

СОГЛАСОВАНО

**Первый заместитель генерального
директора-заместитель по научной работе**

ФГУП «ВНИИФТРИ»



А.Н. Щипунов

М.п.

« 11 » 09 2023 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

Стандарт-титры рН

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП-630-001-23

**р.п. Менделеево
2023 г.**

1 ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на стандарт-титры рН 1-го и 2-го рядов (далее – стандарт-титры рН) модификаций СТ-1-рН-1,646, СТ-1-рН-3,557, СТ-1-рН-4,005, СТ-1-рН-6,865, СТ-1-рН-7,413, СТ-1-рН-9,180, СТ-1-рН-10,012, СТ-1-рН-12,430, СТ-2-рН-1,48, СТ-2-рН-1,65, СТ-2-рН-3,56, СТ-2-рН-4,01, СТ-2-рН-6,86, СТ-2-рН-7,00, СТ-2-рН-7,41, СТ-2-рН-7,43, СТ-2-рН-9,18, СТ-2-рН-10,00, СТ-2-рН-12,43, изготавливаемых ФГУП «ВНИИФТРИ», Московская обл., г. Солнечногорск, р. п. Менделеево, и устанавливает методы и средства их первичной поверки.

Периодической поверке стандарт-титры рН не подлежат.

1.2 В результате поверки должны быть подтверждены следующие метрологические требования, приведенные в таблицах 1 и 2.

Таблица 1 – Метрологические характеристики для стандарт-титров 1-го разряда

Наименование характеристики	Значение
Номинальное значение рН при температуре +25 °С:	
СТ-1-рН-1,646	1,646
СТ-1-рН-3,557	3,557
СТ-1-рН-4,005	4,005
СТ-1-рН-6,865	6,865
СТ-1-рН-7,413	7,413
СТ-1-рН-9,180	9,180
СТ-1-рН-10,012	10,012
СТ-1-рН-12,430	12,430
Пределы допускаемой абсолютной погрешности рН стандарт-титров 1-го разряда:	
при температуре раствора плюс (25±0,01) °С	±0,004
при температуре раствора от плюс 5 °С до плюс 24,99 °С и св. плюс 25,01 °С до плюс 50 °С (кроме СТ-1-рН-3,557)	±0,006
при температуре раствора св. плюс 25,01 °С до плюс 50 °С (для СТ-1-рН-3,557)	±0,006

Таблица 2 – Метрологические характеристики для стандарт-титров pH 2-го разряда

Наименование характеристики	Значение
Номинальное значение pH при температуре +25 °С:	
СТ-2-pH-1,48	1,48
СТ-2-pH-1,65	1,65
СТ-2-pH-3,56	3,56
СТ-2-pH-4,01	4,01
СТ-2-pH-6,86	6,86
СТ-2-pH-7,00	7,00
СТ-2-pH-7,41	7,41
СТ-2-pH-7,43	7,43
СТ-2-pH-9,18	9,18
СТ-2-pH-10,00	10,00
СТ-2-pH-12,43	12,43
Пределы допускаемой абсолютной погрешности pH стандарт-титров 2-го разряда:	
при температуре раствора плюс (25±0,1) °С	±0,01
при температуре раствора от плюс 5 °С до плюс 24,9 °С и св. плюс 25,1 °С до плюс 95 °С (кроме СТ-2-pH-3,56)	±0,02
при температуре раствора св. плюс 25,1 °С до плюс 95 °С (для СТ-2-pH-3,56)	±0,02

1.3 При определении метрологических характеристик стандарт-титров pH по данной методике поверки обеспечивается передача значений водородного показателя pH в соответствии с Государственной поверочной схемой для средств измерений показателя pH активности ионов водорода в водных растворах, утвержденной приказом Росстандарта от 09.02.2022 г. № 324, которая подтверждает прослеживаемость к Государственному первичному эталону показателя pH активности ионов водорода в водных растворах ГЭТ 54-2019 (далее – ГЭТ 54).

1.4 При определении метрологических характеристик для буферных растворов, приготовленных из стандарт-титров pH 1-го разряда, используется метод прямых измерений на ГЭТ 54.

1.5 При определении метрологических характеристик для буферных растворов, приготовленных из стандарт-титров pH 2-го разряда, используется метод компарирования, основанный на сравнении значений pH буферного раствора, приготовленного из стандарт-титра 2-го разряда, со значением pH буферного раствора, приготовленного из стандарт-титра 1-го разряда.

2 ПЕРЕЧЕНЬ ОПЕРАЦИЙ ПОВЕРКИ

2.1 При проведении поверки должны быть выполнены операции, указанные в таблице 3.

Таблица 3 – Объем поверки

Наименование операции поверки	Обязательность выполнения операций поверки при первичной поверке	Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
Внешний осмотр	Да	7
Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	-	9
Определение номинального значения pH и абсолютной погрешности воспроизведения значения pH стандарт-титра 1-го разряда	Да	9.1
Определение номинального значения pH и абсолютной погрешности воспроизведения значения pH стандарт-титра 2-го разряда	Да	9.2

3 ТРЕБОВАНИЯ К УСЛОВИЯМ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

3.1 Поверку проводить в следующих условиях:

- температура окружающего воздуха, °С от 15 до 35;
- относительная влажность окружающего воздуха, % от 30 до 80;
- атмосферное давление, кПа от 84 до 106,7.

3.2 Характеристики питающей электрической сети должны быть следующие:

- напряжение переменного тока, В от 207 до 253;
- частота переменного тока, Гц от 49 до 51.

3.3 Перед проведением поверки стандарт-титры pH необходимо достать из упаковки и выдержать в течение 2 ч при условиях, указанных в п. 3.1 данной методики поверки.

4 ТРЕБОВАНИЯ К СПЕЦИАЛИСТАМ, ОСУЩЕСТВЛЯЮЩИМ ПОВЕРКУ

4.1 К проведению поверки допускаются лица, имеющие высшее или среднее техническое образование, аттестованные в качестве поверителя, владеющие техникой измерений параметров потенциометрических и амперометрических измерений, изучившие настоящую методику поверки, техническую документацию на стандарт-титры pH и средства поверки, прошедшие инструктаж по технике безопасности.

5 МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ И ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ К СРЕДСТВАМ ПОВЕРКИ

5.1 При поверке должны быть использованы средства поверки, указанные в таблице 4.

Таблица 4 – Средства поверки

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средства поверки
п. 8.1 (контроль условий поверки)	Средство измерений температуры окружающего воздуха в диапазоне от плюс 15 до плюс 35 °С, абсолютная погрешность в пределах ± 1 °С. Средство измерений относительной влажности окружающего воздуха до 80 % с абсолютной погрешностью в пределах ± 2 %. Средство измерений атмосферного давления от 80 до 106,7 кПа с абсолютной погрешностью в пределах $\pm 0,5$ кПа. Средство измерений напряжения переменного тока питающей сети в диапазоне от 150 до 260 В с относительной погрешностью в пределах ± 2 %. Средство измерений частоты переменного тока в диапазоне от 45 до 55 Гц с абсолютной погрешностью в пределах $\pm 0,1$ Гц	Измеритель влажности и температуры ИВТМ-7/4 с первичным преобразователем ИПТВ-03-01, рег. № 15500-12. Барометр рабочий сетевой БРС-1М, рег. № 16006-97. Мультиметр цифровой Fluke 17B+, рег. № 59778-15
п. 9.1 (определение метрологических характеристик)	Средство измерений водородного показателя рН в водных растворах в диапазоне от 1 до 12 рН, НСП не превышает: $\pm 0,002$ при температуре раствора плюс $(25 \pm 0,007)$ °С; $\pm 0,003$ при температуре раствора от 0 °С до плюс 50 °С (кроме температуры плюс 25 °С).	ГЭТ 54
п. 9.2 (определение метрологических характеристик)	Стандарт-титр рН с абсолютной погрешностью рН: $\pm 0,004$ при температуре раствора плюс $(25 \pm 0,01)$ °С; $\pm 0,006$ при температуре раствора (кроме СТ-1-рН-3,557) от плюс 5 °С до плюс 50 °С, для СТ-1-рН-3,557 при температурах раствора св. плюс 25 °С до плюс 50 °С. Средство измерений рН с дискретностью измерений не менее 0,001, погрешность измерений рН не более $\pm 0,01$ (применяется в качестве компаратора). Термостат жидкостной с точностью поддержания температуры $\pm 0,1$ °С.	ГЭТ 54. Стандарт-титр рН 1-го разряда соответствующего номинала. Измеритель комбинированный Seven Multi рег. № 25990-08. Термостат жидкостной LOIP LT-424а.

5.2 Допускается замена указанных в таблице 4 средств поверки другими средствами поверки, обеспечивающими определение метрологических характеристик стандарт-титров рН с требуемой точностью.

5.3 Все средства поверки должны быть исправны. Применяемые при поверке средства измерений должны быть поверены, результаты поверки должны быть в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений с неистекшим сроком действия на время проведения поверки стандарт-титров рН. Применяемые при поверке эталоны должны быть аттестованы и иметь соответствующую запись в паспорте на эталон.

6 ТРЕБОВАНИЯ (УСЛОВИЯ) ПО ОБЕСПЕЧЕНИЮ БЕЗОПАСНОСТИ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

6.1 При проведении поверки должны выполняться общие правила техники безопасности и производственной санитарии по ГОСТ 12.1.007-76, ГОСТ 12.1.005-88, а также указания соответствующих разделов эксплуатационной документации средств поверки.

7 ВНЕШНИЙ ОСМОТР СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

7.1 Проверить комплектность стандарт-титров рН на соответствие паспорту.

7.2 Провести внешний осмотр стандарт-титров рН на предмет:

- наличия, полноты и целостности маркировки;
- отсутствия видимых повреждений и загрязнений, которые могут повлиять на характеристики стандарт-титра рН;

- герметичность упаковки стандарт-титра рН.

7.3 Стандарт-титры рН считать пригодными к проведению поверки, если:

- комплектность достаточна для проведения поверки;
- на банке со стандарт-титром рН имеется четкая маркировка. В маркировку включены идентификационные данные стандарт-титра рН (модификация, химический состав, заводской номер);

- отсутствуют видимые повреждения и загрязнения банки со стандарт-титром рН;

- упаковка со стандарт-титром рН герметична.

7.4 Результаты операций поверки считать положительными, если стандарт-титры рН удовлетворяют перечисленным в пп. 7.1-7.3 требованиям.

8 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ И ОПРОБОВАНИЕ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

8.1 Контроль условий поверки

8.1.1 Измерить соответствующими средствами измерений параметры окружающей среды (температуру, влажность, атмосферное давление) и питающей сети (напряжение и частоту переменного тока). Параметры должны соответствовать требованиям раздела 3 настоящей методики.

8.2 Подготовка к проведению поверки

8.2.1 Перед применением стандарт-титры рН необходимо достать из упаковки и выдерживать в течение 2 ч при условиях, указанных в п. 3.1.

8.2.2 Опробование стандарт-титров рН происходит в процессе определения его метрологических характеристик.

9 ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК И ПОДТВЕРЖДЕНИЕ СООТВЕТСТВИЯ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ МЕТРОЛОГИЧЕСКИМ ТРЕБОВАНИЯМ

9.1 Определение номинального значения pH и абсолютной погрешности воспроизведения значения pH стандарт-титра 1-го разряда

9.1.1 Провести поверку буферных растворов, приготовленных на основе стандарт-титров pH 1-го разряда при температурах:

- плюс 5 °C, плюс 25 °C и плюс 50 °C для всех модификаций стандарт-титров pH 1-го разряда, кроме СТ-1-pH-3,557;

- плюс 25 °C и плюс 50 °C для буферного раствора, приготовленного на основе СТ-1-pH-3,557.

9.1.2 Порядок выполнения операций

9.1.2.1 Приготовить буферный раствор на основе стандарт-титра pH 1-го разряда в соответствии с инструкцией по приготовлению, входящей в комплект поставки.

9.1.2.2 Заполнить ячейки Харнеда из состава ГЭТ 54 приготовленным буферным раствором.

9.1.2.3 Подготовить к измерениям эталон ГЭТ 54 в соответствии с документом «Правила содержания и применения государственного первичного эталона показателя pH активности ионов водорода в водных растворах».

9.1.2.4 Поместить заполненные буферным раствором ячейки Харнеда в термостат из состава ГЭТ 54 и установить необходимую температуру в термостате.

9.1.2.5 После выхода ГЭТ 54 на стационарное состояние записать значение pH буферного раствора в протокол поверки.

9.1.2.6 Рассчитать абсолютную погрешность воспроизведения pH по формуле (1):

$$\Delta pH = pH_{\text{эт}} - pH_{\text{изм}} \quad (1)$$

где $pH_{\text{эт}}$ - значение pH эталонного буферного раствора из состава ГЭТ 54;

$pH_{\text{изм}}$ - измеренное значение pH буферного раствора, приготовленного из стандарт-титра pH 1-го разряда.

9.1.3 Результаты операции поверки считать положительными, если значения абсолютной погрешности pH для стандарт-титров pH 1-го разряда не превышают:

$\pm 0,004$ при температуре раствора плюс $(25 \pm 0,01)$ °C;

$\pm 0,006$ при температуре раствора (кроме СТ-1-pH-3,557) от плюс 5 °C до плюс 24,99 °C и св. плюс 25,01 °C до плюс 50 °C, для СТ-1-pH-3,557 св. плюс 25,01 °C до плюс 50 °C.

В противном случае результаты операции поверки считать отрицательными.

9.2 Определение номинального значения pH и абсолютной погрешности воспроизведения значения pH стандарт-титра 2-го разряда

9.2.1 Провести поверку буферных растворов, приготовленных на основе стандарт-титров 2-го разряда при температурах:

- плюс 5 °C, плюс 25 °C и плюс 95 °C для всех модификаций стандарт-титров 2-го разряда, кроме СТ-2-pH-3,56;

- плюс 25 °C и плюс 95 °C для буферного раствора, приготовленного на основе СТ-2-pH-3,56.

9.2.2 Порядок выполнения операций

9.2.2.1 Для поверки всех стандарт-титров pH 2-го разряда, кроме СТ-2-pH-1,48, СТ-2-pH-7,00 СТ-2-pH-7,43, приготовить буферные растворы из стандарт-титров pH 1-го и 2-го разряда в соответствии с инструкцией по приготовлению.

9.2.2.2 Для поверки СТ-2-рН-1,48, СТ-2-рН-7,00 СТ-2-рН-7,43 приготовить буферные растворы из стандарт-титров рН 2-го разряда в соответствии с инструкцией по приготовлению и взять эталонный буферный раствор соответствующего номинала из состава ГЭТ 54.

9.2.2.3 Заполнить один стакан объемом 50 см³ буферным раствором, приготовленным из стандарт-титра рН 1-го разряда, или эталонным буферным раствором, а второй стакан объемом 50 см³ буферным раствором, приготовленным из стандарт-титра рН 2-го разряда. Поместить стаканы в термостат и установить необходимую температуру в термостате.

9.2.2.4 При помощи компаратора произвести измерения рН буферного раствора, приготовленного из стандарт-титра рН 1-го разряда, или эталонного буферного раствора и записать значение в протокол поверки.

9.2.2.5 При помощи компаратора произвести измерения рН буферного раствора, приготовленного из стандарт-титра рН 2-го разряда и записать значение в протокол поверки.

9.2.2.6 Рассчитать абсолютную погрешность воспроизведения рН по формуле (2):

$$\Delta \text{pH} = \text{pH}_{1\text{p}} - \text{pH}_{2\text{p}} \quad (2)$$

где $\text{pH}_{1\text{p}}$ - значение рН буферного раствора, приготовленного из стандарт-титра рН 1-го разряда или значение эталонного буферного раствора;

$\text{pH}_{2\text{p}}$ - измеренное значение рН буферного раствора приготовленного из стандарт-титра рН 2-го разряда.

9.2.3 Результаты операции поверки считать положительными, если значения абсолютной погрешности рН для стандарт-титров рН 2-го разряда не превышают:

$\pm 0,01$ при температуре раствора плюс $(25 \pm 0,1)^\circ\text{C}$;

$\pm 0,02$ при температуре раствора (кроме СТ-2-рН-3,56) от плюс 5°C до плюс $24,9^\circ\text{C}$ и св. плюс $25,1^\circ\text{C}$ до плюс 95°C , для СТ-2-рН-3,56 св. плюс $25,1^\circ\text{C}$ до плюс 95°C .

В противном случае результаты операции поверки считать отрицательными.

10 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

10.1 Результаты поверки оформить протоколом произвольной формы, с указанием соответствия средства измерения обязательным требованиям к эталонам.

10.2 При положительных результатах поверки стандарт-титры рН признаются годными к применению, при отрицательных результатах поверки стандарт-титры рН бракуются и к дальнейшему применению не допускаются.

10.3 Результаты поверки стандарт-титров рН подтверждаются сведениями о результатах поверки средств измерений, включенными в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений. По заявлению заказчика стандарт-титров рН выдается свидетельство о поверке (при положительных результатах поверки).

Начальник НИО-6
ФГУП «ВНИИФТРИ»

Начальник лаборатории 630
ФГУП «ВНИИФТРИ»



В.И. Добровольский

Д.А. Веньгина