

УТВЕРЖДАЮ

Руководитель ГЦИ СИ —
Заместитель генерального директора
ФГУП «ВНИИФТРИ»

М.В. Балаханов

2006 г.

рН-метрия

СТАНДАРТ-ТИТРЫ
для приготовления буферных растворов —
рабочих эталонов рН 3-го разряда
СТ-рН-03. 3

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ
ГВПБ.410408.595МП

л.р. 32181-06

2006

СОДЕРЖАНИЕ

1. Вводная часть	3
2. Операции поверки	3
3. Средства поверки	3
4. Условия поверки и подготовка к ней	4
5. Требования безопасности	4
6. Проведение поверки	5
6.1 Внешний осмотр	5
6.2 Определение массы навески вещества, входящего в состав стандарт-титра, и относительной погрешности массы навески	5
6.3 Определение рН и абсолютной погрешности Δ рН буферных растворов– рабочих эталонов рН 3-го разряда	5
7. Обработка результатов измерений	7
8. Оформление результатов поверки	7
Приложение А – Характеристики стандарт-титров	8

1 Вводная часть

1.1 Настоящая методика распространяется на СИ «Стандарт-титры для приготовления буферных растворов — рабочих эталонов рН 3-го разряда СТ-рН-03.3» (далее - стандарт-титры) и устанавливает методы и средства первичной поверки стандарт-титров.

Периодической поверке стандарт-титры не подлежат.

1.2 Поверке подлежит каждая партия стандарт-титров, прошедших приемо-сдаточные испытания в соответствии с ТУ 2642-595-00205087-2006. Для проведения поверки из каждой партии стандарт-титров отбирается не менее 3-х образцов каждой модификации. Отбор образцов проводится в соответствии с ГОСТ 3885-73.

1.3 Поверка производится в соответствии с требованиями ПР 50.2.006–94.

2 Операции поверки

2.1 Объем, содержание и последовательность выполнения операций поверки должны соответствовать таблице 1.

Таблица 1 — Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта методики поверки
1 Внешний осмотр	6.1
2 Определение массы навески вещества, входящего в состав стандарт-титра, и относительной погрешности массы навески	6.2
3 Определение рН и абсолютной погрешности Δ рН рабочих эталонов рН 3-го разрядов	6.3

2.2 При получении отрицательных результатов по любому пункту операций таблицы 1 поверку прекращают, а поверяемую партию стандарт-титров признают негодной для приготовления буферных растворов – рабочих эталонов рН.

3 Средства поверки

3.1 При проведении поверки стандарт-титров должны применяться средства измерений, оборудование и материалы, указанные в таблице 2.

Таблица 2 — Средства поверки стандарт-титров

Наименование, тип аппаратуры	ГОСТ, ТУ	Технические характеристики, погрешность
1	2	3
рН-метр 2-го разряда со стеклянным электродом и электродом сравнения 2 разряда	ГОСТ 8.120-99	Номинальные значения рН в соответствии с ГОСТ 8.134-98, абсолютная погрешность Δ рН = \pm 0,01
Буферные растворы – рабочие эталоны рН 2-го разряда	ГОСТ 8.135-2004	Номинальные значения рН в соответствии с ГОСТ 8.134-98, абсолютная погрешность Δ рН = \pm 0,01
Весы аналитические лабораторные	ГОСТ 24104	Предел взвешивания 200 г., класс точности 2,0

1	2	3
Термометр ртутный	ГОСТ 28498-90	Диапазон измерений от 0 до 50 °С; цена дел. 0,1°С, кл. точности 1,0
Термостат жидкостный ГЖ-ТС-01/16	ТУ 4211-001-44330709-2000	Диапазон от 5 до 100°С, погрешность поддержания температуры ±0,1°С
Посуда мерная лабораторная стеклянная	ГОСТ 1770-74	Объем от 10 до 1000 см ³ , класс точности 2
Вода дистиллированная	ГОСТ 6709-72	Удельная электропроводность не более 5×10^{-4} См/м при 25 °С

3.2 Допускается применение других средств поверки, не указанных в таблице 2, обеспечивающих определение характеристик поверяемых стандарт-титров с требуемой точностью.

4 Условия поверки и подготовка к ней

4.1 Поверка проводится в нормальных климатических условиях по ГОСТ 8.395-80:

- температура воздуха от 15 до 25 °С;
- атмосферное давление от 84 до 106,7 кПа;
- относительная влажность воздуха от 30 до 80 %.

4.2 Поверяемые буферные растворы должны быть приготовлены из стандарт-титров СТ-рН-03.3 в соответствии с указаниями инструкции по приготовлению ГВПБ.410408.595ИП.

4.3 Эталонные и поверяемые буферные растворы должны быть термостатированы при температуре 25 °С с погрешностью, указанной в эксплуатационной документации на эталонные СИ.

4.4 Электропитание средств измерений производится при нормальных значениях параметров электрической сети по ГОСТ 22261-94:

- напряжение $(220 \pm 4,4)$ В;
- частота $(50 \pm 0,5)$ Гц;
- допускаемый коэффициент высших гармоник не более 5 %.

4.5 При проведении измерений не допускаются наличие сильных электрических и магнитных полей, тряска, удары и вибрации.

4.6 Средства измерений должны быть поверены в соответствии с ПР 50.2.006-94, иметь действующие свидетельства о поверке и подготовлены к проведению измерений в соответствии с указаниями эксплуатационной документации.

4.7 Требования к квалификации исполнителей

4.7.1 Исполнители поверочных работ должны иметь высшее или среднетехническое образование, владеть техникой потенциометрических и амперометрических измерений, знать нормативную и техническую документацию на стандарт-титры и иметь аттестат поверителя.

5 Требования безопасности

5.1 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.

5.2 К проведению поверки допускаются лица, изучившие документацию на стандарт-титры, средства поверки и прошедшие местный инструктаж по технике безопасности.

6 Проведение поверки

6.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре проверяется соответствие отобранных образцов стандарт-титров СТ-рН-03.3 требованиям комплектности, расфасовки, упаковки, маркировки (п.п. 1.3, 1.4, 1.5, 1.6 ТУ).

При положительных результатах внешнего осмотра образцы стандарт-титров считаются пригодными для дальнейшего проведения поверки.

6.2 Определение массы навески вещества, входящего в состав стандарт-титра, и относительной погрешности массы навески

6.2.1 При фасовке навесок в пластмассовые (полиэтиленовые) флаконы массу навески m_i вещества, входящего в состав стандарт-титра, определяют по разнице масс флакона с навеской и пустого флакона. Измерения выполняют не менее чем на 3-х образцах. При взвешивании используют аналитические весы, класс точности 2 по ГОСТ 24104-88Е, погрешность взвешивания — не более 0,0005 г.

6.2.2 Относительную погрешность Δm_i , %, массы навески для каждого из образцов определяют по формуле:

$$\Delta m_i = \frac{m_i - m_n}{m_n} \cdot 100 \%, \quad (1)$$

где m_n — номинальная масса навески химического вещества, входящего в состав стандарт-титра, г (по таблице в Приложении А);

m_i — результат измерения по п. 6.2.1 массы i -го образца, г.

i — номер образца стандарт-титра;

Результат проверки является положительным, если вычисленные по формуле (1) значения Δm_i , % находятся в диапазоне $\pm 0,2$ % (веществ для приготовления насыщенных растворов гидротартрата калия и гидроксида кальция — ± 1 %).

6.2.3 При фасовке навесок в стеклянные ампулы массу навесок не определяют.

6.3 Определение рН и абсолютной погрешности ΔpH буферных растворов — рабочих эталонов рН.

6.3.1 Определение рН буферных растворов — рабочих эталонов рН 3-го разряда, приготовленных из образцов стандарт-титров СТ-рН-03.3 в соответствии с указаниями инструкции по приготовлению ГВПБ.410408.595ИП, выполняется на эталонном рН-метре 2-го разряда ($\Delta pH = \pm 0,01$) с применением буферных растворов — рабочих эталонов рН 2-го разряда ($\Delta pH = \pm 0,01$). Измерения проводятся не менее чем на 3-х образцах стандарт-титров.

Измерения выполняют в следующей последовательности:

- электроды помещают в стакан с исследуемым буферным раствором. Постоянную температуру буферных растворов 25 °С поддерживают при помощи термостата с погрешностью не более $\pm 0,5$ °С;

- градуируют рН-метр в соответствии с инструкцией по эксплуатации при помощи буферных растворов — рабочих эталонов 2-го разряда;

- выполняют измерения pH_i в буферных растворах, приготовленных из отобранных для испытаний образцов стандарт-титров (не менее 3-х).

6.3.2 Абсолютную погрешность ΔpH_i для каждого из образцов вычисляют по формуле

$$\Delta pH_i = (pH_i - pH_{ном}), \quad (2)$$

где pH_i – результат измерения pH буферного раствора i-го образца стандарт-титра;
 $pH_{ном}$ – номинальное значение pH (по таблице в Приложении А).

6.3.3 Результат проверки является положительным, если вычисленные по формуле (2) значения ΔpH_i находятся в диапазоне $\pm 0,03$ pH.

7 Обработка результатов измерений

7.1 Исходные данные и промежуточные результаты измерений при поверке фиксируются в рабочем журнале.

7.2 Необходимые расчеты выполняются по формулам, приведенным в тексте описания методик. Вычисления проводятся с учетом правил округления и удержания количества значащих цифр. Расчеты и вычисления выполняются в рабочем журнале.

7.3 Итоговые результаты измерений и расчетов при поверке оформляются протоколом и подписываются исполнителями.

8 Оформление результатов поверки

8.1 Результаты поверки оформляются в соответствии с требованиями ПР 50.2.006-94.

8.2 При положительных результатах поверки партии стандарт-титров присваивают название «**Стандарт-титры для приготовления буферного раствора — рабочих эталонов pH 3-го разряда СТ-pH-03.3**» и на нее оформляется свидетельство о поверке установленного образца.

8.3 При отрицательном результате хотя бы одной из выполненных операций поверки партию стандарт-титров признают негодной для применения в качестве рабочих эталонов pH и к применению не допускают.

Директор ЦФХЭИ ФГУП «ВНИИФТРИ»

О.В. Карпов

Зам. ген. директора
по качеству ОАО «УЗХР»

И.С. Мамонова

Приложение А
(обязательное)

Характеристики стандарт-титров СТ-рН-03.3
для приготовления буферных растворов — рабочих эталонов рН 3-го разрядов

Химический состав стандарт-титров	Масса* веществ, входящих в состав стандарт- титра, (г)	Концентрация веществ в рабочем эталоне, (моль/кг)	Значение рН рабочего эталона при 25 °С
1	2	3	4
1. Калий тетраоксалат $\text{KH}_3(\text{C}_2\text{O}_4)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	12,610	0,05	1,65
2. Калий гидротартрат $\text{KHC}_4\text{H}_4\text{O}_6$	9,500	насыщенный при 25 °С	3,56
3. Калий гидрофталат $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$	10,120	0,05	4,01
4. Калий дигидрофосфат KH_2PO_4 Натрий гидрофосфат Na_2HPO_4	<u>3,390</u> <u>3,530</u>	<u>0,025</u> <u>0,025</u>	6,86
5. Натрий тетраборат 10-водный $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$	3,810	0,010	9,18
6. Кальций гидроксид $\text{Ca}(\text{OH})_2$	1,800	насыщенный при 20 °С	12,43
* **	- приведены массы навесок для приготовления 1 дм ³ (1 л) буферного раствора - приведена молярная концентрация веществ, моль/дм ³		