

УТВЕРЖДАЮ

Руководитель ГЦИ СИ —
Заместитель генерального директора
ФГУП «ВНИИФТРИ»

М.В. Балаханов

“ 25 ” 09 2006 г.

рН-метрия

СТАНДАРТ-ТИТРЫ

для приготовления буферных растворов —
рабочих эталонов рН 3-го разряда
СТ-рН-04.3

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ
ЗГКП.410408.001МП

УФА

2006

СОДЕРЖАНИЕ

1. Вводная часть	3
2. Операции поверки	3
3. Средства поверки.	3
4. Условия поверки и подготовка к ней.	4
5. Требования к квалификации исполнителей.	4
6. Требования безопасности.	5
7. Проведение поверки.	5
8. Обработка результатов измерений.	6
9. Оформление результатов поверки.	6

1 Вводная часть

1.1 Настоящая методика распространяется на СИ «Стандарт-титры для приготовления буферных растворов — рабочих эталонов pH 3-го разряда СТ-pH-04.3» (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 2642-004-33813273-2006. 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 pH и абсолютной погрешности ΔpH рабочих эталонов pH 3-го разрядов	6.3

Примечание — Для стандарт-титров, расфасованных в ампулы, массу навески и относительную погрешность массы навески не определяют.

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 pH.

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
Рабочий эталон pH 2-го разряда — pH-метр со стеклянным электродом и электродом сравнения 2-го разряда ЭСО-01	ГОСТ 8.120-99	Номинальные значения pH в соответствии с ГОСТ 8.134-98, абсолютная погрешность $\Delta pH = \pm 0,01$
Буферные растворы — рабочие эталоны pH 2-го разряда	ГОСТ 8.135-2004	Номинальные значения pH в соответствии с ГОСТ 8.134-98, абсолютная погрешность $\Delta pH = \pm 0,01$

1	2	3
Весы аналитические лабораторные ВЛР-200	ГОСТ 24104-2001	Предел взвешивания 210 г., класс точности 2,0
Термометр ртутный	ГОСТ 28498-90	Диапазон измерений от 0 до 50 °С; цена дел. 0,1°С, кл. точности 1,0
Термостат жидкостный ТЖ-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, характеристики которых не хуже указанных в таблице 2. Взамен рН-метра — рабочего эталона рН 2-го разряда допускается применение компаратора рН «КрН-01» ($\Delta \text{рН} = \pm 0,001 \text{ рН}$).

3.3 Средства измерений должны быть поверены в соответствии с ПР 50.2.006-94 и должны иметь действующие свидетельства о поверке.

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-04.3 в соответствии с указаниями инструкции по приготовлению ЗГКП.410408.001МП.

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 $(220 \pm 4,4) \text{ В}$;
- частота $(50 \pm 0,5) \text{ Гц}$;
- 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 подготовлены к проведению измерений в соответствии с указаниями эксплуатационной документации.

5 Требования к квалификации исполнителей

5.1 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.

6 Требования безопасности

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.

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

7 Проведение поверки

7.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре проверяется соответствие отобранных образцов стандарт-титров СТ-рН-04.3 требованиям комплектности, расфасовки, упаковки, маркировки (п.п. 3, 8, 9 Паспорта)

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

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

7.2.1 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 24104-2001, погрешность взвешивания — не более 0,0005 г.

7.2.2 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 гидрооксида кальция — ± 1 %).

Примечание — Для стандарт-титров, расфасованных в ампулы, массу навески и относительную погрешность массы навески не определяют.

7.3 Определение рН и абсолютной погрешности $\Delta \text{рН}$ буферных растворов — рабочих эталонов рН

7.3.1 Определение рН буферных растворов — рабочих эталонов рН 3-го разряда, приготовленных из образцов стандарт-титров СТ-рН-04.3 в соответствии с указаниями инструкции по приготовлению ЗГКП.410408.001МП, выполняется на рабочем эталоне рН 2-го разряда — рН-метре с абсолютной погрешностью измерений $|\Delta \text{рН}|$ не более 0,01 рН. Для измерений применяются буферные растворы — рабочие эталоны рН 2-го разряда ($\Delta \text{рН} = \pm 0,01$). 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 рН 2-го разряда;
- выполняют измерения pH_i в буферных растворах, приготовленных из отобранных для испытаний образцов стандарт-титров (не менее 3-х образцов).

7.3.2 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 рН буферного раствора i -го образца стандарт-титра;
 $pH_{ном}$ – номинальное значение рН (определяется по таблице 1 паспорта ЗГКП.410408.001ПС).

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

8 Обработка результатов измерений

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

8.2 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.

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

9 Оформление результатов поверки

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

9.2 При положительных результатах поверки партии стандарт-титров присваивают название «Стандарт-титры для приготовления буферных растворов — рабочих эталонов рН 3-го разряда СТ-рН-04.3» и на нее оформляется свидетельство о поверке установленного образца.

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

Директор ЦФХЭИ ФГУП «ВНИИФТРИ»

 О.В. Карпов

Ведущий научный сотрудник

 В.Д. Кутовой