

СОГЛАСОВАНО
Директор
ОАО «ГЗИП»



А.Г.Уваров
20 19 г.

УТВЕРЖДАЮ
Заместитель директора –
начальник отдела метрологии
государственного предприятия
«Гомельский ЦСМС»



С.И.Руденков
20 19 г.

Система обеспечения единства измерений
Республики Беларусь

ПОЛЯРОГРАФ УНИВЕРСАЛЬНЫЙ ПУ-1

Методика поверки

МРБ МП. 2911-2019

РАЗРАБОТЧИК
Главный инженер ОАО «ГЗИП»
Д.В.Дудник
20 19 г.



Верно с 1 по 17 с/п

1 Вводная часть

Настоящая методика поверки (далее – МП) распространяется на полярограф универсальный ПУ-1 (далее – полярограф), соответствующий требованиям технических условий ТУ 25-05.2288-78 и устанавливает методику его первичной и периодической поверок, а также внеочередной поверки после ремонта.

Полярографы универсальные ПУ-1, предназначены для качественного и количественного анализа растворов и для электрохимических исследований.

Настоящая МП разработана в соответствии с требованиями ТКП 8.003-2011.

Межповерочный интервал прибора – 12 месяцев.

2 Операции поверки

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

Таблица 1

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Проведение операции при	
		первичной поверке	Периодической поверке
1 Внешний осмотр	8.1	Да	Да
2 Опробование	8.2	Да	Да
3 Определение основной абсолютной погрешности установки начального поляризующего напряжения	8.3.1	Да	Да
4 Определение основной относительной погрешности скорости развертки	8.3.2	Да	Да
5 Определение основной абсолютной погрешности установки амплитуды напряжения развертки при автоматическом сбросе	8.3.3	Да	Да
6 Определение основной относительной погрешности установки амплитуды переменных поляризующих напряжений (синусоидального и прямоугольного)	8.3.4	Да	Да
7 Проверка работоспособности системы синхронизации полярографа	8.3.5	Да	Да
8 Определение сопротивления изоляции между корпусом и цепью сетевого питания полярографа	8.3.6	Да	Нет
9 Определение основных относительных погрешностей определения тока и напряжения по вольтамперной характеристике полярографа	8.3.7	Да	Да
10 Определение чувствительности полярографа при работе на имитатор ячейки	8.3.8	Да	Да
11 Проверка верхнего и нижнего пределов диапазона определяемых концентраций полярографом	8.3.9	Нет	Да
12 Расчет относительного среднего квадратического отклонения результатов определения концентраций (сходимость определений концентраций)	8.3.10	Да	Да

2.2 При получении отрицательного результата при проведении любой из операций поверка поверяемый полярограф признают непригодным к применению и поверку прекращают.

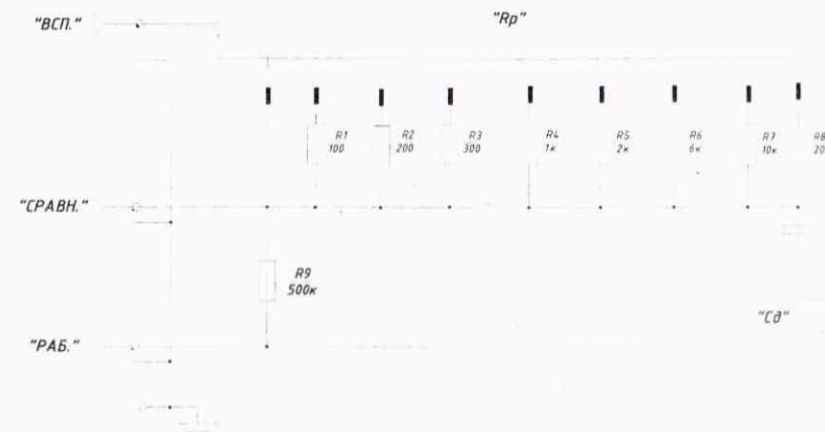
3 Средства поверки

3.1 При проведении поверки должны применяться средства измерений и вспомогательные средства, реактивы и материалы, указанные в таблице 2.

Приложение Б

(обязательное)

Принципиальная схема внешнего имитатора электролитической ячейки полярографа ПУ-1



R1–R8 - имитируют сопротивление раствора R_p ;

R9 - имитирует поляризационное сопротивление R_p ;

C1 - имитирует емкость двойного слоя Сд.

Резистор R9 с допустимым отклонением от номинального значения $\pm 0,1\%$, остальные резисторы и конденсатор C1 – $\pm 10\%$.

Рисунок Б.1 – Принципиальная схема внешнего имитатора электролитической ячейки



Приложение А
(рекомендуемое)

Рекомендуемые данные для снятия полярogramm

Таблица А.1

Наименование данных	Постоянная токовая полярография (классическая и дифференциальная)	Переменно-токовая полярография с прямоугольной формой напряжения				с синусоидальной формой напряжения
		без предварительного накопления	инверсионный режим с предварительным накоплением	снятие полярogramm на каждой ртутной капле		
1 Проверяемые концентрации кадмия Cd ²⁺ , моль/л	1·10 ⁻³ , 1·10 ⁻⁵	1·10 ⁻⁷ , 5·10 ⁻⁸	1·10 ⁻⁸	1·10 ⁻⁵ , 1·10 ⁻⁶	1·10 ⁻⁵ , 1·10 ⁻⁶	
2 Рабочий электрод	Обычный ртутно-капельный		Стационарный	Медленно-капающий	Обычный ртутно-капельный	
3 Диапазон тока	от 0,25x1 до 1x1	от 0,25x1 до 1x10	от 0,25x1 до 1x1	от 0,25x10 до 0,75x1	от 0,25x10 до 0,5x10	
4 Компенсация емкостного тока	подбирается	отключена	отключена	отключена	отключена	
5 Синхронизация	подбирается	подбирается	отключена	от 10 до 15	от 1 до 3	
6 Режим ячейки	"З" эл."	"З" эл."	"З" эл."	"З" эл."	"З" эл."	
7 Вид полярографии	"—"	ЛЛ	ЛЛ	ЛЛ	~	
8 Переключатель «Выход на вольтметр»	"U _{пол.} "	"U _{пол.} "	"U _{пол.} "	"U _{пол.} "	"U _{пол.} "	
9 Демпфирование, с	от 5 до 10	от 5 до 15	0,1	от 0,2 до 0,4	от 5 до 10	
10 Дифференцирование, с	Классич.-выкл., дифф. от 80 до 120	отключено	отключено	отключено	отключено	
11 Поляризующие напряжения:						
а) начальное, В	от -0,4 до -0,7	от -0,4 до -0,7	от -0,8 до -1,0	-0,67	-0,67	
б) амплитуда переменного, мВ	0	от 10 до 30	от 10 до 30	от 10 до 30	10	
в) развертка:						
- амплитуда, В	от 0,2 до 0,4	от 0,2 до 0,4	от 0,2 до 0,5	от 0,2 до 0,25	от 0,2 до 0,25	
- скорость, мВ/с	от 1 до 2	от 1 до 2	от 5 до 20	от 15 до 20	1,5	
- полярность	минус	минус	плюс	минус	минус	
12 Переключатель "Режим"	"От капли"	"От капли"	"Накопл."	"Однокап."	"От капли"	
13 Регистрация	"Таст" или "Непр."	"Таст"	"Непр."	"Непр."	"Таст"	
14 Период капания T _к , с	от 3 до 5	от 3 до 5	-	от 10 до 20	5	
15 Задержка, с	(0,5 – 0,8) T _к	(0,5 – 0,8) T _к	-	от 3 до 6	4,5	
16 Время накопления и перемешивания, с	-	-	от 50 до 150	-	-	
17 Время выдержки после перемешивания, с	-	-	от 10 до 20	-	-	
18 Кнопка "Перо авт."	нажата	нажата	нажата	нажата	нажата	
19 Мешалка:						
- кнопка "Вкл."	отжата	отжата	отжата	отжата	отжата	
- кнопка "Ручн.- Авт."	нажата	нажата	нажата	нажата	нажата	
20 Масштаб по оси "Х" (M _x), мВ/см	50	50	50	50 (или "Т")	50	
21 Масштаб по оси "У" (M _y), мВ/см	от 1 до 2	2	2	2	2	
22 Полярографический фон	Кислый (1М НСl) или хлоридно-аммиачный (1М NH ₄ Cl + 1М NH ₄ OH)					

Таблица 2

Номер пункта методики поверки	Наименование и тип (условное обозначение) эталонов и вспомогательных средств поверки, их метрологические и основные технические характеристики, обозначение ТНПА
8.3.1, 8.3.2, 8.3.3, 8.3.7, 8.3.8	Вольтметр электронный постоянного тока с пределами измерения 1 и 10 В класса точности 0,05/0,02 и входным сопротивлением не ниже 10 МОм, например, прибор комбинированный цифровой Щ 300.
8.3.2	Секундомер класса 2,0, емкость шкалы 60 с, 30 мин; например, СОПпр-2а-2
8.3.4	Вольтметр электронный переменного тока, класса 1,5 с диапазоном частот измеряемых напряжений от 20 Гц и выше и входным сопротивлением не менее 100 кОм, например, вольтметр Ф5053
8.3.4	Осциллограф электронный с чувствительностью не ниже 5 мВ/см и полосой частот от 0 до 500 кГц
8.3.5	Внешний имитатор электролитической ячейки (приложение 1)
8.3.6	Тераомметр с измерительным напряжением до 150 В, например, тераомметр электронный Е6-3 или тераомметр Е6-13
8.3.9	Ртузь марки Р1 по ГОСТ 4658-73 – 400 г
8.3.9	Кислый полярографический фон (IM НСl) – 2 л. Допускается применение хлоридно-аммиачного фона (IM NH ₄ Cl+IM NH ₄ OH) – 2 л. Фон готовится из реактивов квалификации "ч.д.а."
8.3	Прибор двухкоординатный регистрирующий ПДА-1. Допускается применение блока сопряжения «ГрафИт-2».
3.2	Бюретка с краном со стеклянным наконечником на 20–25 мл, например, бюретка 1-2-25-0,1 по ГОСТ 29252-91 – 3 шт.
3.2	Мерная колба на 100, 250 мл, например, колба 2-100-2 по ГОСТ 1770-74 – 2 шт.
3.2	Стакан высокий с носиком на 50 мл, например, стакан БН-50 по ГОСТ 25336-82
3.2	Кювета 40x30 – 1 шт.
	Весы лабораторные электронные специального класса точности по ГОСТ 24104-2001, наибольший предел взвешивания 200 г.
3.2, 8.3.9	Контрольные растворы с концентрацией кадмия Cd ²⁺ и меди Cu ²⁺ 1·10 ⁻² моль/л – по 100 мл.
3.2	Кадмий металлический марки КД-1 или более высокой чистоты по ГОСТ 1467-93
3.2	Медь металлическая марки М1 или более высокой чистоты по ГОСТ 859-2014
3.2	Соляная кислота, х. ч., по ГОСТ 3118-77.
3.2	Азотная кислота,
3.2	Аммиак водный, ч. д. а., по ГОСТ 3760-79
3.2	Натрий сернистоокислый (сульфит натрия) безводный, ч. д. а., по ГОСТ 195-77 – 50 г
Примечания	
1 Суммарная погрешность эталонных средств измерений не должна превышать 1/3 допускаемой погрешности определяемого параметра.	
2 Эталонные средства измерений должны быть поверены и иметь действующие свидетельства о поверке.	
3 Допускается применение других средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик с требуемой точностью.	

3.2 Методика приготовления контрольных растворов

Для приготовления контрольного раствора соли кадмия (меди) берут металлический кадмий марки КД-1 или более высокой чистоты (металлическую медь марки М1 или более высокой чистоты). Навеску 1,124 г кадмия (0,645 г меди) помещают в коническую колбу емкостью 250 мл и растворяют при нагревании в 20–25 мл азотной кислоты, разбавленной 1:1. Раствор выпаривают до небольшого объема (2–3 мл), приливают 15 мл соляной кислоты



плотностью 1,19 и вновь выпаривают до небольшого объема. Выпаривание повторяют ещё два раза каждый раз с 5 мл соляной кислоты.

После охлаждения приливают 50 мл соляной кислоты плотностью 1,19, переливают раствор в мерную колбу емкостью 1 л, доводят водой до метки и тщательно перемешивают его. Полученный раствор имеет концентрацию металла $1 \cdot 10^{-2}$ моль/л и соляной кислоты около 0,5 моль/л.

Растворы с более низкими концентрациями получают разбавлением фоном полученных растворов до необходимой концентрации. Растворы с концентрациями ниже $1 \cdot 10^{-3}$ моль/л следует готовить непосредственно перед полярографированием.

Контрольные растворы солей меди и кадмия могут быть приготовлены также из солей высших марок на фоне аммиачного раствора хлорида и сульфата аммония. При приготовлении растворов из солей необходимо исключить ошибки, связанные с гигроскопичностью ряда солей. Для приготовления раствора в мерную колбу емкостью 500 мл отмеривают 0,005 моль соли соответствующего металла (например, 1,1417 г кристаллического 2,5-водного хлорида кадмия $CdCl_2 \cdot 2,5 H_2O$), прибавляют 100–150 мл воды, 50 мл соляной кислоты (уд. вес 1,19) или 50 мл разбавленной (1:1) серной кислоты и нейтрализует (по индикатору) 25%-ным раствором аммиака. Можно, не прибавляя кислоты, прилить в колбу с раствором 50 мл 25%-ного раствора аммиака и добавить 50 г хлорида или сульфата аммония, при этом следует убедиться в отсутствии определяемого металла в добавляемой аммонийной соли. Раствор перемешивают, доводят до метки водой и вновь перемешивают. Полученный раствор имеет концентрацию металла $1 \cdot 10^{-2}$ моль/л.

4 Требования к квалификации поверителей

4.1 К проведению измерений при поверке и обработке результатов измерений допускают лиц, имеющих специальное техническое или высшее техническое образование и подтвердивших компетентность выполнения данного вида поверочных работ в соответствии с законодательством Республики Беларусь.

5 Требования безопасности

5.1 При проведении поверки соблюдаются требования безопасности, изложенные в эксплуатационных документах (ЭД) на полярограф, поверочное оборудование и средства измерений. Также необходимо соблюдать правила работы с химическими реактивами и требования ТКП 181-2009, ТКП 427-2012.

6 Условия поверки

6.1 При проведении поверки должны соблюдаться следующие условия:

- температура окружающего воздуха $(20 \pm 5) ^\circ C$;
- относительная влажность от 30 % до 80 %;
- атмосферное давление от 84 до 106 кПа;
- напряжение питающей сети $(230 \pm 4,6) В$;
- частота питающей сети $(50 \pm 0,5) Гц$;
- время установления рабочего режима 30 мин;
- должно быть обеспечено отсутствие внешних магнитных полей (за исключением магнитного поля Земли).

6.2 Условия полярографирования должны исключить вибрацию датчика и попадание посторонних микропримесей в исследуемую пробу из воздуха, посуды и т.д.

7 Подготовка к поверке

7.1 Перед проведением поверки необходимо ознакомиться с ЭД наверяемый полярограф и применяемые средства поверки.

7.2 Необходимо подготовитьверяемые и эталонные средства измерения и вспомогательные средства поверки к работе в соответствии с их ЭД. Если перед началом поверки средства измерений находились в условиях, отличающихся от нормальных условий измерений, то поверку следует начинать после выдержки их в нормальных условиях в течение времени, установленного в ЭД на конкретное средство измерения, но не менее 2 ч.

Полярограф удовлетворяет требованиям, если все полученные полярограммы представляют собой характерные пики или волны в области потенциалов выделения кадмия Cd^{2+} .

Рекомендуемые данные для снятия полярограмм приведены в приложении А.

Снятие полярограмм должно проводиться персоналом, имеющим практику и опыт в области экспериментальной электрохимии и полярографии.

8.3.10 Относительное среднее квадратическое отклонение результатов определения концентраций (сходимость определений концентрации) рассчитывают не менее чем по 5 полярограммам, снятым в соответствии с 8.3.9 настоящей МП.

Относительное среднее квадратическое отклонение результатов определения концентраций (сходимость определений концентраций) S_z , %, вычисляют по формуле

$$S_z = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (H_i - \bar{H})^2} \cdot \frac{100}{\bar{H}}, \quad (10)$$

где H_i – высота пика (или волны) полярограммы, мм;

\bar{H} – среднее арифметическое значение высот пиков (или волн) n полярограмм, снятых подряд на растворе с данной концентрацией при одинаковых условиях, мм;

n – количество полярограмм, снятых подряд на данном растворе при одинаковых условиях.

Среднее квадратическое отклонение результатов определения (сходимость определений) при концентрации кадмия Cd^{2+} , $1 \cdot 10^{-7}$ моль/л не должно быть более 20 %.

9 Оформление результатов поверки

9.1 Результаты поверки должны быть оформлены протоколом. Рекомендуемая форма протокола приведена в приложении В.

Каждый протокол должен включать в себя следующее:

- заголовок (протокол поверки);
 - наименование лаборатории, где проводилась поверка;
 - номер протокола;
 - наименование организации заказчика;
 - наименование (тип)веряемого прибора, его характеристики;
 - дату проведения (начало, окончание) поверки, а при необходимости – дату получения прибора;
 - тип, номер применяемых эталонов и вспомогательных средств поверки;
 - наименование и обозначение методики поверки;
 - информацию, относящуюся к специфике поверки (например, условия окружающей среды и т. п.), а также любые отклонения, дополнения или исключения из методики и др.;
 - полученные результаты измерений и зарегистрированные отказы;
 - оценку погрешности результатов поверки;
 - подпись и должность (или соответствующую идентификацию) лица, ответственного за оформление и содержание протокола, дату его выдачи;
 - ссылку на документ, запрещающий эксплуатацию или применение данного объекта поверки в случае его несоответствия установленным требованиям.
- 9.2 Положительные результаты поверки должны быть оформлены выдачей свидетельства о поверке по форме, установленной ТКП 8.003 (приложение Г), и нанесением поверительного клейма в месте, исключающем доступ внутрь прибора. При первичной поверке ставится соответствующая отметка в РЭ.

9.3 Если полярограф по результатам поверки признан непригодным к применению, то свидетельство о поверке аннулируется (клеймо гасят), выписывается заключение о непригодности по форме, установленной ТКП 8.003 (приложение Д), с указанием причин непригодности. Полярограф к дальнейшей эксплуатации не допускают.



- демпфирование – 1 с;
- задатчики начального и переменного напряжений, а также развертки – в нулевые

положения;

в) задают начальное напряжение U_H отрицательной полярности такой величины, при которой показания цифрового вольтметра составят 40–60 мВ.

Чувствительность полярографа в постоянно-токовом режиме S_- , мВ/мкА, определяют по формуле

$$S_- = \frac{0,5 (U_{\text{вых}} - U_0)}{U_H} \quad (8)$$

где 0,5 – коэффициент, равный сопротивлению эквивалента R_{Π} в МОм;
 $U_{\text{вых}}$ – выходное напряжение полярографа (показания вольтметра), мВ;
 U_0 – то же при $U_H = 0$, мВ;
 U_H – установленное значение начального напряжения, В.

8.3.8.2 Определение чувствительности полярографа в режиме переменного-токовой полярографии с прямоугольной формой поляризующего напряжения проводят в следующем порядке:

а) нажимают кнопки:

- « — » и «З^{эл.}» на переключателе «ВИД ПОЛЯРОГРАФИИ»;
- «ВЫКЛ.» и «R_n» на переключателе «ИМИТАТОР-ДАТЧИК»;
- «U_{вых}» на переключателе «ВЫХОД НА ВОЛЬТМЕТР»;
- переключатель «ТАСТ-НЕПР.»;

б) устанавливают:

- диапазон тока «0,25 x 1»;
- демпфирование – 1 с;
- значение задержки – не менее 0,4 с;
- задатчики начального и переменного напряжений, а также развертки в нулевые положения;

в) набирают кнопками «АМПЛИТУДА, mV» такое значение, при котором на вольтметре показания составят 40–60 мВ.

Чувствительность полярографов в режиме переменного-токовой полярографии с прямоугольной формой поляризующего напряжения S_{Π} , мВ/нА, определяют по формуле

$$S_{\Pi} = \frac{0,5 (U_{\text{вых}} - U_0)}{U_m} \quad (9)$$

где 0,5 – коэффициент, равный сопротивлению эквивалента R_{Π} в МОм;
 $U_{\text{вых}}$ – выходное напряжение полярографа (показания вольтметра), мВ;
 U_0 – то же при $U_m = 0$, мВ;
 U_m – амплитуда прямоугольных импульсов, мВ.

Чувствительность полярографа при работе на внутренний имитатор электролитической ячейки с параметрами ($R_n = 500$ кОм, $C_d = 0$ мкФ, $R_p = 100$ Ом) на диапазоне тока "0,25x1" должна быть не менее:

80 мВ/мкА – при постоянно-токовой полярографии;

8 мВ/нА – при переменного-токовой полярографии с прямоугольной формой переменного поляризующего напряжения

8.3.9 Проверку верхнего и нижнего пределов определяемых концентраций полярографом проводят путем снятия полярограмм на пробах растворов с концентрациями кадмия Cd^{2+} , указанными в разделе графах 2, 3 таблицы 1 РЭ. Приготовление контрольных растворов по 3.2.

На растворах всех указанных концентраций кадмия снимают подряд не менее 5 полярограмм на одной и той же пробе раствора при одних и тех же условиях полярографирования.

8 Проведение поверки

8.1 Внешний осмотр

При проведении внешнего осмотра полярографа должно быть установлено соответствие полярографа универсального ПУ-1 следующим требованиям:

- представленный на поверку полярограф должен быть полностью укомплектованным (кроме запасных частей и принадлежностей);
- полярограф не должен иметь механических повреждений или неисправностей регулировочных и соединительных элементов, влияющих на их нормальную работу.

8.2 Опробование

Устанавливают все переключатели и ручки полярографа в исходное положение согласно пункту 2.4.2 руководства по эксплуатации 5М2.840.016 РЭ (далее – РЭ), включают и проверяют полярограф согласно 2.4.4 РЭ. Проверяют работоспособность клавиш управления.

8.3 Определение (контроль) метрологических характеристик

8.3.1 Определение основной абсолютной погрешности установки начального поляризующего напряжения проводят измерением начального напряжения на выходе компенсатора электронным вольтметром постоянного тока с погрешностью измерения не более 1/3 предела допускаемой, вход которого подключают к гнездам "К" и " — ", находящимся на передней панели полярографа.

Измерения проводят в следующем порядке:

а) нажимают кнопки:

- «СБРОС» на переключателе «РАЗВЕРТКА»;
- «Упол» на переключателе «ВЫХОД НА ВОЛЬТМЕТР»;
- « — », «З^{эл.}» на переключателе «ВИД ПОЛЯРОГРАФИИ»;
- «ВЫКЛ.», «С_d» и «R_n» на переключателе «ИМИТАТОР-ДАТЧИК»;

б) отжимают все кнопки переключателя «АМПЛИТУДА, mV»;

в) задают по показаниям встроенного цифрового индикатора, используя ручку и кнопки «НАЧАЛЬНОЕ, V» значения от 0 до 1000 мВ через каждые 100 мВ и далее через 1 В значения начального напряжения и фиксируют значения напряжения по внешнему вольтметру, подключенному к гнездам "К" и " — ".

При этих и всех последующих измерениях постоянных и медленно изменяющихся напряжений с помощью внешнего вольтметра проверяют также соответствие показаний встроенного индикатора «НАПРЯЖЕНИЕ, V», которые не должны отличаться от показаний внешнего вольтметра, подключенного к клеммам «ВОЛЬТМЕТР» или "К" и " — " (КОНТРОЛЬ) более чем на значение, определяемое выражением

$$\Delta = \pm(5 + 0,001 U_x), \quad (1)$$

где Δ – погрешность показаний цифрового индикатора полярографа, мВ;
 U_x – измеряемое напряжение, мВ.

При проверках нажимают соответствующую кнопку переключателя «ВЫХОД НА ВОЛЬТМЕТР».

Примечание - Полярность всех поляризующих напряжений, указанная на передней панели полярографа, соответствует полярности рабочего электрода. В связи с тем, что при проверках измерения производят на выходе компенсатора, т.е. на вспомогательном электроде относительно рабочего, полярность напряжений, индицируемых вольтметром, противоположна.

Значение начального напряжения 4 В измеряют на обеих полярностях. В крайнем положении ручки определяют перекрытия диапазона 1 В.

Абсолютную погрешность установки начального поляризующего напряжения определяют по формуле

$$\Delta_n = U_0 - U_d, \quad (2)$$

где Δ_n – абсолютная погрешность установки начального поляризующего напряжения, мВ;
 U_0 – значение напряжения, установленное по цифровому индикатору, мВ;



U_d – действительное значение начального напряжения в проверяемой точке, равное отсчету по вольтметру, мВ.

Предел допускаемой основной абсолютной погрешности установки начального поляризующего напряжения должен соответствовать значению $\pm(10 \pm 0,01X)$ мВ, где X – установленное значение начального поляризующего напряжения.

8.3.2 Определение основной относительной погрешности скорости развертки (линейно-изменяющегося напряжения) проводят с помощью секундомера и электронного вольтметра постоянного тока, вход которого подключают к гнездам "К" и "—" (КОНТРОЛЬ), находящимся на передней панели полярографа, путем измерения времени от момента запуска развертки до момента, когда напряжение развертки достигнет 3 В.

Измерения проводят в следующем порядке:

а) нажимают кнопки:

- «СБРОС» на переключателе «РАЗВЕРТКА»;
- « U_k » на переключателе «ВЫХОД НА ВОЛЬТМЕТР»;
- «—», "3"эл." на переключателе «ВИД ПОЛЯРОГРАФИИ»;
- «ВЫКЛ.», « C_d » и « R_n » на переключателе «ИМИТАТОР-ДАТЧИК»;

б) устанавливают в нулевое положение задатчики начального и переменного поляризующих напряжений;

в) нажимают обе кнопки и устанавливают вправо до упора ручку «АМПЛ. РАЗВЕРТКИ, V» на максимальное значение амплитуды развертки;

г) задают полярность и проверяемое значение скорости развертки нажатием соответствующих кнопок на переключателе «РАЗВЕРТКА»;

д) отжимают кнопку «СТОП», а затем одновременно нажимают кнопку «ПУСК» на переключателе «РАЗВЕРТКА» и запускают секундомер;

е) в момент, когда показания вольтметра, подключенного к гнездам "К" и "—" , станут равными 3 В, останавливают секундомер и снимают отсчет по секундомеру. (Полярность напряжения развертки, индицируемой вольтметром, согласно примечанию в 8.3.1).

Проверку проводят при номинальных скоростях развертки: 0,5; 1; 2; 3; 4; 10 (+1+2+3+4) и 10(1x10) мВ/с.

Указанные проверки проводят при обеих полярностях развертки.

Основную относительную погрешность скорости развертки определяют по формуле

$$\delta_p = \frac{t_d - t_0}{t_d} \cdot 100, \quad (3)$$

где δ_p – основная относительная погрешность скорости развертки, %;

t_d – действительное значение длительности развертки при нажатой кнопке «СКОРОСТЬ, мВ/С», с;

t_0 – длительность развертки, соответствующая установленной скорости развертки, с.

Значения длительности развертки для различных скоростей приведены в таблице 3.

Таблица 3

Значение скорости, набранной переключателем «СКОРОСТЬ, мВ/С»	Длительность развертки, при $U = 3$ В
0,5	100 мин
1	50 мин
2	25 мин
3	16 мин 40 с
4	12 мин 30 с
5(0,5x10)	10 мин
10(1x10)	5 мин
10(+1+2+3+4)	5 мин

в) устанавливают:

- диапазон тока – "1x1";
- скорость развертки – 1–2 мВ/с;
- амплитуду развертки – 1 В;
- полярность развертки – «минус»;
- демпфирование – 0,1 с;

г) устанавливают на приборе двухкоординатном регистрирующем:

- масштаб $M_x = 20$ мВ/см;
- масштаб $M_y = 1$ мВ/см;
- перо (указатели) на нули по обоим координатам;

д) отжимают кнопку «СТОП» и нажимают кнопку «ПУСК» на переключателе «РАЗВЕРТКА». При этом на диаграммном листе будет регистрироваться вольт-амперная характеристика;

е) при подходе пера (указателя) прибора двухкоординатного регистрирующего к верхнему краю диаграммного листа останавливают развертку (нажатием кнопки «СТОП») и отсчитывают напряжение компенсатора U_k по вольтметру, подключенному к гнездам "К" и "—" (КОНТРОЛЬ);

ж) определяют по диаграммному листу отклонение пера (указателя) прибора двухкоординатного регистрирующего по обоим координатам X и Y .

Основные относительные погрешности по току и по напряжению определяют по формулам:

$$\delta_i = \left(\frac{I_y \cdot M_y \cdot R_{II}}{25 (U_k - U_0)} - 1 \right) \cdot 100, \quad (6)$$

$$\delta_u = \left(\frac{I_x \cdot M_x}{(U_k - U_0)} - 1 \right) \cdot 100, \quad (7)$$

где δ_i, δ_u – основная относительная погрешность по току и по напряжению соответственно, %;

I_y, I_x – отклонение пера (указателя) прибора двухкоординатного регистрирующего по координатам Y и X соответственно, см;

M_y, M_x – масштабы прибора двухкоординатного регистрирующего по координатам Y и X соответственно, мВ/см;

D – установленный диапазон тока полярографа (произведение обозначений двух нажатых кнопок переключателя «ДИАПАЗОН ТОКА»);

R_{II} – поляризационное сопротивление имитатора ячейки, кОм (во внутреннем имитаторе полярографа $R_{II} = 500$ кОм);

U_k – показания вольтметра, мВ;

25 – коэффициент, Ом;

U_0 – показания вольтметра до запуска развертки, мВ.

Пределы допускаемых основных относительных погрешностей определения тока и напряжения по вольт-амперной характеристике полярографа в режиме постоянно-токовой полярографии должны соответствовать:

± 3 % – при определении тока;

± 2 % – при определении напряжения.

8.3.8 Определение чувствительности полярографа производится при работе полярографа на внутренний имитатор ячейки с параметрами: $R_n = 500$ кОм, $R_p = 100$ Ом, $C_d = 0$.

Измерение выходного напряжения полярографа выполняют электронным вольтметром постоянного тока, подключенным к клеммам «ВОЛЬТМЕТР» полярографа.

8.3.8.1 Определение чувствительности полярографа в режиме постоянно-токовой полярографии проводят в следующем порядке:

а) нажимают кнопки:

- «—», "3"эл." на переключателе «ВИД ПОЛЯРОГРАФИИ»;
- « $U_{вых}$ » на переключателе «ВЫХОД НА ВОЛЬТМЕТР»;
- переключатель «ТАСТ-НЕПР.»;
- «ВЫКЛ.» и « R_n » на переключателе «ИМИТАТОР-ДАТЧИК»;

б) устанавливают:

- диапазон тока – "0,25 x 1";



з) вместо кнопки «СЧЕТ» нажимают кнопку «ВЫКЛ.», а затем «ВКЛ.» (ДАТЧИК). Процесс описанный в перечислении "е" настоящего пункта должен повторяться;
и) повторяют такую же проверку как в перечислении "з" при отжатой кнопке «ВКЛ.» и нажатой кнопке «РУЧН.-АВТ.» переключателя «МЕШАЛКА». Запуск развертки и включение электромагнита пера в этом случае должны произойти сразу после окончания установленной задержки, а напряжение на мешалку во время задержки подаваться не должно.

8.3.5.5 Проверку синхронизации в режиме снятия полярограмм на каждой капле проводят в следующем порядке:

- нажимают кнопки: «ОДНОКАП.» переключателя «РЕЖИМ»; «ВКЛ.» и «+4» переключателя «СИНХРОНИЗАЦИЯ» и переключатель «ПЕРО.АВТ.»;
- устанавливают ноль на индикаторе «ВРЕМЯ, S»;
- на мгновение отключают емкость C_d внешнего имитатора ячейки. При этом должен начаться отсчет времени установленной задержки, после окончания которой, начинается рабочий ход развертки. Последняя по достижении заданной амплитуды должна быть автоматически сброшена. Рабочий ход развертки сопровождается свечением индикатора «РАЗВЕРТКА», ростом показаний вольтметра и опусканием пера прибора двухкоординатного регистрирующего.

8.3.5.6 Проверку синхронизации в режиме автоматического самозапуска проводят в следующем порядке:

- нажимают кнопку «АВТОМАТ.» переключателя «РЕЖИМ»;
- отжимают кнопку «ВКЛ.» переключателя «СИНХРОНИЗАЦИЯ»;
- устанавливают ноль на индикаторе «ВРЕМЯ, S»;
- нажимают кнопку «СЧЕТ». При этом должен начаться отсчет времени задержки. По окончании установленной задержки должна запускаться развертка, после автоматического сброса которой, снова начнется с нуля отсчет задержки. Процесс должен повторяться до тех пор, пока нажата кнопка «АВТОМАТ.». Рабочий ход развертки сопровождается свечением индикатора «РАЗВЕРТКА», ростом показаний вольтметра и индикатора напряжений и опусканием пера прибора двухкоординатного регистрирующего.

Если все указанные в настоящем пункте признаки нормальной работы имеются, то система синхронизации работоспособна во всех режимах работы полярографа.

8.3.6 Определение сопротивления изоляции между корпусом и цепью сетевого питания полярографа производят с помощью мегаомметра с рабочим напряжением 500 В при отключенном от сети полярографе.

Перед измерением нажимают кнопку «СЕТЬ» полярографа. Сопротивление изоляции измеряют между закороченными штырями сетевой вилки и зажимом защитного заземления полярографа « \equiv ». Отсчет показания производят спустя 1 мин после подачи измерительного напряжения.

Определение сопротивления изоляции для датчика ДП-2 проводят между соединенными вместе контактами 3, 5, 11 и 13 разъема "P1" и клеммой заземления датчика (к разъему МЕШАЛКА должен быть подключен двигатель мешалки). Отсчет показания производят спустя 1 мин после подачи измерительного напряжения.

Значения измеренных сопротивлений изоляции должно быть не менее 20 МОм.

8.3.7 Определение основных относительных погрешностей определения тока и напряжения по вольт-амперной характеристике полярографа проводят путем снятия этой характеристики, определения координат её отдельных точек и измерения напряжения, соответствующего этим точкам, на выходе компенсатора электронным вольтметром постоянного тока, подключенным к гнездам "К" и "—" (КОНТРОЛЬ), находящимся на передней панели полярографа.

Снятие вольт-амперной характеристики проводят в следующем порядке:

- нажимают кнопки:
 - «-», "З*эл." на переключателе «ВИД ПОЛЯРОГРАФИИ»;
 - «U_d» на переключателе «ВЫХОД НА ВОЛЬТМЕТР»;
 - «ВЫКЛ.» и «R_n» на переключателе «ИМИТАТОР-ДАТЧИК»;
 - переключатель «ТАСТ-НЕПР.»;
 - выключают дифференцирование и компенсацию емкостного тока;
- отжимают кнопку «C_d» на переключателе «ИМИТАТОР-ДАТЧИК»;

Предел допускаемой основной относительной погрешности скорости развертки соответствует:

- ±10 % – при скоростях развертки свыше 5 мВ/с;
- ±15 % – при скоростях развертки 5 мВ/с и ниже.

8.3.3 Определение основной абсолютной погрешности установки амплитуды напряжения развертки при автоматическом сбросе проводят с помощью электронного вольтметра постоянного тока, вход которого подключают к гнездам: "К" и "—" (КОНТРОЛЬ), находящимся на передней панели полярографа.

Порядок измерений следующий:

- нажимают кнопки:
 - «СБРОС» на переключателе «РАЗВЕРТКА»;
 - «U_d» на переключателе «ВЫХОД НА ВОЛЬТМЕТР»;
 - «-», "З*эл." на переключателе «ВИД ПОЛЯРОГРАФИИ»;
 - «ВЫКЛ.», «C_d» и «R_n» на переключателе «ИМИТАТОР-ДАТЧИК»;
- устанавливают в нулевое положение задатчики начального и переменного поляризующих напряжений;
- устанавливают скорость развертки 2–10 мВ/с положительной полярности;
- устанавливают амплитуду развертки 0,1 В;
- отжимают кнопку «СТОП» и нажимают кнопку «ПУСК» на переключателе «РАЗВЕРТКА» и определяют по показаниям вольтметра, подключенного к гнездам "К" и "—" значение напряжения, при котором произошел автоматический сброс развертки. Аналогичную проверку проводят для амплитуды 3 В, а также для амплитуды 0,1 и 3 В при отрицательной полярности развертки. Во время хода развертки должен светиться индикатор «РАЗВЕРТКА». Основную абсолютную погрешность установки амплитуды развертки определяют по формуле

$$\Delta_p = U_0 - U_d \quad (4)$$

где Δ_p – основная абсолютная погрешность установки амплитуды развертки, мВ;

U_0 – номинальное значение напряжения, соответствующее установленному значению амплитуды развертки (3 или 0,1 В), мВ;

U_d – показания вольтметра, при котором произошел сброс, мВ.

Предел допускаемой основной абсолютной погрешности установки амплитуды напряжения развертки при автоматическом сбросе соответствует +(40 мВ + 0,02X), где X – установленное значение амплитуды, мВ.

8.3.4 Определение основной относительной погрешности установки амплитуды переменных поляризующих напряжений (синусоидального и прямоугольного) проводят при помощи вольтметра переменного тока, подключаемого к гнездам "К" и "—" .

Измерение проводят в следующем порядке:

- устанавливают в нулевые положения задатчики начального напряжения и развертки;
- отжимают кнопку «СИНХРОНИЗАЦИЯ» и устанавливают диапазон тока «1x1000»;
- нажимают кнопки: «ВЫКЛ.», «C_d» и «R_n» на переключателе «ИМИТАТОР-

ДАТЧИК», а также кнопки «>» и «0°» и «2*эл.» на переключателе «ВИД ПОЛЯРОГРАФИИ»;

г) измеряют переменные синусоидальные напряжения, соответствующие нажатому положению каждой из кнопок и всех кнопок вместе: 10, 20, 30 и 40 мВ. Аналогично измеряют значения напряжений для кнопок 1, 2, 3 и 4 мВ;

д) нажимают кнопку " " на переключателе «ВИД ПОЛЯРОГРАФИИ»;

е) нажимают все 8 кнопок переключателя «АМПЛИТУДА, mV», т.е. устанавливают амплитуду импульсов 110 мВ и отсчитывают показания внешнего вольтметра.

Измеренная амплитуда импульсов напряжения прямоугольной формы равна удвоенному значению показания вольтметра, если шкала вольтметра отградуирована в средних значениях измеряемого напряжения. Аналогично проводят такое же измерение амплитуды импульсов другой полярности, т.е. при другом положении кнопки «±»;



ж) отключают вольтметр от гнезд "К" и " ", подключают к этим гнездам вход электронного осциллографа и сравнивают амплитуды синусоидального и прямоугольного напряжений, при этом амплитуду синусоидального напряжения устанавливают равной 50 мВ, а прямоугольного 100 мВ. Размер изображения на экране осциллографа должен быть не менее 0,8 вертикального размера экрана. Переключение вида переменного напряжения производят

нажатием кнопок «~», «—» переключателя «ВИД ПОЛЯРОГРАФИИ». Амплитуды напряжений, наблюдаемые на экране, должны быть равны, а форма синусоидального и прямоугольного напряжений не должна иметь видимых искажений.

Основную относительную погрешность установки амплитуды переменного поляризующего напряжения определяют по формуле

$$\delta_{\sim} = \frac{U_0 - U_d}{U_0} \cdot 100, \quad (5)$$

где δ_{\sim} – основная относительная погрешность установки амплитуды, %;
 U_0 – значение амплитуды напряжения, набранное переключателем АМПЛИТУДА, мV, мВ;
 U_d – действительное значение амплитуды напряжения, мВ.

Примечание – Для получения значения амплитуды синусоидального напряжения необходимого показания милливольтметра умножить на 1,41, если милливольтметр измеряет эффективное (действующее) значение напряжения, или на 1,57, если милливольтметр измеряет среднее значение напряжения. При измерении прямоугольного напряжения показания вольтметра в обоих указанных случаях необходимо удвоить.

Предел допускаемой основной относительной погрешности установки амплитуд переменных поляризующих напряжений соответствует:

- ±5 % – при установке напряжений с амплитудой выше 10 мВ;
- ±10 % – при установке напряжений с амплитудой 10 мВ и ниже.

8.3.5 Проверку работоспособности системы синхронизации проводят при работе полярографа на внешний имитатор электролитической ячейки ($R_n = 500$ кОм, $R_p = 0-10$ кОм, $C_d = 0,5$ мкФ и 0), подключаемый к разъемам «ВСП.», «РАБ.» и «СПРАВН.» полярографа. Принципиальная схема внешнего имитатора приведена в приложении Б.

К разъему «ДАТЧИК» полярографа подключают датчик ДП-2 с установленными на нем электромагнитом сброса ртутных капель и двигателем мешалки. К разъему ПЕРО подключают кабель управления пером прибора двухкоординатного регистрирующего.

Примечание – Допускается при периодической проверке проводить проверку работоспособности системы синхронизации при работе полярографа на внутренний имитатор ячейки, имеющий параметры: $R_n = 500$ кОм, $C_d = 0,5$ мкФ и одно значение $R_p = 100$ Ом. В этом случае нажимают кнопки: «ВЫКЛ.», « R_n » и « C_d » переключателя «ИМИТАТОР-ДАТЧИК». Отключение емкости C_d проводят отжатием кнопки « C_d ».

Проверку срабатывания системы синхронизации проводят в последовательности, изложенной ниже.

8.3.5.1 Проверку синхронизации в режиме измерения времени жизни капли проводят в следующем порядке:

- а) устанавливают на внешнем имитаторе $R_n = 500$ кОм, $R_p = 0$ и $C_d = 0,5$ мкФ;
- б) нажимают кнопки: «Т» (РЕЖИМ), «ВКЛ.» (ДАТЧИК), «+1» (СИНХРОНИЗАЦИЯ);
- в) устанавливают какое-либо (отличное от нуля) время задержки, устанавливают нуль на индикаторе «ВРЕМЯ, S» кратковременным нажатием кнопки «УСТ.0», устанавливают диапазон тока «1x1000»;
- г) на мгновение ($t \leq 0,2$ с) отключают емкость C_d внешнего имитатора, при этом должен начаться отсчет времени на индикаторе «ВРЕМЯ, S» и вспыхнуть на короткое время индикатор «СИНХРОНИЗАЦИЯ» (этот индикатор должен светиться при отключенной емкости C_d и не должен светиться при включенной емкости).

Если не произошло срабатывание синхронизации, то увеличивают её уровень (нажимают "+2" (СИНХРОНИЗАЦИЯ);

д) ещё раз отключают на мгновение емкость C_d , при этом счет времени должен остановиться на достигнутом значении;

е) повторяют перечисления "г" и "д" настоящего пункта 2–3 раза. Процесс счета и его остановки должны чередоваться;

ж) нажимая кнопки "x1", "x10" и "x100" (ВРЕМЯ, S) убеждаются, что счет времени идет через 0,1; 1,0 и 10,0 с соответственно.

8.3.5.2 Проверку синхронизации в режиме естественного отрыва ртутных капель проводят в следующем порядке:

- а) нажимают кнопки: ОТ КАПЛИ (РЕЖИМ) и ТАСТ;
- б) устанавливают нуль на индикаторе ВРЕМЯ, устанавливают задержку (например, 4,8 с); устанавливают на внешнем имитаторе $R_p = 0$;
- в) на мгновение отключают емкость C_d внешнего имитатора, при этом должен кратковременно вспыхнуть индикатор СИНХРОНИЗАЦИЯ и начаться отсчет установленной задержки. По окончании задержки должен кратковременно вспыхнуть индикатор ТАСТ;
- г) ещё раз отключают на мгновение емкость C_d . При этом показания индикатора ВРЕМЯ, S должны установиться на нуль и начаться новый отсчет установленной задержки и т.д.;
- д) повторяют перечисления "в" и "г" настоящего пункта при сопротивлении R_p внешнего имитатора равных 100; 500 Ом и 1; 5; 10 кОм, увеличивая при необходимости уровень синхронизации;
- е) нажимают кнопку "2*эл." и повторяют перечисления "в" и "г" настоящего пункта при сопротивлениях R_p имитатора равных 0; 100; 500 Ом и 1 кОм, подбирая уровень синхронизации. По окончании проверки устанавливают $R_p = 100$ Ом.

8.3.5.3 Проверку синхронизации в режиме принудительного отрыва ртутных капель проводят в следующем порядке:

- а) нажимают кнопку «ПРИНУД.» (РЕЖИМ);
- б) отжимают кнопку «ВКЛ.» (СИНХРОНИЗАЦИЯ);
- в) устанавливают нуль на индикаторе «ВРЕМЯ, S»;
- г) нажимают и отпускают кнопку «СЧЕТ», при этом должен начаться отсчет времени до установленного значения задержки, в конце которой должен кратковременно вспыхнуть индикатор «ТАСТ». После погасания этого индикатора должен срабатывать электромагнит сброса капли, а затем после автоматического сброса на нуль должен снова начаться отсчет времени задержки. Цикл должен повторяться;

д) проверяют переключатель установки задержки «УСТАНОВКА ЗАДЕРЖКИ». Для этого устанавливают нуль индикатора «ВРЕМЯ, S», а затем, последовательно задавая задержки правым диском от 0,1 до 0,9 с (через 0,1 с) и от 1 до 9 с (через 1 с), нажимая каждый раз кнопку «СЧЕТ», убеждаются, что на индикаторе «ВРЕМЯ, S» высвечивается заданное время задержки.

С помощью секундомера проверяют одно из значений устанавливаемых задержек (например, 2,5 с). Отклонение от установленного значения должно быть не более 0,1 с.

8.3.5.4 Проверку синхронизации в режиме накопления проводят в следующем порядке:

- а) подают напряжение на прибор двухкоординатный регистрирующий и нажимают кнопку «СЕТЬ»;
- б) нажимают кнопки: «НАКОПЛ.» (РЕЖИМ) и «НЕПР.»;
- в) отжимают кнопку «СТОП» (РАЗВЕРТКА);
- г) устанавливают:
 - скорость развертки, например, 20 мВ/с;
 - амплитуду развертки, например, 1 В;
 - любую задержку, например, 21 с;
 - нуль на индикаторе «ВРЕМЯ, S».

д) нажимают кнопку «ВКЛ.» и отжимают кнопку «РУЧН.-АВТ.» переключателя «МЕШАЛКА» нажимают кнопку "U_p" (переключатель «ВЫХОД НА ВОЛЬТМЕТР» и кнопку «ПЕРО.АВТ.»;

е) нажимают кнопку «СЧЕТ». При этом должен начаться отсчет установленной задержки (время накопления).

В течение этого времени должно подаваться напряжение на двигатель мешалки. После окончания задержки (времени накопления) напряжение с двигателя мешалки должно сниматься и через 15–20 с (время успокоения) должен начаться рабочий ход развертки и сработать электромагнит пера прибора двухкоординатного регистрирующего. При этом светится индикатор «РАЗВЕРТКА», вольтметр должен показывать текущее значение развертки. По достижении заданного значения амплитуды должен произойти сброс развертки и отключиться электромагнит пера;

ж) вновь нажимают кнопку «СЧЕТ». Процесс должен повторяться;

