

“УТВЕРЖДАЮ”

Зам. директора ГП “ВНИИМ
им. Д.И.Менделеева

_____ В.С.Александров

_____ 1997 г.

**ПОРТАТИВНЫЙ рН – МЕТР
(МОДЕЛЬ рН – 1014)**

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 266-96

Санкт-Петербург
1997

Настоящая методика поверки распространяется на лабораторный портативный рН-метр типа рН-1014 (далее - прибор), предназначенный для определения рН водных растворов, и устанавливает методы и средства его первичной и периодической поверки, а также поверки после ремонта.

Межповерочный интервал - 1 год.

1. ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

1.1. При проведении поверки должны быть выполнены операции, приведенные в табл. 1.

Таблица 1

Наименование операций	Номера пунктов методики поверки	Обязательность проведения операции при:	
		выпуске из производства и ремонта	периодической поверке
1. Внешний осмотр	4.1	+	+
2. Определение диапазона и основной абсолютной погрешности преобразователя	4.2	+	+
3. Определение диапазона и абсолютной погрешности измерения рН	4.3	+	+

2. СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

Имитатор электродной системы И-02.

Вольтметр Щ 1516.

Термометр ТЛ-4, ГОСТ 5.2156-73, диапазон измерения: (0 - 50)°С

Стандарт-титры для рН-метрии 2-ого разряда по ГОСТ 8.135-74.

Дистиллированная вода по ГОСТ 6709-79.

Колба мерная вместимостью 1 дм³ по ГОСТ 1770-74.

Магнитная мешалка ММЗ.

Измерительная ячейка не менее 25 мл. и высотой 30 мм.

Примечание:

1. Перечисленные средства поверки могут быть заменены другими, обеспечивающими определение метрологических характеристик рН-метра с требуемой точностью.

2. Перечисленные средства измерения должны быть поверены в соответствии с ГОСТ 8.513-84.

3. Контрольные буферные растворы готовят из стандарт-титров в соответствии с Инструкцией по приготовлению.

3. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ И ПОДГОТОВКА К НЕЙ

3.1. При проведении поверки должны соблюдаться нормальные условия эксплуатации:

температура окружающего воздуха, °С от 10 до 35

относительная влажность, % от 45 до 80

атмосферное давление, мм рт.ст. от 630 до 800

напряжение питающей сети, В 220±22

отсутствие вибрации, тряски

3.2. Перед проведением поверки собирают установку, блок-схема которой приведена в приложении 1.


3.3. Перед проведением поверки должны быть приготовлены контрольные буферные растворы NN 1 (рН = 1,68), 4 (рН = 6,86), 5 (рН = 9,18).

3.4. Перед проведением поверки **допускается** осуществлять предварительную на-

ройкау измерительного преобразователя согласно указаниям раздела "Подготовка к работе" паспорта ЛШЮГ.413411.005 ПС.:

а) устанавливают микропереключатель режима работы преобразователя "<->" в положение "рН" ;

б) ручку регулировки температурной компенсации устанавливают в положение 20°C;

в) вилку-заглушку "" вставляют в разъем "рН" ;

г) включают прибор, прогревают его в течение трех минут;

д) вращая ручку регулировки "рН=7", выставляют на жидкокристаллическом индикаторе значение 7.00 ед.рН;

е) выход имитатора подключают к входу вольтметра Щ 1516, включают имитатор и вольтметр, сопротивление имитатора устанавливают равным нулю, напряжение имитатора устанавливают равным +349.0 мВ;

ж) вынимают вилку-заглушку из разъема "рН";

з) подключают имитатор И-02 к входу "рН" преобразователя в соответствии со схемой, приведенной в приложении 1;

и) вращая ручку регулировки "рН=X", устанавливают показания преобразователя равным "1". На этом предварительная настройка преобразователя заканчивается.

Примечание: контроль напряжения, подаваемого на вход преобразователя с имитатора, следует вести с помощью вольтметра Щ 1516. При этом используют переключатель "S1" (прилож.1), осуществляющий подачу напряжения с имитатора либо на вход вольтметра (S1.1), либо на вход преобразователя (S1.2). При подключении имитатора к входу вольтметра сопротивление имитатора следует устанавливать равным нулю.

4. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

4.1. Внешний осмотр, проверка комплектности.

При проведении внешнего осмотра должно быть установлено соответствие рН-метра следующим требованиям:

- на наружных поверхностях преобразователя и электродов не должно быть повреждений и дефектов, могущих влиять на их работу;
- вспомогательный электрод должен быть заполнен электролитом;
- комплектность и маркировка рН-метра должны соответствовать указанным в паспорте.

4.2. Определение основной абсолютной погрешности измерительного преобразователя.

4.2.1. Устанавливают напряжение E_1 (мВ) имитатора, при котором на жидкокристаллическом индикаторе одинаково часто появляются значения - 0.01 и 0.00 ед.рН, измеряют установленное напряжение с помощью вольтметра, записывают полученное значение напряжения.

4.2.2. Устанавливают напряжение E_2 (мВ) имитатора, при котором на жидкокристаллическом индикаторе одинаково часто появляются значения 0.00 и 0.01 ед.рН, измеряют установленное напряжение также с помощью вольтметра, записывают полученное значение напряжения.

4.2.3. Определяют среднее значение E' по формуле

$$E' = (E_1 + E_2) / 2$$

4.2.4. Вычисляют погрешность преобразователя D в милливольтгах по формуле:

$$D = E_T - E'$$

где E_T - значение ЭДС (мВ) электродной системы, указанное в таблице приложения 2.

4.2.5. Вычисляют значение основной абсолютной погрешности измерительного преобразователя для значения рН = 0,00 ед.рН по формуле:

$$D_{\text{рН}} = \frac{D}{S_t},$$

где S_t - крутизна преобразования при 20°C, равная -58,164 мВ/ед.рН.

4.2.6. Следуя п.п. 4.2.1.- 4.2.5, определяют значения основной абсолютной погрешности преобразователя для значений рН, равных 7.0 и 14.0 ед.рН.

4.2.7. За значение основной абсолютной погрешности преобразователя следует принять наибольшее из найденных по п.п. 4.2.1.- 4.2.6. значений .

Основная абсолютная погрешность измерительного преобразователя не должна превышать $\pm 0,02$ ед.рН и ± 2 мВ.

4.3. Определение диапазона и абсолютной погрешности рН-метра.

4.3.1. Собирают установку в соответствии с рисунком, приведенным в приложении 3.

4.3.2. Устанавливают емкость 2 с раствором типа 4 на магнитную мешалку 11 (прил.3) перемешивают буферный раствор и подогревают его до температуры $(20 \pm 5)^\circ\text{C}$, контроль за установившемся значением температуры ведут с помощью термометра 7, на измерительном преобразователе устанавливают значение температурной компенсации (средняя ручка на лицевой панели корпуса) соответствующее измеренному значению температуры, выключают магнитную мешалку и наблюдают показания прибора через 1 мин после погружения электродной системы в раствор. **В приборах без автоматической регулировки**, если показания преобразователя отличаются от значения рН раствора типа 4, указанного в таблице ГОСТ 8.134-74 при данной температуре, допускается подстройка преобразователя путем вращения ручки регулировки баланса "рН=7".

После чего емкость с буферным раствором типа 4 снимают с магнитной мешалки, электроды ополаскивают в дистиллированной воде и высушивают фильтровальной бумагой.

4.3.3. Устанавливают емкость с раствором типа 1 на столик магнитной мешалки и подготавливают его аналогично п.4.3.2, через 1 мин после погружения электродов в раствор наблюдают показания рН-метра. **В случае В приборах без автоматической регулировки**, если показания отличаются от "1.68", вращением ручки регулировки крутизны "рН=X" **допускается установить** на индикаторе требуемое значение.

После чего емкость с буферным раствором типа 1 снимают с магнитной мешалки, электроды ополаскивают в дистиллированной воде и высушивают фильтровальной бумагой.

4.3.4. Устанавливают емкость с раствором типа 5 на столик магнитной мешалки и подготавливают его аналогично п.4.3.2, через 1 мин после погружения электродов в раствор наблюдают и фиксируют показания рН-метра.

После чего емкость с буферным раствором типа 5 снимают с магнитной мешалки, электроды ополаскивают в дистиллированной воде и высушивают фильтровальной бумагой.

4.3.5. Производят расчет абсолютной погрешности рН-метра по формуле:

$$(D_{\text{рН}})_{t=25^\circ\text{C}} = (\text{рН}_{\text{изм.}} - \text{рН}_5) \text{ ед.рН},$$

где $\text{рН}_{\text{изм.}}$ - измеренное значение рН буферного раствора типа 5 по п.4.3.4, рН_5 - табличное значение рН буферного раствора типа 5 по ГОСТ 8.134-74 при данной температуре.

Найденное значение абсолютной погрешности прибора не должно превосходить ± 0.05 ед.рН.

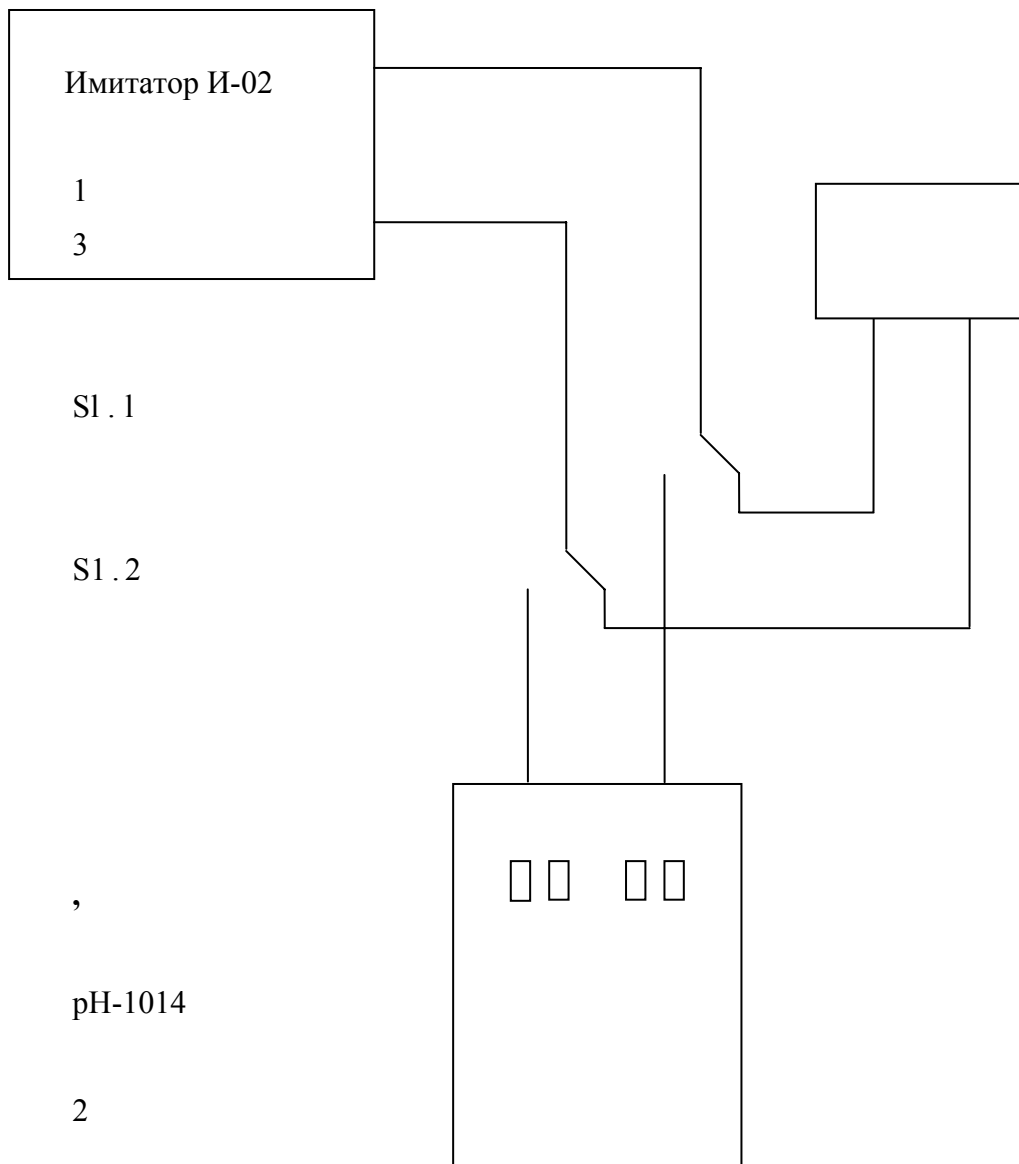
5. Если координаты изопотенциальной точки электродной системы отличны от (0 мВ при 7 ед.рН), то следует поверку комплекта производить по трем буферным растворам, показания рН которых отличны от вышеприведенных в настоящей инструкции и имеют следующие значения показателя рН;

5.1. Один из них - близкое к координатам изопотенциальной точки электродной системы для установления баланса характеристики преобразования вблизи указанной точки;

5.2. Второй и третий раствор с показателями рН по разные стороны от значения рН первого буферного раствора и близкие к краям требуемого диапазона измерения показателя рН;

5.3. Один из указанных в предыдущем пункте буферных растворов применяется для настройки крутизны преобразования, а другой - для определения значения основной абсолютной погрешности преобразования.

СХЕМА УСТАНОВКИ ДЛЯ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ
ИЗМЕРИТЕЛЬНОГО ПРЕОБРАЗОВАТЕЛЯ



1. Имитатор И-02

2. Измерительный преобразователь рН-метра "рН-1014"

3. Вольтметр Щ 1516

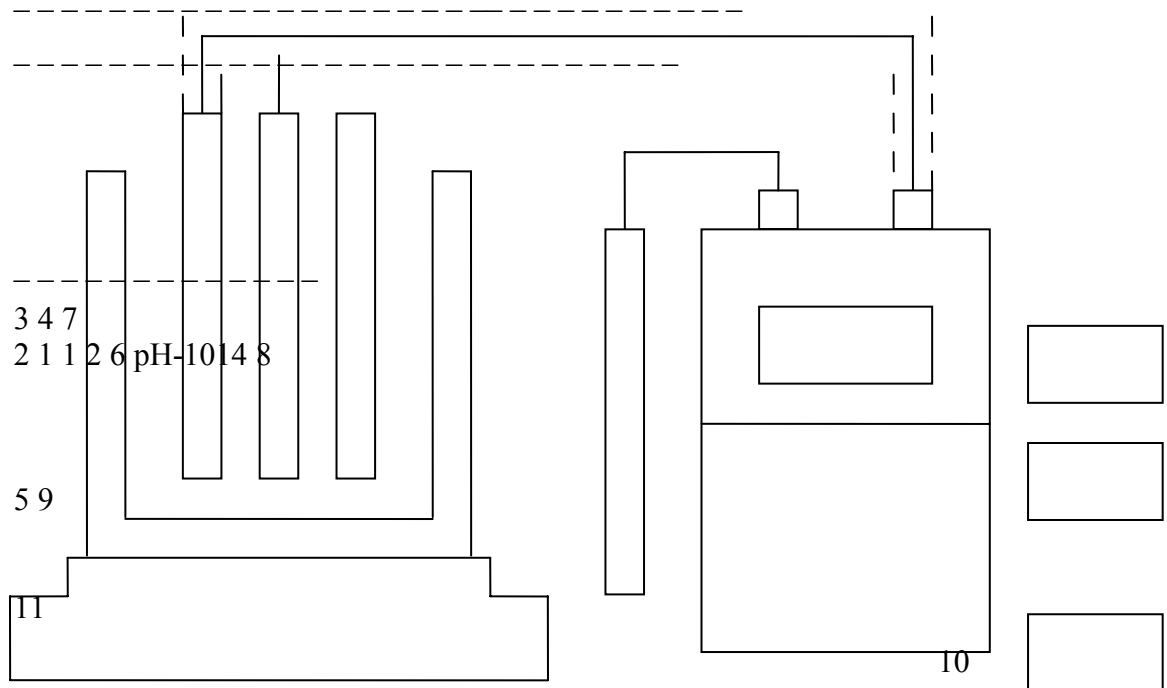
SI- переключатель-коммутатор цепи электрического соединения выхода имитатора с входом преобразователя или вольтметра

Таблица ЭДС электродной системы (мВ)

Координаты изопотенциальной точки: 0,0 мВ при 7,0 ед.рН

Значение рН, ед.рН	Температура раствора, °С		
	0°	20°	40°
0	379,4	407,2	434,9
2	271,0	290,8	310,7
4	162,6	174,5	186,4
6	54,2	58,2	62,1
7	0,0	0,0	0,0
8	-54,2	-58,2	-62,1
10	-162,6	-174,5	-186,4
12	-271,0	-290,8	-310,7
14	-379,4	-407,2	-434,9

Схема установки для определения основной
абсолютной погрешности рН-метра рН-1014



- 1 - буферный раствор (не менее 25 мл.)
- 2 - термостатируемая измерительная ячейка
- 3 - измерительный электрод
- 4 - вспомогательный электрод
- 5 - измерительный преобразователь
- 6 - термодатчик (производство ООО "Информаналитика")
- 7 - термометр для контроля температуры буферного раствора
- 8 - термометр для контроля температуры окружающей среды
- 9 - барометр-анероид
- 10 - психрометр аспирационный
- 11 - магнитная мешалка

5. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

5.1. Результаты поверки заносятся в протокол.

5.2. При положительных результатах поверки рН-метр признается годным к применению и выдается "Свидетельство о поверке".

5.3. При отрицательных результатах поверки выдается "Извещение о непригодности".



Руководитель лаборатории
Государственных эталонов
в области аналитических измерений Л.А.Конопелько

Научный сотрудник О.В.Тудоровская

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ
ПОРТАТИВНЫЙ рН - МЕТР “ рН - 1014”

Дата выпуска
Дата поверки

Условия поверки: температура окружающего воздуха К
атмосферное давление кПа
относительная влажность %

РЕЗУЛЬТАТЫ ПОВЕРКИ

1. Результаты внешнего осмотра

2. Результаты определения метрологических характеристик

Основная абсолютная погрешность:

преобразователя комплекта

_____ мВ _____ ед. рН _____ ед. рН

3. Заключение:

Поверитель: _____