

СОГЛАСОВАНО

Главный метролог

ФБУ «Нижегородский ЦСМ»

Т. Б. Змачинская

18 июня 2024 г.



**ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ
ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ**

pH-метры PH7000

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 1600-0903-2024

2024 г.

1 Общие положения

Настоящая методика поверки распространяется на рН-метры РН7000 (в дальнейшем рН-метры), предназначенные для измерения активности ионов водорода (рН) и окислительно-восстановительного потенциала (ОВП) в водных растворах, а также температуры анализируемой жидкости на объектах энергетики, химической, металлургической, фармацевтической и других отраслях промышленности, в сельском хозяйстве, в составе газоочистного и другого промышленного оборудования.

Требования по обеспечению прослеживаемости поверяемых рН-метров к государственным первичным эталонам единиц величин выполняются путем применения стандарт-титров и средств измерений, применяемых в качестве эталона, прослеживаемых к государственным первичным эталонам:

ГЭТ 54-2019 «ГПЭ показателя pH активности ионов водорода в водных растворах» в соответствии с приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 09 февраля 2022 г. № 324 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений показателя pH активности ионов водорода в водных растворах»;

ГЭТ35-2021 «ГПЭ единицы температуры – кельвина в диапазоне от 0,3 до 273,16 К» в соответствии с приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 3253 от 23.12.2022 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений температуры»;

ГЭТ34-2020 «ГПЭ единицы температуры в диапазоне от 0 до 3200 °C» в соответствии с приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 3253 от 23.12.2022 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений температуры».

Проверка реализована методом прямых измерений (рН, ОВП) и методом непосредственного сличения (температура).

2 Перечень операций поверки средства измерений

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

Таблица 1 – Операции поверки

| Наименование операции | Номер пункта методики поверки | Обязательность проведения операции при: | |
|--|-------------------------------|---|-----------------------|
| | | первичной поверке | периодической поверке |
| 1. Внешний осмотр | 7 | да | да |
| 2. Подготовка к поверке и опробование средства измерений | 8 | да | да |
| 3. Проверка программного обеспечения средства измерений | 9 | да | да |
| 4. Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям | 10 | да | да |
| 5. Оформление результатов поверки | 11 | да | да |

2.2 Если при проведении той или иной операции поверки получен отрицательный результат, поверка прекращается.

2.3 Выполнение ограниченной поверки в соответствии с пунктом 18 приложения № 1 к Приказу Министерства промышленности и торговли РФ от 31.07.2020 г. № 2510 «Об утверждении порядка проведения поверки средств измерений, требований к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке» не предусмотрено.

3 Требования к условиям проведения поверки

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха (20 ± 5) °C;
- относительная влажность окружающего воздуха от 30 % до 70 %;
- атмосферное давление от 86 до 106 кПа.

4 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

К проведению поверки допускаются поверители из числа работников юридических лиц и индивидуальных предпринимателей, аккредитованных на проведение поверки в соответствии с законодательством РФ об аккредитации в национальной системе аккредитации, изучивших настоящую методику поверки, руководство по эксплуатации на прибор и имеющих стаж работы по данному виду измерений не менее 1 года.

5 Метрологические и технические требования к средствам поверки

При проведении поверки применяют средства поверки (эталоны единиц величин, стандарт-титры, средства измерений, вспомогательные технические средства), указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Средства поверки

| Операции поверки, требующие применение средств поверки | Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки | Перечень рекомендуемых средств поверки |
|--|--|---|
| Контроль условий проведения поверки (п. 3) | Средства измерений температуры окружающего воздуха. Диапазон измерений температуры от +10 °C до +30 °C, пределы допускаемой погрешности измерений ±0,5 °C | Прибор комбинированный Testo 622 (рег. № 53505-13) |
| | Средства измерений относительной влажности окружающего воздуха. Диапазон измерений относительной влажности от 25 % до 90 %, пределы допускаемой погрешности измерений ±3 %. | |
| | Средства измерений атмосферного давления. Диапазон измерений от 85 до 106 кПа, пределы допускаемой погрешности измерений ±0,2 кПа | |
| Определение метрологических характеристик | - СТ- pH-2-4, pH 4,01; пределы абсолютной погрешности воспроизведения pH ±0,01; - СТ- pH-2-7, pH 7,43; пределы абсолютной погрешности воспроизведения pH ±0,01; - СТ- pH-2-10, pH 10,00; пределы абсолютной погрешности воспроизведения pH ±0,01 | Стандарт-титры для приготовления буферных растворов-рабочих эталонов pH 2-го разряда СТ- pH (рег. № 45142-10) |
| | Стандарт-титры СТ-ОВП-01 (Воспроизводимое значение Eh для СТ-ОВП-01-1 298 мВ, воспроизведение Eh для СТ-ОВП-01-2 605 мВ, пределы допускаемой абсолютной погрешности воспроизведения Eh ± 3 мВ) | Стандарт-титры СТ-ОВП-01 (рег. № 61364-15) |

| Операции поверки, требующие применение средств поверки | Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки | Перечень рекомендуемых средств поверки |
|--|---|---|
| | Термометр лабораторный, диапазон измерений от минус 50 до плюс 199,9 °C, абс. погрешность ±0,05 °C | Термометр лабораторный электронный ЛТ-300 (рег.№ 61806-15) |
| | Водяной термостат с диапазоном регулирования температуры от 0 до 100 °C, допускаемое отклонение температуры контролируемой среды в пределах ±0,2 °C | Термостат JULABO F12-ED |
| | Стаканы стеклянные для растворов вместимостью от 100 до 250 см ³ | Стаканы стеклянные для растворов вместимостью от 100 до 250 см ³ по ГОСТ 25336-82. |
| | Посуда мерная лабораторная стеклянная по ГОСТ 1770-74 | |
| | Вода для лабораторного анализа по ГОСТ Р 52501-2005 | |

Допускается применение аналогичных средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемых СИ с требуемой точностью.

Все средства измерений, применяемые при поверке, должны быть поверены, стандартные образцы иметь действующие паспорта.

6 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

При проведении поверки необходимо соблюдать требования безопасности, изложенные в эксплуатационных документах на поверяемые pH-метры и применяемые средства поверки.

При проведении поверки должны быть соблюдены правила безопасности по ГОСТ 12.2.007.0 «Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности».

7 Внешний осмотр

7.1 При внешнем осмотре проверяют и устанавливают:

- соответствие описанию типа;
- отсутствие механических повреждений, влияющих на результат измерений;
- соответствие комплектности и маркировки pH-метров эксплуатационной документации;
- надежность крепления соединительных элементов;
- наличие заводского номера.

Результаты внешнего осмотра считают положительными, если СИ соответствует перечисленным требованиям.

8 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

При опробовании включают pH-метр в соответствии с руководством по эксплуатации, проверяют отсутствие сообщений об ошибках и отказах при прохождении процедуры диагностики состояния прибора, проверяют отображаемую информацию (заводской номер, тип датчика). Выполняют пробное измерение.

Результаты опробования считают положительными, если датчик распознается устройством отображения, отображаемые тип датчика и заводской номер преобразователя соответствуют маркировке, при диагностике сообщения об отказах и неисправностях отсутствуют; при выполнении пробных измерений (погружении в один из растворов: pH =

4,01, pH = 7,43 и pH = 10,00) результат измерений наблюдается на экране устройства отображения.

С помощью двух буферных растворов pH = 4,01 и pH = 10,00 при температуре растворов (25 ± 0,2) °C производят настройку (калибровку) прибора в соответствии с указаниями руководства по эксплуатации.

9 Проверка программного обеспечения средства измерений

Проверку идентификационных данных выполняют, проверяя соответствие версии ПО, отображаемой в разделе «Software Version» в меню общих настроек «General Setting» измерительного преобразователя, данным, приведенным в таблице 3.

Таблица 3 - Идентификационные данные программного обеспечения

| Идентификационные данные (признаки) | Значение |
|-------------------------------------|--------------|
| Идентификационное наименование ПО | HW |
| Номер версии | не ниже 1.00 |
| Цифровой идентификатор ПО | SW |

10 Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

10.1 Определение абсолютной погрешности измерений pH

Абсолютную погрешность измерений pH определяют в условиях поверки, указанных в разделе 3.

Операции проводят с использованием буферных растворов – рабочих эталонов pH, по следующей методике:

Выполняют измерения pH буферных растворов, воспроизводящих значения pH = 4,01, pH = 7,43 и pH = 10,00 при температуре растворов (25 ± 0,2) °C.

Измерения повторяют не менее трех раз ($n \geq 3$) на каждом буферном растворе.

Обработка результатов измерений

Значение абсолютной погрешности измерений (Δ_{pH}) pH рассчитывают по формуле:

$$\Delta_{\text{pH}} = \text{pH}_{\text{изм}} - \text{pH}$$

где $\text{pH}_{\text{изм}}$ – среднее арифметическое значение результатов измерений pH буферных растворов,

pH – действительное значение pH буферного раствора в соответствии с паспортом.

Значения абсолютной погрешности измерений pH не должны превышать ± 0,3.

10.2 Определение абсолютной погрешности измерений температуры анализируемой жидкости (для датчика измерения pH, модель E-3801-ECG-N05FF)

Установить поверяемый pH-метр в режим измерений температуры.

Определение погрешности измерений температуры анализируемой жидкости проводят методом сличения показаний поверяемого pH-метра с показаниями термометра лабораторного электронного ЛТ-300 при значениях температуры (1 ± 1); (50 ± 1); (100 ± 1) °C.

Датчик E-3801-ECG-N05F и термометр ЛТ-300 устанавливают в рабочую среду термостата в вертикальном положении. После установления стабильных показаний фиксируют значения температуры. Проводят 3 измерения.

Абсолютную погрешность измерений температуры Δ_t °C, рассчитывают для каждого измерения по формуле

$$\Delta t_i = t_{изм} - t_{терм}$$

где $t_{изм}$ – измеренное датчиком pH-метра значение температуры, °C;
 $t_{терм}$ – измеренное термометром значение температуры, °C.

Результаты операции поверки считать положительными, если значение Δt_i , находится в пределах $\pm 0,2$ °C

10.3 Определение абсолютной погрешности измерений ОВП

Приготовить буферные растворы из стандарт-титра СТ-ОВП-01-1 в соответствии с прилагаемой к нему инструкцией.

С помощью приготовленных буферных растворов – рабочих эталонов ОВП, воспроизводящих значения ОВП 298 мВ и 605 мВ при температуре растворов ($25 \pm 0,5$) °C провести по три измерения ОВП для каждого буферного раствора. Зафиксировать показания pH-метра в протоколе.

Рассчитать абсолютную погрешность по формуле:

$$\Delta Eh = Eh_{изм} - Eh_{сп}$$

где ΔEh – абсолютная погрешность измерений ОВП, мВ;

$Eh_{изм}$ – показание pH-метра, мВ;

$Eh_{сп}$ – значение ОВП из паспорта соответствующего буферного раствора, мВ.

Результаты операции поверки считать положительными, если значение ΔEh находится в пределах ± 5 мВ.

10.4 Результаты поверки считаются положительными, если все операции поверки выполнены с положительным результатом. Критериями пригодности является соответствие полученных значений абсолютной погрешности измерений pH, ОВП и температуры, установленным метрологическим требованиям. В результате анализа критериев делается вывод о пригодности к дальнейшему применению.

11 Оформление результатов поверки

11.1. Результаты поверки заносят в протокол.

11.2 Сведения о результатах поверки средств измерений в целях подтверждения поверки передают в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в соответствии с Порядком создания и ведения Федерального информационного фонда по обеспечению единства измерений, передачи сведений в него и внесения изменений в данные сведения, предоставления содержащихся в нем документов и сведений, утвержденным приказом Минпромторга России № 2906 от 28.08.2020.

11.3 По заявлению владельца средства измерений или лица, представившего его на поверку, аккредитованное на поверку лицо, проводившее поверку, в случае положительных результатов поверки выдает свидетельство о поверке в установленной форме или в случае отрицательных результатов поверки выдает извещение о непригодности к применению средства измерений.

11.4 В целях предотвращения несанкционированного доступа к узлам настройки (регулировки) средств измерений в местах, предусмотренных конструкцией, по завершении поверки аккредитованным на поверку лицом устанавливаются мастичные пломбы, содержащие изображение знака поверки.