

**«Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии
им. Д.И. Менделеева»
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»**



СОГЛАСОВАНО
Генеральный директор
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

А.Н. Пронин

2024 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

pH-метры НМ-rHG

Методика поверки

МП 2450-0038-2024

И.о. руководителя научно-исследовательской
лаборатории госэталонов в области
физико – химических свойств жидкостей

М. В. Беднова

г. Санкт-Петербург
2024 г.

Содержание

1	Общие положения	3
2	Перечень операций поверки средства измерений	3
3	Требования к условиям проведения поверки	4
4	Метрологические и технические требования к средствам поверки	4
5	Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки	5
6	Внешний осмотр средства измерений	6
7	Подготовка к поверке и опробование средства измерений	6
8	Проверка программного обеспечения	6
9	Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	6
10	Оформление результатов поверки	7
	Приложение А	8

1. Общие положения

Настоящая методика поверки распространяется на рН-метры НМ-рНГ (далее – рН-метры).

При поверке рН-метров должна быть обеспечена прослеживаемость к следующим государственным первичным эталонам:

ГЭТ 54-2019 Государственный первичный эталон показателя рН активности ионов водорода в водных растворах в соответствии с государственной поверочной схемой для средств измерений показателя рН активности ионов водорода в водных растворах, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 09.02.2022 № 324;

ГЭТ 34-2020 Государственный первичный эталон единицы температуры в диапазоне от 0 до 3200 °С в соответствии с государственной поверочной схемой для средств измерений температуры, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 23.12.2022 г. №3253.

Реализация методики поверки производится следующими методами:

при поверке измерительного канала рН – прямым измерением поверяемым рН-метром величины, воспроизводимой буферными растворами рН;

при поверке измерительного канала температуры – непосредственным сличением поверяемого рН-метра с рабочим эталоном единицы температуры.

При использовании настоящей методики поверки целесообразно проверить действие ссылочных документов по соответствующему указателю стандартов, составленному по состоянию на «01» января текущего года и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

рН-метры подлежат первичной и периодической поверке. Поверка в сокращенном объеме не допускается.

2. Перечень операций поверки средства измерений

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

Таблица 1 - Перечень операций поверки средства измерений

Наименование операции поверки	Обязательность выполнения операций поверки при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
1. Внешний осмотр	Да	Да	п. 6
2. Подготовка к поверке и опробование	Да	Да	п. 7
3. Проверка программного обеспечения	Да	Да	п. 8
4. Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	Да	Да	п. 9

Наименование операции поверки	Обязательность выполнения операций поверки при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
4.1 Определение абсолютной погрешности измерительного канала рН	Да	Да	п. 9.1
4.2 Определение абсолютной погрешности измерительного канала температуры	Да	Да	п. 9.2
5. Оформление результатов поверки	Да	Да	п. 10

При проведении поверки, если по одному из пунктов поверки получен отрицательный результат, дальнейшая поверка прекращается.

3. Требования к условиям проведения поверки

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

температура окружающего воздуха, °С	20±5;
относительная влажность воздуха, %	от 30 до 80;
атмосферное давление, кПа	от 84 до 106;
температура жидкости, °С	25±0,5.

4. Метрологические и технические требования к средствам поверки

Таблица 2 - Метрологические требования к средствам поверки

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
п. 7.2 Контроль условий поверки (при подготовке к поверке и опробовании средства измерений)	Средства измерений температуры окружающей среды от 0 °С до +60 °С с абсолютной погрешностью не более ±0,3 °С;	Термогигрометр ИВА, модификация ИВА-6Н-Д, рег. № 46434-11 в ФИФ ОЕИ
	Средства измерений относительной влажности воздуха в диапазоне от 0 % до 80 % с абсолютной погрешностью не более 2 %;	
	Средства измерений атмосферного давления в диапазоне от 300 до 1100 гПа, с абсолютной погрешностью не более ±2,5 гПа;	
п. 9 Определение метрологических характеристик	Средства измерений температуры жидких сред от -25 °С до +150 °С с абсолютной погрешностью не более ±0,1 °С	Термометр лабораторный электронный ЛТ-300,

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
средства измерений и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	Эталоны единицы pH, соответствующие требованиям к рабочим эталонам не ниже 2 разряда по Государственной поверочной схеме для средств измерений показателя pH активности ионов водорода в водных растворах, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 09.02.2022 № 324 в диапазоне измерений от 0 до 14 с допускаемой абсолютной погрешностью $\pm 0,01$ при температуре 25 °C – для рабочих эталонов 2-го разряда	рег. № 61806-15 в ФИФ ОЕИ Стандарт-титры для приготовления буферных растворов – рабочих эталонов pH 1-го и 2-го разряда СТ-pH, рег № 45142-10 в ФИФ ОЕИ
	Вспомогательные средства: Термостат жидкостной «ТЕРМОТЕСТ-100» (рег. № 39300-08 в ФИФ ОЕИ), абсолютная погрешность поддержания температуры $\pm 0,1$ °C в диапазоне температур от -30 °C до +90 °C; Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144-2018; Калий хлористый химически чистый по ГОСТ 4234-77; Натрий сернистокислый по ГОСТ 195-77; Весы электронные лабораторные аналитические не ниже I класса точности по ГОСТ OIML R 76-1-2011.	

Допускается применение аналогичных средств поверки с метрологическими и техническими характеристиками, обеспечивающими требуемую точность передачи единиц величин поверяемому pH-метру.

Средства поверки, указанные в таблице 2, должны быть поверены в установленном порядке с обязательным занесением сведений о положительных результатах поверки в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений.

5 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

5.1 Перед включением СИ, применяемых при поверке, должен быть проведен внешний осмотр приборов с целью определения исправности и электрической безопасности включения их в сеть. Также необходимо проверить, заземлены ли они в соответствии с требованиями, указанными в эксплуатационной документации.

5.2 При проведении поверки соблюдают требования техники безопасности.

При работе с химическими реактивами - по ГОСТ 12.1.007-76 «МГС. Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности» и ГОСТ 12.4.021-75 «МГС. Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования».

При работе с электроустановками - по ГОСТ 12.1.019-2017 «МГС Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты» и ГОСТ 12.2.007.0-75 «МГС. Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности».

При работе с сосудами под давлением – в соответствии с Приказом Федеральной службы по экологическому, технологическому и атомному надзору от 15 декабря 2020 г. N 536 «Об

утверждении федеральных норм и правил в области промышленной безопасности «Правила промышленной безопасности при использовании оборудования, работающего под избыточным давлением».

5.3 Помещение, в котором проводится поверка, должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004-91 «МГС. Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования» и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009-83 «МГС. Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание».

6 Внешний осмотр средства измерений

При проведении внешнего осмотра рН-метра проверяют:

- соответствие комплектности и внешнего вида рН-метра приведенным в описании типа;
- наличие знака утверждения типа в соответствии с описанием типа;
- отсутствие дефектов, способных оказать влияние на безопасность проведения поверки и (или) на результат поверки рН-метра.

рН-метр считается выдержавшим внешний осмотр, если он соответствует перечисленным выше требованиям. рН-метры, не соответствующие указанным требованиям, к поверке не допускаются.

7 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

7.1 Выдержать поверяемый рН-метр в помещении в условиях, соответствующих условиям проведения поверки, не менее 8 ч. В случае, если поверяемый рН-метр находился при температуре ниже 0 °С время выдержки должно быть не менее 24 ч.

7.2 Провести контроль условий поверки.

7.3 Подготовить средства поверки и поверяемый рН-метр к работе в соответствии с их эксплуатационной документацией (далее – ЭД).

7.4 На поверку предоставляется предварительно настроенный и откалиброванный рН-метр в соответствии с руководством по эксплуатации.

7.5 Приготовить буферные растворы рабочих эталонов рН 2-го разряда в соответствии с разделом «Подготовка к работе» паспорта на стандарт-титры.

7.6 При опробовании проверяется функционирование рН-метра согласно соответствующему пункту Руководства по эксплуатации.

8 Проверка программного обеспечения

Операция «Проверка программного обеспечения» состоит в определении номера версии (идентификационного номера) программного обеспечения.

Просмотр номера версии ПО возможен при включении рН-метра на стартовом экране.

Результаты подтверждения соответствия ПО считаются положительными, если номер версии ПО СИ соответствует номеру версии, указанной в описании типа.

9 Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

9.1 Определение абсолютной погрешности измерительного канала рН.

9.1.1 Определение абсолютной погрешности измерений рН проводить путем сравнения значений рН буферных растворов, приготовленных в соответствии с разделом «Подготовка к работе» паспорта на стандарт-титры, измеренных рН-метром, с воспроизводимыми значениями буферных растворов. Проводят измерения трех буферных растворов с

воспроизводимыми значениями рН, близкими к началу, середине и концу диапазона измерений, например, со значениями рН 1,65, 6,86, 9,18. Измерения проводятся в термостате с установленной температурой плюс 25°С, при выдержке рабочего объема раствора в течение 30 минут. В каждой точке проводят не менее трех измерений.

9.1.2 Обработка результатов измерений, полученных при поверке измерительного канала рН.

Абсолютную погрешность измерений рН рассчитать для каждого измеренного значения в каждой точке по формуле:

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

где $pH_{изм}$ – значение рН, измеренное рН-метром;

$pH_{эт}$ – воспроизводимое значение рН буферного раствора.

Результаты определения считают положительными, если значения абсолютной погрешности рН не превышают $\pm 0,05$.

9.2 Определение абсолютной погрешности измерительного канала температуры.

9.2.1 Определение абсолютной погрешности измерений температуры проводить путем сравнения значений температуры воды, полученных на рН-метре, со значением температуры, измеренным лабораторным электронным термометром ЛТ-300 (далее – эталонным термометром).

Поместить эталонный термометр и электрод рН-метра (по возможности ближе к месту установки термометра) в термостат, установить последовательно температуру воды в термостате в значениях, близких к началу, середине и концу диапазона измерений, например: плюс 5 °С, плюс 40 °С, плюс 80 °С.

Выдержать в рабочем объеме при установившейся температуре не менее 30 минут. В каждой точке проводить не менее трех измерений с интервалом в 1 минуту.

9.2.2 Обработка результатов измерений, полученных при поверке измерительного канала температуры.

Абсолютную погрешность измерений температуры рассчитать для каждого измеренного значения по формуле:

$$\Delta t = t_{изм} - t_{эт}, \quad (2)$$

где $t_{изм}$ – температура, измеренная рН-метром, °С;

$t_{эт}$ – температура, измеренная эталонным термометром, °С.

Результаты определения считают положительными, если значение абсолютной погрешности измерений температуры не превышает $\pm 0,5$ °С.

10 Оформление результатов поверки

10.1. При проведении поверки составляется протокол результатов измерений по форме Приложения А, в котором указывается о соответствии/несоответствии рН-метра предъявляемым требованиям.

10.2. Результаты поверки оформляют путем внесения соответствующей записи в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений и, при наличии соответствующего запроса владельца СИ или лица, представившего СИ на поверку, в виде свидетельства о поверке установленной формы (при положительном результате поверки) или извещения о непригодности установленной формы (при отрицательном результате поверки).

10.3. Знак поверки рекомендуется наносить на свидетельство о поверке (при его оформлении).

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(рекомендуемое)

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ

№ _____ от XX.XX.20XX г.

Наименование прибора, тип	
Регистрационный номер в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений (ОЕИ)	
Заводской номер	
Изготовитель	
Год выпуска (если имеется информация)	
Заказчик (наименование и адрес)	
Серия и номер знака предыдущей поверки (если такие имеются)	

Вид поверки _____

Методика поверки _____

Средства поверки:

Наименование и регистрационный номер эталона, тип СИ, заводской номер, номер паспорта на СО	Метрологические характеристики

Условия поверки:

Параметры	Требования НД	Измеренные значения
Температура окружающей среды, °С		
Относительная влажность воздуха, %		
Атмосферное давление, кПа		
Температура жидкости при термостатировании, °С		

Результаты поверки:

1. Внешний осмотр _____
2. Опробование _____
3. Результаты идентификации ПО _____
4. Определение метрологических характеристик (в соответствии с требованиями НД на методы и средства поверки) _____

Наименование параметра	Диапазон измерений	Полученная погрешность измерений

5. Дополнительная информация (состояние объекта поверки, сведения о ремонте, юстировке) _____

На основании результатов поверки внесена запись в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений № _____

выдано:

Свидетельство о поверке № _____ от _____

Извещение о непригодности № _____ от _____

Поверитель _____

_____ от _____
 ФИО Подпись Дата