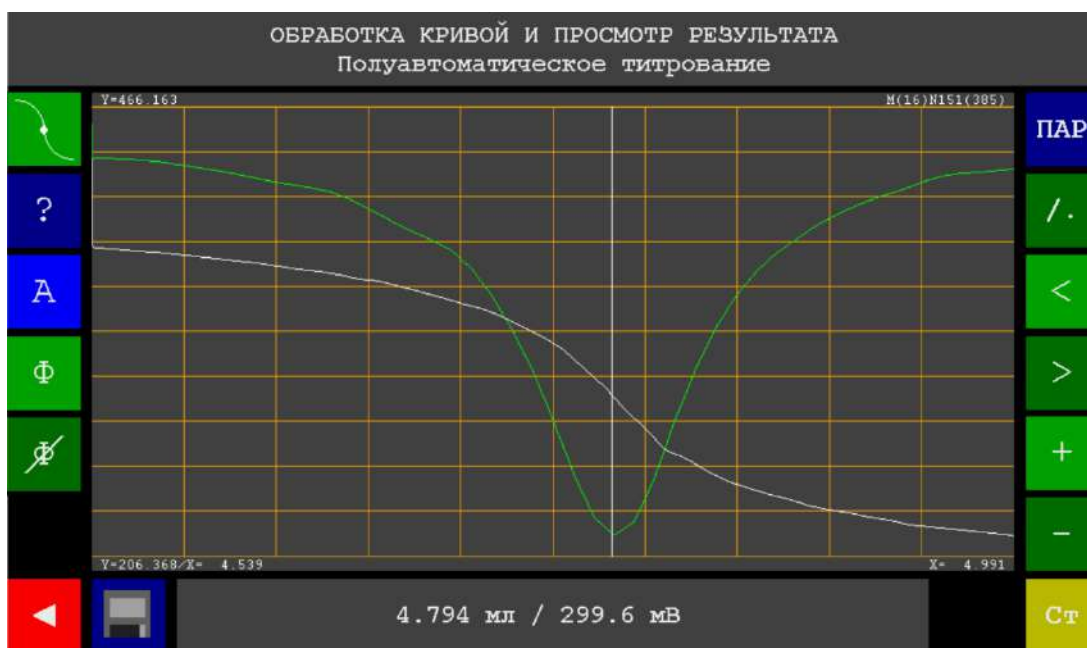




Шаг 4. Нажмите кнопку  5 раз для фильтрации дифференциальной кривой титрования, чтобы она приняла сглаженный вид с чётко выраженным пиком.



Шаг 5. Коснитесь дисплея и, не отрывая палец, проведите им влево / вправо , чтобы сдвинуть вертикальную линию относительно кривой титрования. Аккуратно совместите вертикальную линию с точкой минимума пика на дифференциальной кривой и уберите палец от дисплея.



Шаг 6. Зафиксируйте результат титрования (координаты точки эквивалентности), отображаемый внизу дисплея: эквивалентный объём 4,794 мл; значение ЭДС электродной системы в точке эквивалентности 299,6 мВ.

Рисунок 127 – Пошаговый алгоритм ручной обработки кривой титрования (на примере кривой с одним перегибом)

ГРАФИК

*Примечание – При нажатии кнопки **ГРАФИК** программное обеспечение титратора запускает встроенную программу автоматического поиска точек эквивалентности. Если программа сможет определить точку эквивалентности, то на дисплее отобразится окно раздела «Обработка кривой и просмотр результата», в котором вертикальная линия будет сразу автоматически поставлена в нужное место, т.е. будет пересекать дифференциальную кривую титрования в точке максимума / минимума пика, а внизу дисплея будет отображаться конечный результат титрования, как показано на рисунке 128.*

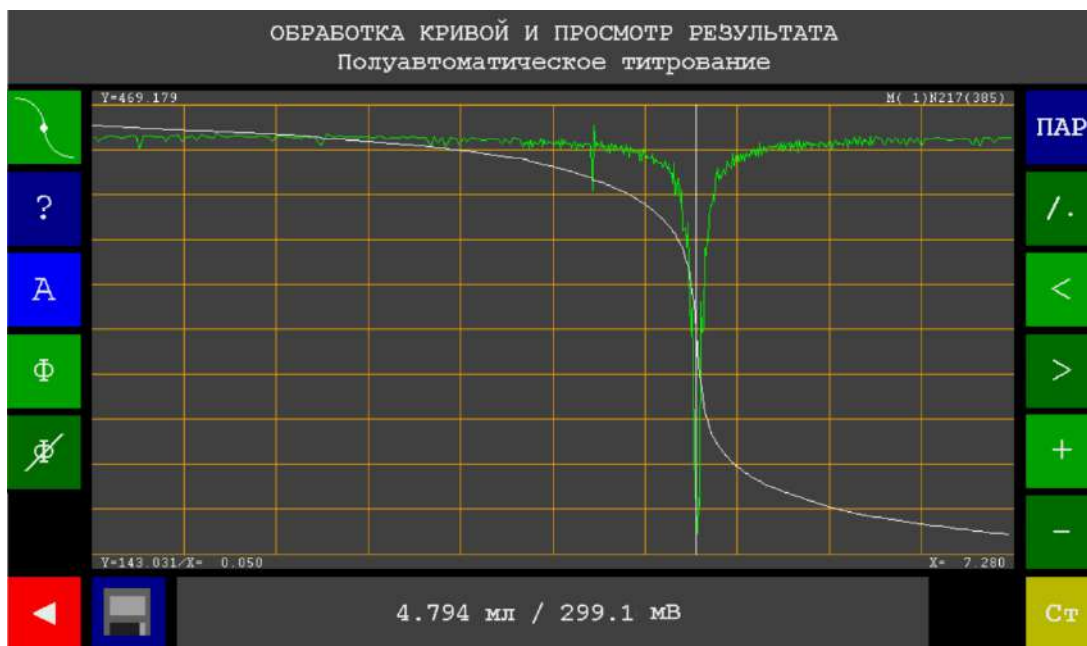


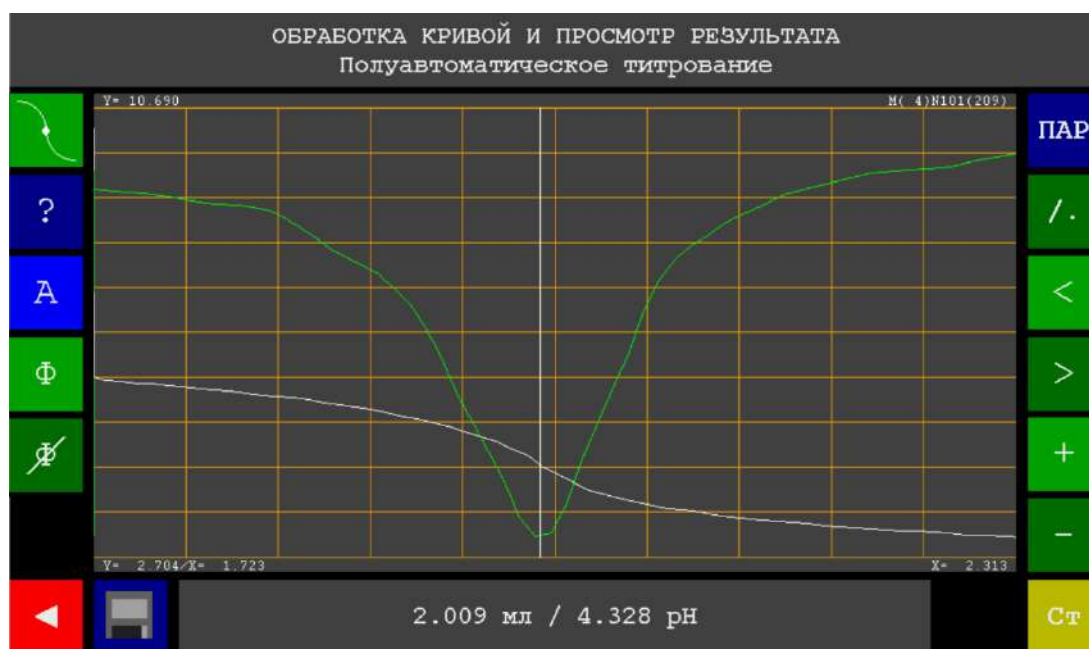
Рисунок 128 – Внешний вид окна раздела «Обработка кривой и просмотр результата» с автоматически найденной точкой эквивалентности на примере кривой титрования с одним перегибом

Тем не менее, рекомендуется дополнительно провести ручную обработку кривой титрования вышеизложенным способом, чтобы убедиться в правильности работы программы автоматического поиска точек эквивалентности.

Если окажется, что исходных данных недостаточно для автоматического поиска точек эквивалентности (например, на кривой отсутствуют ярко выраженные волнообразные участки, или они образованы недостаточно большим количеством точек), на дисплее отобразится окно ручной обработки кривой титрования, показанное на рисунке 123.

Если титруемый раствор содержит несколько веществ, вступающих в реакцию с титрантом, то в результате титрования будет получена интегральная кривая с двумя и более перегибами. Дифференциальная кривая будет иметь, соответственно, два и более пика. В этом случае потребуется определить точку эквивалентности для каждого оттитрованного вещества. Выполните ручную обработку кривой титрования, последовательно совмещая вертикальную линию с точкой максимума / минимума каждого пика и фиксируя результат титрования отдельно для каждого титруемого вещества.

Пример кривой титрования с двумя точками эквивалентности представлен на рисунке 129а, а результаты её ручной обработки – на рисунках 129б и 129в.



В

Рисунок 129 – Пример кривой титрования с двумя перегибами (а) и результаты её ручной обработки: найденные точки эквивалентности для первого (б) и второго (в) титруемых веществ

Примечание - Программа автоматического поиска точек эквивалентности позволит найти, в лучшем случае, только одну точку эквивалентности для вещества, при титровании которого на кривой титрования была получена волна с наибольшей высотой. Определение точки эквивалентности для второго вещества в любом случае выполняется только вручную.

Автоматизированная обработка кривой титрования

Автоматизированная обработка кривой титрования отличается от ручной тем, что оператор избавляется от необходимости самостоятельно совмещать вертикальную линию с точкой максимума / минимума пика на дифференциальной кривой для получения конечного результата.

Переведите титратор в режим автоматизированной обработки кривой титрования нажатием кнопки **A**, которая начнёт мигать меняющимися цветами.

При активации автоматизированного режима программное обеспечение титратора выполнит поиск точки эквивалентности по всей кривой титрования и, в случае успеха, выделит контрастным цветом участок кривой, включающий найденную точку эквивалентности, а также автоматически сдвинет вертикальную линию так, чтобы она пересекала интегральную кривую титрования в точке перегиба выделенного волнообразного участка и дифференциальную кривую в точке максимума / минимума выделенного пикообразного участка, соответственно. Конечный результат титрования отобразится внизу дисплея в виде координат точки пересечения вертикальной линии с точкой перегиба выделенного волнообразного участка интегральной кривой титрования, которые и будут являться найденными координатами точки эквивалентности.

На рисунке 130 представлен результат автоматизированной обработки кривой титрования с одним перегибом.

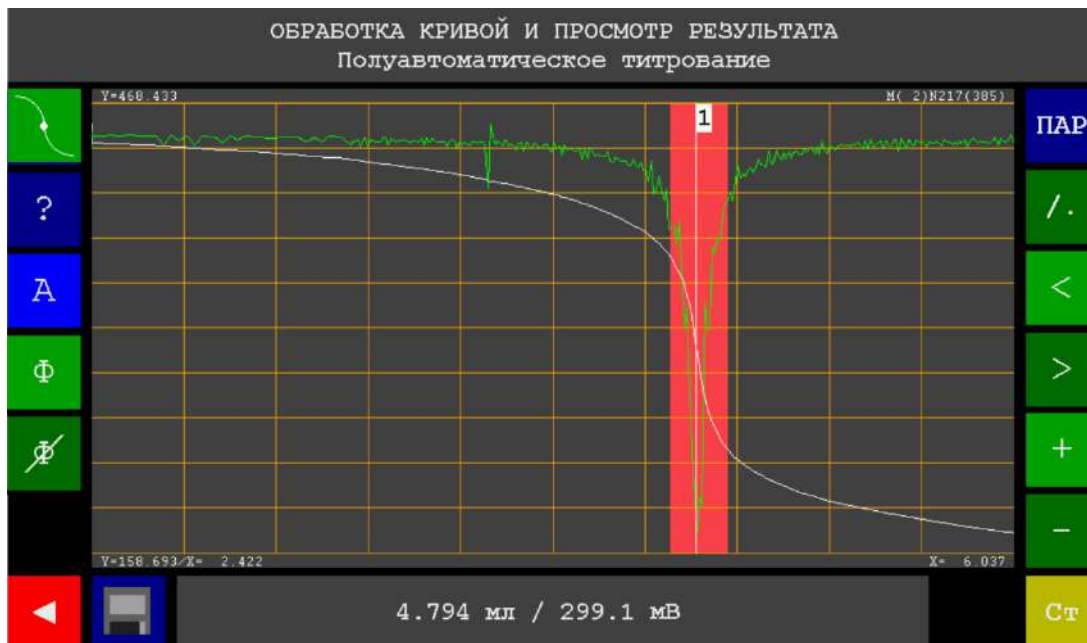


Рисунок 130 – Внешний вид окна раздела «Обработка кривой и просмотр результата» при активации режима автоматизированной обработки кривой титрования (на примере кривой титрования с одним перегибом)


Автоматизированный режим обработки кривой позволяет найти одновременно до пяти точек эквивалентности на выделенном участке кривой титрования. Если титруемый раствор содержит несколько веществ, вступающих в реакцию с титрантом, то в результате автоматизированной обработки будут получены координаты точек эквивалентности для каждого титруемого вещества.

На рисунке 131 представлен результат автоматизированной обработки кривой титрования с двумя перегибами, полученной при титровании раствора, содержащего два титруемых вещества.

На дисплее отобразятся две пронумерованные вертикальные линии, пересекающие кривую титрования в точках эквивалентности, соответствующих, двум титруемым веществам. Номер первой линии будет подсвечен.

Внизу дисплея отобразится результат титрования – координаты точки эквивалентности для первого титруемого вещества, в данном случае

(1/2) 0.991 мл / 8.227 pH

Чтобы продолжить просмотр результатов нажмите кнопку , которая появится справа от поля просмотра результатов. При этом подсветится номер второй вертикальной линии и отобразятся координаты точки эквивалентности для второго титруемого вещества, в данном случае

(2/2) 1.999 мл / 4.529 pH

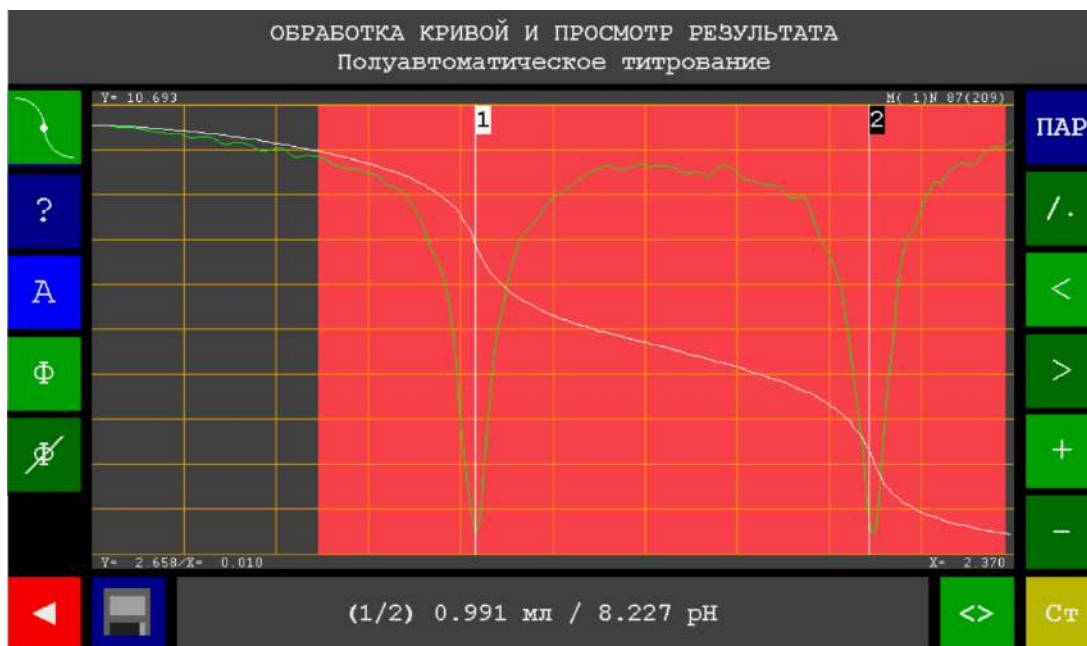


Рисунок 131 – Внешний вид окна раздела «Обработка кривой и просмотр результата» при активации режима автоматизированной обработки кривой титрования (на примере кривой титрования с двумя перегибами)

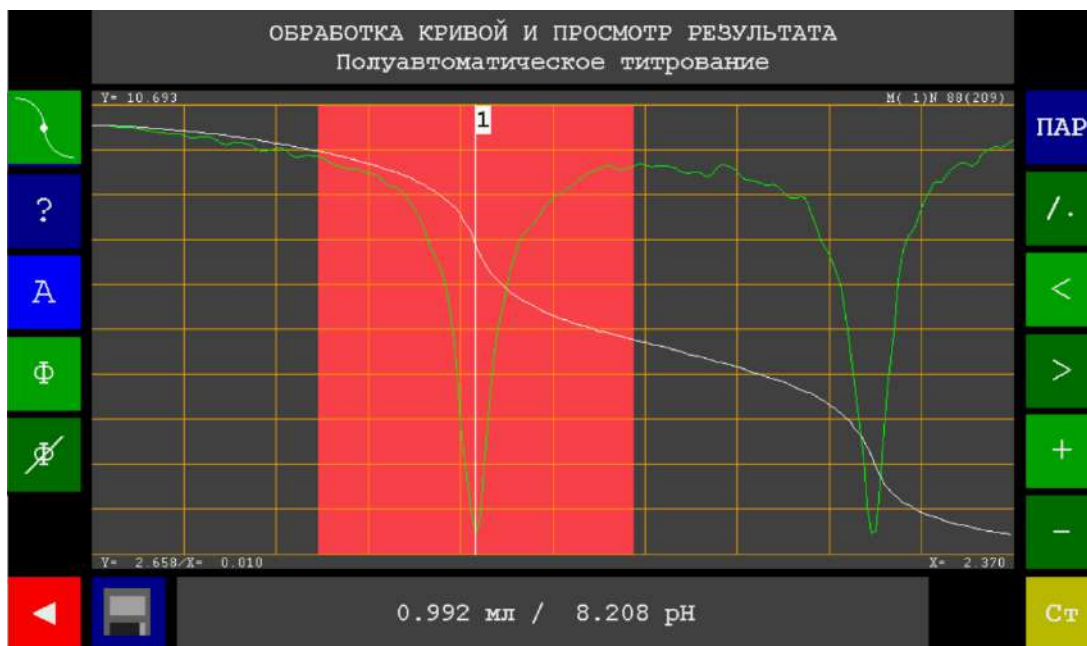
В некоторых случаях целесообразно изменить положение границ выделенной зоны автоматизированного поиска точек эквивалентности. Например, уменьшить зону, если программа обнаружила «лишние» волны, которые на самом деле не являются полезным сигналом, а представляют собой случайный всплеск на кривой, или выделить участок кривой, на котором присутствует полезная волна, но программа автоматизированной обработки пропустила её.

Для того, чтобы изменить границы выделенной зоны автоматизированного поиска точек эквивалентности, коснитесь дисплея вблизи левой границы и, не

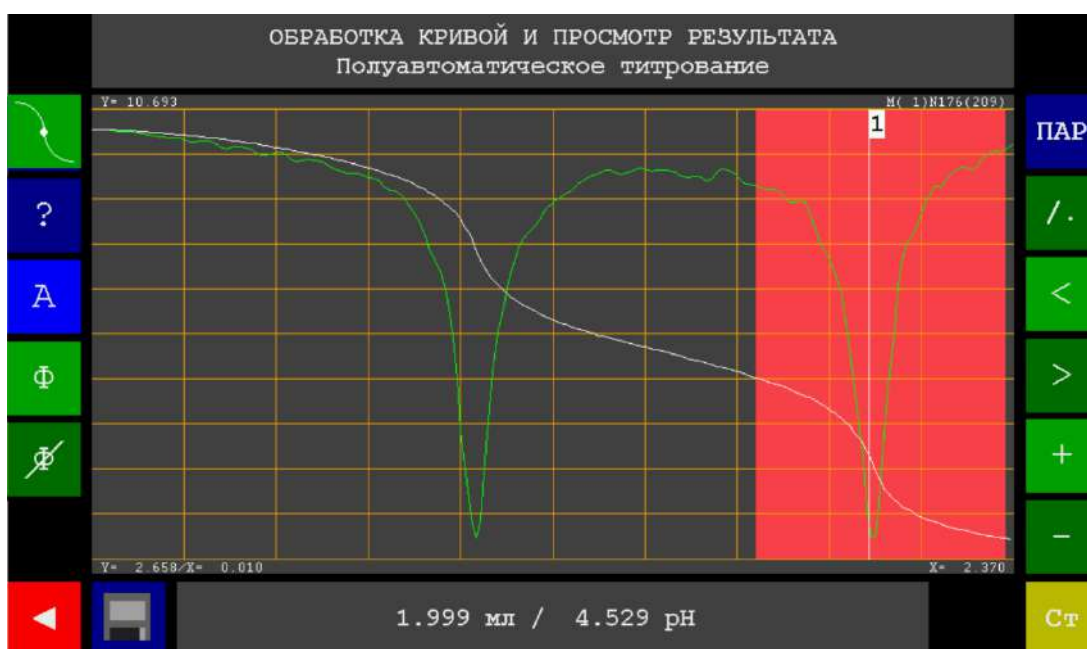


отрывая палец, проведите им влево / вправо, чтобы сдвинуть границу. После сдвига границы в нужное положение, уберите палец от дисплея. Повторите аналогичные действия с правой границей. При необходимости дополнительно используйте инструменты сдвига, масштабирования, фильтрации и изменения способа отображения кривой титрования.

Например, если после получения результата автоматизированной обработки кривой титрования с двумя перегибами, показанного на рисунке 131, сдвинуть влево правую границу зоны, то в новой зоне будет найдена только одна точка эквивалентности для первого титруемого вещества (рисунок 132а). Если сдвинуть вправо левую границу зоны, то в новой зоне будет найдена только одна точка эквивалентности для второго титруемого вещества (рисунок 132б).





а




б




Рисунок 132 – Результаты автоматизированного поиска точек эквивалентности после изменения положения границ зоны поиска: сдвига правой границы влево (а) и сдвига левой границы вправо (б)

Примечание – В некоторых вариантах титрования методом «Потенциометрический мВ», например, в случае потенциометрического осадительного титрования сульфатов солями бария или свинца с использованием барий- или свинец-селективного электрода, кривая титрования будет иметь вид, аналогичный виду кривых, полученных методами кондуктометрического или амперометрического титрования, точка эквивалентности на которых определяется по излому линейного участка, а не по перегибу волнообразного участка. В подобных случаях перед обработкой кривой



необходимо изменить способ её обработки. Нажмите кнопку  с отображением текущего способа обработки «По перегибу», чтобы переключиться на способ обработки «По излому» . Далее выполните обработку кривой и получите конечный результат титрования в соответствии с п. 11.6.5.4.2.

Для отключения автоматизированного режима обработки кривой титрования и возврата в ручной режим повторно нажмите кнопку .

После завершения обработки кривой и получения конечного результата титрования (значения эквивалентного объёма титранта), выполните следующие действия:

- Если планируется проведение серии однотипных титрований параллельных проб с последующей статистической обработкой результатов, добавьте полученный результат (значение эквивалентного объёма) в раздел «Статистика» нажатием кнопки . Данная операция выполняется аналогично проведению серии измерений ЭДС и Eh с статистической обработкой результатов по п. 11.3.3.
- Если требуется сохранить результаты титрования в памяти титратора, нажмите кнопку  и выполните сохранение в соответствии с п. 11.6.5.5.1.
- Нажмите кнопку  для выхода в окно раздела «Полуавтоматическое титрование».

11.6.5.4.2 Обработка кривой и просмотр результатов титрования, выполненного способом «Регистрация кривой» методами «Бипотенциметрический мВ», «Биамперометрический мкА» и «Кондуктометрический мкСм»

При нажатии кнопки  на дисплее отобразится окно обработки кривой и просмотра результата титрования, представленное на рисунке 133 на примере кривой титрования с одним изломом, полученной методом титрования «Биамперометрический мкА». По умолчанию будет установлен способ обработки кривой титрования «По излому» (.

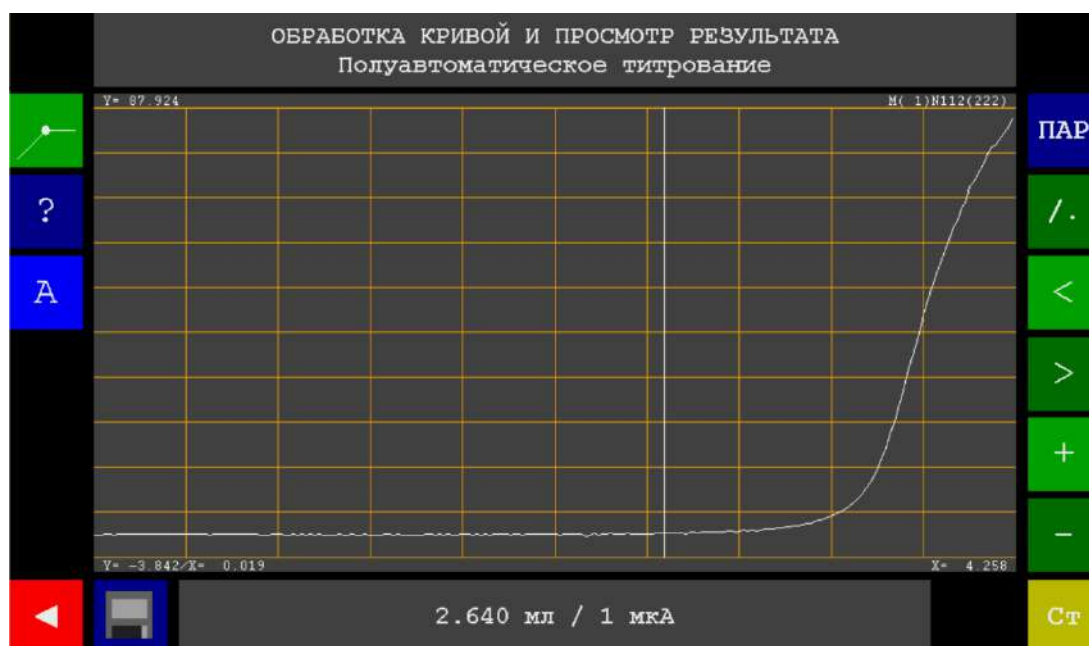


Рисунок 133 – Внешний вид окна раздела «Обработка кривой и просмотр результата» на примере кривой титрования с одним изломом, полученной методом «Биамперометрический мкА»

Кнопка	Назначение
	Отображение текущего способа обработки кривой титрования «По излому»
	Вызов окна справки
	Включение / отключение автоматизированного поиска точек эквивалентности
	Вызов окна параметров титрования
	Переключение способов отображения кривой титрования (точечный или кусочно-линейный)
	Сдвиг влево (вертикальной линии вдоль неотмасштабированной кривой или отмасштабированной кривой для фрагментированного просмотра)
	Сдвиг вправо (вертикальной линии вдоль неотмасштабированной кривой или отмасштабированной кривой для фрагментированного просмотра)
	Увеличение масштаба кривой титрования
	Уменьшение масштаба кривой титрования
	Переход в раздел статистической обработки результатов титрования
	Сохранение результатов титрования
	Выход из раздела «Обработка кривой и просмотр результата» и возврат в раздел «Полуавтоматическое титрование»

На дисплее отобразится кривая титрования и вертикальная линия, положение которой пользователь может изменять, смещая её влево / вправо. В нижней части

дисплея отобразятся координаты точки пересечения вертикальной линии с кривой титрования.

Выполните обработку кривой титрования следующим образом: с помощью имеющихся инструментов обработки расположите вертикальную линию так, чтобы она пересекала кривую титрования в точке излома, то есть, в точке эквивалентности, координаты которой будут отображаться в нижней части дисплея и представлять собой конечный результат титрования.



Выполнение этой задачи осложнено тем, что, как правило, чётко выраженной точки излома на кривой титрования нет, и оператору требуется найти воображаемую вершину скруглённого угла. Тем не менее, с помощью инструментов и автоматизированных алгоритмов программного обеспечения титратора данная задача может быть решена с высокой точностью.


Обработку кривой титрования выполняют в ручном (по умолчанию) или автоматизированном режиме. Ручной поиск точек излома на кривых титрования, полученных методами «Бипотенциометрический мВ», «Биамперометрический мкА» и «Кондуктометрический мкСм», менее точен, чем автоматизированный, и рекомендован к применению лишь для оценочного определения точек эквивалентности. Для точного определения точек эквивалентности следует применять автоматизированную обработку кривой титрования.

Ручная обработка кривой титрования

Ручная обработка кривой титрования выполняется с применением инструментов масштабирования, сдвига и др.


Изменение масштаба кривой титрования


Чтобы увеличить (приблизить) участок с изломом нажмите кнопку  для увеличения масштаба кривой титрования. Каждое нажатие увеличит масштаб кривой в два раза. Таким образом, кратность увеличения составляет 2^n , где n – количество нажатий кнопки . Например, после одного нажатия масштаб кривой будет увеличен в два раза, после двух – в четыре, после трёх – в восемь и т.д.

Соответственно, для уменьшения масштаба, используйте кнопку , каждое нажатие которой будет уменьшать масштаб в два раза.

Внимание! При использовании инструмента масштабирования не следует приближать участок с изломом слишком сильно, т.к. в этом случае из области просмотра исчезнут линейные участки ветвей кривой до и после точки эквивалентности, что значительно усложнит визуальный поиск точки излома.



Сдвиг отмасштабированной кривой титрования

Если к кривой титрования был применён инструмент масштабирования , то на дисплее будет отображаться не вся кривая, а лишь её фрагмент, составляющий 1/2, 1/4, 1/8 и т.д. от исходной кривой в зависимости от кратности увеличения. При этом может оказаться, что данный фрагмент не будет включать участок с изломом. В этом случае следует сместить кривую титрования, чтобы в поле отображения графика попал требуемый фрагмент кривой титрования с изломом.

Множественными нажатиями кнопок  и  сдвиньте отмасштабированную кривую титрования, чтобы участок с изломом разместился в центре дисплея.


Сдвиг вертикальной линии

Чтобы совместить вертикальную линию с точкой излома на кривой титрования, коснитесь дисплея и, не отрывая пальца, проведите им влево / вправо. Вертикальная линия будет перемещаться, строго повторяя движение пальца. После совмещения вертикальной линии с излома на кривой, уберите палец от дисплея.

Если масштаб кривой не был увеличен, то для сдвига вертикальной линии можно использовать кнопки  и . Если кривая титрования отмасштабирована, то сдвиг вертикальной линии возможен только путём касания дисплея.

Переключение способов отображения кривой титрования

По умолчанию кривая титрования будет отображаться кусочно-линейным способом. Если требуется просмотреть отдельные точки, зарегистрированные прибором в ходе титрования, переключитесь на точечный способ отображения

кривой титрования нажатием кнопки . На рисунке 134 представлен пример точечного способа отображения кривой титрования.

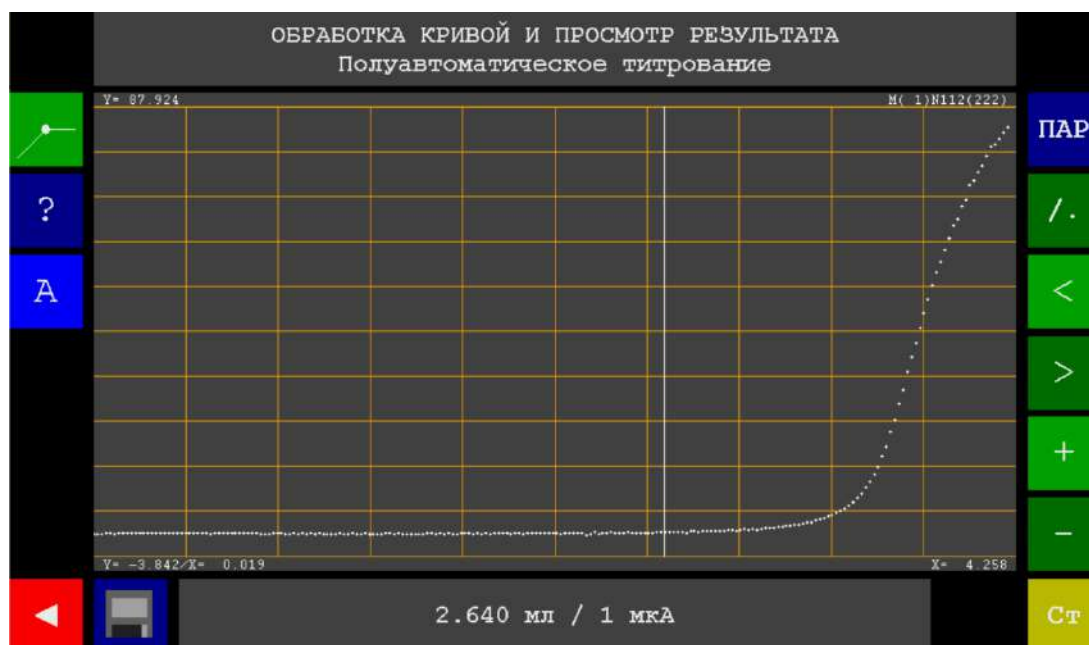




Рисунок 134 – Точечный способ отображения кривой титрования

Для обратного переключения на кусочно-линейный способ отображения повторно нажмите кнопку .

Вызов окна параметров титрования

Для просмотра метода и способа полуавтоматического титрования, которыми была получена обрабатываемая кривая, нажмите кнопку . На дисплее

отобразится окно просмотра параметров титрования, представленное на рисунке 135.

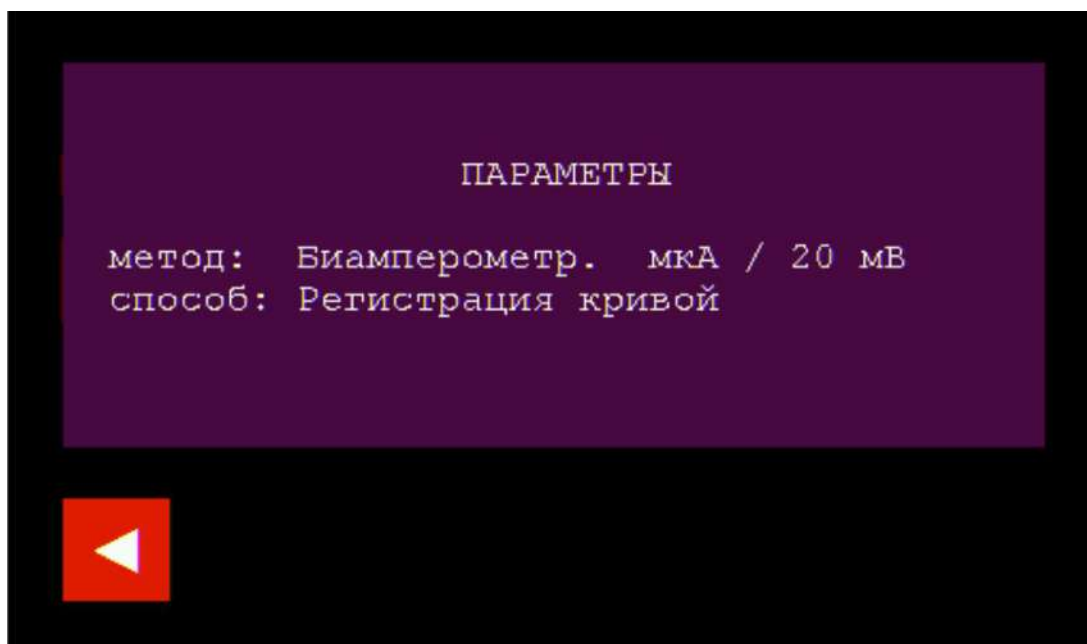






Рисунок 135 – Окно просмотра параметров полуавтоматического титрования

После завершения просмотра параметров нажмите кнопку  для возврата в окно раздела «Обработка кривой и просмотр результата».

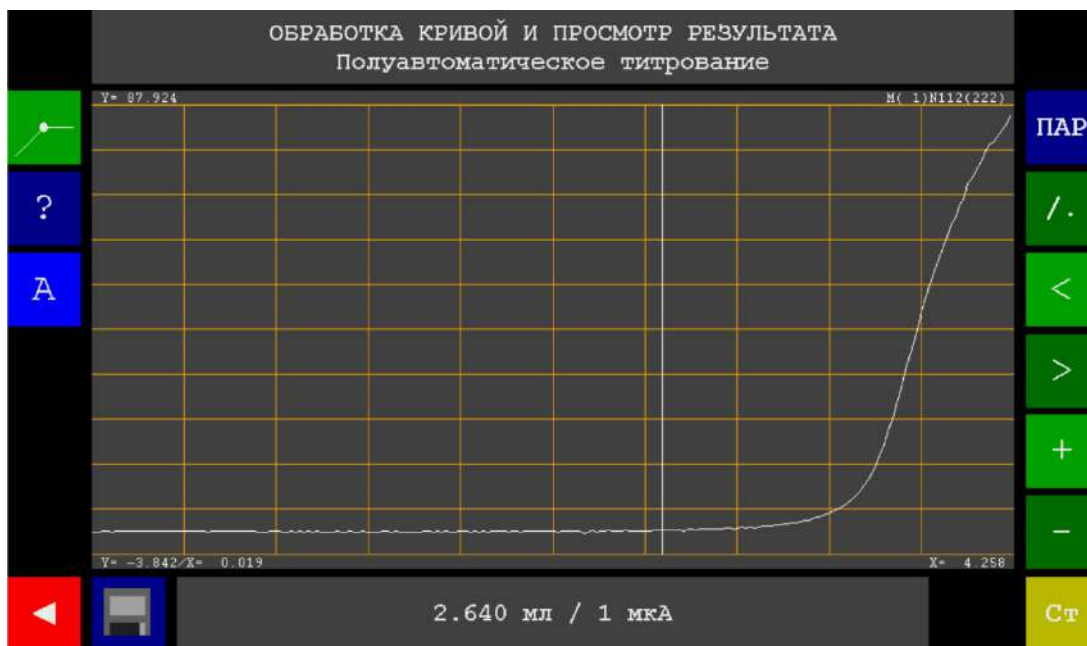
Вызов окна справки


Для просмотра справки о назначении кнопок раздела «Обработка кривой и просмотр результата» нажмите кнопку . На дисплее отобразится окно просмотра справки (первое из двух), представленное на рисунке 126.

Для перехода ко второму окну просмотра справки нажмите кнопку .

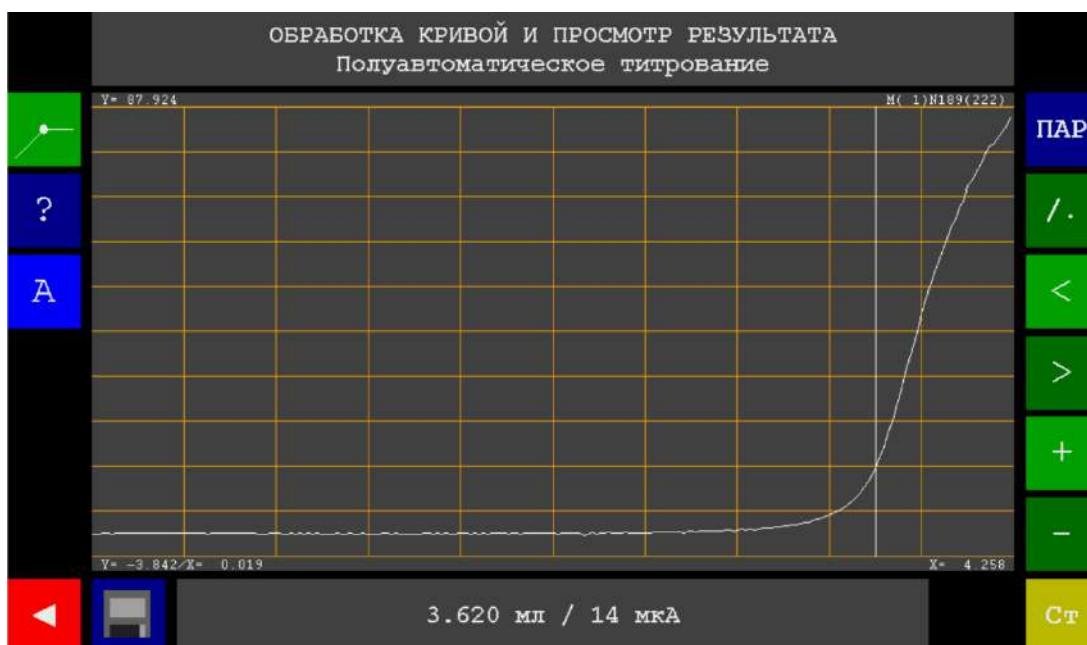
После завершения просмотра справки нажмите кнопку  для возврата в окно раздела «Обработка кривой и просмотр результата».


На рисунке 136 представлен пошаговый алгоритм ручной обработки кривой титрования (на примере кривой с одним изломом, представленной на рисунке 133):

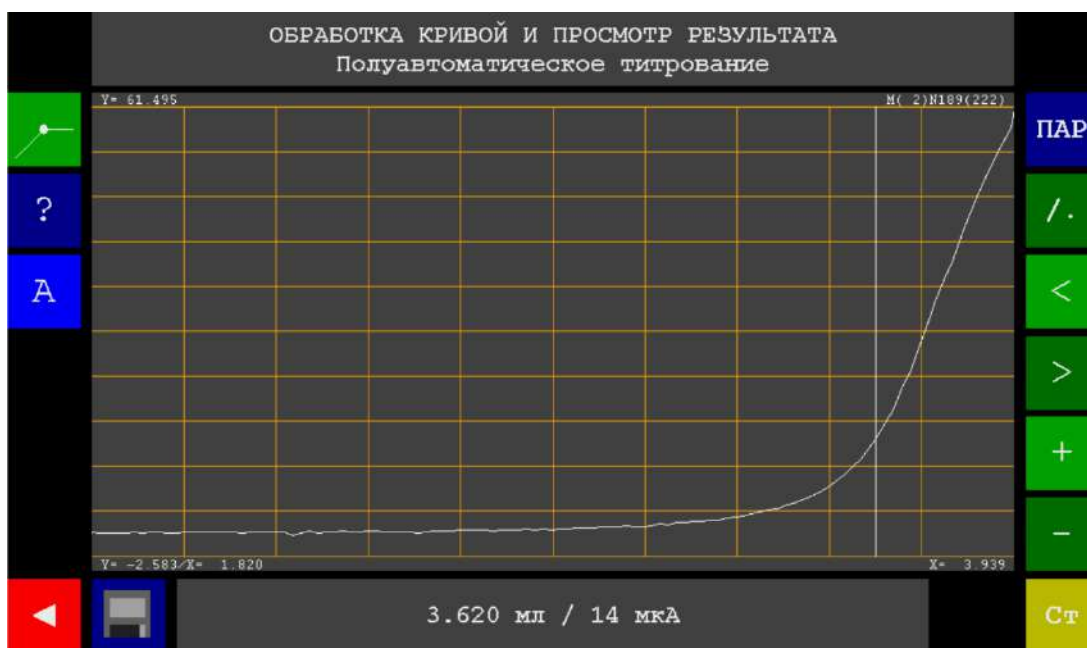





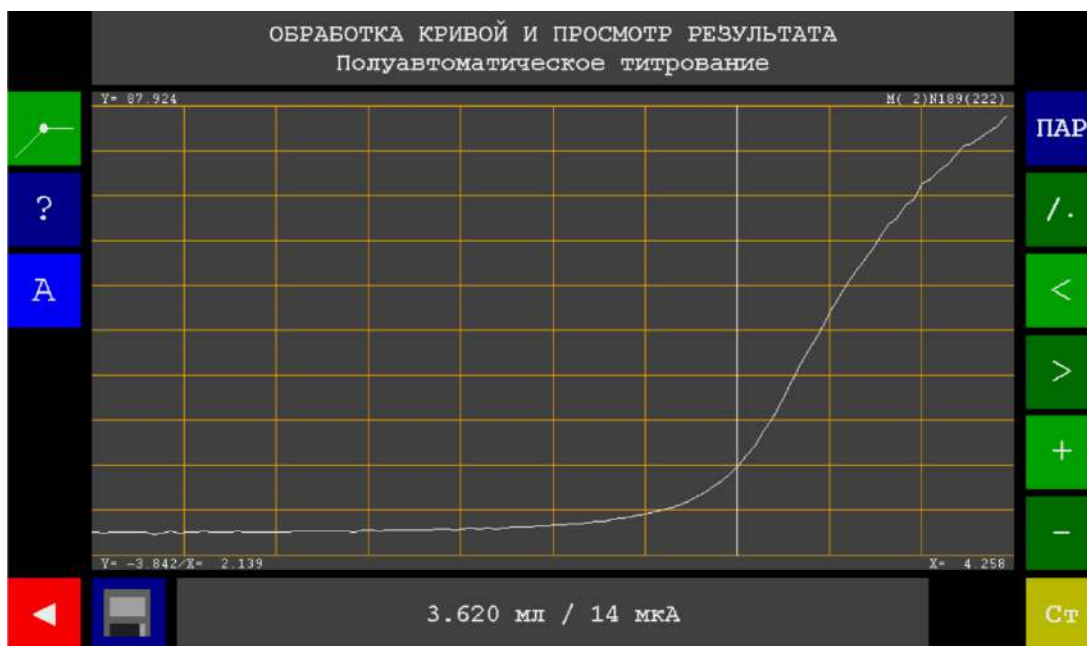
Шаг 1. Коснитесь дисплея пальцем в том месте, где ориентировочно находится точка излома на кривой титрования, чтобы приблизить вертикальную линию к точке эквивалентности.




Шаг 2. Нажмите кнопку  1 раз, чтобы увеличить масштаб и приблизить участок с изломом.



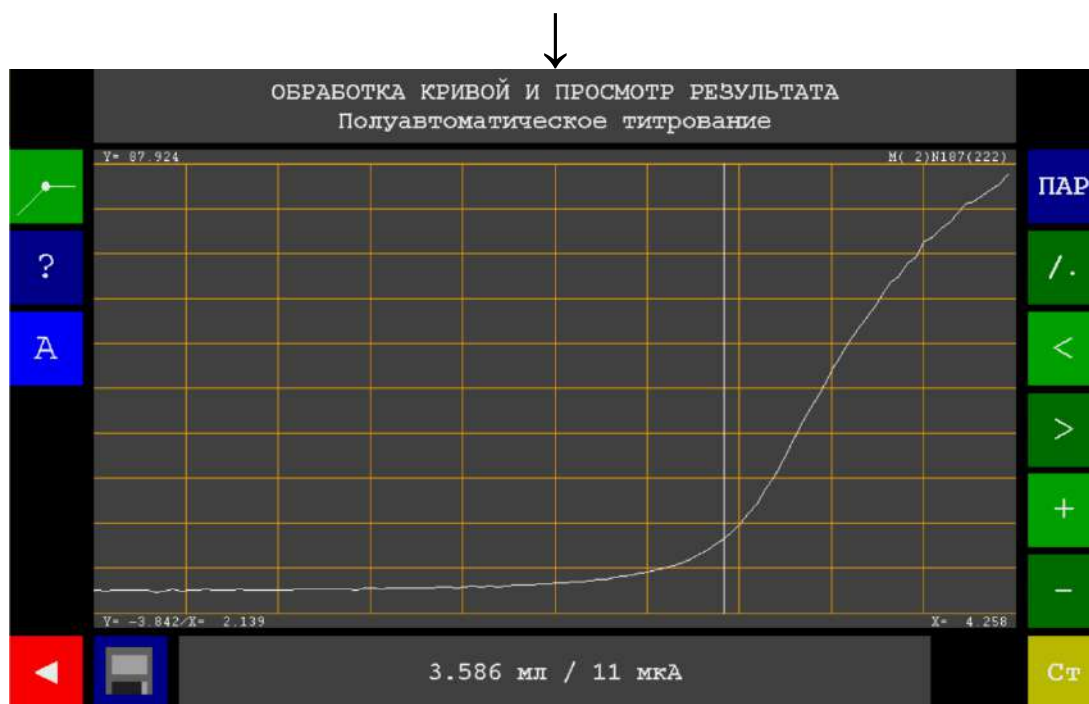
Шаг 3. Нажмите кнопку  3 раза, чтобы сместить отмасштабированную кривую влево и разместить участок с изломом в центре дисплея.



Шаг 4. Коснитесь дисплея и, не отрывая палец, проведите им влево / вправо



, чтобы сдвинуть вертикальную линию относительно кривой титрования. Оцените визуально возможное расположение точки излома на кривой титрования (а именно, вершины скруглённого угла, образованного ветвями кривой титрования), аккуратно совместите вертикальную линию с данной точкой и уберите палец от дисплея.



Шаг 5. Зафиксируйте результат титрования (координаты точки эквивалентности), отображаемый внизу дисплея: эквивалентный объём 3,586 мл; значение силы тока в точке эквивалентности 11 мкА.

Рисунок 136 – Пошаговый алгоритм ручной обработки кривой титрования (на примере кривой с одним изломом)

Координаты точки эквивалентности, зафиксированные в ручном режиме обработки кривой титрования, являются приблизительными. Для уточнения координат точки эквивалентности перейдите к автоматизированной обработке кривой титрования.

Если титруемый раствор содержит несколько веществ, вступающих в реакцию с титрантом, то в результате титрования будет получена кривая с двумя и более изломами. В этом случае потребуется определить точку эквивалентности для каждого оттитрованного вещества. Выполните ручную обработку кривой титрования, последовательно совмещая вертикальную линию с точкой каждого излома и фиксируя результат титрования отдельно для каждого титруемого вещества.

Автоматизированная обработка кривой титрования

Автоматизированная обработка заключается в нахождении точки эквивалентности как точки пересечения касательных к обеим ветвям кривой

титрования. Для построения касательных необходимо выделить прямолинейные участки ветвей кривой титрования до и после излома. Координаты точки пересечения касательных будут рассчитаны автоматически.

Переведите титратор в режим автоматизированной обработки кривой титрования нажатием кнопки **A**, которая начнёт мигать меняющимися цветами.

В поле отображения графика появятся две цветные зоны и две цветные линии, проведённые через точки пересечения левой и правой границы каждой зоны с кривой титрования. Вертикальная линия будет автоматически перенесена в точку пересечения цветных линий, как показано на рисунке 137.

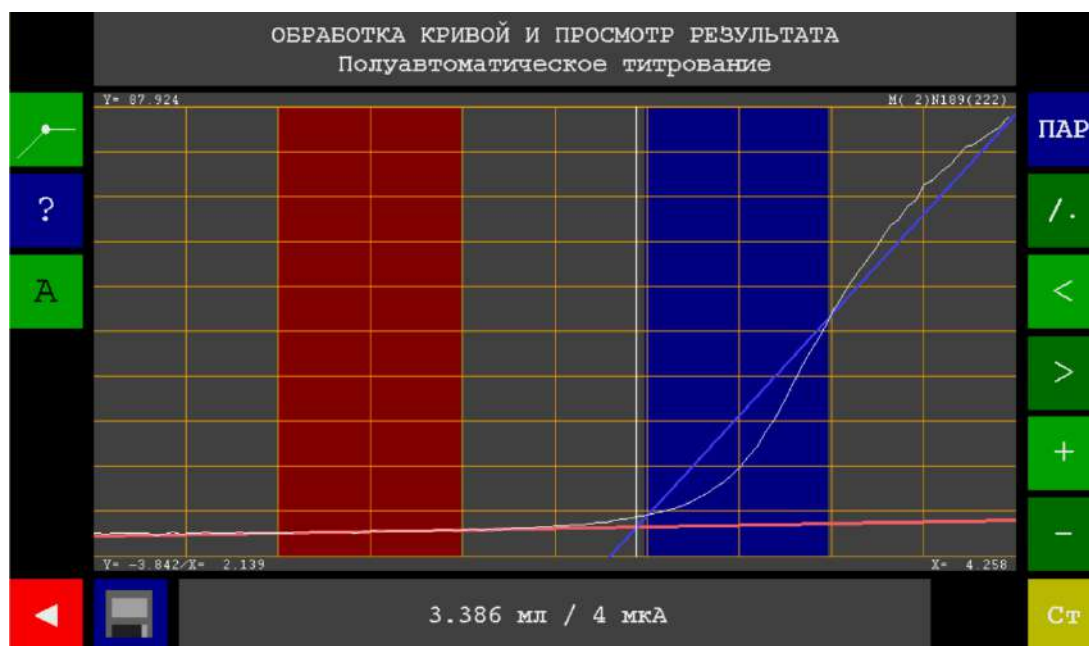


Рисунок 137 – Внешний вид окна раздела «Обработка кривой и просмотр результата» при включении автоматизированного режима обработки кривой титрования (на примере кривой с одним изломом после ручной обработки)

Измените положение границ выделенных зон так, чтобы в зонах оказались заключены прямолинейные участки обеих ветвей кривой титрования до и после точки излома. Для этого коснитесь дисплея вблизи границы и, не отрывая палец,



проведите им влево / вправо, чтобы сдвинуть границу. После сдвига границы в нужное положение, уберите палец от дисплея. Повторите аналогичные действия с каждой границей. При необходимости дополнительно используйте инструменты сдвига, масштабирования и изменения способа отображения кривой титрования.

В результате цветные линии примут положение, соответствующее касательным к ветвям кривой титрования. Автоматически рассчитанные координаты точки их пересечения отобразятся внизу дисплея и будут являться конечным результатом титрования, т.е. координатами точки эквивалентности.

На рисунке 138 представлен результат автоматизированной обработки кривой титрования с одним изломом.

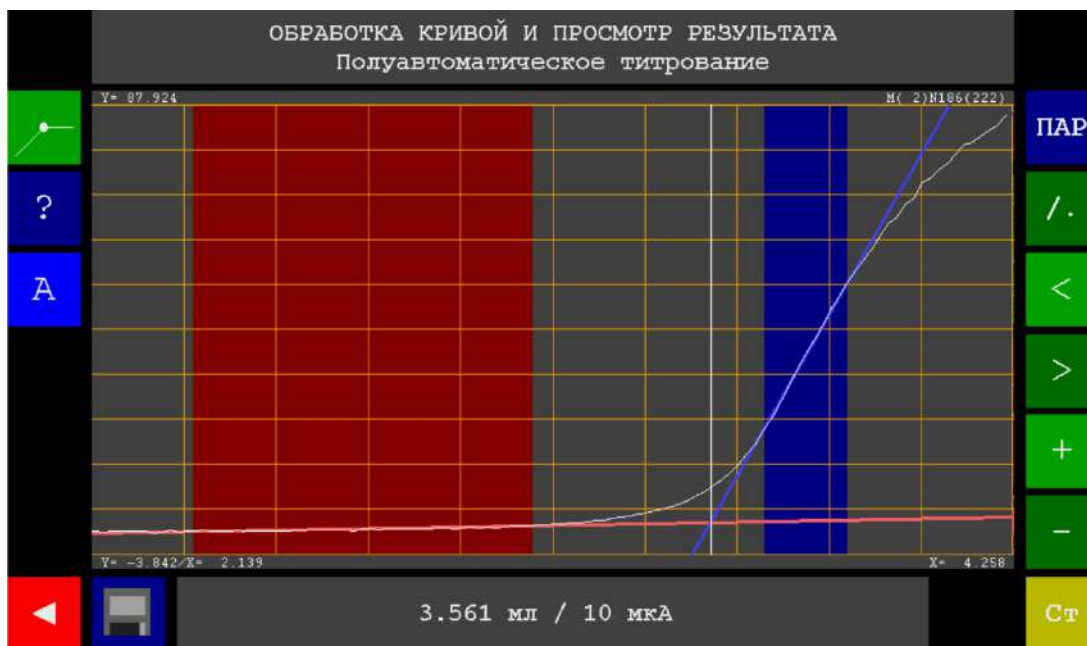


Рисунок 138 – Внешний вид окна раздела «Обработка кривой и просмотр результата» после завершения автоматизированной обработки кривой титрования (на примере кривой с одним изломом)

Для отключения автоматизированного режима обработки кривой титрования и возврата в ручной режим повторно нажмите кнопку **A**.


После завершения обработки кривой и получения конечного результата титрования (значения эквивалентного объёма титранта), выполните следующие действия:

- Если планируется проведение серии однотипных титрований параллельных проб с последующей статистической обработкой результатов, добавьте полученный результат (значение эквивалентного объёма) в раздел «Статистика» нажатием кнопки **Ст**. Данная операция выполняется аналогично проведению серии измерений ЭДС и Eh с статистической обработкой результатов по п. 11.3.3.
- Если требуется сохранить результаты титрования в памяти титратора, нажмите кнопку **Ст** и выполните сохранение в соответствии с п. 11.6.5.5.1.
- Нажмите кнопку **←** для выхода в окно раздела «Полуавтоматическое титрование».

11.6.5.4.3 Обработка кривой и просмотр результатов титрования, выполненного способом «Регистрация кривой» методом «Фотометрический»

ГРАФИК

При нажатии кнопки  на дисплее отобразится окно раздела «Обработка кривой и просмотр результата». По умолчанию будет установлен способ


обработки кривой титрования «По перегибу» ().

Вид и способ обработки кривой титрования зависят от варианта фотометрического титрования. Различают два варианта:

- титрование с изменением окраски титранта и (или) титруемого раствора;
- титрование с изменением окраски индикатора.

В случае безындикаторного фотометрического титрования отображаемая кривая титрования будет аналогична кривым, полученным методами «Бипотенциометрический мВ», «Биамперометрический мкА» и «Кондуктометрический мкСм» иметь, то есть будет иметь прямолинейный вид с изломом в точке

эквивалентности. Нажмите кнопку ,

чтобы переключиться на способ обработки «По излому» (). Далее выполните обработку кривой и получите конечный результат титрования в соответствии с п. 11.6.5.4.2.

В случае фотометрического титрования с индикатором отображаемая кривая титрования будет аналогична кривым, полученным методами «Потенциометрический мВ» и «Потенциометрический рН», то есть будет иметь волнообразный участок, соответствующий цветовому переходу индикатора.

На рисунке 139 представлен пример кривой титрования, полученной методом «Фотометрический» с применением индикатора.

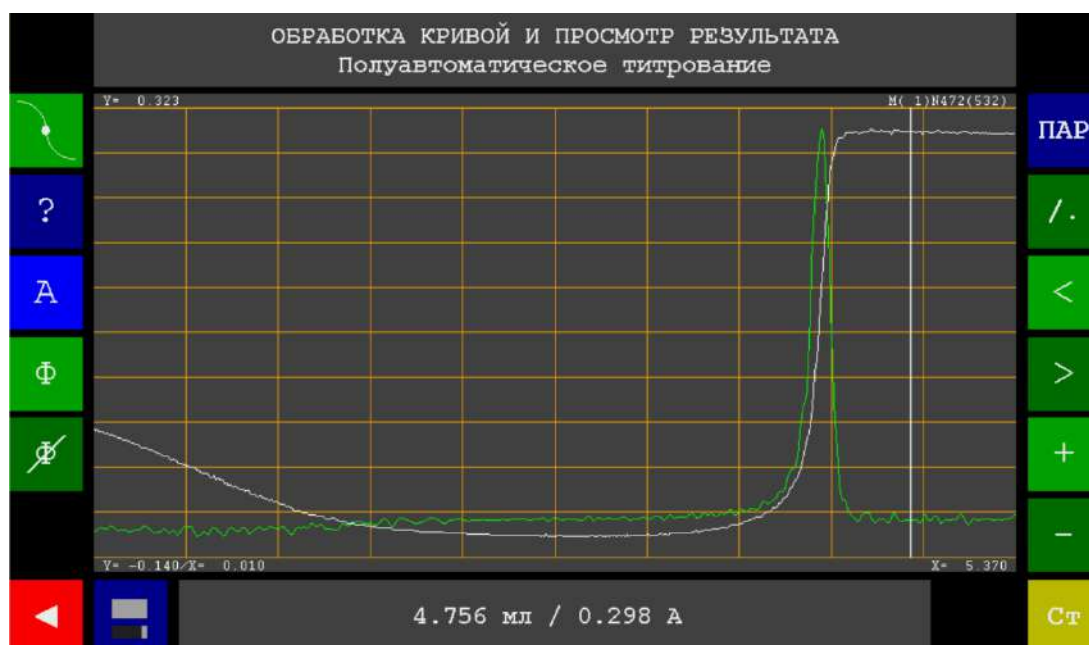



Рисунок 139 – Внешний вид окна раздела «Обработка кривой и просмотр результата» на примере кривой титрования, полученной методом «Фотометрический» с применением индикатора

В зависимости от химической природы реагирующих веществ (титранта, титруемого вещества и индикатора), точка эквивалентности может находиться в разных местах волнообразного участка кривой титрования: в начале, в конце или в середине. Обычно эта взаимосвязь учтена в методиках выполнения измерений (МВИ) в виде указаний, в какой момент следует прекратить подачу титранта.

Если в МВИ указано, что титрование следует прекратить в момент, когда индикатор приобретает переходную окраску, то точкой эквивалентности является точка перегиба волнообразного участка. В этом случае переключитесь на способ

обработки «По перегибу» () , выполните обработку кривой и получите конечный результат титрования в соответствии с п. 11.6.5.4.1. На рисунке 140 представлен результат автоматизированной обработки кривой фотометрического титрования с нахождением точки эквивалентности, соответствующей моменту формирования переходной окраски индикатора.

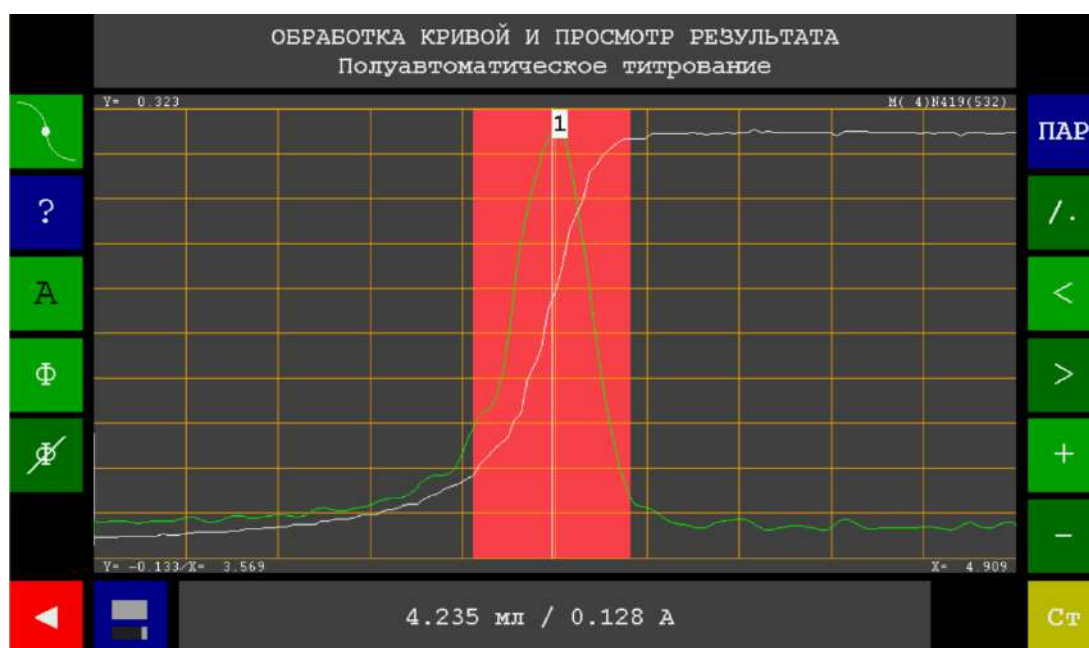



Рисунок 140 – Внешний вид окна раздела «Обработка кривой и просмотр результата» после обработки кривой фотометрического титрования с нахождением точки эквивалентности, соответствующей моменту формирования переходной окраски индикатора

Если в МВИ указано, что титрование следует прекратить в момент начала изменения исходной окраски индикатора, то точкой эквивалентности является точка начала волнообразного участка. В этом случае переключитесь на способ обработки

«По излому» () , выполните автоматизированную обработку кривой и получите конечный результат титрования в соответствии с п. 11.6.5.4.2. В ходе обработки установите цветные линии таким образом, чтобы одна являлась касательной к точке перегиба волнообразного участка, а вторая проходила по прямолинейному участку ветви, расположенной перед волнообразным участком. На рисунке 141 представлен результат автоматизированной обработки кривой фотометрического титрования с нахождением точки эквивалентности, соответствующей моменту начала изменения исходной окраски индикатора.

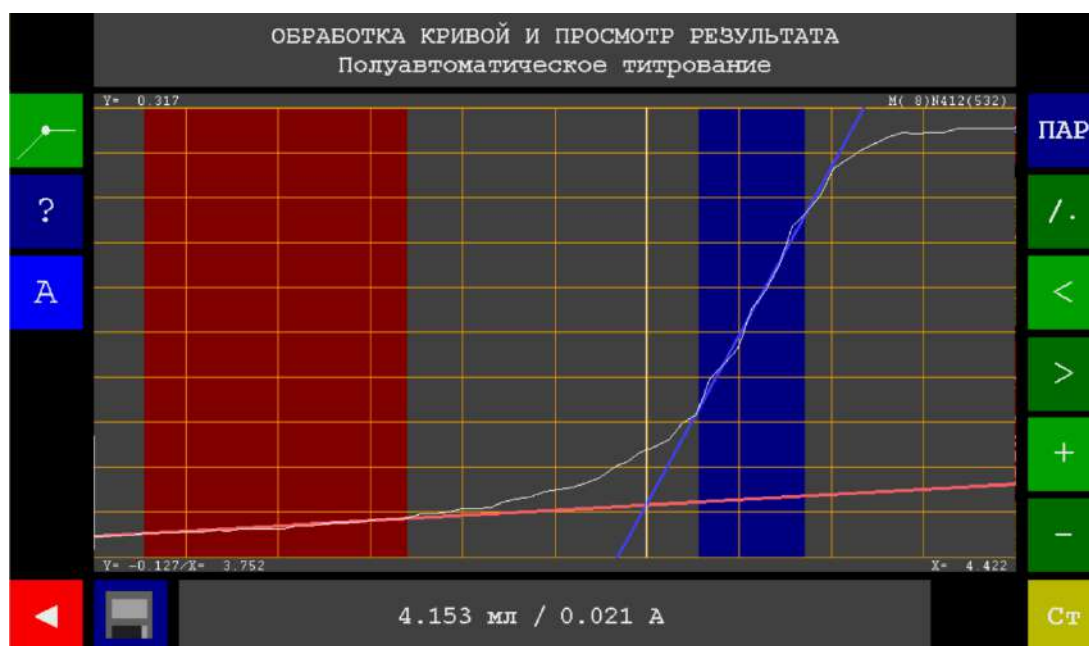



Рисунок 141 – Внешний вид окна раздела «Обработка кривой и просмотр результата» после обработки кривой фотометрического титрования с нахождением точки эквивалентности, соответствующей моменту начала изменения исходной окраски индикатора

Если в МВИ указано, что титрование следует прекратить в момент формирования устойчивой конечной окраски индикатора (самый распространённый случай), то точкой эквивалентности является точка конца волнообразного участка. В

этом случае переключитесь на способ обработки «По излому» (), выполните автоматизированную обработку кривой и получите конечный результат титрования в соответствии с п. 11.6.5.4.2. В ходе обработки установите цветные линии таким образом, чтобы одна являлась касательной к точке перегиба волнообразного участка, а вторая проходила по прямолинейному участку ветви, расположенной после волнообразного участка. На рисунке 142 представлен результат автоматизированной обработки кривой фотометрического титрования с нахождением точки эквивалентности, соответствующей моменту формирования устойчивой конечной окраски индикатора.

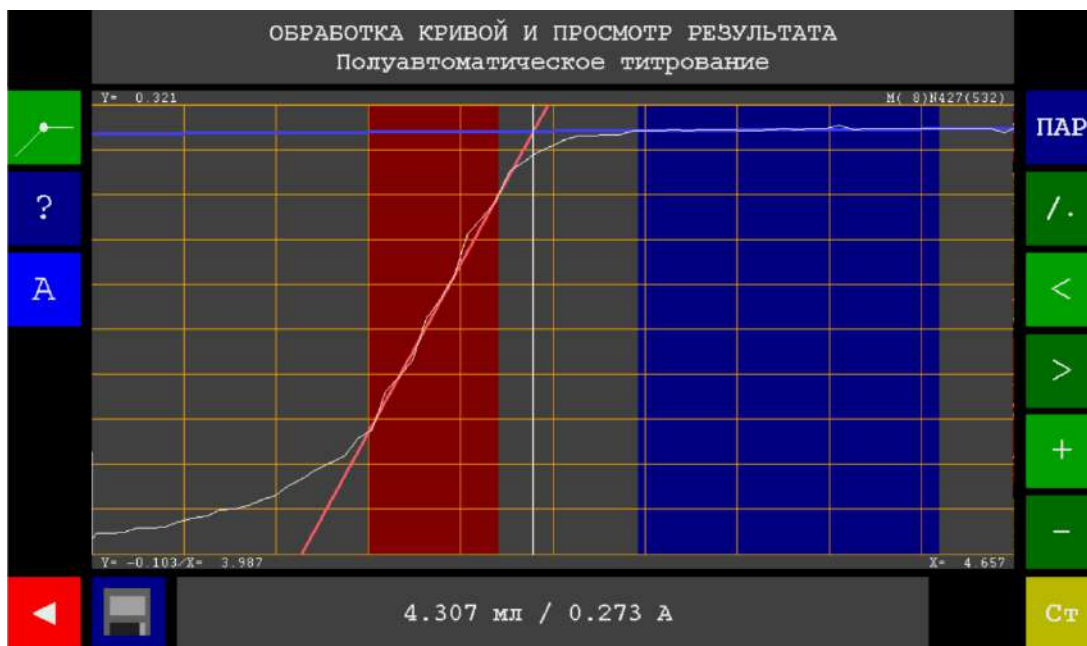






Рисунок 142 – Внешний вид окна раздела «Обработка кривой и просмотр результата» после обработки кривой фотометрического титрования с нахождением точки эквивалентности, соответствующей моменту формирования устойчивой конечной окраски индикатора

После завершения обработки кривой и получения конечного результата титрования (значения эквивалентного объёма титранта), выполните следующие действия:

- Если планируется проведение серии однотипных титрований параллельных проб с последующей статистической обработкой результатов, добавьте полученный результат (значение эквивалентного объёма) в раздел «Статистика» нажатием кнопки . Данная операция выполняется аналогично проведению серии измерений ЭДС и Eh с статистической обработкой результатов по п. 11.3.3.
- Если требуется сохранить результаты титрования в памяти титратора, нажмите кнопку  и выполните сохранение в соответствии с п. 11.6.5.5.1.
- Нажмите кнопку  для выхода в окно раздела «Полуавтоматическое титрование».

11.6.5.4.4 Просмотр результатов титрования, выполненного способом «До конечной точки» методом «Потенциометрический pH»

При нажатии кнопки  на дисплее отобразится окно просмотра результата титрования, представленное на рисунке 143 на примере титрования щёлочи кислотой с установленной конечной точкой титрования 7,00 pH.

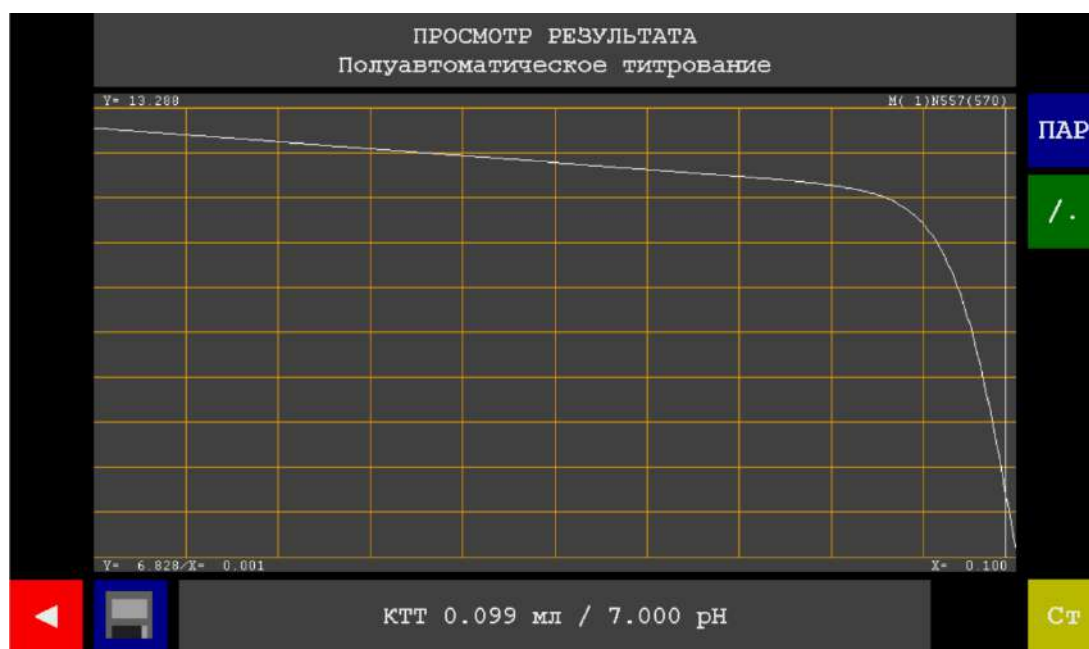



Рисунок 143 – Окно просмотра результатов титрования щёлочи кислотой, выполненного способом «До конечной точки» методом «Потенциометрический рН» с установленной конечной точкой титрования 7,00 рН

В окне отобразится полученная кривая титрования, пересечённая вертикальной линией в заданной конечной точке. Значение объёма титранта, израсходованного для достижения заданной конечной точки титрования (в данном случае 7,00 рН) вычисляется прибором автоматически.

Внизу дисплея отобразится конечный результат титрования – значение объёма титранта в конечной точке и координата рН конечной точки титрования.

Никакой дополнительной обработки кривой титрования не требуется.

Если требуется просмотреть отдельные точки, зарегистрированные прибором в ходе титрования, переключитесь на точечный способ отображения кривой

титрования нажатием кнопки . На рисунке 144 представлен пример точечного способа отображения кривой титрования.

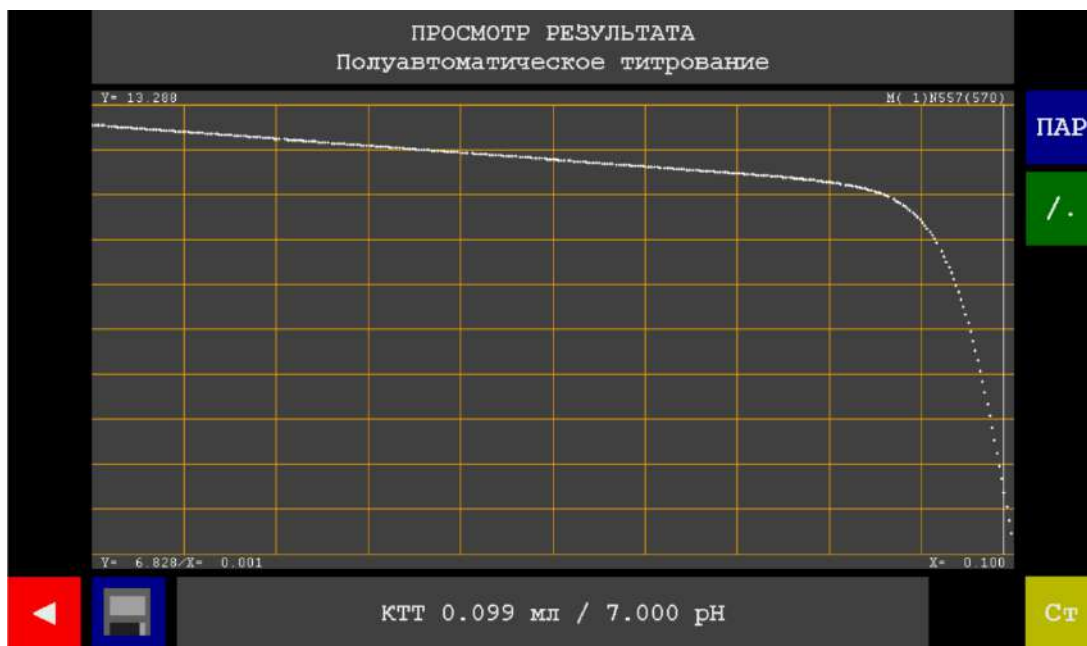




Рисунок 144 – Точечный способ отображения кривой титрования

Для обратного переключения на кусочно-линейный способ отображения повторно нажмите кнопку .

Для просмотра метода и способа выполненного полуавтоматического титрования, нажмите кнопку . На дисплее отобразится окно просмотра параметров титрования, представленное на рисунке 145.

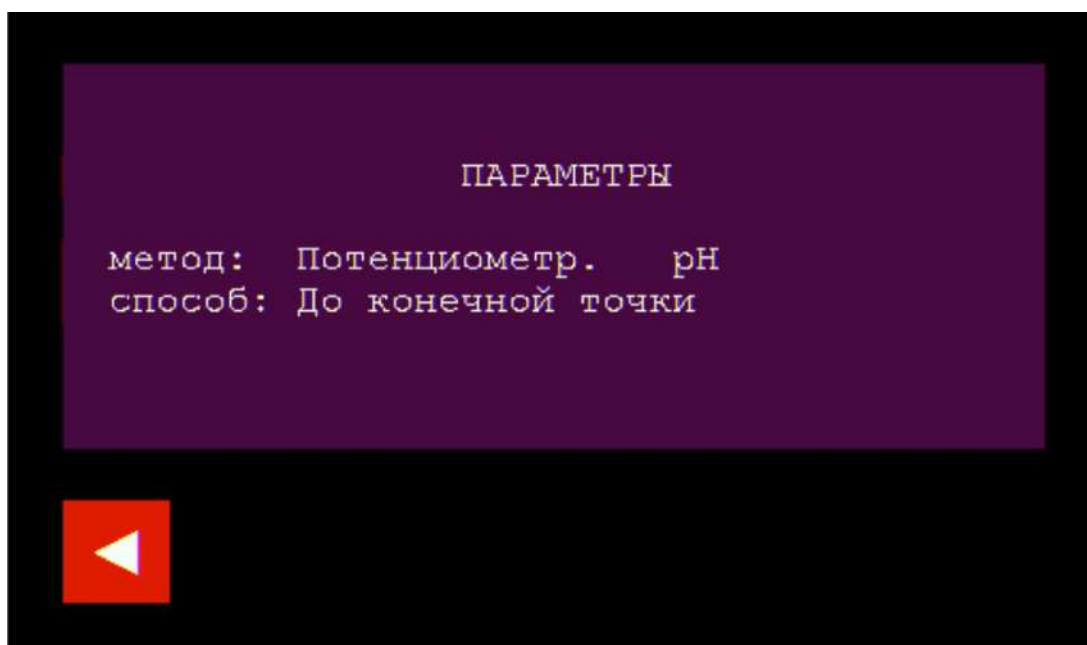





Рисунок 145 – Окно просмотра параметров полуавтоматического титрования


После завершения просмотра параметров нажмите кнопку  для возврата в окно раздела «Обработка кривой и просмотр результата».

После завершения просмотра результата титрования (значения эквивалентного объёма титранта), выполните следующие действия:

- Если планируется проведение серии однотипных титрований параллельных проб с последующей статистической обработкой результатов, добавьте полученный результат (значение эквивалентного

объёма) в раздел «Статистика» нажатием кнопки . Данная операция выполняется аналогично проведению серии измерений ЭДС и Eh с статистической обработкой результатов по п. 11.3.3.

- Если требуется сохранить результат титрования в памяти титратора, нажмите кнопку  и выполните сохранение в соответствии с п. 11.6.5.5.1.


- Нажмите кнопку  для выхода в окно раздела «Полуавтоматическое титрование».

11.6.5.5 Сохранение результатов и завершение титрования

11.6.5.5.1 Сохранение результатов титрования

Результаты титрования могут быть сохранены в постоянной памяти титратора, где будут храниться в виде отдельных файлов до тех пор, пока не будут удалены пользователем.

Доступ к сохраненным результатам осуществляется в разделе «АРХИВ». При открытии файла из архива на дисплее будет отображаться вся информация, содержащаяся в окне «Обработка кривой и просмотр результата» или «Просмотр результата» на момент сохранения. Таким образом, пользователь получает возможность вывести на дисплей ранее полученную и обработанную кривую титрования, выполненного способом «Регистрация кривой», при желании подвергнуть её повторной обработке для определения точек эквивалентности, повторно просмотреть конечный результат титрования, выполненного способом «До конечной точки», а также просмотреть установленные параметры титрования для каждого сохраненного результата.

Если сохранять результат не требуется, нажмите кнопку  для возврата в окно раздела «Титрование полуавтоматическое» и завершите титрование в соответствии с п. 11.6.5.5.2.



Чтобы сохранить результат титрования в памяти титратора нажмите кнопку . На дисплее появится запрос на сохранение файла с полученным результатом титрования, представленный на рисунке 146.




Рисунок 146 – Запрос на сохранение файла с результатом титрования в памяти титратора

Сохраняемому файлу автоматически присваивается номер, например, «10001.ARX».

Если требуется отменить операцию сохранения результата титрования и вернуться в окно обработки кривой и просмотра результата нажмите кнопку 


или .

Чтобы продолжить выполнение операции сохранения результата титрования нажмите кнопку . На дисплее отобразится клавиатура для ввода комментария к сохраняемому файлу, представленная на рисунке 147.

Клавиатура имеет кнопки для ввода символов (букв, знаков и пробела) и 6 функциональных кнопок.



Рисунок 147 – Клавиатура для ввода комментария к сохраняемому файлу

Функциональная кнопка	Назначение
PVC ENG	Переключение языка ввода клавиатуры (русский / английский)
SHIFT	Переключение регистра букв (строчные / заглавные)
<-- DEL	Удаление последнего набранного символа
DEL ALL	Удаление всего набранного текста
ENTER	Сохранение набранного текста в качестве комментария к файлу
	Отмена ввода комментария и возврат в окно обработки кривой и просмотра результата или в окно раздела «Титрование полуавтоматическое»

Наберите на клавиатуре комментарий к сохраняемому файлу, используя при необходимости функциональные кнопки для изменения языка ввода (русский / английский), регистра букв (строчные / заглавные), а также для удаления набранного символа или всего текста.

Набранный текст комментария, например, «Образец 123» будет отображаться над клавиатурой, как показано на рисунке 148.

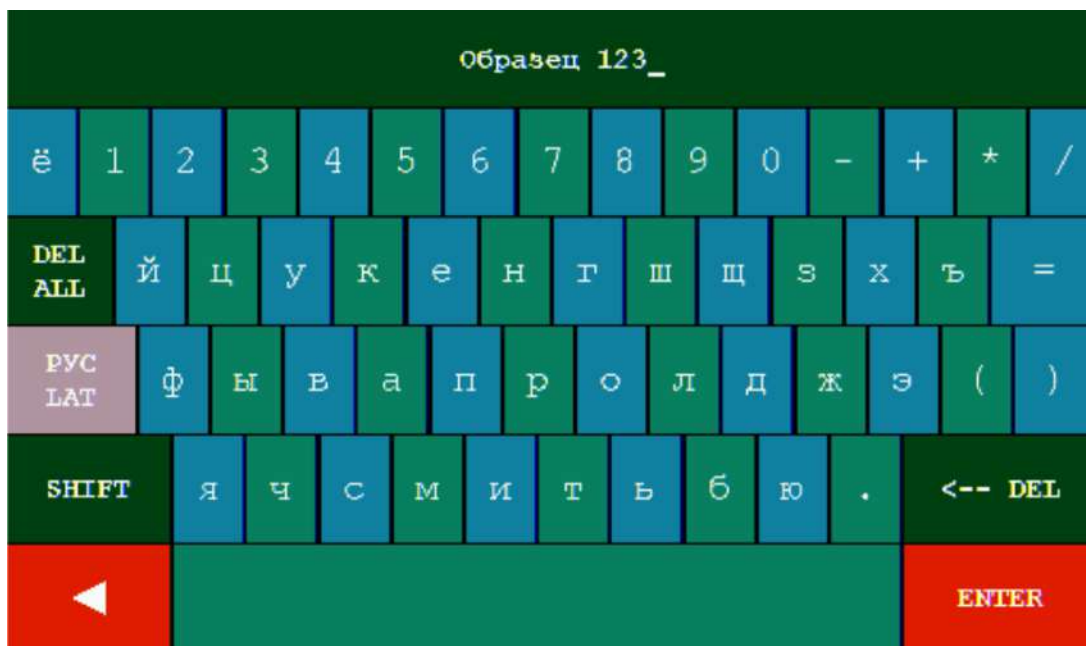







Рисунок 148 – Клавиатура с набранным текстом комментария к сохраняемому файлу

Если требуется отменить ввод комментария и вернуться к запросу на сохранение файла, нажмите кнопку .

Для завершения выполнения операции сохранения нажмите кнопку . Файл с результатом будет сохранён в постоянной памяти титратора в разделе «АРХИВ» вместе с сопроводительной информацией, необходимой для его последующей идентификации и поиска в архиве: комментарием, датой и временем создания.



После сохранения на дисплее отобразится окно обработки кривой и просмотра результатов или окно просмотра результатов (в зависимости от способа титрования), в котором кнопка  будет отсутствовать. Нажмите на кнопку  для возврата в окно «Титрование полуавтоматическое» и завершения титрования.

11.6.5.5.2 Завершение титрования

Если требуется завершить текущее титрование, чтобы начать новое титрование без выхода из режима «Титрование полуавтоматическое», нажмите кнопку очистки поля отображения графика . На дисплее отобразится окно режима «Титрование полуавтоматическое» в исходном состоянии: поле отображения графика будет очищено, кнопки установки параметров титрования будут активными.

Если требуется завершить работу в режиме «Титрование полуавтоматическое», выполните промывку и опорожнение гибких трубок в

соответствии с п. 11.5.6 и нажмите кнопку . На дисплее отобразится главное меню.

Примечание – Если на момент нажатия кнопки  или  результаты последнего титрования не были сохранены, на дисплее появится запрос на сохранение, показанный на рисунке 146. Выберите и выполните требуемое действие в соответствии с п. 11.6.5.5.1.

11.7 Работа в режиме автоматического титрования

Режим автоматического титрования применяется для анализа образца по сохраненной в памяти титратора методике титрования, а также для проведения титрования с целью создания и сохранения новой методики титрования.

11.7.1 Подготовка к автоматическому титрованию

Приступая к автоматическому титрованию, выполните следующие подготовительные операции:

- установите одну, две или три ёмкости с титрантами и вспомогательными растворами, которые планируется использовать для проведения полуавтоматического титрования, по п. 10.1;

- подготовьте и подключите ПИП, соответствующие применяемому режиму титрования, по п. 10.3;

- установите ПИП, направляющую для гибких трубок и ёмкость с титруемым раствором в соответствии с применяемым режимом титрования по п. 10.4.2 – 10.4.7;

- установите одну, две или три гибкие трубки по п. 10.5 (количество трубок должно соответствовать количеству ёмкостей с титрантами и вспомогательными растворами).

- для работы в режиме автоматического потенциометрического кислотно-основного титрования приготовьте буферные растворы - рабочие эталоны pH для градуировки и контрольных измерений по прилагаемым к ним инструкциям (перед измерениями необходимо привести растворы к температуре $(25,0 \pm 0,2)$ °C) и выполните градуировку прибора по п. 11.4.4.

Примечание – Градуировку рекомендуется проводить непосредственно перед титрованием. Допускается приступать к титрованию без градуировки при условии проведения измерения pH в контрольном растворе (рабочем эталоне pH), в результате которого отклонение показаний прибора от номинального значения pH контрольного раствора не будет превышать 0,05 pH. В противном случае, проведение градуировки носит обязательный характер.

11.7.2 Вход в раздел «Титрование автоматическое»

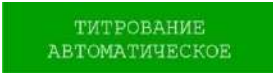
Нажмите кнопку  в главном меню управление. На дисплее отобразится окно раздела «Титрование автоматическое» со списком сохранённых методик, показанное на рисунке 149:



Рисунок 149 – Окно раздела «Титрование автоматическое» со списком сохранённых методик

Кнопка	Назначение
ИЗБРАННОЕ	Переход к списку избранных методик
СОЗДАТЬ	Создание новой методики
РЕДАКТИРОВАТЬ	Редактирование списка методик (удаление методик; добавление и исключение методик из списка избранных методик)
◀	Выход из раздела автоматического титрования и возврат в главное меню

Примечания




1 Количество и названия методик в списке сохранённых методик могут отличаться от представленных на рисунке 149.

2 Методики могут быть добавлены в список сохранённых методик двумя способами: путём создания и сохранения новой методики с помощью команды **СОЗДАТЬ** или путём загрузки готовой методики в память титратора с Flash-носителя.

11.7.3 Просмотр и редактирование списка методик

11.7.3.1 Просмотр списка методик

В окне отобразится полный список с названиями методик титрования, сохранённых в памяти титратора. В верхней строке отобразится надпись «Список методик», диапазон порядковых номеров методик, отображаемых в текущем окне, и общее количество сохранённых методик, например, «1-5 из 5».

Размеры окна позволяют отобразить названия не более 16 методик. Если в списке более 16 методик, то для просмотра 17-ой и последующих методик пролистните список вниз с помощью кнопки , которая появится в нижней строке дисплея. Для пролистывания списка вверх нажмите кнопку . Например, если в списке 21 методика, то в исходном окне отобразятся первые 16 методик списка «1-16 из 21», а после нажатия кнопки  – оставшиеся 5 методик «17-21 из 21».

11.7.3.2 Просмотр списка избранных методик





Для просмотра списка избранных методик нажмите кнопку . В окне отобразится список с названиями избранных методик титрования, составленный оператором в соответствии с п. 11.7.3.3. В верхней строке отобразится надпись «Список методик (избранное)», диапазон порядковых номеров избранных методик, отображаемых в текущем окне, и общее количество избранных методик. Например, если последние две методики из списка, представленного на рисунке 149, были добавлены в «Избранное», то при нажатии кнопки  на дисплее отобразится окно, показанное на рисунке 150.



Рисунок 150 – Окно раздела «Титрование автоматическое» со списком избранных методик

При этом вместо кнопки  станет отображаться кнопка , нажав на которую можно вернуться к просмотру полного списка сохранённых методик.

11.7.3.3 Редактирование списка избранных методик

Для редактирования списка избранных методик перейдите к полному списку сохранённых методик и нажмите кнопку **РЕДАКТИРОВАТЬ**. На дисплее отобразится окно раздела «Титрование автоматическое» в режиме редактирования списка методик, показанное на рисунке 151:

СПИСОК МЕТОДИК (1-5 из 5)		
Щелочность воды по ГОСТ 31957	<input type="radio"/>	X
Жесткость воды по ГОСТ 31954	<input type="radio"/>	X
Кислотность молока по ГОСТ Р 54669	<input type="radio"/>	X
Кислотное число раст. масла по ГОСТ 31933	<input checked="" type="radio"/>	X
Титрование тетрабората (титрант 0,1N HCl)	<input checked="" type="radio"/>	X

Рисунок 151 – Окно раздела «Титрование автоматическое» в режиме редактирования списка методик

В строке каждой методики появятся символы «○» или «●», указывающие на её статус: «○» - методика не добавлена в список избранных, «●» - методика добавлена в список избранных.

Переключение статуса методик производится путем нажатия кнопок с данным символом в строках соответствующих методик. Таким образом, можно добавлять методики в список избранных или исключать их списка избранных.

Например, чтобы исключить методику «Кислотное число раст. масла по ГОСТ 31933» из списка избранных, нажмите на символ «●» в строке данной методики. Символ «●» изменится на символ «○», методика будет исключена из списка избранных. Чтобы добавить методику «Щелочность воды по ГОСТ 31957» в список избранных, нажмите на символ «○» в строке данной методики. Символ «○» изменится на символ «●», методика будет добавлена в список избранных. В результате, после изменения статуса данных методик, окно раздела «Титрование автоматическое» в режиме редактирования списка методик примет вид, показанный на рисунке 152:

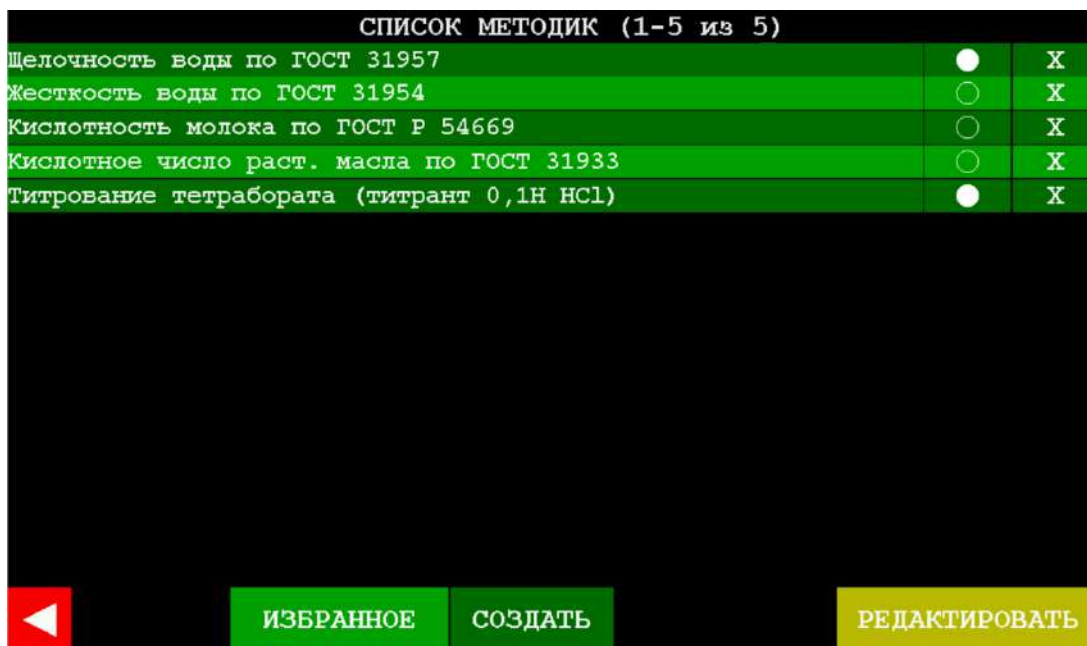


Рисунок 152 – Окно раздела «Титрование автоматическое» в режиме редактирования списка методик после изменения статуса методик

Для завершения редактирования и просмотра отредактированного списка избранных методик последовательно нажмите кнопки **РЕДАКТИРОВАТЬ** и **ИЗБРАННОЕ**. На дисплее отобразится список избранных методик, составленный по результатам последнего редактирования, показанный на рисунке 153:



Рисунок 153 – Окно раздела «Титрование автоматическое» с отредактированным списком избранных методик

11.7.3.4 Удаление методик из списка сохранённых методик

Для удаления методик из списка сохранённых методик перейдите к полному списку сохранённых методик и нажмите кнопку **РЕДАКТИРОВАТЬ**. На дисплее отобразится окно раздела «Титрование автоматическое» в режиме редактирования списка методик, показанное на рисунке 152. В конце строки каждой методики будет отображаться кнопка с символом «X», нажав на которую можно перейти к удалению методики.

Например, если требуется удалить методику «Жесткость воды по ГОСТ 31954», нажмите кнопку с символом «X» в строке данной методики. На дисплее отобразится запрос, показанный на рисунке 154:

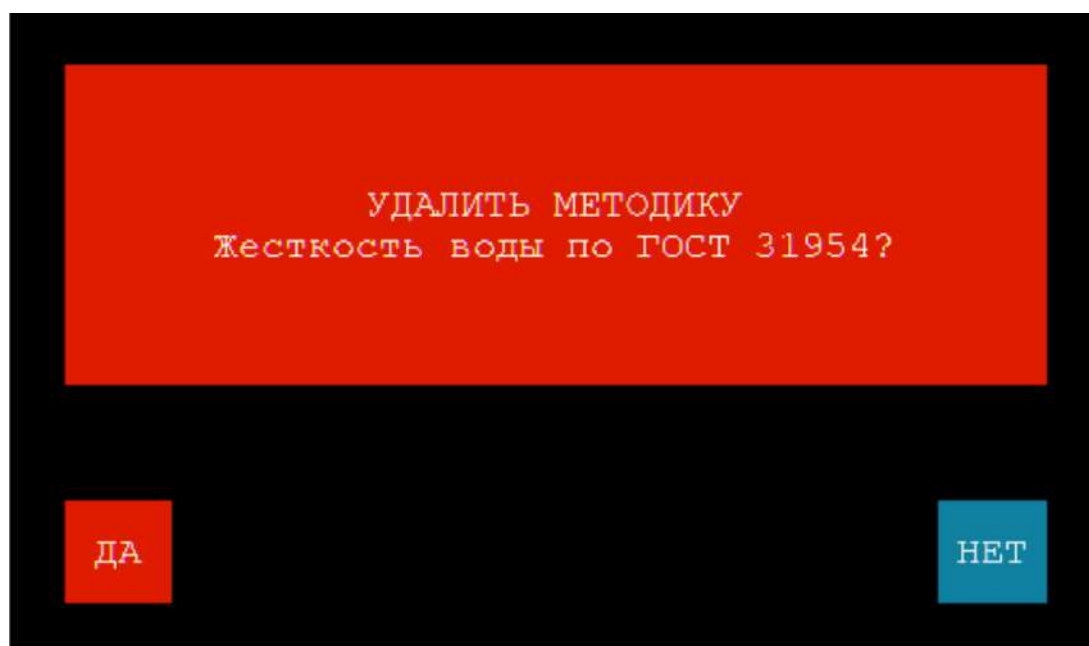


Рисунок 154 – Запрос на удаление методики из списка сохранённых методик

Для отмены удаления методики, нажмите кнопку **НЕТ**.

Для подтверждения намерения удалить методику, нажмите кнопку **ДА**.

Аналогичным образом удалите методики, хранение которых в памяти титратора более не актуально, например, «Щелочность воды по ГОСТ 31957» и «Титрование тетрабората (титрант 0,1 Н НСl)». Данные методики перестанут отображаться в списке методик и конечный список сохранённых методик станет выглядеть так, как показано на рисунке 155:



Рисунок 154 – Окно раздела «Титрование автоматическое» со списком сохранённых методик после удаления трёх методик

После удаления методик, нажмите кнопку для завершения редактирования.

Примечание – Удаление методики выполняется титратором вне зависимости от её статуса. Нахождение методики в список избранных методик не защищает её от удаления.

11.7.4 Создание новой методики

11.7.4.1 Вход в раздел «Создание методики»

Для создания новой методики нажмите кнопку в окне раздела «Титрование автоматическое», расположенную под списком сохранённых методик. На дисплее отобразится окно раздела «Создание методики», показанное на рисунке 155:

СОЗДАНИЕ МЕТОДИКИ				
Титрование . . .				
Вспом.раствор А	<input type="radio"/> НЕТ	0.0 мл	1.000 г/мл	10 сек
Вспом.раствор Б	<input type="radio"/> НЕТ	0.0 мл	1.000 г/мл	10 сек
метод:	Потенциометр. рН	КЛБ	способ:	Регистрация кривой
нач.доза:	границы зоны:	дискр.вне зоны:	дискр.в зоне:	окончание:
0.0 мл	вход 6.00 рН	10 мкл	3 мкл	10.00 рН
10 сек	выход 8.00 рН	5 сек	5 сек	
плотность:	1.000 г/мл	формула	<input type="radio"/> НЕТ	автосамплер:
				НЕТ
		ПРОВНОЕ ТИТРОВАНИЕ		СОХРАНИТЬ НОВЫЙ

Рисунок 155 – Окно раздела «Создание методики»

По умолчанию, в окне отобразится таблица с доступными для редактирования параметрами методики по методу «Потенциометрический рН» / способу «Регистрация кривой».

Над таблицей отобразится поле для ввода названия методики, в котором по умолчанию будет введено название «Титрование...»:

Титрование . . .

В первой и второй строках таблицы отобразятся поля для установки параметров вспомогательных растворов А и Б, которые можно добавлять в титруемый раствор перед титрованием:

Вспом.раствор А	<input type="radio"/> НЕТ	0.0 мл	1.000 г/мл	10 сек
Вспом.раствор Б	<input type="radio"/> НЕТ	0.0 мл	1.000 г/мл	10 сек

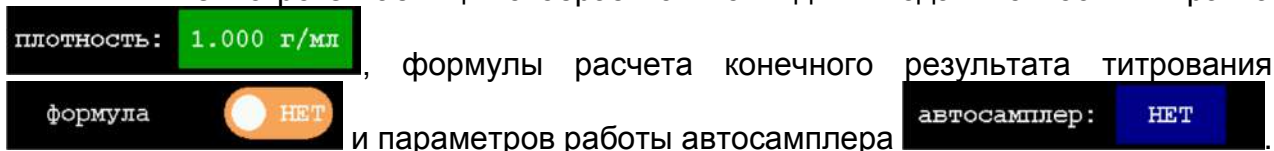
В третьей строке отобразятся поля для установки метода и способа титрования, а также кнопка для перехода к градуировке электродной системы:

метод:	Потенциометр. рН	КЛБ	способ:	Регистрация кривой
--------	------------------	-----	---------	--------------------





В четвертой строке отобразятся поля для установки параметров подачи титранта:

нач.доза:	границы зоны:	дискр.вне зоны:	дискр.в зоне:	окончание:
0.0 мл	вход 6.00 рН	10 мкл	3 мкл	10.00 рН
10 сек	выход 8.00 рН	5 сек	5 сек	


В нижней строке таблицы отобразятся поля для ввода плотности титранта




и параметров работы автосамплера

Под таблицей отобразятся кнопки возврата в окно раздела «Титрование автоматическое» , возврата в главное меню , запуска пробного титрования  и сохранения методики в памяти титратора .

11.7.4.2 Ввод названия методики

Нажмите на поле  для ввода названия методики. На дисплее отобразится клавиатура, представленная на рисунке 147.

Используя кнопку  удалите надпись «Титрование...» и наберите на клавиатуре название создаваемой методики, используя при необходимости функциональные кнопки для изменения языка ввода (русский / английский), регистра букв (строчные / заглавные), а также для удаления набранного символа или всего текста.

Набранный текст, например, «Кислотность молока по ГОСТ Р 54669» будет отображаться над клавиатурой, как показано на рисунке 156:

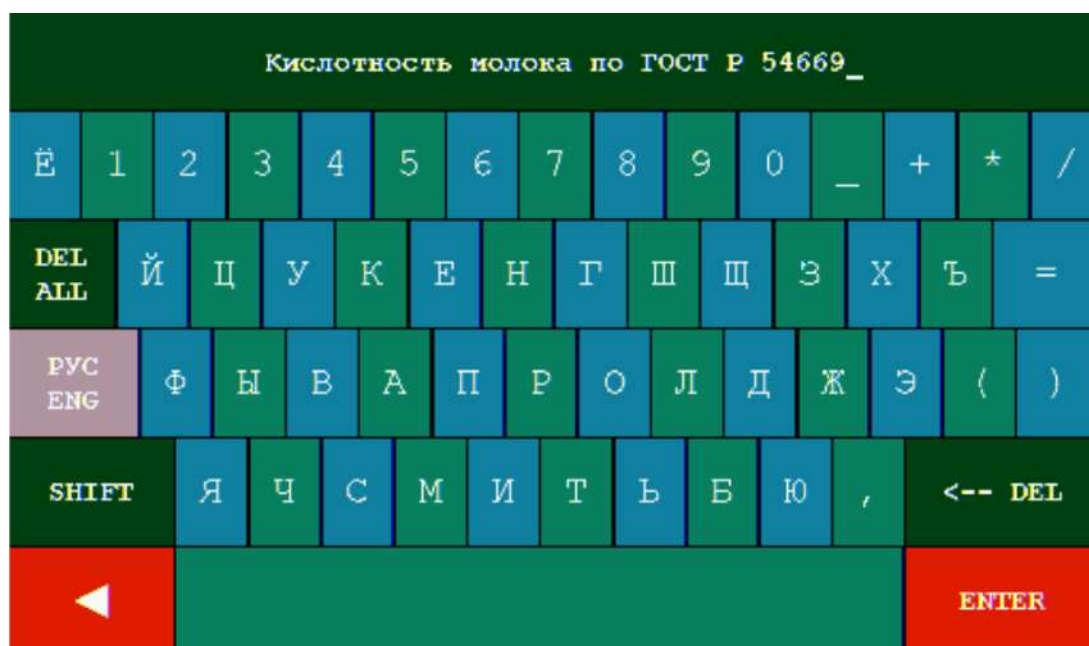




Рисунок 156 – Клавиатура с набранным названием создаваемой методики

Для возврата в окно раздела «Создание методики» без ввода нового названия

нажмите кнопку .

ENTER

Для ввода нового названия нажмите кнопку . На дисплее отобразится окно раздела «Создание методики», в котором введенное название будет отображаться в поле над таблицей, как показано на рисунке 157:



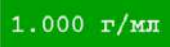
СОЗДАНИЕ МЕТОДИКИ				
Кислотность молока по ГОСТ Р 54669				
Вспом.раствор А	<input type="radio"/> НЕТ	0.0 мл	1.000 г/мл	10 сек
Вспом.раствор Б	<input type="radio"/> НЕТ	0.0 мл	1.000 г/мл	10 сек
метод:	Потенциометр. рН	КЛБ	способ:	Регистрация кривой
нач. доза:	границы зоны:	дискр.вне зоны:	дискр.в зоне:	окончание:
0.0 мл	вход 6.00 рН	10 мкл	3 мкл	10.00 рН
10 сек	выход 8.00 рН	5 сек	5 сек	
плотность:	1.000 г/мл	формула	<input type="radio"/> НЕТ	автосамплер:
				НЕТ
		ПРОБНОЕ ТИТРОВАНИЕ		СОХРАНИТЬ НОВЫЙ

Рисунок 157 – Окно раздела «Создание методики» после ввода названия методики

11.7.4.3 Ввод значения плотности титранта


Введите значение плотности титранта, который будет использоваться в работе по данной методике. Для этого нажмите кнопку с текущим установленным значением плотности . На дисплее отобразится окно для ввода значения плотности в виде клавиатуры с заголовком «Плотность в г/мл от 0,50 до 2,00», показанное на рисунке 66.

Примечание – Информацию о плотности раствора титранта можно получить с использованием литературных справочных данных или экспериментально, взвесив точно заданный объем раствора и рассчитав значение плотности ρ в г/мл по формуле: $\rho = m/V$, где m – масса заданного объема раствора в г, V – заданный объем раствора в мл.

Нажимая на кнопки с обозначениями цифр и десятичной точки, наберите на клавиатуре число, соответствующее значению плотности титранта, например, «1.005». Набранное значение будет отображаться в поле сверху, как показано на рисунке 67.

Примечание – Значение плотности должно находиться в диапазоне от 0,50 до 2,0 г/мл.



В случае ошибки при наборе числа нажмите кнопку , чтобы стереть последний набранный символ.



Для выхода без ввода набранного значения плотности нажмите кнопку



Для ввода набранного значения плотности нажмите кнопку

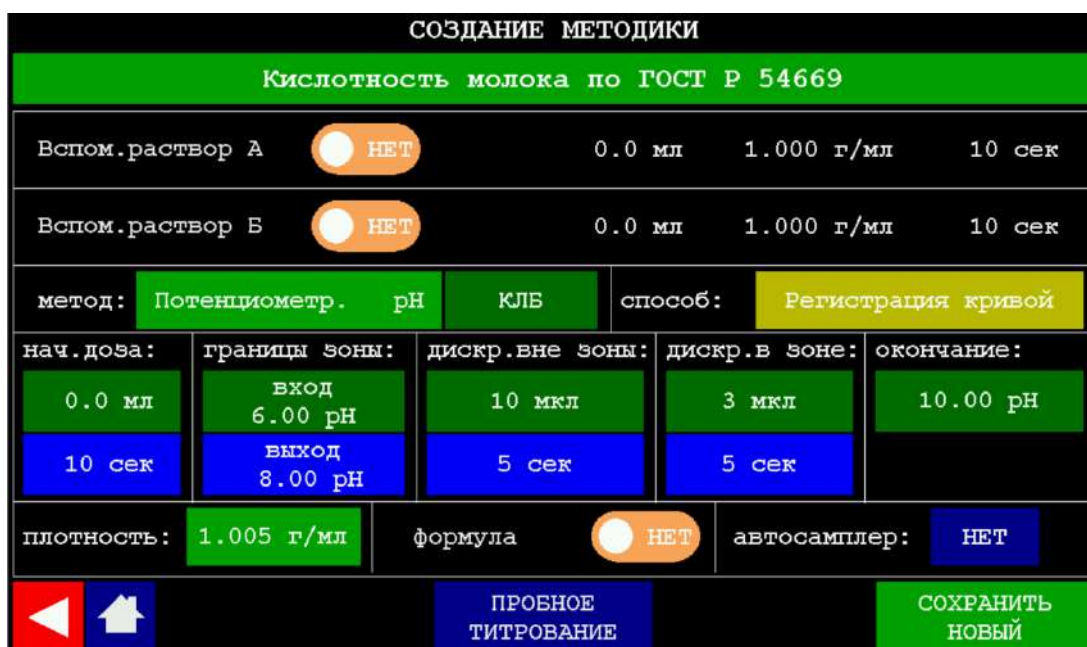
Если набранное значение плотности, например, «2,5», выходит за границы диапазона допускаемых значений, на дисплее отобразится сообщение об ошибке, показанное на рисунке 68.

Чтобы закрыть сообщение об ошибке и вернуться в окно раздела «Создание



методики», нажмите кнопку

Если набранное значение плотности находится в диапазоне допускаемых значений, на дисплее отобразится окно раздела «Создание методики» с новым значением плотности титранта, показанное на рисунке 158:





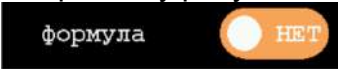
СОЗДАНИЕ МЕТОДИКИ					
Кислотность молока по ГОСТ Р 54669					
Вспом. раствор А	<input type="checkbox"/> НЕТ	0.0 мл	1.000 г/мл	10 сек	
Вспом. раствор Б	<input type="checkbox"/> НЕТ	0.0 мл	1.000 г/мл	10 сек	
метод:	Потенциометр. рН	КЛБ	способ:	Регистрация кривой	
нач. доза:	0.0 мл	10 сек	границы зоны:	вход 6.00 рН выход 8.00 рН	
дискр. вне зоны:	10 мкл	5 сек	дискр. в зоне:	3 мкл 5 сек	
окончание:	10.00 рН				
плотность:	1.005 г/мл	формула	<input type="checkbox"/> НЕТ	автосамплер:	<input type="checkbox"/> НЕТ
 		ПРОБНОЕ ТИТРОВАНИЕ		СОХРАНИТЬ НОВЫЙ	

Рисунок 158 – Окно раздела «Создание методики» после ввода значения плотности титранта

11.7.4.4 Ввод формулы обработки результатов титрования

Как правило, после проведения титрования и определения эквивалентного объема титранта, требуется выполнить обработку результатов для нахождения итогового результата анализа: массовой концентрации определяемого вещества, значения кислотности, щёлочности, жёсткости и др. параметров титруемого раствора. Обработка результатов подразумевает выполнение расчёта по формуле, связывающей искомый параметр раствора с найденным в результате титрования значением эквивалентного объема титранта, а также с рядом других параметров, имеющих заданные значения, например, объемом титруемого раствора, концентрацией титранта, коэффициентами пересчета и пр.

Если в создаваемой методике требуется предусмотреть обработку результатов титрования по формуле, нажмите на переключатель в поле  НЕТ и










переведите его в положение «ДА»: . При этом надпись «формула» превратится в активную кнопку , при нажатии на которую на дисплее отобразится редактор формул, показанный на рисунке 159:



Рисунок 159 – Редактор формул обработки результатов титрования


Данный редактор позволяет составить математическую формулу для вычисления итогового результата анализа, состоящую из переменных «V», «B», «C»,

«D» и «E» (путём нажатия кнопок , , ,  и ), скобок (путём

нажатия кнопок  и ) , знаков сложения, вычитания, умножения и деления


(путем нажатия кнопок , ,  и ) , которая будет отображаться в верхней части дисплея. Слева от каждой кнопки с буквенным обозначением переменной будет отображаться кнопка с текущим установленным значением данной переменной.

Составьте требуемую формулу, нажимая кнопки с буквенными обозначениями переменных, скобок и математических знаков. Для удаления используйте кнопку

 (при каждом нажатии удаляется последний символ формулы).

Составленная формула, а также рассчитанное с её помощью численное значение с указанием единиц измерения будут отображаться в верхней части дисплея.

Для каждой переменной, задействованной при составлении формулы, введите заданное методикой значение. Для этого нажмите на кнопку слева от кнопки с

буквенным обозначением переменной, например, , наберите на

открывшейся клавиатуре требуемое число и нажмите кнопку

ошибки при наборе числа нажмите кнопку

При вводе значения переменной, отвечающей концентрации титранта, в ряде случаев требуется учитывать возможное отклонение действительной концентрации титранта от номинальной. Например, при приготовлении титрантов в виде раствора соли Мора или нитрата серебра из стандарт-титров действительное значение концентрации может быть ниже номинального значения 0,1Н, например, 0,098Н. Таким образом, при составлении формулы для точного расчета концентрации титруемого вещества, необходимо установить поправочные коэффициенты для данных титрантов.

Порядок определения поправочного коэффициента для раствора серебра азотнокислого номинальной молярной концентрации $C(AgNO_3)$ 0,1 моль/дм³ при титровании раствора натрия хлористого молярной концентрации $C(NaCl)$ 0,1 моль/дм³ в режиме потенциометрического осадительного титрования рассмотрен в Приложении А.

Для переменной «V», обозначающей объем титранта, пошедшего на титрование, ввод значения недоступен. По умолчанию значение переменной «V» составляет «1», а в дальнейшем «V» будет принимать значения эквивалентного объема титранта, установленные после проведения титрования анализируемых образцов.

Установите количество десятичных знаков для числа, рассчитываемого по составленной формуле. Для этого нажмите кнопку с указанием текущего количества

десятичных знаков, например,

и введите требуемое число с помощью клавиатуры, аналогично вводу значений переменных.

Установите единицы измерения для числа, рассчитываемого по составленной

формуле. Для этого нажмите кнопку

Например, при создании методики «Кислотность молока по ГОСТ Р 54669», следует составить формулу для расчета кислотности анализируемого молока в градусах Тернера, согласно которой значение эквивалентного объема титранта в см³, пошедшего на титрование, умножается на соответствующий коэффициент. Для составления данной формулы выполните следующие действия:

- Нажатиями кнопки удалите текущую формулу.

- Последовательными нажатиями кнопок , и составьте формулу вида «V*B», где «V» – объем титранта в см³, пошедший на титрование анализируемого образца молока, «B» - коэффициент, соответствующий анализируемому продукту «Молоко».

- Введите значение коэффициента «В», который в соответствии с ГОСТ Р 54669 для молока равен 10. Для этого нажмите на кнопку

2

слева от кнопки с буквенным обозначением переменной

В

, наберите на открывшейся клавиатуре число «10» и нажмите

ВВОД

кнопку

- Установите количество десятичных знаков равное «1», т.к. в соответствии с ГОСТ Р 54669 результат определения кислотности следует округлять до первого десятичного знака. Для этого нажмите кнопку с указанием текущего количества десятичных знаков, например,

Точность = 3

, наберите на открывшейся клавиатуре число «1»

ВВОД

и нажмите кнопку

- Установите единицы измерения «градусы Тернера». Для этого нажмите

Edi

кнопку, введите текст «гр. Тернера» с помощью клавиатуры и


ENTER

нажмите кнопку


Окно редактора формул должно принять вид, представленный на рисунке 160:



Рисунок 160 – Редактор формул обработки результатов титрования с формулой для расчета кислотности молока по ГОСТ Р 54669

После завершения редактирования формулы нажмите кнопку  для возврата в окно раздела «Создание методики».


Введённая формула будет использоваться в данной методике для обработки результатов титрования, т.е. на дисплее в качестве итогового результата анализа будут отображаться два значения: объём титранта в мл, пошедший на титрование, и кислотность молока в градусах Тернера. Если перевести переключатель формулы

в положение «НЕТ» (), расчет по формуле производиться не будет и на дисплее будет отображаться только значение объёма титранта.


11.7.4.5 Ввод параметров работы с автосамплером

По умолчанию титратор настроен для эксплуатации без автосамплера, и в поле параметров работы автосамплера отображается кнопка с надписью «НЕТ»:



Если в создаваемой методике требуется предусмотреть применение автосамплера, нажмите на кнопку , наберите на открывшейся клавиатуре число от «1» до «13», соответствующее количеству стаканов с анализируемыми образцами, которые будут установлены в автосамплере, например, «10» и нажмите



Примечание – В случае ошибки при наборе числа нажмите кнопку , чтобы стереть последний набранный символ. Для выхода без сохранения

набранного числа нажмите кнопку .

После возврата в окно раздела «Создание методики», вместо надписи «НЕТ» на кнопке в поле параметров работы автосамплера будет отображаться введённое число, как показано на рисунке 161:


СОЗДАНИЕ МЕТОДИКИ				
Кислотность молока по ГОСТ Р 54669				
Вспом.раствор А	<input type="radio"/> НЕТ	0.0 мл	1.000 г/мл	10 сек
Вспом.раствор Б	<input type="radio"/> НЕТ	0.0 мл	1.000 г/мл	10 сек
метод:	Потенциометр. рН	КЛБ	способ:	Регистрация кривой
нач.доза:	границы зоны:	дискр.вне зоны:	дискр.в зоне:	окончание:
0.0 мл	вход 6.00 рН	10 мкл	3 мкл	10.00 рН
10 сек	выход 8.00 рН	5 сек	5 сек	
плотность:	1.005 г/мл	формула	<input type="radio"/> НЕТ	автосамплер:
				10
		ПРОБНОЕ ТИТРОВАНИЕ		СОХРАНИТЬ НОВЫЙ

Рисунок 161 – Окно раздела «Создание методики» после ввода количества стаканов с образцами при использовании автосамплера


Чтобы настроить титратор на работу без автосамплера, нажмите на кнопку с введенным количеством стаканов , наберите на открывшейся клавиатуре число «0» и нажмите кнопку . На кнопке в поле параметров работы автосамплера вновь будет отображаться надпись «НЕТ»: .

11.7.4.6 Ввод параметров вспомогательных растворов

Благодаря наличию трёх насосов в конструкции титратора, в создаваемой методике можно предусмотреть возможность добавления вспомогательных растворов к титруемому раствору непосредственно перед началом выполнения титрования. При этом один из насосов будет обеспечивать подачу титранта, а один или два других насоса можно задействовать для предварительного внесения одного или двух вспомогательных растворов.

По умолчанию титратор настроен для титрования без предварительного добавления вспомогательных растворов, и переключатели в полях параметров вспомогательных растворов А и Б установлены в положении «НЕТ»:

Вспом. раствор А		0.0 мл	1.000 г/мл	10 сек
Вспом. раствор Б		0.0 мл	1.000 г/мл	10 сек

Если в создаваемой методике требуется предусмотреть добавление одного вспомогательного раствора, например, раствора А, нажмите на переключатель в поле параметров раствора А и переведите его в положение «ДА»: . Таким образом алгоритм создаваемой методики будет состоять из двух шагов: 1 – подача вспомогательного раствора А, 2 – подача титранта. При этом параметры раствора А станут доступными для редактирования, а также появится нумерация шагов алгоритма создаваемой методики: «1» в поле установки параметров вспомогательного раствора А и «2» в поле установки метода титрования, как показано на рисунке 162:

СОЗДАНИЕ МЕТОДИКИ				
Кислотность молока по ГОСТ Р 54669				
1 Вспом.раствор А	<input checked="" type="checkbox"/> ДА	0.0 мл	1.000 г/мл	10 сек
Вспом.раствор Б	<input type="checkbox"/> НЕТ	0.0 мл	1.000 г/мл	10 сек
2 метод:	Потенциометр. рН	КЛБ	способ:	Регистрация кривой
нач.доза:	границы зоны:	дискр.вне зоны:	дискр.в зоне:	окончание:
0.0 мл	вход 6.00 рН	10 мкл	3 мкл	10.00 рН
10 сек	выход 8.00 рН	5 сек	5 сек	
плотность:	1.005 г/мл	формула	<input type="checkbox"/> НЕТ	автосамплер: 10
		ПРОБНОЕ ТИТРОВАНИЕ		СОХРАНИТЬ НОВЫЙ

Рисунок 162 – Окно раздела «Создание методики» после включения функции подачи вспомогательного раствора А

Если в создаваемой методике требуется предусмотреть добавление второго вспомогательного раствора, например, раствора Б, нажмите на переключатель в поле параметров раствора Б и переведите его в положение «ДА»: . Таким образом алгоритм создаваемой методики станет состоять из трёх шагов: 1 – подача вспомогательного раствора А, 2 – подача вспомогательного раствора Б, 3 – подача титранта. При этом параметры раствора Б также станут доступными для редактирования, а нумерация шагов алгоритма создаваемой методики станет следующей: «1» в поле установки параметров вспомогательного раствора А, «2» в поле установки параметров вспомогательного раствора Б и «3» в поле установки метода титрования, как показано на рисунке 163:

СОЗДАНИЕ МЕТОДИКИ				
Кислотность молока по ГОСТ Р 54669				
1 Вспом.раствор А	<input checked="" type="checkbox"/> ДА	0.0 мл	1.000 г/мл	10 сек
2 Вспом.раствор Б	<input checked="" type="checkbox"/> ДА	0.0 мл	1.000 г/мл	10 сек
3 метод:	Потенциометр. рН	КЛБ	способ:	Регистрация кривой
нач.доза:	границы зоны:	дискр.вне зоны:	дискр.в зоне:	окончание:
0.0 мл	вход 6.00 рН	10 мкл	3 мкл	10.00 рН
10 сек	выход 8.00 рН	5 сек	5 сек	
плотность:	1.005 г/мл	формула	<input type="checkbox"/> НЕТ	автосамплер: 10
		ПРОБНОЕ ТИТРОВАНИЕ		СОХРАНИТЬ НОВЫЙ

Рисунок 163 – Окно раздела «Создание методики» после включения функции подачи вспомогательных растворов А и Б

Для каждого вспомогательного раствора установите три параметра: объём порции в мл, плотность в г/мл и продолжительность паузы для перемешивания титруемого раствора после добавления заданного объёма вспомогательного раствора.

Для этого нажмите на соответствующую кнопку, наберите на открывшейся

клавиатуре требуемое число и нажмите кнопку



Примечание – В случае ошибки при наборе числа нажмите кнопку

набранного числа нажмите кнопку



Например, чтобы установить значение объёма порции вспомогательного

раствора А «1 мл», нажмите кнопку



нажмите кнопку



Введённое значение объёма отобразится на соответствующей кнопке:



Аналогичным образом установите значения плотности и паузы для вспомогательного раствора А (например, «1.015 г/мл» и «15 сек») и значения объёма, плотности и паузы для вспомогательного раствора Б (например, «2.0 мл», «1.010 г/мл» и «20 сек»).

Примечание – При установке значения объёма порции вспомогательного раствора «0 мл», добавление данного вспомогательного раствора осуществляться не будет. Данная ситуация равнозначна переводу переключателя в поле установки параметров данного вспомогательного раствора в положение «НЕТ».

Введённые параметры будут отображаться в окне «Создание методики» в виде надписей на соответствующих кнопках, как показано на рисунке 164:

СОЗДАНИЕ МЕТОДИКИ				
Кислотность молока по ГОСТ Р 54669				
1 Вспом.раствор А	<input checked="" type="checkbox"/> ДА	1.0 мл	1.015 г/мл	15 сек
2 Вспом.раствор Б	<input checked="" type="checkbox"/> ДА	2.0 мл	1.010 г/мл	20 сек
3 метод:	Потенциометр. рН	КЛВ	способ:	Регистрация кривой
нач.доза:	границы зоны:	дискр.вне зоны:	дискр.в зоне:	окончание:
0.0 мл	вход 6.00 рН	10 мкл	3 мкл	10.00 рН
10 сек	выход 8.00 рН	5 сек	5 сек	
плотность:	1.005 г/мл	формула	<input type="checkbox"/> НЕТ	автосамплер:
				10
<input type="button" value="←"/> <input type="button" value="🏠"/>		<input type="button" value="ПРОВНОЕ ТИТРОВАНИЕ"/>		<input type="button" value="СОХРАНИТЬ НОВЫЙ"/>

Рисунок 164 – Окно раздела «Создание методики» после установки параметров вспомогательных растворов А и Б


11.7.4.7 Установка метода титрования

Нажмите кнопку с названием текущего установленного метода, например, **Потенциометр. рН**. На дисплее отобразится окно со списком доступных методов титрования, показанное на рисунке 165.

<input type="button" value="←"/>	Потенциометр. мВ
	Потенциометр. рН
	Бипотенциометр. мВ
	Биамперометр. мкА
	Кондуктометр. мкСм
	Фотометрический А

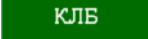
Рисунок 165 – Окно со списком доступных методов титрования

Установите требуемый метод, нажав кнопку с соответствующим названием

метода, или нажмите кнопку  для возврата в окно раздела «Создание методики» без изменения текущего установленного метода.


При выборе метода «Потенциометрический рН» справа от кнопки с названием метода отобразится кнопка с надписью «КЛБ»:



Нажмите кнопку  для перехода в окно раздела «Градуировка рН» и выполните градуировку рН электрода в соответствии с п. 11.4.4.

При выборе метода титрования «Биамперометрический мкА» справа от кнопки с названием метода отобразится кнопка с текущим установленным значением напряжения, подаваемого на ПИП, например, «20 мВ»:




Если требуется изменить текущее значение напряжения, нажмите кнопку , наберите на открывшейся клавиатуре требуемое значение и нажмите

кнопку .

При выборе метода титрования «Бипотенциометрический мВ» справа от кнопки с названием метода отобразится кнопка с текущим установленным значением силы тока, пропускаемого через ПИП, например, «10 мкА»:




Если требуется изменить текущее значение силы тока, нажмите кнопку , наберите на открывшейся клавиатуре требуемое значение и нажмите

кнопку .

11.7.4.8 Установка способа титрования

Для всех методов титрования по умолчанию установлен способ титрования «Регистрация кривой». Выбор одного из двух возможных способов титрования («Регистрация кривой» или «До конечной точки») возможен только для метода «Потенциометрический рН». Для всех остальных методов полуавтоматического титрования доступен единственный способ – «Регистрация кривой».

Установите метод титрования «Потенциометрический рН» в соответствии с п. 11.7.4.7 и далее установите требуемый способ титрования нажатиями кнопки с отображением текущего способа. При каждом нажатии на кнопке будет отображаться текущий установленный способ:  или

.

11.7.4.9 Установка параметров подачи титранта

11.7.4.9.1 Общие указания по установке параметров подачи титранта (для всех методов и способов титрования)

При изменении метода или способа титрования набор параметров подачи титранта также будут изменяться и принимать следующий вид:


- метод «Потенциометрический рН» / способ «Регистрация кривой»:

метод:	Потенциометр. рН	КЛБ	способ:	Регистрация кривой
нач. доза:	границы зоны:	дискр. вне зоны:	дискр. в зоне:	окончание:
0.0 мл	вход 6.00 рН	10 мкл	3 мкл	10.00 рН
10 сек	выход 8.00 рН	5 сек	5 сек	

- метод «Потенциометрический рН» / способ «До конечной точки»:

метод:	Потенциометр. рН	КЛБ	способ:	До конечной точки
нач. доза:	граница зоны:	дискр. вне зоны:	дискр. в зоне:	кон. точка:
0.0 мл	вход 6.00 рН	10 мкл	3 мкл	7.00 рН
10 сек		5 сек	5 сек	

- метод «Потенциометрический мВ» / способ «Регистрация кривой»:

метод:	Потенциометр. мВ		способ:	Регистрация кривой
начальная доза:	дискретность:		окончание:	
0.0 мл	10 мкл	10.0 мл	100 мВ	
10 сек	5 сек			

- метод «Бипотенциометрический мВ» / способ «Регистрация кривой»:

метод:	Бипотенциометр. мВ	10.0 мкА	способ:	Регистрация кривой
начальная доза:	дискретность:		окончание:	
0.0 мл	10 мкл	10.0 мл	100 мВ	
10 сек	5 сек			

- метод «Биамперометрический мкА» / способ «Регистрация кривой»:

метод:	Биамперометр. мкА	20 мВ	способ:	Регистрация кривой
начальная доза:	0.0 мл	10 сек	дискретность:	10 мкл
			окончание:	10.0 мл
				100 мкА

- метод «Кондуктометрический мкСм» / способ «Регистрация кривой»:

метод:	Кондуктометр. мкСм		способ:	Регистрация кривой
начальная доза:	0.0 мл	10 сек	дискретность:	10 мкл
			окончание:	10.0 мл
				50 мкСм

- метод «Фотометрический А» / способ «Регистрация кривой»:

метод:	фотометрический А		способ:	Регистрация кривой
начальная доза:	0.0 мл	10 сек	дискретность:	10 мкл
			окончание:	10.0 мл
				1.0 А

Установка каждого параметра подачи титранта производится путем нажатия соответствующей кнопки с текущим установленным значением и вводом требуемого значения с помощью открывающейся клавиатуры, аналогично вводу плотности титранта в соответствии с п. 11.7.4.3.

Устанавливая параметры подачи титранта, необходимо задать *оптимальный* алгоритм титрования, который за минимальное время позволит получить кривую титрования с максимально детализированным участком, включающим точку эквивалентности. Установленные параметры должны обеспечивать подачу титранта вблизи точки эквивалентности порциями уменьшенного объема с увеличенными паузами (для повышения точности последующего определения координат точки эквивалентности), а на других участках – порциями увеличенного объема с уменьшенными паузами или вовсе без пауз (для сокращения времени титрования).

Для сокращения времени анализа целесообразно в начале титрования произвести подачу одной начальной дозы титранта максимально допустимого объема, особенно если для достижения точки эквивалентности потребуется значительный объем титранта. С этой целью для каждого выбранного метода и способа титрования предусмотрена возможность установки параметров «Начальной дозы»: значений объема начальной дозы (в мл) и продолжительности паузы (в секундах) для перемешивания раствора после подачи начальной дозы.

Устанавливая параметры «Начальной дозы» будьте внимательны при вводе значения объема, которое должно быть заведомо меньше значения эквивалентного объема титранта. В противном случае произойдет перетитрование пробы при подаче начальной дозы. Поэтому, устанавливая значение объема, необходимо знать ориентировочное значение эквивалентного объема. Если данное значение не

известно, оставьте нулевое значение объёма начальной дозы, чтобы подача начальной дозы не производилась:



Установка параметров «Начальной дозы» титранта доступна для всех методов и способов титрования. В дальнейшем, при проведении титрования, можно будет оперативно менять значение объёма начальной дозы.

11.7.4.9.2 Установка параметров подачи титранта для метода титрования «Потенциометрический рН» и способа «Регистрация кривой»

Для метода «Потенциометрический рН» и способа «Регистрация кривой» алгоритм титрования состоит из следующих шагов:

Шаг 1 Добавление начальной дозы титранта, объём которой задан параметром «Нач. доза: объём, мл»;

Шаг 2 Пауза для перемешивания добавленной начальной дозы титранта, продолжительность которой задана параметром «Нач. доза: продолжительность, сек»;

Шаг 3 Дискретное добавление титранта в соответствии с заданными параметрами «Дискр. вне зоны: объём дозы, мкл, и продолжительность паузы между дозами, сек», до момента, когда рН титруемого раствора достигнет значения, заданного параметром «Границы зоны: вход, рН»;

Шаг 4 Дискретное добавление титранта в соответствии с заданными параметрами «Дискр. в зоне: объём дозы, мкл, и продолжительность паузы между дозами, сек», до момента, когда рН титруемого раствора достигнет значения, заданного параметром «Границы зоны: выход, рН»;

Шаг 5 Дискретное добавление титранта в соответствии с заданными параметрами «Дискр. вне зоны: объём дозы, мкл, и продолжительность паузы между дозами, сек», до момента, когда рН титруемого раствора достигнет значения, заданного параметром «Окончание, рН».

Установите параметры подачи титранта в следующем порядке:

Установите параметры «Начальной дозы»: значения объёма начальной дозы (в мл) и продолжительности паузы (в секундах) для перемешивания раствора после подачи начальной дозы, с учетом рекомендаций, изложенных в п. 11.7.4.9.1.

Установите параметры «Границы зоны»: «вход, рН» и «выход, рН», ограничивающие зону точки эквивалентности (волнообразный участок кривой титрования), введя соответствующие значения рН. Если они не известны, то рассчитайте приблизительные значения, исходя из значений $pH_{TЭ}$ (рН в точке эквивалентности) и зоны Z (предполагаемой величины скачка рН вблизи точки эквивалентности) по следующим формулам с учётом направления титрования:

- при титровании с уменьшением рН титруемого раствора
«вход рН» = $pH_{TЭ} + 0,5 \cdot Z$;
«выход рН» = $pH_{TЭ} - 0,5 \cdot Z$;
- при титровании с увеличением рН титруемого раствора
«вход рН» = $pH_{TЭ} - 0,5 \cdot Z$;
«выход рН» = $pH_{TЭ} + 0,5 \cdot Z$.

Если значения $pH_{тэ}$ и(или) Z не известны, проведите пробное титрование по п. 11.7.4.10 для автоматического определения оптимальных значений параметров «вход, pH» и «выход, pH».

Установите параметры «Дискр. вне зоны: объём дозы, мкл, и продолжительность паузы между дозами, сек», введя такое значение объёма, чтобы количество порций титранта после внесения начальной дозы до момента, когда pH титруемого раствора достигнет значения, заданного параметром «Границы зоны: вход, pH», не превышало 10. Значение продолжительности паузы должно быть минимальным для применяемой электродной системы. Например, при использовании комбинированного pH-электрода ЭСК-10601, обычно достаточно установить значение 3 сек.

Установите параметры «Дискр. в зоне: объём дозы, мкл, и продолжительность паузы между дозами, сек», введя такое значение объёма, чтобы количество порций титранта после момента, когда pH титруемого раствора достигнет значения, заданного параметром «Границы зоны: вход, pH», до момента, когда pH титруемого раствора достигнет значения, заданного параметром «Границы зоны: выход, pH», было не менее 15. Значение продолжительности паузы при этом должно быть достаточным для получения стабильных результатов измерений pH. Например, при использовании комбинированного pH-электрода ЭСК-10601, обычно достаточно установить значение 5-10 сек.

Установите параметр «Окончание, pH», введя значение pH титруемого раствора, при достижении которого титрование должно быть остановлено. Обычно, значение параметра «Окончание, pH» подбирают таким, чтобы с момента, когда pH титруемого раствора достигнет значения, заданного параметром «Границы зоны: выход, pH», до момента, когда pH титруемого раствора достигнет значения, заданного параметром «Окончание, pH», было подано не более 5 порций титранта в соответствии с заданными параметрами «Дискр. вне зоны».

В случае затруднений при установке параметров подачи титранта проведите пробное титрование по п. 11.7.4.10 для автоматического определения оптимальных значений параметров.

11.7.4.9.3 Установка параметров подачи титранта для метода титрования «Потенциометрический pH» и способа «До конечной точки»

Для метода «Потенциометрический pH» и способа «До конечной точки» алгоритм титрования состоит из следующих шагов:

Шаг 1 Добавление начальной дозы титранта, объём которой задан параметром «Нач. доза: объём, мл»;

Шаг 2 Пауза для перемешивания добавленной начальной дозы титранта, продолжительность которой задана параметром «Нач. доза: продолжительность, сек»;

Шаг 3 Дискретное добавление титранта в соответствии с заданными параметрами «Дискр. вне зоны: объём дозы, мкл, и продолжительность паузы между дозами, сек», до момента, когда pH титруемого раствора достигнет значения, заданного параметром «Границы зоны: вход, pH»;

Шаг 4 Дискретное добавление титранта в соответствии с заданными параметрами «Дискр. в зоне: объём дозы, мкл, и продолжительность паузы между дозами, сек», до момента, когда pH титруемого раствора достигнет значения, заданного параметром «Кон. точка, pH»;

Установите параметры подачи титранта в следующем порядке:

Установите параметры «Начальной дозы»: значения объёма начальной дозы (в мл) и продолжительности паузы (в секундах) для перемешивания раствора после подачи начальной дозы, с учетом рекомендаций, изложенных в п. 11.7.4.9.1.

Установите параметр «Границы зоны: вход, рН», ограничивающий зону приближения к точке эквивалентности, введя соответствующие значения рН. Если он не известен, то рассчитайте приблизительное значение, исходя из значений рН_{тэ} (рН в точке эквивалентности) и зоны Z (предполагаемой величины скачка рН вблизи точки эквивалентности) по следующим формулам с учётом направления титрования:

- при титровании с уменьшением рН титруемого раствора
«вход рН» = рН_{тэ} + 0,5·Z;
- при титровании с увеличением рН титруемого раствора
«вход рН» = рН_{тэ} – 0,5·Z;

Если значения рН_{тэ} и(или) Z не известны, проведите пробное титрование по п. 11.7.4.10 для автоматического определения оптимального значения параметра «Границы зоны: вход, рН».

Установите параметры «Дискр. вне зоны: объём дозы, мкл, и продолжительность паузы между дозами, сек», введя такое значение объёма, чтобы количество порций титранта после внесения начальной дозы до момента, когда рН титруемого раствора достигнет значения, заданного параметром «Границы зоны: вход, рН», не превышало 10. Значение продолжительности паузы должно быть минимальным для применяемой электродной системы. Например, при использовании комбинированного рН-электрода ЭСК-10601, обычно достаточно установить значение 3 сек.

Установите параметры «Дискр. в зоне: объём дозы, мкл, и продолжительность паузы между дозами, сек», введя такое значение объёма, чтобы количество порций титранта после момента, когда рН титруемого раствора достигнет значения, заданного параметром «Границы зоны: вход, рН», до момента, когда рН титруемого раствора достигнет значения, заданного параметром «Кон. точка, рН», было не менее 15. Значение продолжительности паузы при этом должно быть достаточным для получения стабильных результатов измерений рН. Например, при использовании комбинированного рН-электрода ЭСК-10601, обычно достаточно установить значение 5-10 сек.

Установите параметр «Кон. точка, рН», введя значение в соответствии с требованиями МВИ, или значение рН титруемого раствора в точке эквивалентности, при достижении которого титрование должно быть остановлено.

В случае затруднений при установке параметров подачи титранта проведите пробное титрование по п. 11.7.4.10 для автоматического определения оптимальных значений параметров.

11.7.4.9.4 Установка параметров подачи титранта для методов титрования «Потенциометрический мВ», «Бипотенциометрический мВ», «Биамперометрический мВ», «Кондуктометрический мкСм», «Фотометрический А» и способа «Регистрация кривой»

Для методов «Потенциометрический мВ», «Бипотенциометрический мВ», «Биамперометрический мВ», «Кондуктометрический мкСм», «Фотометрический А» и способа «Регистрация кривой» алгоритм титрования состоит из следующих шагов:

Шаг 1 Добавление начальной дозы титранта, объём которой задан параметром «Нач. доза: объём, мл»;

Шаг 2 Пауза для перемешивания добавленной начальной дозы титранта, продолжительность которой задана параметром «Нач. доза: продолжительность, сек»;

Шаг 3 Дискретное добавление титранта в соответствии с заданными параметрами «Дискретность: объём дозы, мкл, и продолжительность паузы между дозами, сек», до тех пор, пока не будет соблюдаться условие, определяющее момент окончания титрования и заданное параметром «Окончание»;

Установите параметры подачи титранта в следующем порядке:

Установите параметры «Начальной дозы»: значения объёма начальной дозы (в мл) и продолжительности паузы (в секундах) для перемешивания раствора после подачи начальной дозы, с учетом рекомендаций, изложенных в п. 11.7.4.9.1.

Установите параметры «Дискретность: объём дозы, мкл, и продолжительность паузы между дозами, сек», введя такое значение объёма, чтобы количество порций титранта после внесения начальной дозы до момента окончания титрования, заданного параметром «Окончание», было не менее 20. Значение продолжительности паузы при этом должно быть достаточным для получения стабильных результатов измерений с помощью используемого ПИП, соответствующего выбранному методу титрования. Обычно достаточно установить значение 5-10 сек.

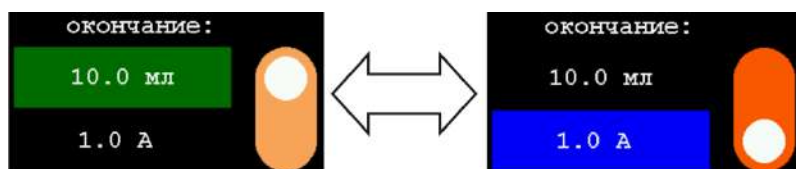
Установите параметр «Окончание», предварительно выбрав одно из двух условий, определяющих момент окончания титрования:

- при достижении заданного значения сигнала ПИП;
- при израсходовании заданного объёма титранта.

Желательно выбрать первое условие и ввести требуемое значение сигнала ПИП, но, если оно не известно, выберите второе условие и введите значение объёма титранта, заведомо большее, чем предполагаемое значение эквивалентного объёма.

Изменение условия окончания титрования производится с помощью переключателя, расположенного в поле установки параметра «Окончание».

Например, при установке метода «Фотометрический А», по умолчанию переключатель будет находиться в положении, указывающем на условие окончания титрования *при израсходовании 10 мл титранта*. Чтобы переключиться на условие окончания титрования *при достижении значения сигнала ПИП 1,0 А*, нажмите на переключатель. Повторное нажатие на переключатель вернёт прежнее условие:



В случае затруднений при установке параметров подачи титранта проведите пробное титрование по п. 11.7.4.10 для автоматического определения оптимальных значений параметров.

11.7.4.10 Определение оптимальных параметров подачи титранта с помощью пробного титрования

Пробное титрование проводится с целью оптимизации параметров подачи титранта в тех случаях, когда значения параметров неизвестны и(или) оператор испытывает затруднения при их установке. Получив кривую пробного титрования, оператор проводит графическую разметку, позволяющую в наглядной форме представить весь алгоритм титрования. При этом автоматически рассчитываются оптимальные параметры подачи титранта.

11.7.4.10.1 Определение оптимальных параметров подачи титранта с помощью пробного титрования для метода «Потенциометрический рН» и способа «Регистрация кривой»

Установив метод титрования «Потенциометрический рН» и способ «Регистрация кривой» нажмите кнопку **ПРОБНОЕ ТИТРОВАНИЕ**. Откроется окно раздела «Пробное титрование», показанное на рисунке 166:

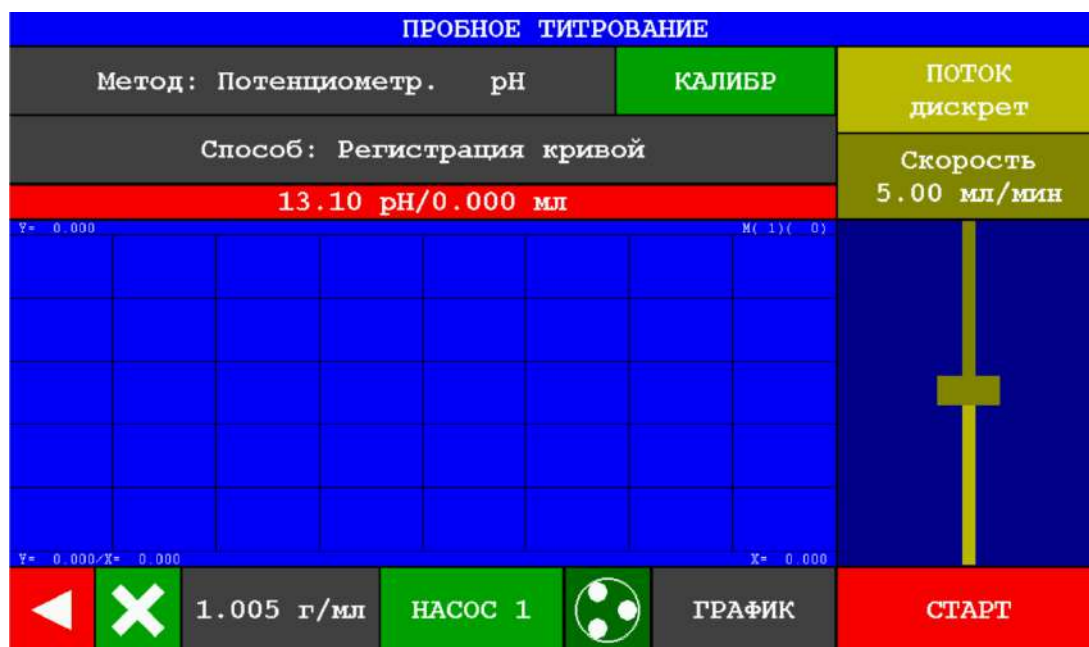


Рисунок 166 – Окно раздела «Пробное титрование» для метода «Потенциометрический рН» и способа «Регистрация кривой»

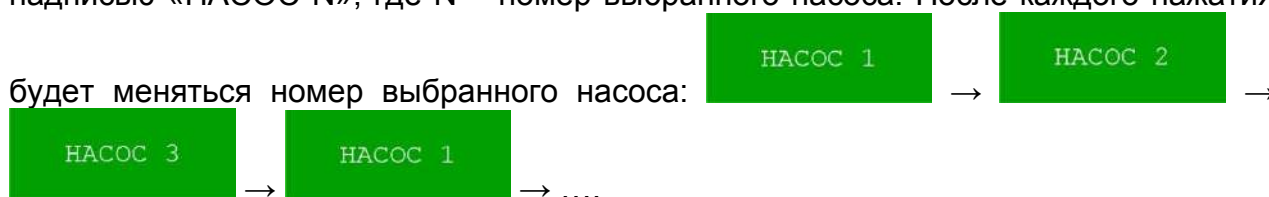
Данное окно аналогично окну раздела «Титрование полуавтоматическое», в котором кнопки установки метода и способа титрования, а также кнопка установки плотности титранта деактивированы, т.к. перечисленные параметры уже были установлены в предыдущем окне.

В случае необходимости градуировки применяемой электродной системы нажмите на кнопку **КАЛИБР** и проведите градуировку по буферным растворам – рабочим эталонам рН по п. 11.4.4.

Заполните гибкую трубку титрантом, который будет применяться для пробного титрования. На время выполнения данной операции замените ёмкость с титруемым раствором на ёмкость для слива.

Для заполнения гибкой трубки титрантом выберите насос, в котором она установлена. Выбор насоса производится последовательными нажатиями кнопки с надписью «НАСОС N», где N – номер выбранного насоса. После каждого нажатия

будет меняться номер выбранного насоса:



Выберите требуемый насос и нажмите кнопку с изображением символа



насосной головки, чтобы начать прокачку титранта. Выбранный насос включится, титрант начнёт заполнять гибкую трубку. Работа насоса будет сопровождаться вращением символа насосной головки. Дождитесь полного заполнения гибкой трубки титрантом (титрант должен некоторое время сливаться в



ёмкость для слива), повторно нажмите кнопку для остановки прокачки и замените ёмкость для слива на ёмкость с титруемым раствором.

СТАРТ

Запустите пробное титрование нажатием кнопки **СТАРТ** в соответствии с п. 11.6.5.1.

В ходе пробного титрования управляйте подачей титранта в соответствии с п. 11.6.5.2.

Завершите пробное титрование, прекратив подачу титранта после появления на регистрируемой кривой титрования характерного волнообразного участка прохождения точки эквивалентности, показанного на рисунке 167:

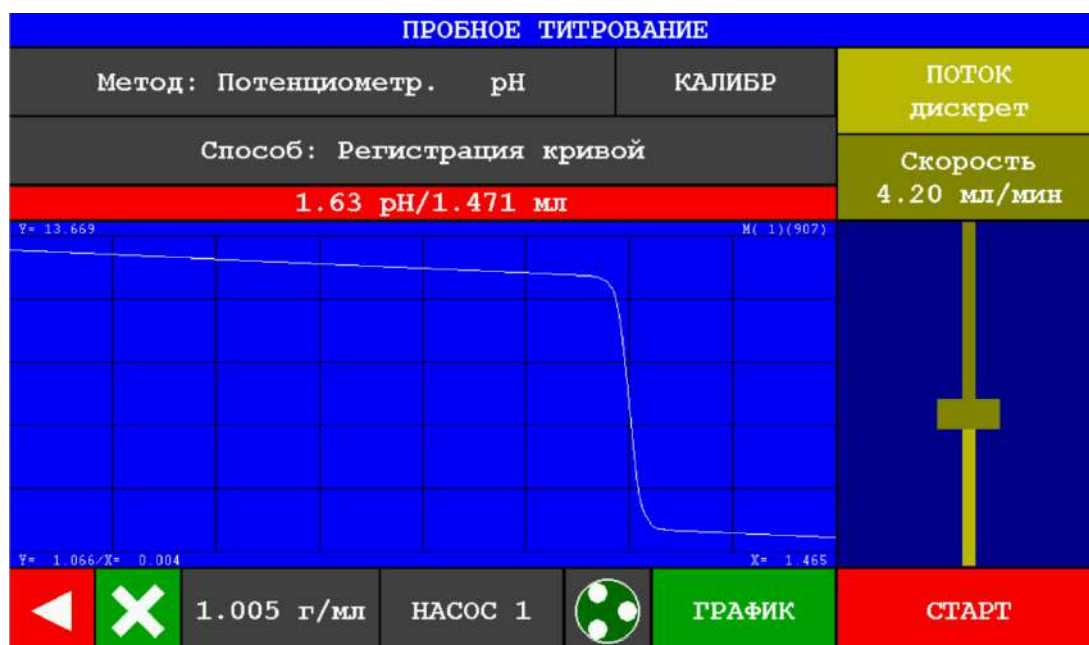


Рисунок 167 – Окно раздела «Пробное титрование» для метода «Потенциометрический рН» и способа «Регистрация кривой» после получения кривой титрования с характерным волнообразным участком

ГРАФИК

Нажмите кнопку **ГРАФИК** для перехода в окно раздела «Разметка графика», показанное на рисунке 168:

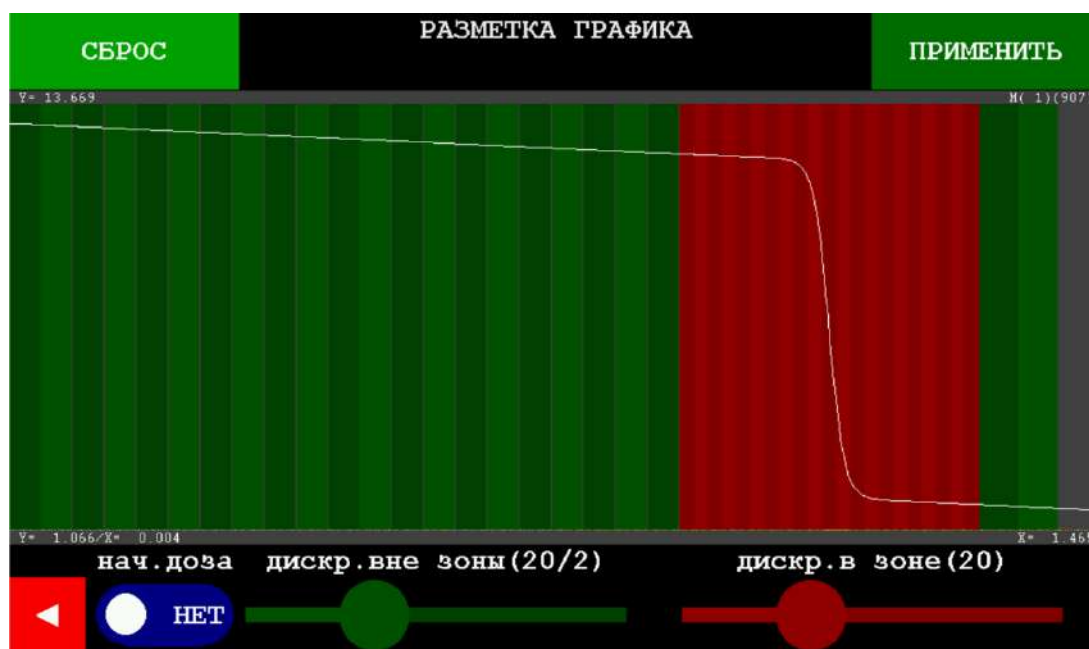


Рисунок 168 – Окно раздела «Разметка графика» с кривой пробного титрования, полученной методом «Потенциометрический рН» способом «Регистрация кривой» и тремя цветными секторами

В окне «Разметка графика» отобразится кривая титрования на цветном фоне, состоящем из трёх цветных секторов. Два крайних сектора (в данном случае зелёного цвета) характеризуют подачу титранта «Вне зоны», т.е. на линейных участках кривой титрования (до и после волнообразного участка). Третий сектор в центре (в данном случае красного цвета) характеризует подачу титранта «В зоне», т.е. при прохождении волнообразного участка кривой титрования.

Каждый сектор разбит на полосы, количество которых указывается в скобках над соответствующими ползунками регулировки дискретности. Количество полос соответствует количеству порций в данном секторе. Регулируя с помощью ползунков количество полос в каждом секторе, можно настроить требуемую дискретность подачи титранта для разных участков кривой титрования.

Также можно добавить четвёртый сектор, характеризующий подачу начальной дозы титранта. По умолчанию подача начальной дозы выключена и соответствующий переключатель переведён в положение «НЕТ»:



Чтобы активировать подачу начальной дозы, нажмите на переключатель для его перевода в положение «ДА»:



При этом в окне «Разметка графика» слева добавится четвёртый цветной сектор (в данном случае голубого цвета), характеризующий подачу начальной дозы титранта в начале линейного участка кривой титрования перед волнообразным участком (рисунок 169).

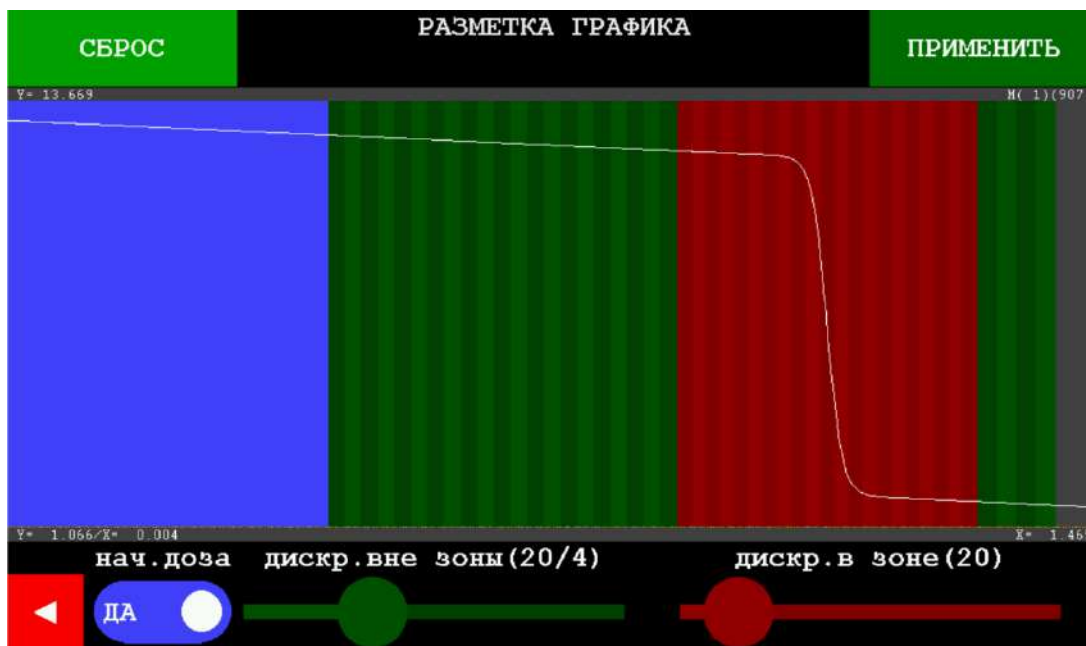


Рисунок 169 – Окно раздела «Разметка графика» с кривой пробного титрования, полученной методом «Потенциометрический рН» способом «Регистрация кривой», и четырьмя цветными секторами

Таким образом, кривая титрования будет разбита на части четырьмя цветными секторами. Положение границ секторов задаются титратором автоматически, но не обязательно является оптимальным. Отрегулируйте положение границ, сдвинув их таким образом, чтобы оптимизировать алгоритм титрования в соответствии с указаниями п. 11.7.4.9.1.

Чтобы изменить положение границы, коснитесь дисплея вблизи границы и, не



отрывая палец, проведите им влево / вправо. После сдвига границы в нужное положение, уберите палец от дисплея. Повторите аналогичные действия с каждой границей, чтобы получить оптимальную разметку графика, аналогичную представленной на рисунке 170:

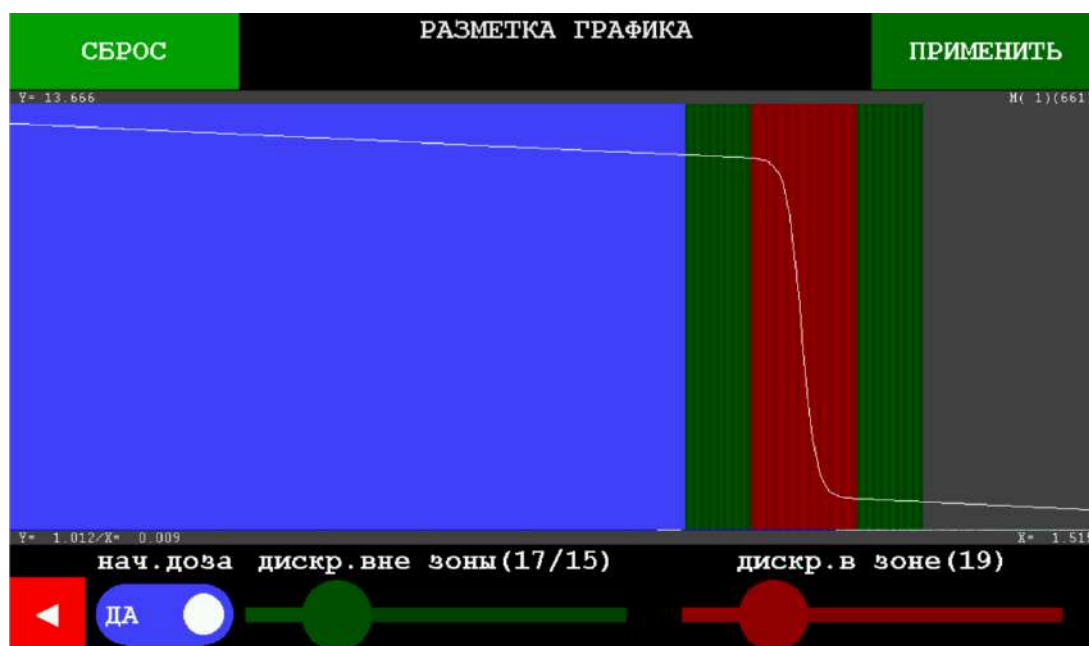


Рисунок 170 - Окно раздела «Разметка графика» с кривой пробного титрования, полученной методом «Потенциометрический рН» способом «Регистрация кривой», с оптимизированным положением границ цветных секторов

Перемещая ползунки регулировки дискретности подачи титранта «дискр. вне зоны» и «дискр. в зоне», установите от 2 до 5 полос в секторах, отвечающих подаче титранта вне зоны, и от 10 до 20 полос в секторе, отвечающем подаче титранта в зоне, как показано на рисунке 171:

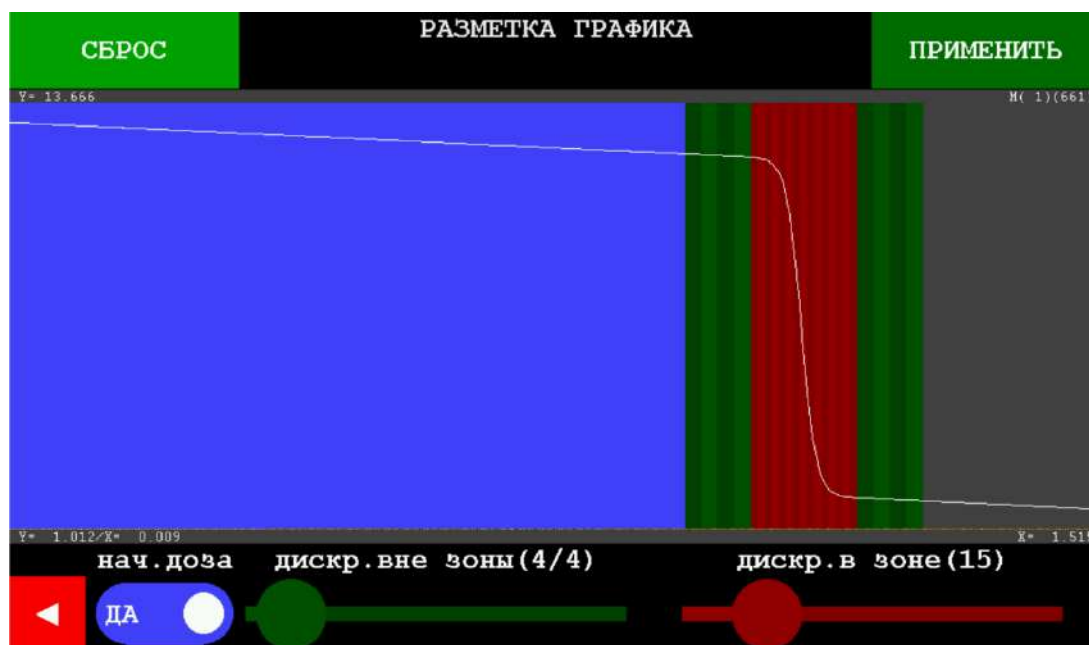


Рисунок 171 - Окно раздела «Разметка графика» с кривой пробного титрования, полученной методом «Потенциометрический рН» способом «Регистрация кривой», с оптимизированным положением границ цветных секторов и отрегулированной дискретностью подачи титранта

Чтобы вернуть границы и ползунки в исходное положение, как показано на рисунке 169, нажмите кнопку **СБРОС**. Чтобы применить выполненные настройки, нажмите кнопку **ПРИМЕНИТЬ**. На основе произведенной разметки графика титратор автоматически рассчитает соответствующие параметры подачи титранта. На дисплее отобразится окно раздела «Создание методики», в котором будут проставлены параметры подачи титранта, автоматически рассчитанные титратором в ходе оптимизации с помощью пробного титрования, например:

нач.доза:	границы зоны:	дискр.вне зоны:	дискр.в зоне:	окончание:
0.9 мл	вход 12.07 рН	20 мкл	8 мкл	1.83 рН
10 сек	выход 1.93 рН	3 сек	5 сек	


11.7.4.10.2 Определение оптимальных параметров подачи титранта с помощью пробного титрования для метода «Потенциометрический рН» и способа «До конечной точки»

Установив метод титрования «Потенциометрический рН» и способ «До конечной точки» нажмите кнопку **ПРОБНОЕ ТИТРОВАНИЕ**. Откроется окно раздела «Пробное титрование», показанное на рисунке 172:







Рисунок 172 – Окно раздела «Пробное титрование» для метода «Потенциометрический рН» и способа «До конечной точки»

Данное окно аналогично окну раздела «Титрование полуавтоматическое», в котором кнопки установки метода и способа титрования, а также кнопка установки плотности титранта деактивированы, т.к. перечисленные параметры уже были установлены в предыдущем окне.


В случае необходимости градуировки применяемой электродной системы нажмите на кнопку  и проведите градуировку по буферным растворам – рабочим эталонам рН по п. 11.4.4.


Заполните гибкую трубку титрантом, который будет применяться для пробного титрования. На время выполнения данной операции замените ёмкость с титруемым раствором на ёмкость для слива.


Для заполнения гибкой трубки титрантом выберите насос, в котором она установлена. Выбор насоса производится последовательными нажатиями кнопки с надписью «НАСОС N», где N – номер выбранного насоса. После каждого нажатия

будет меняться номер выбранного насоса:  →  →  →  →

Выберите требуемый насос и нажмите кнопку с изображением символа

 насосной головки, чтобы начать прокачку титранта. Выбранный насос включится, титрант начнёт заполнять гибкую трубку. Работа насоса будет сопровождаться вращением символа насосной головки. Дождитесь полного заполнения гибкой трубки титрантом (титрант должен некоторое время сливаться в

ёмкость для слива), повторно нажмите кнопку  для остановки прокачки и замените ёмкость для слива на ёмкость с титруемым раствором.

Запустите пробное титрование нажатием кнопки  в соответствии с п. 11.6.5.1.

В ходе пробного титрования управляйте подачей титранта в соответствии с п. 11.6.5.2.

Завершите пробное титрование в соответствии с п. 11.6.5.3.2. На дисплее отобразится окно раздела «Пробное титрование» показанного на рисунке 173:

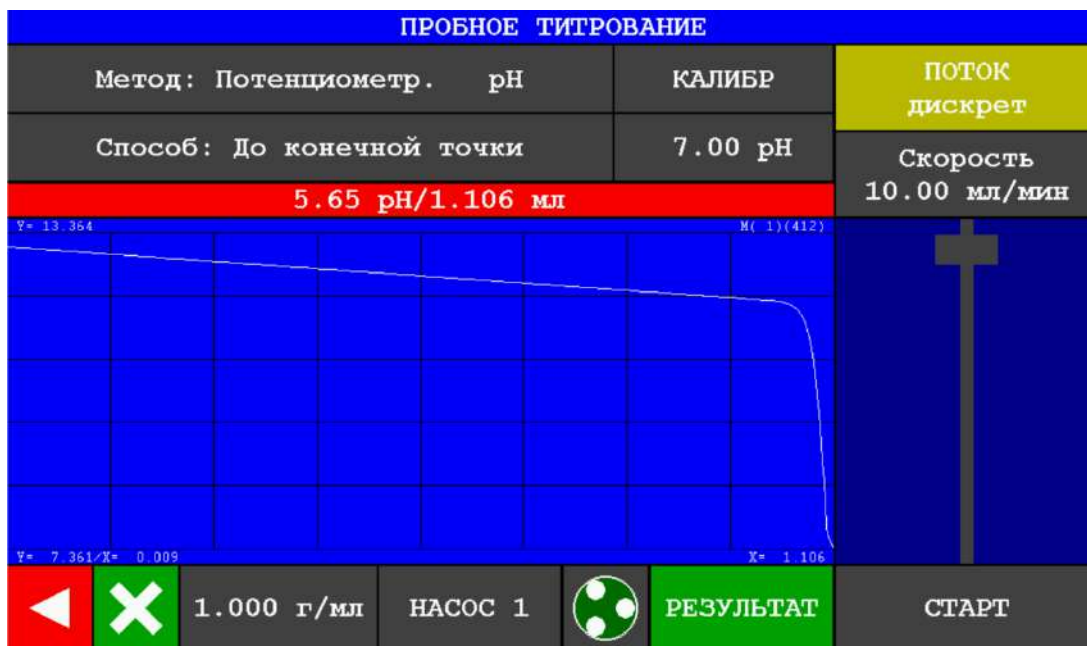


Рисунок 173 – Окно раздела «Пробное титрование» для метода «Потенциометрический рН» и способа «До конечной точки» после получения кривой титрования

РЕЗУЛЬТАТ

Нажмите кнопку **РЕЗУЛЬТАТ** для перехода в окно раздела «Разметка графика», показанное на рисунке 174:

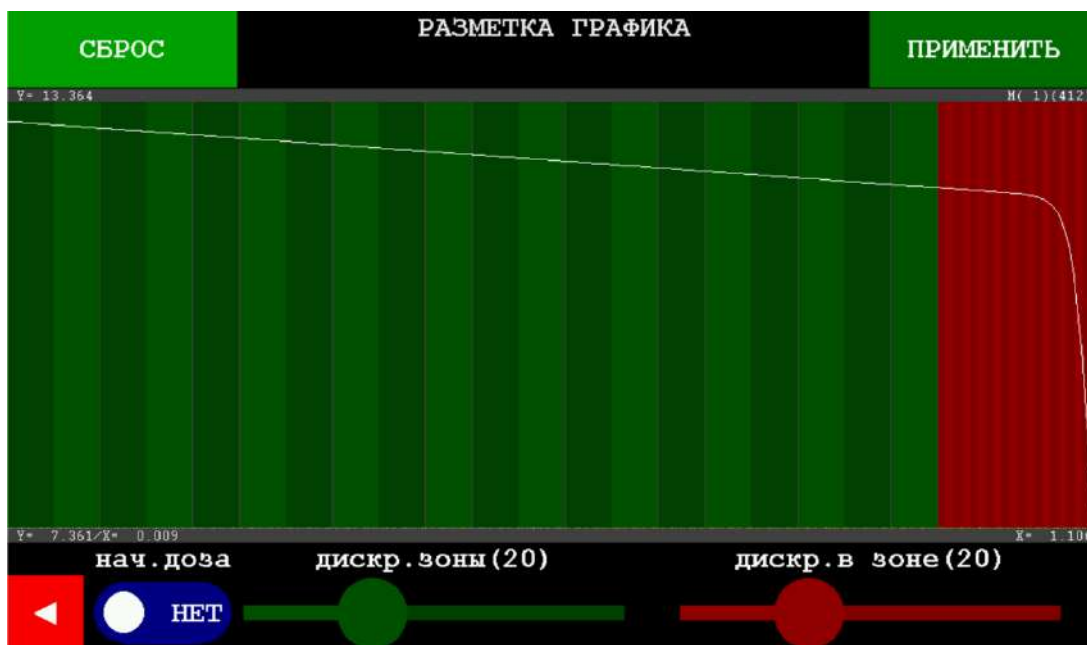


Рисунок 174 – Окно раздела «Разметка графика» с кривой пробного титрования, полученной методом «Потенциометрический рН» способом «До конечной точки» и двумя цветными секторами

В окне «Разметка графика» отобразится кривая титрования на цветном фоне, состоящем из двух цветных секторов. Один характеризует подачу титранта «Вне зоны» на линейном участке кривой титрования до волнообразного участка (в данном

случае зелёного цвета). Второй – подачу титранта «В зоне» в начале прохождения волнообразного участка (в данном случае красного цвета).

Каждый сектор разбит на полосы, количество которых указывается в скобках над соответствующими ползунками регулировки дискретности. Количество полос соответствует количеству порций. Регулируя с помощью ползунков количество полос в каждом секторе, можно настроить требуемую дискретность подачи титранта для разных участков кривой титрования.

Также можно добавить третий сектор, характеризующий подачу начальной дозы титранта. По умолчанию подача начальной дозы выключена и соответствующий переключатель переведён в положение «НЕТ»:



Чтобы активировать подачу начальной дозы, нажмите на переключатель для его перевода в положение «ДА»:



При этом в окне «Разметка графика» слева добавится третий цветной сектор (в данном случае голубого цвета), характеризующий подачу начальной дозы титранта в начале линейного участка кривой титрования перед волнообразным участком (рисунок 175).

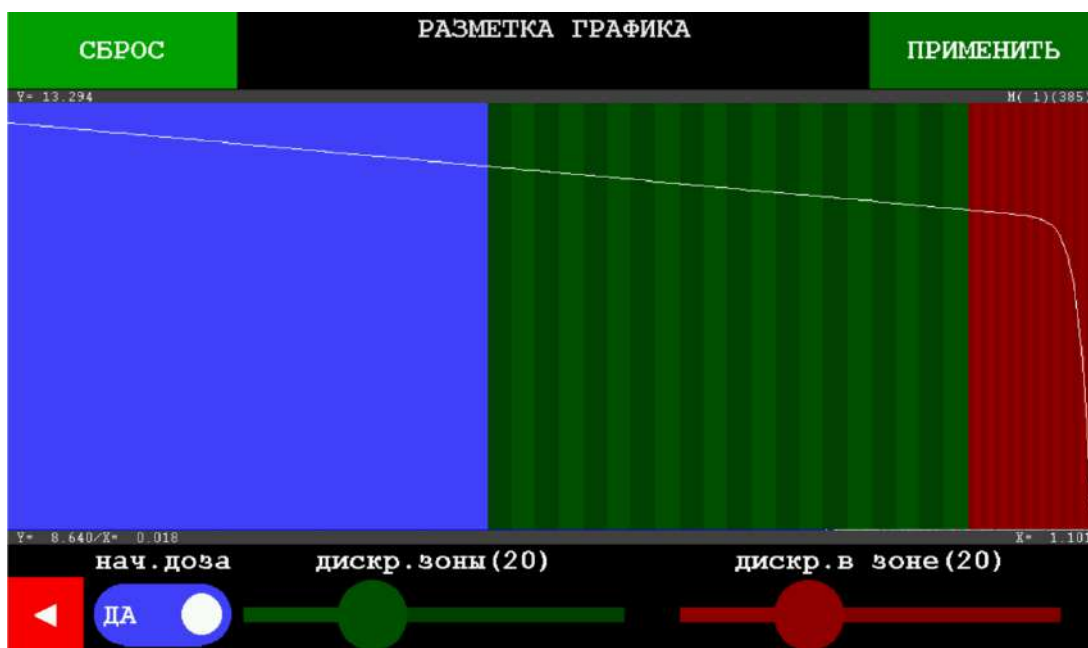


Рисунок 175 – Окно раздела «Разметка графика» с кривой пробного титрования, полученной методом «Потенциометрический рН» способом «До конечной точки», и тремя цветными секторами

Таким образом, кривая титрования разбивается на части тремя цветными секторами. Положение границ секторов задаются титратором автоматически, но не обязательно является оптимальным. Отрегулируйте положение границ, сдвинув их

таким образом, чтобы оптимизировать алгоритм титрования в соответствии с указаниями п. 11.7.4.9.1.

Чтобы изменить положение границы, коснитесь дисплея вблизи границы и, не



отрывая палец, проведите им влево / вправо. После сдвига границы в нужное положение, уберите палец от дисплея. Повторите аналогичные действия с каждой границей, чтобы получить разметку графика, аналогичную представленной на рисунке 176:

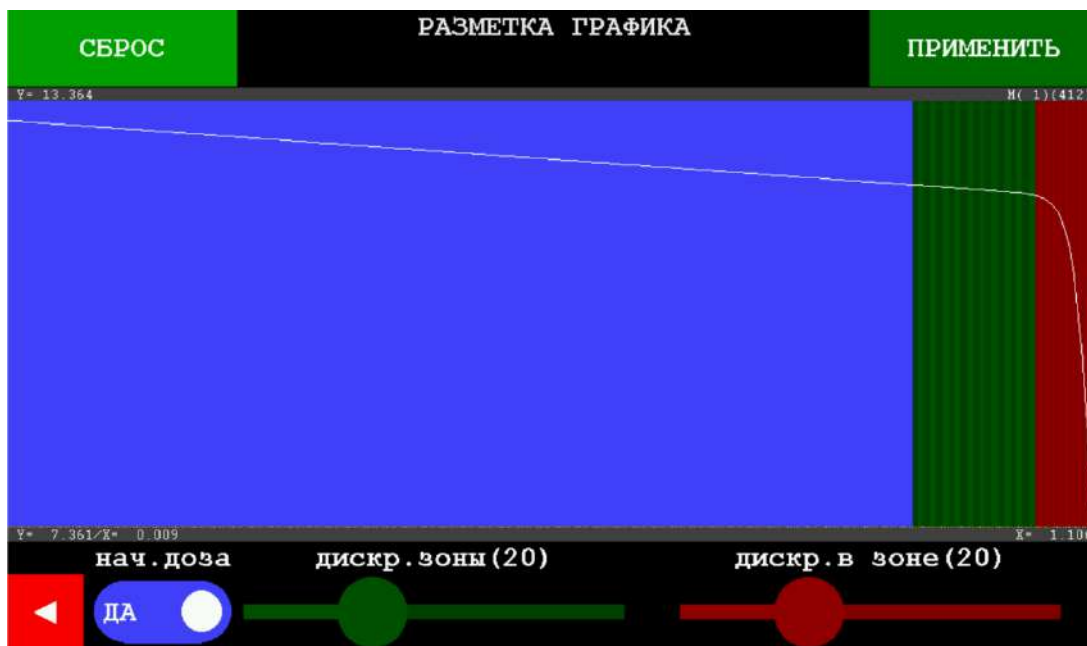


Рисунок 176 - Окно раздела «Разметка графика» с кривой пробного титрования, полученной методом «Потенциометрический рН» способом «До конечной точки», с оптимизированным положением границ цветных секторов

Перемещая ползунки регулировки дискретности подачи титранта «дискр. вне зоны» и «дискр. в зоне», установите от 2 до 5 полос в секторе, отвечающем подаче титранта вне зоны, и от 5 до 15 полос в секторе, отвечающем подаче титранта в зоне, как показано на рисунке 177:

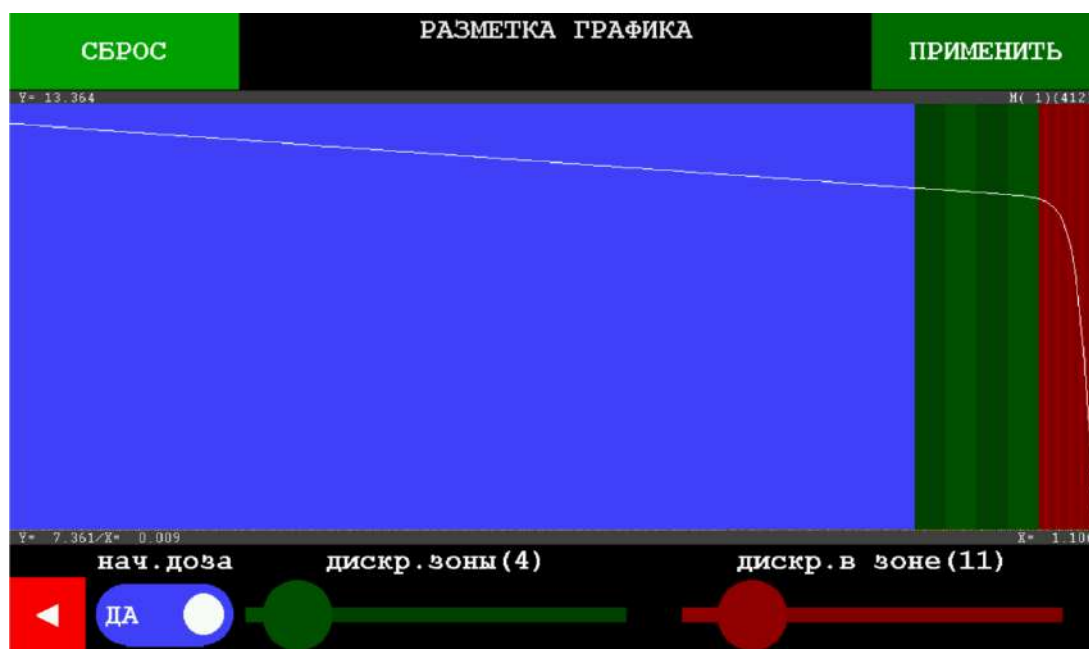


Рисунок 177 - Окно раздела «Разметка графика» с кривой пробного титрования, полученной методом «Потенциометрический рН» способом «До конечной точки», с оптимизированным положением границ цветных секторов и отрегулированной дискретностью подачи титранта

Чтобы вернуть границы и ползунки в исходное положение, как показано на рисунке 174, нажмите кнопку **СБРОС**. Чтобы применить выполненные настройки, нажмите кнопку **ПРИМЕНИТЬ**. На основе произведенной разметки графика титратор автоматически рассчитает соответствующие параметры подачи титранта. На дисплее отобразится окно раздела «Создание методики», в котором будут проставлены параметры подачи титранта, автоматически рассчитанные титратором в ходе оптимизации с помощью пробного титрования, например:

нач.доза:	граница зоны:	дискр.вне зоны:	дискр.в зоне:	кон.точка:
0.9 мл	вход 12.05 рН	21 мкл	5 мкл	7.00 рН
10 сек		3 сек	5 сек	

11.7.4.10.3 Определение оптимальных параметров подачи титранта с помощью пробного титрования для методов титрования «Потенциометрический мВ», «Бипотенциометрический мВ», «Биамперометрический мВ», «Кондуктометрический мкСм», «Фотометрический А» и способа «Регистрация кривой»

Определение оптимальных параметров подачи титранта с помощью пробного титрования рассмотрено на примере метода титрования «Кондуктометрический мкСм». Для остальных методов титрования («Потенциометрический мВ», «Бипотенциометрический мВ», «Биамперометрический мВ» и «Фотометрический А») определение проводится аналогичным образом.

Установив метод титрования «Кондуктометрический мкСм» нажмите кнопку **ПРОБНОЕ ТИТРОВАНИЕ**. Откроется окно раздела «Пробное титрование», показанное на рисунке 178:







Рисунок 178 – Окно раздела «Пробное титрование» для метода «Кондуктометрический мкСм» и способа «Регистрация кривой»


Данное окно аналогично окну раздела «Титрование полуавтоматическое», в котором кнопки установки метода и способа титрования, а также кнопка установки плотности титранта деактивированы, т.к. перечисленные параметры уже были установлены в предыдущем окне.


Заполните гибкую трубку титрантом, который будет применяться для пробного титрования. На время выполнения данной операции замените ёмкость с титруемым раствором на ёмкость для слива.

Для заполнения гибкой трубки титрантом выберите насос, в котором она установлена. Выбор насоса производится последовательными нажатиями кнопки с надписью «НАСОС N», где N – номер выбранного насоса. После каждого нажатия

будет меняться номер выбранного насоса:  →  →  →  →

Выберите требуемый насос и нажмите кнопку с изображением символа

насосной головки , чтобы начать прокачку титранта. Выбранный насос включится, титрант начнёт заполнять гибкую трубку. Работа насоса будет сопровождаться вращением символа насосной головки. Дождитесь полного заполнения гибкой трубки титрантом (титрант должен некоторое время сливаться в

ёмкость для слива), повторно нажмите кнопку  для остановки прокачки и замените ёмкость для слива на ёмкость с титруемым раствором.

СТАРТ

Запустите пробное титрование нажатием кнопки **СТАРТ** в соответствии с п. 11.6.5.1.

В ходе пробного титрования управляйте подачей титранта в соответствии с п. 11.6.5.2.

Завершите пробное титрование в соответствии с п. 11.6.5.3.2. На дисплее отобразится окно раздела «Пробное титрование» показанного на рисунке 179:

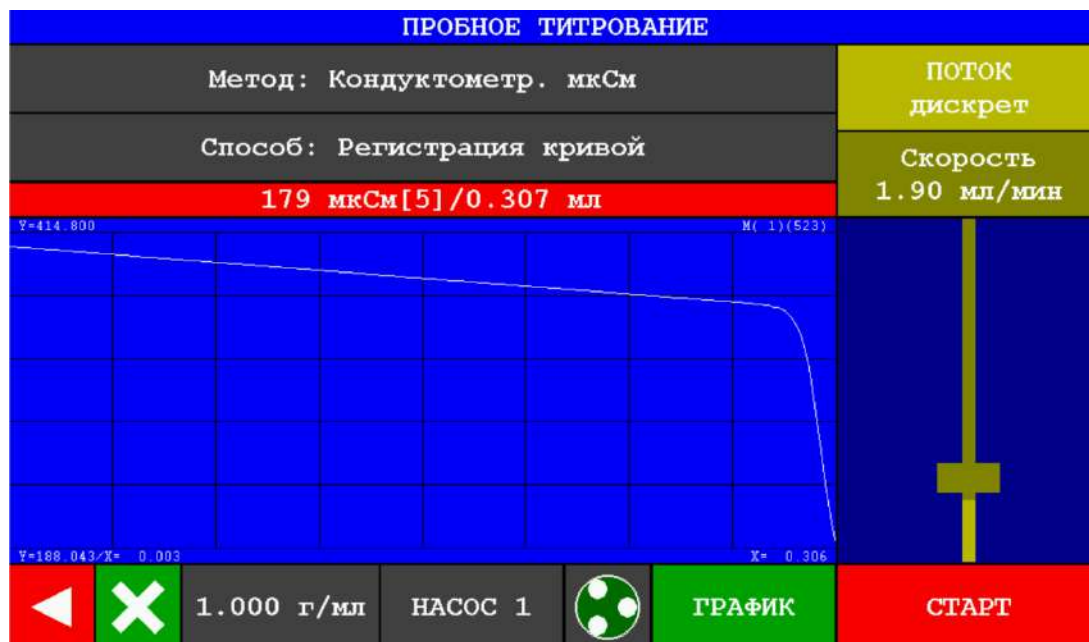


Рисунок 179 – Окно раздела «Пробное титрование» для метода «Кондуктометрический мкСм» и способа «Регистрация кривой» после получения кривой титрования

ГРАФИК

Нажмите кнопку **ГРАФИК** для перехода в окно раздела «Разметка графика», показанное на рисунке 180:

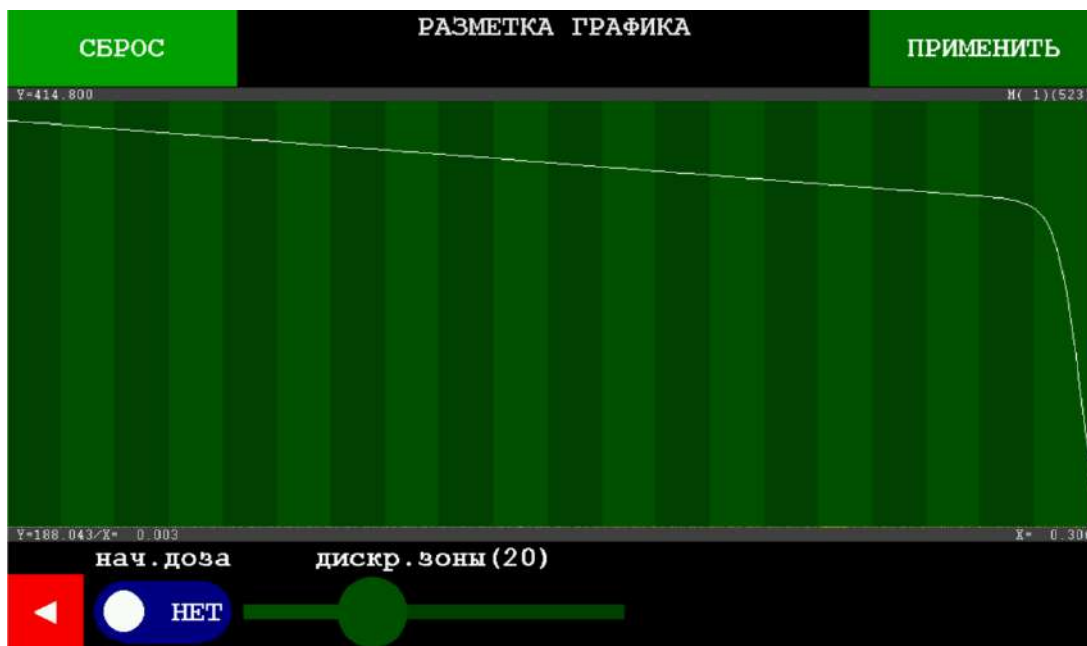


Рисунок 180 – Окно раздела «Разметка графика» с кривой пробного титрования, полученной методом «Кондуктометрический мкСм» способом «Регистрация кривой»

В окне «Разметка графика» отобразится кривая титрования на цветном фоне (в данном случае зелёного цвета), который образован полосами, характеризующими подачу титранта. Количество полос соответствует количеству порций титранта и указывается в скобках над ползунком регулировки дискретности. Регулируя с помощью ползунка количество полос, можно настроить требуемую дискретность подачи титранта.

Также можно добавить сектор, характеризующий подачу начальной дозы титранта. По умолчанию подача начальной дозы выключена и соответствующий переключатель переведён в положение «НЕТ»:



Чтобы активировать подачу начальной дозы, нажмите на переключатель для его перевода в положение «ДА»:



При этом в окне «Разметка графика» слева добавится второй цветной сектор (в данном случае голубого цвета), характеризующий подачу начальной дозы титранта (рисунок 181).

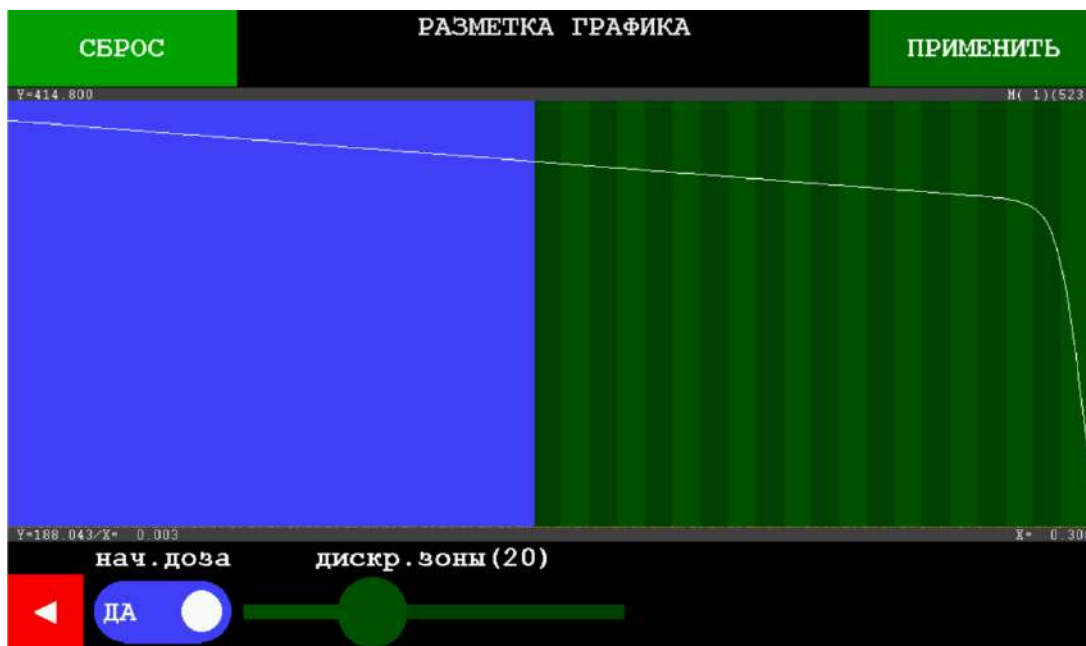


Рисунок 181 – Окно раздела «Разметка графика» с кривой пробного титрования, полученной методом «Кондуктометрический мкСм» способом «Регистрация кривой», и двумя цветными секторами

Таким образом, кривая титрования будет разбита на части двумя цветными секторами. Положение границы секторов задаётся титратором автоматически, но не обязательно является оптимальным. Отрегулируйте положение границы, сдвинув её таким образом, чтобы оптимизировать алгоритм титрования в соответствии с указаниями п. 11.7.4.9.1.

Чтобы изменить положение границы, коснитесь дисплея вблизи границы и, не



отрывая палец, проведите им влево / вправо, сдвигая границу в нужное положение, как показано на рисунке 182, после чего уберите палец от дисплея.

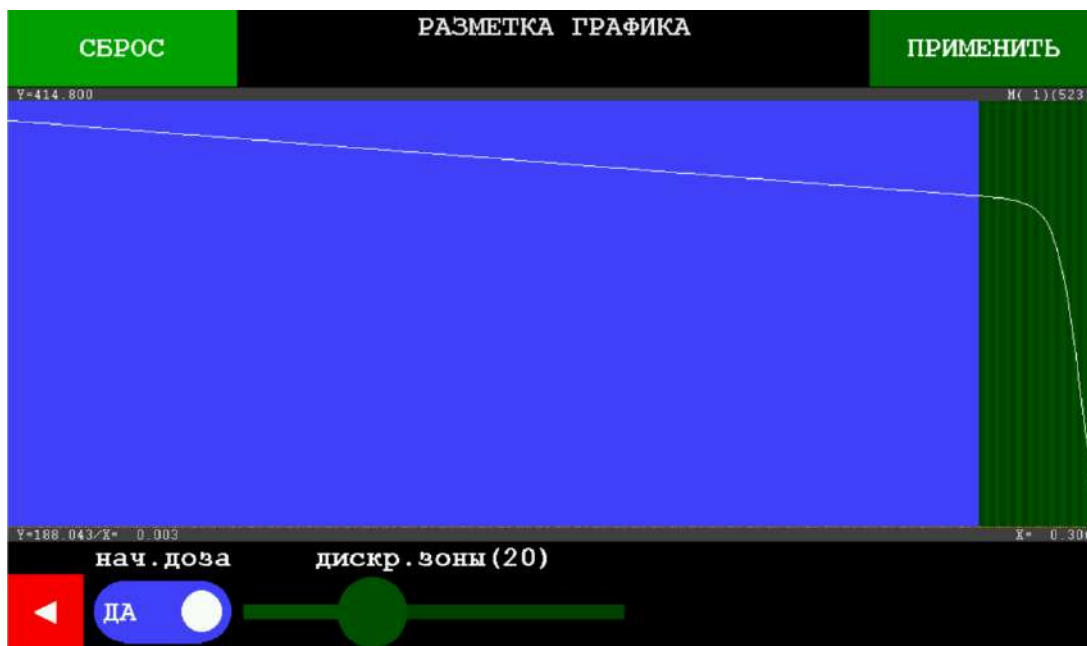


Рисунок 182 - Окно раздела «Разметка графика» с кривой пробного титрования, полученной методом «Кондуктометрический мкСм» способом «Регистрация кривой», с оптимизированным положением границы цветных секторов

Перемещая ползунок регулировки дискретности подачи титранта «дискр. зоны», установите от 10 до 20 полос, как показано на рисунке 183:



Рисунок 183 - Окно раздела «Разметка графика» с кривой пробного титрования, полученной методом «Кондуктометрический мкСм» способом «Регистрация кривой», с оптимизированным положением границы цветных секторов и отрегулированной дискретностью подачи титранта

Чтобы вернуть границы и ползунки в исходное положение, как показано на рисунке 180, нажмите кнопку **СБРОС**. Чтобы применить выполненные

ПРИМЕНИТЬ

настройки, нажмите кнопку **ПРИМЕНИТЬ**. На основе произведенной разметки графика титратор автоматически рассчитает соответствующие параметры подачи титранта. На дисплее отобразится окно раздела «Создание методики», в котором будут проставлены параметры подачи титранта, автоматически рассчитанные титратором в ходе оптимизации с помощью пробного титрования, например:



11.7.4.11 Сохранение методики в памяти титратора

После выполнения действий по п. 11.7.4.2 – п.11.7.4.10 нажмите кнопку **СОХРАНИТЬ НОВЫЙ** для сохранения созданной методики. На дисплее отобразится окно раздела «Титрование автоматическое» со списком сохранённых методик, оканчивающимся созданной методикой.

11.7.5 Проведение автоматического титрования по сохраненной методике

11.7.5.1 Выбор методики автоматического титрования

**ТИТРОВАНИЕ
АВТОМАТИЧЕСКОЕ**

Нажмите кнопку **ТИТРОВАНИЕ АВТОМАТИЧЕСКОЕ** в главном меню управление. На дисплее отобразится окно раздела «Титрование автоматическое» со списком сохранённых методик. Нажмите на строку с названием методики, по которой требуется провести титрование, например, «Нейтрализация щелочи», чтобы начать работу по данной методике:

Нейтрализация щелочи

1001

В открывшемся окне отобразится следующая информация:

- название методики;
- показания подключенного ПИП;
- параметры подачи одного или двух вспомогательных растворов (если необходимость их подачи была предусмотрена при создании методики);
- метод и способ титрования;
- параметры подачи титранта;
- значение плотности титранта;
- наличие формулы обработки результатов (ДА / НЕТ);
- количество анализируемых образцов в автосамплере (если необходимость его применения была предусмотрена при создании методики).

Пример окна выбранной методики приведен на рисунке 184.

Нейтрализация щелочи					
405.0 мВ					
1	Вспом. раствор А	НАСОС 2		1.00 мл	1.004 г/мл 10 сек
2	Вспом. раствор В	НАСОС 1		2.00 мл	1.005 г/мл 10 сек
3	Титрование	НАСОС 1		метод: Потенциометр. мВ способ: Регистрация кривой	
начальная доза:		дискретность:		окончание:	
0.26 мл		5 мкл		0.3 мл	
10 сек		3 сек		154 мВ	
плотность: 1.002 г/мл		формула: НЕТ		автосамплер: НЕТ	
			СТАРТ	ИЗМЕНИТЬ	ГРАФИК
				СТАТ.	

Рисунок 184 – Пример окна методики «Нейтрализация щелочи»

В данном примере формула обработки результатов не задана, автосамплер не используется, а алгоритм методики состоит из трех шагов:

Шаг 1 «Вспом. раствор А» – добавление к анализируемому раствору вспомогательного раствора А;

Шаг 2 «Вспом. раствор В» – добавление к полученному раствору вспомогательного раствора В;

Шаг 3 «Титрование» – добавление к полученному раствору титранта – титрование методом «Потенциометрический мВ» способом «Регистрация кривой».

Примечание – Если при создании методики была предусмотрена необходимость добавления одного вспомогательного раствора А (или В), то алгоритм методики будет состоять из двух шагов: Шаг 1 «Вспом. раствор А (или В)» и Шаг 2 «Титрование». Если при создании методики не была предусмотрена необходимость добавления вспомогательных растворов, то алгоритм методики будет состоять из одного шага «Титрование».

В строке каждого шага алгоритма будет отображаться активная кнопка выбора насоса, который должен использоваться для выполнения данного шага, и кнопка включения «Прокачки» – заполнения гибкой трубки, установленной в выбранном насосе, соответствующим раствором или титрантом.

Два параметра подачи титранта – «Объем начальной дозы» и «Окончание» – будут отображаться в виде активных кнопок и доступны для оперативного редактирования.

В нижней строке дисплея будут отображаться кнопки, имеющие следующее назначение:

- возврат в окно раздела «Список методик»;
- возврат в главное меню;
- вызов справки;

- ИЗМЕНИТЬ** – переход в окно раздела «Редактирование методики» для изменения параметров методики;
- ГРАФИК** – вывод на дисплей последней зарегистрированной кривой титрования;
- СТАТ.** – переход в раздел статистической обработки результатов титрования;
- СТАРТ** – команда начать титрование.

11.7.5.2 Заполнение гибких трубок вспомогательными растворами и (или) титрантами

Приступая к титрованию предварительно заполните каждую установленную гибкую трубку соответствующим вспомогательным раствором или титрантом (далее – раствором). На время выполнения данной операции замените ёмкость с титруемым раствором на ёмкость для слива.

Для заполнения гибкой трубки выберите насос, в котором она установлена. Выбор насоса производится для каждого шага последовательными нажатиями кнопки с надписью «НАСОС N», где N – номер выбранного насоса. После каждого



Выберите требуемый насос и нажмите кнопку с изображением символа



насосной головки (справа от кнопки с номером выбранного насоса, чтобы начать прокачку. Выбранный насос включится, раствор начнёт заполнять гибкую трубку. Работа насоса будет сопровождаться вращением символа насосной головки. Дождитесь полного заполнения гибкой трубки раствором (раствор должен некоторое



время сливаться в ёмкость для слива) и повторно нажмите кнопку (для остановки прокачки.

Заполните аналогичным образом все установленные гибкие трубки, выбирая соответствующие насосы.

Проследите, чтобы номера выбранных насосов для разных шагов алгоритма не совпадали, и чтобы растворы, прокачиваемые выбранными насосами, соответствовали шагам алгоритма.

После заполнения всех установленных гибких трубок растворами замените ёмкость для слива на ёмкость с титруемым раствором.

11.7.5.3 Редактирование методики автоматического титрования

Если требуется скорректировать параметры методики, нажмите кнопку **ИЗМЕНИТЬ**. На дисплее отобразится окно раздела «Редактирование методики», аналогичное окну раздела «Создание методики» (рисунок 155), в котором появится

дополнительная кнопка **ПЕРЕЗАПИСАТЬ**. Все параметры методики будут отображаться в виде активных кнопок.

При необходимости отредактируйте параметры методики в соответствии с п. 11.7.4: название, параметры вспомогательных растворов, метод и способ титрования, плотность титранта, формулу обработки результатов, параметры работы с автосамплером и параметры подачи титранта, в том числе с использованием пробного титрования.

Для сохранения отредактированной методики автоматического титрования нажмите кнопку **ПЕРЕЗАПИСАТЬ** или **СОХРАНИТЬ НОВЫЙ**.

При нажатии кнопки **ПЕРЕЗАПИСАТЬ** редактируемая методика будет обновлена, количество методик в списке методик не изменится.

При нажатии кнопки **СОХРАНИТЬ НОВЫЙ** отредактированная методика добавится в конец списка методик. Выбранная для редактирования методика с прежними параметрами останется в списке методик в неизмененном виде. Таким образом, список методик увеличится на одну методику.

После сохранения, на дисплее отобразится окно отредактированной методики.

11.7.5.4 Запуск автоматического титрования по сохраненной методике и получение результата

Установите ёмкость с титруемым раствором и нажмите кнопку **СТАРТ** для запуска автоматического титрования по сохранённой методике.

На дисплее отобразится окно выполнения заданного методикой алгоритма. В верхней части будут отображаться информационные надписи: наименование выполняемого действия («Дозирование», «Перемешивание»), показания таймера, значение объёма, показания ПИП и пр.

После добавления первой порции титранта в центральном поле начнет отображаться регистрируемая кривая титрования. Пример отображаемой на дисплее информации в ходе выполнения титрования по сохраненной методике представлен на рисунке 185.



Рисунок 185 – Пример отображаемой на дисплее информации в ходе выполнения титрования по сохраненной методике

В ходе выполнения заданного методикой алгоритма титратор совершит ряд остановок для взвешивания титранта, сопровождающихся протяжным звуковым сигналом. Взвешивания необходимы для автоматической калибровки дозирующей системы титратора и алгоритмизации работы насоса. Каждое взвешивание длится несколько секунд (обычно от 2 до 5).

ВНИМАНИЕ! Во время остановок соблюдайте особую осторожность, чтобы не исказить результаты взвешивания: не дотрагивайтесь до весов и гибких трубок, исключите движение воздушных потоков. В противном случае титрование будет выполнено с ошибками.

После завершения всех предусмотренных методикой действий и достижения значения ПИП, равного заданному значению параметра «Окончание» или «Конечная точка» (в зависимости от установленного способа титрования), титрование завершится. Титратор подаст звуковой сигнал и на дисплее отобразится окно «Обработка кривой и просмотр результата», внешний вид которого представлен на рисунке 186.

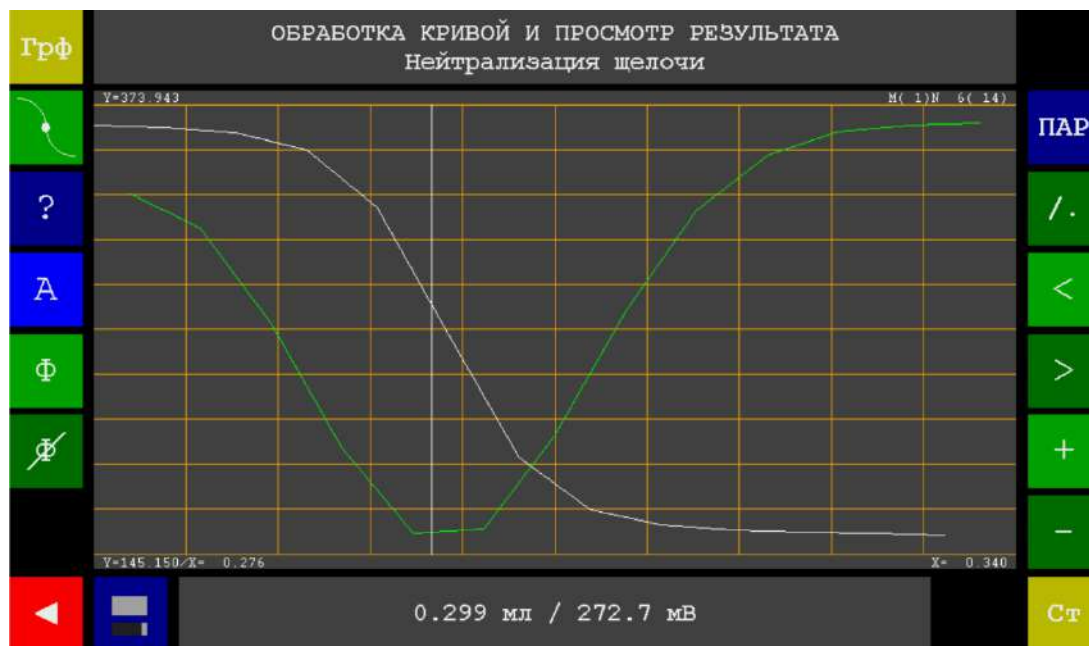




Рисунок 186 – Окно раздела «Обработка кривой и просмотр результата»


Выполните обработку кривой (для способа титрования «Регистрация кривой») и просмотр результата титрования (для всех способов титрования) в соответствии с п. 11.6.5.4.

После завершения просмотра результата титрования (значения эквивалентного объёма титранта), выполните следующие действия:

- Если планируется проведение серии однотипных титрований параллельных проб с последующей статистической обработкой результатов, добавьте полученный результат (значение эквивалентного

объёма) в раздел «Статистика» нажатием кнопки . Данная операция выполняется аналогично проведению серии измерений ЭДС и Eh с статистической обработкой результатов по п. 11.3.3.

- Если требуется сохранить результат титрования в памяти титратора, нажмите кнопку  и выполните сохранение в соответствии с п. 11.6.5.5.1.

- Нажмите кнопку  для перехода к списку методик.

11.7.6 Завершение титрования по сохраненной методике


Завершите титрование в соответствии с п. 11.6.5.5.2.

11.8 Работа в режиме статирования

Работу в режиме статирования выполняют в соответствии с отдельным документом «Инструкция по эксплуатации титратора автоматического ТИТРИОН 2.0 в режиме статирования».

11.9 Настройка параметров работы титратора

НАСТРОЙКИ

Нажмите кнопку  в главном меню управления. На дисплее отобразится окно режима «Настройки», представленное на рисунке 187.

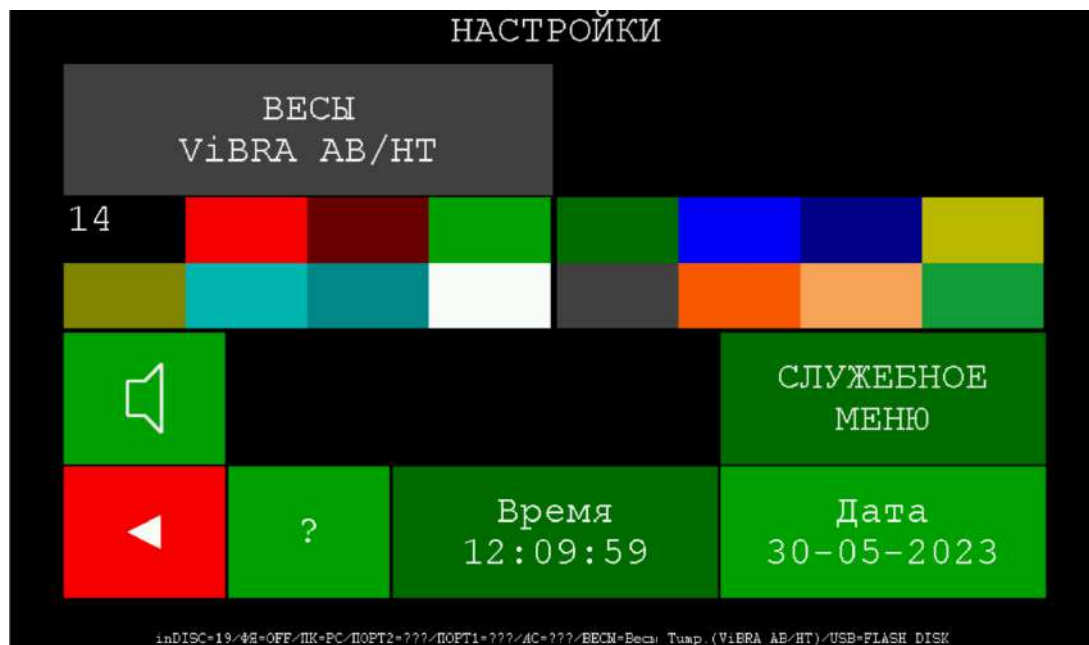




Рисунок 187 – Окно раздела «Настройки»

Кнопка / поле	Назначение
	Отображение марки весов, для работы с которыми настроен титратор
	Отображение текущей цветовой палитры, используемой для отображения информации на дисплее
	Включение / отключение звукового сопровождения
	Вход в служебное меню
	Просмотр технических параметров
	Установка времени
	Установка даты

	Информационная строка с отображением текущей конфигурации устройства
	Возврат в главное меню

Для изменения цветов отображаемой на дисплее информации, коснитесь текущей цветовой палитры (в данном случае № 14). Всего доступно 14 вариантов цветowych палитр. Переключение производится касанием правой (для увеличения порядкового номера) или левой (для уменьшения порядкового номера) половины палитры. После первого переключения на дисплее добавится кнопка

**ПРИМЕНИТЬ
ПАЛИТРУ**

, нажатие на которую приведёт к перезагрузке прибора и активации выбранной цветовой палитры.

Для отключения звукового сопровождения работы титратора нажмите кнопку с



изображением динамика . При этом изображение динамика изменится на



перечёркнутое , звуковое сопровождение будет отключено.

Для включения звукового сопровождения нажмите кнопку с перечёркнутым динамиком. Звук включится и изображение динамика изменится на непечёркнутое.

Для установки актуального времени нажмите кнопку с отображением времени

**Время
12:09:59**

, наберите на открывшейся клавиатуре актуальное время в

ВВОД

формате «ЧЧММСС» и нажмите кнопку . В случае ошибки при наборе числа



нажмите кнопку , чтобы стереть последний набранный символ.

Аналогичным образом установите актуальную дату, нажав кнопку с

**Дата
30-05-2023**

отображением даты . Наберите на открывшейся клавиатуре

ВВОД

актуальную дату в формате «ДДММГГ» и нажмите кнопку . В случае ошибки



при наборе числа нажмите кнопку , чтобы стереть последний набранный символ.

Для просмотра основных технических параметров работы титратора нажмите



кнопку. На дисплее отобразится окно раздела «Параметры прибора», представленное на рисунке 188:

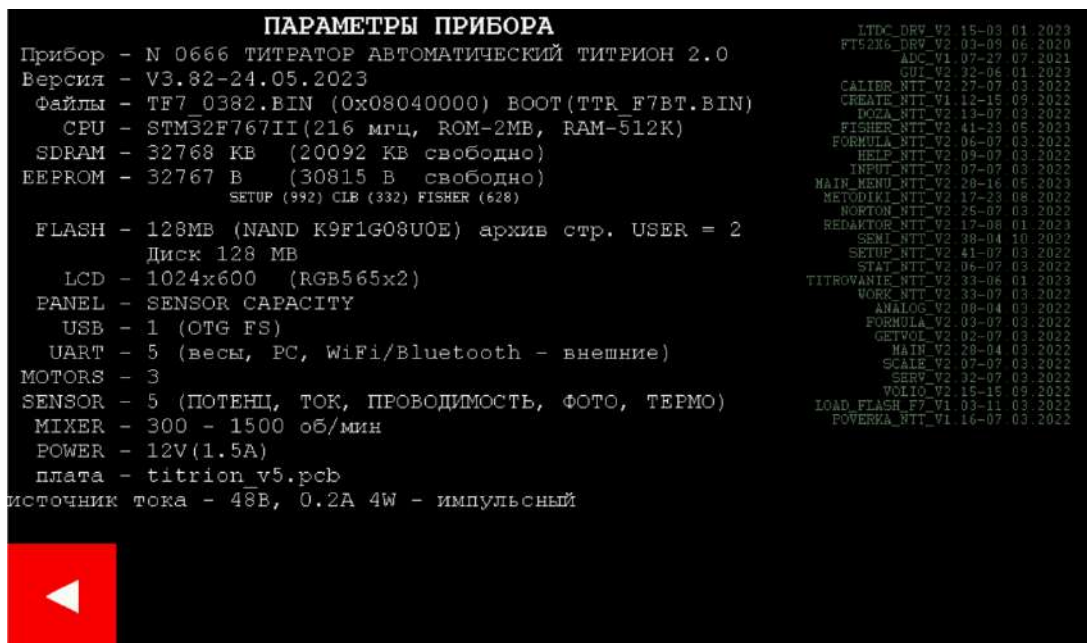



Рисунок 188 – Окно раздела «Параметры прибора»

После просмотра параметров нажмите кнопку  для возврата в окно раздела «Настройки».



Кнопка предназначена для перехода в служебное меню, в котором становится доступной настройка всех технических параметров работы титратора.

ВНИМАНИЕ! Не входите в служебное меню и не меняйте установленные параметры без согласования со специалистами предприятия-изготовителя титратора. Несанкционированное изменение параметров в служебном меню может привести к неправильной работе или поломке титратора.

11.10 Работа с передачей данных на ПК

Загрузите с официального сайта предприятия-изготовителя титратора www.ionomer.ru программное обеспечение «ЭКСПЕРТ-х и ТИТРИОН» и установите его на ПК. Подключите титратор к ПК через интерфейс RS232 или USB в соответствии с п. 6.12 или через беспроводную сеть в соответствии с п. 6.13.

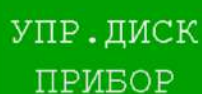
Запустите программу и приступите к работе с передачей данных на ПК, руководствуясь справочной информацией, размещенной во вкладке «Справка/Контекстная справка».

11.11 Управление внутренней и внешней памятью титратора

В титраторе предусмотрена возможность подключения внешнего носителя информации (USB Flash Drive) для проведения следующих операций:

- копирование архива результатов и сохранённых методик из внутренней памяти титратора на внешний носитель информации;
- копирование методик с внешнего носителя информации во внутреннюю память;
- выбор внешнего носителя информации в качестве текущего рабочего диска для работы по методикам, записанным в память внешнего носителя, с сохранением результатов титрования в архив, находящийся на внешнем носителе;
- сохранение отображаемой на дисплее информации (скриншотов экрана) на внешнем носителе в виде файлов с расширением BMP.


Нажмите в главном меню управления кнопку управления диском



УПР. ДИСК
ПРИБОР

. На дисплее отобразится надпись «Вставьте в прибор USB FLASH». Подключите внешний носитель информации (USB Flash Drive) к разъёму «USB» на задней панели основного блока титратора. На дисплее отобразится окно раздела «Управление диском».

По умолчанию титратор использует внутреннюю память в качестве текущего рабочего диска и в кнопке переключения дисков будет отображаться надпись



СМЕНИТЬ ТЕКУЩИЙ ДИСК:
ПРИБОР

«ПРИБОР». В этом же окне будут отображаться кнопки для копирования методик и архива результатов из внутренней памяти на внешний носитель информации.

Чтобы скопировать методики из внутренней памяти на внешний носитель информации, нажмите кнопку с надписью «Копирование методик ПРИБОР → USB FLASH». На дисплее отобразится окно со списком методик, сохранённых во внутренней памяти прибора.

Для копирования методики нажмите на строку с её названием. На дисплее отобразится запрос «Копировать методику на USB FLASH?». Нажмите кнопку с надписью «ДА» для копирования выбранной методики или кнопку с надписью «НЕТ» для возврата к списку методик без копирования.

Чтобы скопировать все методики из внутренней памяти на внешний носитель информации, нажмите кнопку с надписью «Копировать все». На дисплее отобразится запрос «Копировать все методики на USB FLASH?». Нажмите кнопку с надписью «ДА» для копирования всех методик или кнопку с надписью «НЕТ» для возврата к списку методик без копирования.

Скопированные методики будут сохранены в памяти внешнего носителя информации в папке «МЕТ».

Чтобы скопировать архив результатов из внутренней памяти на внешний носитель информации, нажмите кнопку с надписью «Копирование архива ПРИБОР → USB FLASH». На дисплее отобразится запрос «Копировать архив из ПРИБОРА на USB FLASH?». Нажмите кнопку с надписью «ДА» для копирования архива или кнопку с надписью «НЕТ» для возврата в окно раздела «Управление диском» без копирования.

Скопированный архив будет сохранён в памяти внешнего носителя информации в папке «ARX».

Если требуется выбрать внешний носитель информации в качестве текущего рабочего диска, выполнить копирование методик с внешнего носителя информации во внутреннюю память или сделать скриншот экрана, нажмите кнопку



СМЕНИТЬ ТЕКУЩИЙ ДИСК:
ПРИБОР

. Титратор сменит текущий диск и переключится на внешний носитель информации. Надпись в кнопке изменится на



СМЕНИТЬ ТЕКУЩИЙ ДИСК:
USB FLASH

В этом состоянии титратор будет использовать подключенный внешний носитель информации в качестве рабочего диска. В частности, в ходе работы в режиме автоматического титрования, станут доступными только те методики, которые сохранены на внешнем носителе. Результаты титрования также будут сохраняться в архив на данный внешний носитель. Таким образом, использование внешних носителей USB FLASH позволяет персонализировать наборы методик и архивы результатов для разных пользователей. Каждый пользователь сможет работать со своим индивидуальным носителем, на котором записаны необходимые для данного пользователя методики и на который он будет сохранять полученные результаты. Такой подход позволит избавиться от заполнения внутренней памяти титратора чрезмерно большим количеством методик и результатов при использовании титратора несколькими пользователями.

Чтобы скопировать методики с внешнего носителя во внутреннюю память прибора, нажмите кнопку с надписью «Копирование методик USB FLASH → ПРИБОР». На дисплее отобразится окно со списком методик, сохранённых на внешнем носителе.

Для копирования методики нажмите на строку с её названием. На дисплее отобразится запрос «Копировать методику ... в ПРИБОР?». Нажмите кнопку с надписью «ДА» для копирования выбранной методики или кнопку с надписью «НЕТ» для возврата к списку методик без копирования.

Чтобы скопировать все методики с внешнего носителя во внутреннюю память прибора, нажмите кнопку с надписью «Копировать все». На дисплее отобразится запрос «Копировать все методики в ПРИБОР?». Нажмите кнопку с надписью «ДА» для копирования всех методик или кнопку с надписью «НЕТ» для возврата к списку методик без копирования.

Скопированные методики будут сохранены во внутренней памяти титратора в папке «МЕТ».



Если требуется создать скриншот экрана, нажмите кнопку «ПРГ» на задней панели титратора (поз. 20 рис. 1). Прибор подаст первый звуковой сигнал и через несколько секунд – второй. Отображаемая на экране титратора информация будет сохранена в виде BMP-файла в памяти внешнего носителя информации в папке «SAVE».

11.12 Управление архивом результатов титрования

Для просмотра архива результатов измерений нажмите кнопку

АРХИВ

в главном меню управления. На дисплее отобразится окно раздела «Архив» с перечнем сохранённых результатов титрования, например, представленный на рисунке 189:

Архив (1-21 из 23) USB_FLASH						
	Тестовая последовательно	Фотометрическое титр.		5-10-2022		16:56:31 10001
	Тестовая последовательно	Фотометрическое титр.		5-10-2022		18:56:29 10002
	Тестовая последовательно	Фотометрическое титр.		5-10-2022		20:56:29 10003
	Тестовая последовательно	Фотометрическое титр.		5-10-2022		22:56:29 10004
	Тестовая последовательно	Фотометрическое титр.		5-10-2022		00:56:29 10005
	Тестовая последовательно	Фотометрическое титр.		6-10-2022		02:56:29 10006
	Тестовая последовательно	Фотометрическое титр.		6-10-2022		04:56:29 10007
	Тестовая последовательно	Фотометрическое титр.		6-10-2022		06:56:29 10008
	Тестовая последовательно	Фотометрическое титр.		6-10-2022		08:56:29 10009
	проба 123/7	Нейтрализация щелочи		24- 1-2023		12:31:13 10010
	проба 1	Полуавтоматическое титр		2- 6-2023		13:04:03 10011
	проба 2	Полуавтоматическое титр		2- 6-2023		13:04:18 10012
	проба 3	Полуавтоматическое титр		2- 6-2023		13:04:41 10013
	проба 4	Полуавтоматическое титр		2- 6-2023		13:04:55 10014
	проба 5	Полуавтоматическое титр		2- 6-2023		13:05:09 10015
	проба 6	Полуавтоматическое титр		2- 6-2023		13:05:21 10016
	проба 7	Полуавтоматическое титр		2- 6-2023		13:05:33 10017
	проба 8	Полуавтоматическое титр		2- 6-2023		13:05:44 10018
	проба 65	Полуавтоматическое титр		2- 6-2023		13:06:12 10019
	проба 66	Полуавтоматическое титр		2- 6-2023		13:06:24 10020
	проба 67	Полуавтоматическое титр		2- 6-2023		13:06:35 10021

Сканирование архива: <<< Сканирование архива >>>

Навигация: <<< < Страница 001 из 002 > >>>

Навигация: <<< < > >>>

Навигация: <<< < > >>>

Рисунок 189 – Окно раздела «Архив»

Каждая строка данного перечня включает краткие сведения о сохранённом результате: иконку с изображением полученной кривой титрования, комментарий, введённый пользователем при сохранении результата, наименование метода титрования, с помощью которого был получен результат, дату и время сохранения результата и его порядковый номер (пятизначное число в формате «1XXXX»).

Архив состоит из страниц, вмещающих до 21 строки с результатами. Навигация по архиву осуществляется с помощью кнопок в нижней части дисплея:

Страница
001 из 002

- отображение номера текущей страницы и количества заполненных страниц архива. Чтобы вывести на экран страницу с определенным номером, нажмите данную кнопку, наберите на открывшейся клавиатуре требуемый

ВВОД

номер страницы (число от 1 до 999) и нажмите кнопку . В случае ошибки при

наборе числа нажмите кнопку <<<, чтобы стереть последний набранный символ.

< и > – перелистывание страниц архива назад и вперёд (вывод на экран предыдущей или следующей страницы, соответственно).

<<< и >>> – переход к первой и последней странице архива , соответственно.

НОМЕР

– поиск по номеру (ввод номера результата для перехода на страницу, на которой находится результат с заданным номером).

ДАТА

– фильтр по дате (ввод даты в формате «ДДММГГ» для вывода на экран результатов с заданной датой сохранения).

Скан.

архив

– сброс фильтра по дате (сканирование архива для вывода на экран полного перечня сохранённых результатов после поиска по дате).



– переход в главное меню.

После касания строки с краткими сведениями о сохранённом результате на дисплее отобразится окно с сохранённой кривой титрования, аналогичное окну раздела «Обработка кривой и просмотр результата». Выполните обработку и просмотр результата титрования в соответствии с п. 11.6.5.4.

12 ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

Транспортирование титратора должно осуществляться в упаковочной таре в закрытом транспорте любого вида в условиях, не превышающих предельных заданных значений:

- | | |
|---|--------------------|
| - температура окружающего воздуха | от -25 до +55 °С; |
| - относительная влажность окружающего воздуха | до 95% при +25 °С; |
| - атмосферное давление, кПа (мм рт.ст.) | 84 -106 (630-800); |
| - транспортная тряска: | |
| число ударов в минуту | 80 - 120; |
| максимальное ускорение, м/с | 30; |
| продолжительность воздействия, ч | 1. |

Примечание – При комплектации титратора ПИП и весами должны соблюдаться условия транспортирования и хранения, указанные в их паспортах.

Хранение титратора до введения в эксплуатацию должно производиться на складах в упаковке предприятия-изготовителя при температуре окружающего воздуха от +5 до +40 °С и относительной влажности до 90 % при температуре 25 °С.

Хранение титратора без упаковки должно производиться при температуре окружающего воздуха от +10 до +35 °С и относительной влажности до 80 % при температуре +25 °С.

В помещении для хранения не должно быть пыли, паров кислот и щелочей, агрессивных газов и других вредных примесей, вызывающих коррозию.

13 ГАРАНТИЙНЫЕ ОБЯЗАТЕЛЬСТВА

Гарантийный срок эксплуатации – 24 месяца со дня продажи.

Гарантийный срок хранения – 6 месяцев со дня изготовления.

Срок службы – не менее 7 лет.

Безвозмездный ремонт или замена титратора, у которого в течение гарантийного срока эксплуатации были выявлены неисправности, производится предприятием-изготовителем при условии соблюдения владельцем правил и условий эксплуатации, транспортирования и хранения, а также при сохранности

пломбы. При этом гарантийный срок продлевается на время, в течении которого титратор находился в ремонте.

Продолжительность установленных гарантийных сроков не распространяется на сетевой адаптер.

Гарантийные сроки для ПИП и весов указаны в их паспортах.

При выявлении неисправности титратора в течении гарантийного срока эксплуатации владелец должен составить акт с описанием признаков неисправности и выслать неисправный титратор с данным актом производителю или поставщику титратора.

14 ТЕХНИЧЕСКОЕ ОБСЛУЖИВАНИЕ

Техническое обслуживание проводится с целью обеспечения нормальной работы титраторов и включает следующие операции:

- внешний осмотр – перед использованием;
- проверка работоспособности – при каждом использовании;
- очистка – при появлении загрязнений;
- настройка времени и даты – при необходимости;
- промывка и опорожнение гибких трубок – после каждого использования;
- обслуживание насосных головок – при необходимости.

Внешний осмотр проводится непосредственно перед использованием и заключается в контроле отсутствия загрязнений и целостности корпуса основного блока и весов, разъемов, соединительных кабелей, ПИП и др. составных частей титратора.

Для проверки работоспособности включите титратор. После загрузки на дисплее прибора должно отобразиться главное меню. Если прибор не включается и не переходит в главное меню, его направляют в ремонт.

При появлении загрязнений, удалите их салфеткой, смоченной этиловым спиртом.

При необходимости настройте время и дату в соответствии с п. 11.10.

Завершая работу на титраторе, промойте и опорожните гибкие трубки в соответствии с п. 11.5.6 и откройте крышки насосных головок.

Обслуживание насосных головок заключается в периодическом смазывании роликов каждой насосной головки силиконовой смазкой (силиконовым маслом) марки СИ-180, СМ-200, ПМС-200 или аналогичной.

Смазку рекомендуется проводить не реже 1 раза в год или чаще при интенсивной эксплуатации дозатора. При появлении постороннего механического звука во время вращения насосной головки смазку следует выполнить незамедлительно.

Смазка выполняется следующим образом:

1. Откройте крышку насосной головки.
2. Нанесите небольшое количество смазки в места соприкосновения ролика с дисками, как показано на рисунке:



3. Проворачивая насосную головку рукой, обработайте остальные ролики аналогичным образом.

4. Закройте крышку и включите прокачку на 1 минуту для равномерного распределения смазки.

5. Откройте крышку и удалите избыток смазки промокательной бумагой.

15 УСЛОВИЯ ПО РЕМОНТУ

Титратор является сложным электронным прибором, ремонт которого должен выполняться исключительно квалифицированным персоналом предприятия-изготовителя или официальных представителей на условиях сервисного обслуживания.

Титратор принимается в ремонт только при наличии акта с описанием признаков неисправности и контактной информацией о владельце.

После ремонта титратор подлежит первичной поверке.

Приложение А (справочное)

Определение поправочного коэффициента для раствора серебра азотнокислого номинальной молярной концентрации $C(AgNO_3)$ 0,1 моль/дм³ при титровании раствора натрия хлористого молярной концентрации $C(NaCl)$ 0,1 моль/дм³ в режиме потенциометрического осадительного титрования

А.1 Готовят растворы:

- **титрант** - раствор серебра азотнокислого номинальной молярной концентрации $C(AgNO_3)$ 0,1 моль/дм³ готовят из стандарт-титра 0,1 Н серебра азотнокислого в соответствии с прилагаемой к нему инструкцией.

- **титруемый раствор** - раствор натрия хлористого молярной концентрации $C(NaCl) = 0,1$ моль/дм³ готовят из ГСО 4391-88. Навеску ГСО 4391-88 массой m_{NaCl} количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, растворяют в дистиллированной воде, доводят объем до метки дистиллированной водой. Массу навески ГСО 4391-88 рассчитывают по формуле

$$m_{NaCl} = \frac{5,8443 \cdot 100}{A_{NaCl}}, \quad (A.1)$$

где A_{NaCl} - аттестованное значение ГСО 4391-88, указанное в паспорте, %.

- **вспомогательный раствор** - раствор серной кислоты молярной концентрации $C(1/2H_2SO_4) = 1$ моль/дм³, готовят разбавлением концентрированной серной кислоты. К 600 см³ дистиллированной воды прибавляют 28 см³ концентрированной серной кислоты плотностью 1,835 г/см³, охлаждают до комнатной температуры и разбавляют дистиллированной водой до 1 дм³.

А.2 Подготавливают титратор к работе в режиме потенциометрического осадительного титрования. Для этого входят в раздел «Титрование полуавтоматическое» и устанавливают следующие параметры:

- метод: «Потенциометрический мВ»;
- способ: «Регистрация кривой»;
- плотность: вводят значение плотности титранта, для которого определяется поправочный коэффициент;
- подача титранта: «Дискрет»;
- цикл: «Да»;
- доза: «0,2 мл»;
- пауза: «2 сек».

Выполняют прокачку (заполнение трубки титрантом).

А.3 Устанавливают лабораторный стакан вместимостью 50 см³ на магнитную мешалку титратора, пипеткой вместимостью 2 см³ вносят в стакан аликвоту титруемого раствора, приливают в стакан 30 см³ дистиллированной воды, пипеткой вместимостью 1,0 см³ вносят в стакан аликвоту вспомогательного раствора, помещают в стакан магнитный мешалочник и включают перемешивание. Перемешивают содержимое стакана не менее 1 минуты.

А.4 Погружают трубку подачи титранта, ионоселективный электрод и электрод сравнения (или комбинированный ионоселективный электрод, в зависимости от

комплектации титратора) в стакан на максимально возможную глубину таким образом, чтобы они не касались стенок стакана и вращающегося магнитного мешалника. При этом следует убедиться, что раствор полностью покрывает чувствительные элементы электродов, в том числе электролитический ключ электрода сравнения. При необходимости приливают немного дистиллированной воды, учитывая, что в стакане должно остаться не менее 10 см³ свободного объема.

Регулируют положение трубки подачи титранта таким образом, чтобы её конец был максимально отдален от чувствительных элементов электродов для предотвращения скачков показаний электродной системы при подаче титранта.

А.5 Нажимают кнопку «Старт» для запуска титрования. Когда объем добавленного титранта будет находиться в интервале (1,4 – 1,6) см³, нажимают кнопку «Стоп» для остановки титрования, устанавливают значение параметра «Доза» равным 0,03 мл, параметра «Пауза» равным 5 секунд и нажимают кнопку «Старт» для продолжения титрования. Когда объем добавленного титранта достигнет значения 2,6 см³, нажимают кнопку «Стоп» для завершения титрования. Нажимают кнопку «График», выполняют обработку кривой титрования с поиском точки перегиба волны и фиксируют значение объема титранта $V_{T,i}$, см³, пошедшего на титрование до точки эквивалентности.

А.6 Рассчитывают значение поправочного коэффициента для i -го титрования по формуле

$$K_i = \frac{V_{TP}}{V_{T,i}}, \quad (\text{A.2})$$

где $V_{T,i}$ – i -ое измеренное значение объема титранта, пошедшего на титрование до точки эквивалентности, см³;

V_{TP} – объем титруемого раствора, взятого на титрование, см³ (в данном случае $V_{TP} = 2$ см³).

А.7 Повторяют операции по А.3-А.6 не менее 3 раз.

А.8 Рассчитывают среднее арифметическое значений поправочного коэффициента для титранта по формуле

$$K = \frac{1}{n} \cdot \sum_{i=1}^n K_i, \quad (\text{A.3})$$

где K_i – значение поправочного коэффициента, рассчитанное для каждого i -го титрования по формуле (А.2);

n – число проведенных титрований (не менее 3).

А.9 Для расчета действительной молярной концентрации серебра азотнокислого в титранте, умножают его номинальную молярную концентрацию на найденный поправочный коэффициент.

ЗАКАЗАТЬ