

**ЛАБОРАТОРНЫЙ рН-МЕТР - МИЛИВОЛЬТМЕТР
рН-673**

Методика поверки

№ 840.511 Д

Настоящая методика распространяется на лабораторный рН-метр-милливольтметр рН-673, предназначенный для измерения рН и рNа в водных растворах в пределах измерения рН от минус 1 до плюс 14 рН с диапазонами (от минус 1 до плюс 14 рН, от минус 1 до плюс 4 рН, от 4 до 9 рН, от 9 до 14 рН) и от 3 до 3 рNа; окислительно-восстановительных потенциалов в пределах измерения в.д.с. от $\mp$ 100 до $\pm$ 1400 мВ с диапазонами (от $\mp$ 100 до $\pm$ 1400 мВ, от $\mp$ 100 до $\pm$ 400 мВ, от $\pm$ 400 до $\pm$ 900 мВ, от $\pm$ 900 до $\pm$ 1400 мВ) и работает в качестве высокоомного нуль-индикатора на шкале от $\mp$ 10 до $\pm$ 40 мВ и устанавливает методы и средства его первичной и периодической поверки. Периодические поверки при эксплуатации проводятся один раз в год.

1. ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

При проведении поверки должны выполняться операции, указанные в табл. I.

Таблица I

Наименование операции	Номера пунктов методики поверки	Обязательность проведения операции при		
		выпуске из производства	ремонте	эксплуатации и хранении
1. Внешний осмотр	4.1	да	да	да
2. Определение основной погрешности	4.2.1	да	да	да
3. Определение нестабильности показаний прибора	4.2.2	да	да	да

Продолжение табл. I

Наименование операции	Номера пунктов методики проверки	Обязательность проведения операции при		
		выпуске из производства	ремонте	эксплуатации и хранении
4. Определение времени установления показаний	4.2.3	да	да	нет
5. Определение дополнительной погрешности при изменении напряжения питания	4.2.4	да	да	да
6. Определение дополнительной погрешности при отклонении сопротивления измерительного электрода	4.2.5	да	да	да
7. Определение дополнительной погрешности при отклонении сопротивления вспомогательного электрода	4.2.6	да	да	да
8. Определение дополнительной погрешности, вызванной наличием э.д.с. "земля-раствор"	4.2.7	да	да	нет
9. Определение дополнительной погрешности, вызванной отклонением температуры контролируемого раствора	4.2.8	да	да	да

2. СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

При проведении поверки должны применяться средства поверки, указанные в табл.2.

Таблица 2

Наименование средств поверки	Нормативно-технические характеристики
1. Имитатор электродной системы И-01	
2. Потенциометр постоянного тока Р-307	кл.0.015, ГОСТ 9245-60
3. Магазин сопротивлений МСР 63	кл.0.05, ГОСТ 7003-74
4. Потенциометр самопишущий КСП2, КСП4	кл.0.25
5. Лабораторный автотрансформатор ЛАТР-2	
6. Секундомер СОПР-2а-3	ГОСТ 5072-72

3. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ И ПОДГОТОВКА К НЕЙ

При проведении поверки должны соблюдаться следующие условия:

- температура окружающего воздуха $20 \pm 5^{\circ}\text{C}$
- относительная влажность $65 \pm 15\%$
- напряжение питания $220 \pm 4,4 \text{ В}$
- частота питания $50 \pm 0,5 \text{ Гц.}$

Перед проведением поверки необходимо выполнить следующие подготовительные работы:

- проверить наличие перемычки на клемме "потенциометр" на зачехленной панели прибора;

- включить прибор в сеть и прогреть в течение 25 минут

4. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

4.1. Внешний осмотр

4.1.1. При проведении внешнего осмотра должно быть установлено соответствие поверяемого прибора рН-метра - милливольтметра рН-673 следующим требованиям:

- не допускаются дефекты окраски корпуса, нечеткое изображение надписей на лицевой стороне прибора;
- прибор должен иметь клемму заземления;
- не допускается повреждение кабелей измерительного и вспомогательного электродов;
- не допускается наличие трещин на корпусе измерительного электрода.

4.1.2. Комплектность и маркировка прибора рН-673 должна соответствовать техническому описанию и инструкции по эксплуатации ИБ2.840.511 ТО.

4.2. Определение метрологических параметров

4.2.1. Основная абсолютная погрешность показаний по показывающему прибору на шкале рН определяется на всех диапазонах измерения (схема приложение I) в условиях, указанных в п.3, со следующими дополнениями:

- сопротивление, эквивалентное сопротивлению измерительного электрода $500 \pm 100 \text{ МОм}$;
- сопротивление, эквивалентное сопротивлению вспомогательного электрода $10 \pm 1,0 \text{ кОм}$

- отсутствие напряжения переменного тока частотой 50 Гц в цепи вспомогательного электрода;
- отсутствие напряжения переменного тока частотой 50 Гц между корпусом преобразователя и землей;
- отсутствие э.д.с. постоянного тока "земля-раствор".

Изменяя напряжение, подаваемое с потенциометра ПІ на вход преобразователя, установить стрелку показывающего прибора на все оцифрованные отметки шкалы от нижнего предела до верхнего, отмечая при этом соответствующее значение напряжения по лабораторному потенциометру. Затем, устанавливая стрелку показывающего прибора с помощью лабораторного потенциометра на те же отметки шкалы, но в обратном направлении от верхнего предела к нижнему, и также определяя соответствующее напряжение по показывающему прибору.

Основная абсолютная погрешность определяется на всех диапазонах измерения и рассчитывается по формуле:

$$\Delta = E - И, \quad (I)$$

где Δ - основная погрешность, мВ;

E - значение э.д.с. электродной системы, соответствующее данной оцифрованной отметке, в мВ (см. обязательное приложение 2);

$И$ - отсчет по лабораторному потенциометру в мВ.

Определение основной абсолютной погрешности по показывающему прибору на шкале мВ производится на той же установке следующим образом: изменяя напряжение, подаваемое с

лабораторного потенциометра на вход прибора, устанавливают стрелку показывающего прибора последовательно на все оцифрованные отметки шкалы от нижнего предела до верхнего, отмечая при этом соответствующие значения напряжения по лабораторному потенциометру. Затем производится отсчет показаний по лабораторному потенциометру на всех оцифрованных отметках шкалы от верхнего предела до нижнего. Основная погрешность определяется на всех диапазонах и рассчитывается по формуле:

$$\Delta = U_g - U \quad (2)$$

где Δ - основная погрешность, в мВ;

U_g - значение напряжения, соответствующее данной оцифрованной отметке, мВ;

U - отсчет по лабораторному потенциометру, мВ.

Основная абсолютная погрешность по показывающему прибору, по шкале pH и мВ должна соответствовать значениям, приведенным в табл.3.

Таблица 3

Диапазон измерения				Основная погрешность	
pH		мВ		pH	мВ
начало	конец	начало	конец		
Узкие диапазоны					
- I	4				
4	9			$\pm 0,04(+ 2,33 \text{ мВ})$	
9	14				
Узкие диапазоны					
		∓ 100	± 400		
		± 400	± 900		
		± 900	± 1400		± 5
Широкие диапазоны					
- I	14			$\pm 0,4(\pm 23,3 \text{ мВ})$	
		∓ 100	± 1400		± 40

4.2.2. Определение нестабильности показаний производится по выходному напряжению в условиях определения основной погрешности (схема соединений приведена в приложении I) на начальной отметке шкалы диапазона от 9 до 14 pH и от ∓ 10 до ± 40 мВ. Скорость движения диаграммной ленты должна быть не менее 180 мм. За нестабильность показаний прибора принимается отклонение средней линии записи от начального значения.

Допускается флюктуация показаний в пределах 0,5 мВ, приведенная ко входу (двойная амплитуда).

Нестабильность показаний прибора за 8 часов непрерывной работы не должна превышать ± 1 мВ при измерении э.д.с. и $\pm 0,02$ pH при измерении pH.

4.2.3. Определение времени установления показаний производится в условиях определения основной погрешности по показывающему прибору на любом узком диапазоне для измерения pH.

С помощью потенциометра П1 устанавливают стрелку показывающего прибора на начальную отметку проверяемого диапазона, после чего скачкообразно изменяют входной сигнал с потенциометра П1 на величину, соответствующую половине диапазона измерения. Время установления показаний определяется по секундомеру с момента скачкообразного изменения входного сигнала до момента, когда стрелка показывающего прибора установится на значении, соответствующем половине диапазона измерения и отличающемся от этого значения не более чем на $\pm 1\%$.

Аналогично проводится проверка при установке стрелки показывающего прибора на конечную отметку проверяемого диапазона измерения.

Время установления показаний не должно превышать 10 сек.

4.2.4. Определение дополнительной погрешности от влияния напряжения питания производится на установке (см. приложение I) на начальной и конечной отметках диапазона "от 9 до 14" pH и начальной отметке шкалы от "7 10 до ± 40 " мВ по следующей методике.

Установить на ЛАТР-2 напряжение 220 В, изменяя напряже-

ние на входе. С помощью лабораторного потенциометра вывести стрелку показывающего прибора на начальную отметку шкалы. Изменить напряжение питания до 242 В, а затем до 187 В, и при каждом изменении определить изменение показаний прибора, приводя стрелку прибора с помощью лабораторного потенциометра в первоначальное положение.

Дополнительная погрешность от влияния напряжения питания не должна превышать 0,25 допустимого значения основной погрешности и $\pm 0,25$ мВ на шкале "от ∓ 10 до ± 40 " мВ.

4.2.5. Определение дополнительной погрешности от влияния отклонения сопротивления измерительного электрода производится на специальной установке (см. приложение I) по показывающему прибору на начальной и конечной отметках шкалы диапазонов "от -1 до + 4" pH, "от ∓ 100 до ± 400 " мВ и на начальной отметке шкалы "0 ∓ 10 до 40" мВ, сначала в условиях, оговоренных при определении основной погрешности, а затем при отклонении сопротивления измерительного электрода на $\pm 50\%$ МОм от номинального значения. При этом с помощью потенциометра П1 устанавливают стрелку прибора на соответствующую отметку шкалы, отмечая значения по потенциометру.

Расчет ведется по формуле:

$$\Delta = E_2 - E_1, \quad (3)$$

где Δ - изменение показаний прибора, в мВ;

E_1 - значение входного напряжения, соответствующее данной цифрованной отметке шкалы диапазона в условиях определения основной погрешности (см. приложение 2);

E_2 — значение входного напряжения, соответствующее данной оцифрованной отметке шкалы диапазона после изменения влияющего фактора.

Дополнительная погрешность от влияния отклонения сопротивления измерительного электрода не должна превышать 0,25 допустимого значения основной погрешности и 0,25 мВ на шкале "0 $\pm$ 10 до $\pm$ 40" мВ на 500 МОм изменения сопротивления.

4.2.6. Определение дополнительной погрешности от влияния отклонения сопротивления вспомогательного электрода производится на специальной установке (см. приложение I) по показывающему прибору на отметках шкал, указанных в п.4.5, сначала в условиях определения основной погрешности, а затем при отклонении сопротивления вспомогательного электрода на ± 10 кОм от номинального значения. При этом стрелку показывающего прибора устанавливает с помощью потенциометра ПИ на соответствующую отметку шкалы, отмечая соответствующие значения напряжения на потенциометре.

Расчет ведется по формуле (3). Дополнительная погрешность от влияния отклонения сопротивления вспомогательного электрода не должна превышать 0,25 допустимого значения основной погрешности и $\pm 0,25$ мВ на шкале от ± 10 до ± 40 мВ.

4.2.7. Аналогично п.4.2.6 проверяется дополнительная погрешность, вызванная наличием з.д.с. "земля-растор".

При изменении сопротивления вспомогательного электрода на ± 10 кОм одновременно необходимо на имитаторе переключать соответственно на $\pm 1,5$ В.

Показания снимать как указано выше. Дополнительная погрешность должна соответствовать погрешности, указанной в п.4.2.6.

4.2.8. Определение влияния температуры контролируемого раствора на показания преобразователя производится по показывающему прибору на установке (см.приложение I) по следующей методике.

К гнездам термокомпенсатора подключить магазин сопротивлений кл.0,2 (например, Р-33).

Тумблер "Руч.авт." на задней стенке прибора установить в положение "Авт.". Переключатель диапазонов установить в положение "от -1 до 4" pH. Переключатель рода работ установить в положение "pH". На магазине установить значение сопротивлений, соответствующее 20°C (см.табл.4).

Таблица 4

Температура, °C	0	20	40	60	80	100
Сопротивление на магазине, Ом	1225,3	1330	1434,2	1538,4	1642,6	1746,8

Подать на вход прибора от лабораторного потенциометра напряжение, соответствующее -1 pH (465,32 мВ) при 20°C. С помощью ручки "Буфер" настроить прибор на начальную отметку шкалы.

Аналогичную настройку выполнить с помощью ручки "pH координата" при установке на магазине сопротивления значения, соответствующего 80°C. Затем последовательно, подавая на вход прибора напряжение, соответствующее -1 pH для температур 0, 40, 60, 100 °C (см.приложение 2) и устанавливая на магазине

сопротивления значения номинальных сопротивлений, соответствующих указанным температурам (см. табл. 4), необходимо совместить стрелку с начальной отметкой шкалы, отмечая при этом соответствующее значение напряжений по потенциометру. Изменение показаний прибора, вызванное изменением температуры контролируемого раствора, подсчитывается по формуле:

$$\Delta \text{pH} = \frac{E_t - \varrho_t}{54,2 + 0,198t}, \quad (4)$$

где ΔpH - изменение показаний прибора, вызванное изменением температуры раствора (ед. pH);

E_t - табличное значение э.д.с. электродной системы (см. приложение 2), соответствующее отметке шкалы при температуре раствора t (мВ);

ϱ_t - действительное значение э.д.с., соответствующее той же оцифрованной отметке шкалы и той же температуре раствора (мВ);

t - температура раствора в $^{\circ}\text{C}$, для которой устанавливается значение E_t .

Аналогичную проверку (с предварительной подстройкой ручками "Буфер" и "pH-координата") выполнить для значения 14 pH (-407,16 мВ) в конце диапазона "от 9 до 14" pH.

Все указанные выше операции необходимо выполнить при ручной температурной компенсации, предварительно переключив тумблер "Руч. авт." в положение "Руч."

Значение температуры при этом устанавливается лимбом температурной компенсации.

Погрешность температурной компенсации не должна превышать допустимого значения основной погрешности.

5. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

5.1. При проведении операций поверки необходимо вести протокол записи результатов наблюдений по форме, рекомендованной в приложении 3 (обязательно для периодической поверки и после ремонта).

5.2. Результаты поверки считаются положительными, если прибор удовлетворяет всем требованиям настоящей методики.

5.3. Положительные результаты поверки оформляются путем выдачи свидетельства ведомственной поверки по установленной Госстандартом СССР форме или ставится соответствующее клеймо с поверке по установленной форме.

5.4. Результаты ~~я~~ считаются отрицательными, если при проведении поверки установлено несоответствие поверяемого прибора хотя бы одному из требований настоящей методики.

5.5. Отрицательные результаты поверки оформляются путем выдачи извещения о непригодности с указанием причин непригодности.

Приложение 1

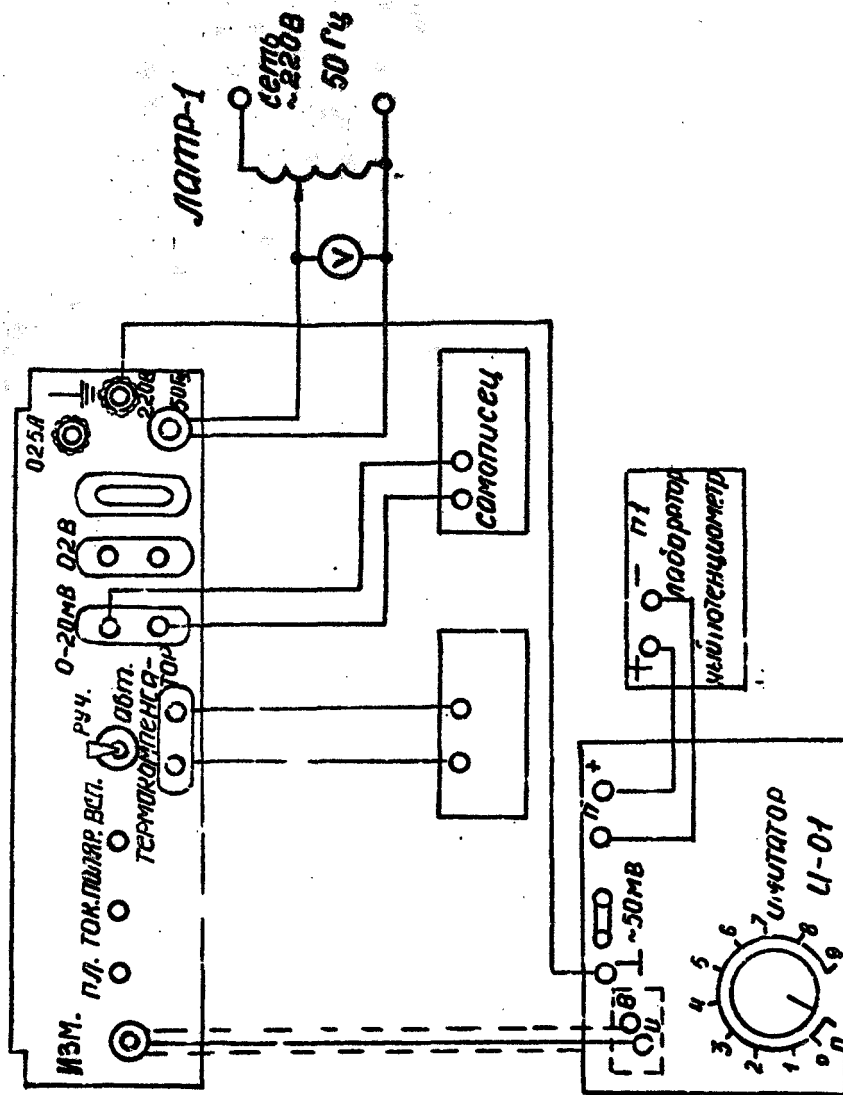


Схема установки для проверки прибора рН-673

Приложение 2

Т а б л и ц а

э.д.с. электродной системы градуировки П.000.700

$$E = [58.165 + 0.198 (t - 20)] \quad (7-pH)$$

pH	Температура раствора, °C					
	0	20	40	60	80	100
	E			мВ		
-1	433,64	465,32	497,00	528,68	560,36	592,04
0	379,44	407,16	434,87	462,59	490,31	518,03
1	325,23	349,00	372,75	396,51	420,27	444,03
2	271,03	290,83	310,62	330,42	350,22	370,02
3	216,82	232,66	248,50	264,34	280,18	296,02
4	162,61	174,49	186,37	198,19	210,13	222,01
5	108,41	116,33	124,25	132,17	140,09	148,01
6	54,20	58,16	62,12	66,08	70,04	74,00
7	0	0	0	0	0	0
8	- 54,20	- 58,16	- 62,12	- 66,08	- 70,04	- 74,00
9	-108,41	-116,33	-124,25	-132,17	-140,09	-148,01
10	-162,61	-174,49	-186,37	-198,19	-210,13	-222,01
11	-216,82	-232,66	-248,50	-264,34	-280,18	-296,02
12	-271,03	-290,83	-310,62	-330,42	-350,22	-370,02
13	-325,23	-349,00	-372,75	-396,51	-420,27	-444,03
14	-379,44	-407,16	-434,87	-462,59	-490,31	-518,03

Приложение 3

Протокол поверки

1. Поверяемый прибор:

, № _____, выпущенный (отремонтированный) (дата выпуска или ремонта, предприятие-изготовитель или ремонтное предприятие).

2. Основные технические характеристики:

диапазон измерения от _____ до _____
основная абсолютная погрешность _____

3. Средства поверки:

- а) _____
- б) _____
- в) _____

4. Результаты поверки:

Наименование параметров	Допускаемое значение параметра по паспорту прибора	Найденное значение параметра из поверки	Заключение соответствует, не соответствует
-------------------------	--	---	--

1. Внешний осмотр

2. Основная абсолютная погрешность

На основании результатов поверки выдано
свидетельство № _____
(извещение о непригодности № _____)

Поверитель _____

Дата поверки _____