

**ОБЩЕСТВО С ОГРАНИЧЕННОЙ ОТВЕТСТВЕННОСТЬЮ  
НАУЧНОПРОИЗВОДСТВЕННОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ “ЭКОНИКС”  
ООО НПП “ЭКОНИКС”**

**УТВЕРЖДАЮ**

**Директор ФГУ «Менделеевский  
ЦСМ»**

\_\_\_\_\_ **Зажигай А.А.**

“ \_\_\_ ” \_\_\_\_\_ **2003 г.**

**СОГЛАСОВАНО**

**Директор ООО НПП  
“ЭКОНИКС”**

\_\_\_\_\_ **Красный Д. В.**

“ \_\_\_ ” \_\_\_\_\_ **2003 г.**

**рН-метр-иономер “ЭКОТЕСТ - 120”**

**МЕТОДИКА ПОВЕРКИ  
КДЦТ 414318.004 МП**

**Москва  
2003 г.**

Настоящая методика распространяется на рН-метр-иономер “ЭКОТЕСТ-120” (далее - иономер), предназначенный для измерения показателя активности (рН, рХ) и массовой (С) или молярной ( $C_m$ ) концентрации ионов, окислительно-восстановительного потенциала (Еh) и температуры (Т) анализируемых сред и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверки.

Иономер должен соответствовать ТУ 4215-004-41541647-2003.

Межповерочный интервал - 1 год.

## 1 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

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

Таблица 1

Наименование операции	Номер пункта методики	Обязательность проведения операции при	
		первичной поверке	периодической поверке
1 Внешний осмотр	6.1	да	да
2 Опробование	6.2	да	да
3 Определение абсолютной погрешности вторичного измерительного преобразователя (ИП):	6.3	да	да
• при измерении э.д.с. (Еh), мВ	6.3.1		
• при измерении температуры, °С	6.3.2		
• при измерении рХ (рН)	6.3.3		
4 Определение абсолютной погрешности ИП при измерении рН (рХ) в рабочем диапазоне температур анализируемой среды в режиме термокомпенсации	6.4	да	нет
5 Определение абсолютной погрешности иономера при измерении рН *	6.5	да	да
6 Определение абсолютной погрешности иономера при измерении температуры*	6.6	да	да
*Примечание - Проверку по 6.5, 6.6 допускается не проводить при положительных результатах по 6.3, 6.4 и использовании поверенных первичных преобразователей			

1.2 При отрицательном результате любой из операций дальнейшая поверка прекращается.

## 2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

При проведении поверки должны быть применены средства измерений, указанные в таблице 2.

Таблица 2

Наименование средства поверки	Нормативно-технический документ	Технические характеристики
1 Компаратор напряжения Р3003	3.458.100	Диапазон калиброванных напряжений от 0, до 11,11110 В, класс точности 0,0005
2 Магазин сопротивлений МСР- 60М	ГОСТ 5.1394-72	Диапазон изменения сопротивления от 0 до $10^4$ Ом, класс точности 0,02
3 Имитатор электродной системы И-02	М2.890.003	$R_{изм} = 0, 500, 1000 \text{ МОм} \pm 25\%$ $R_{ср} = 0, 10, 20 \text{ кОм} \pm 1\%$
4 Стандарт-титры для приготовления рабочих эталонов рН 2-го разряда	ТУ 2642-001-42218836-96	Погрешность не более $\pm 0,01$
5 Термометр лабораторный ТЛ-4	ГОСТ 28498-90	Диапазон измерения от 0 до $55 \text{ }^\circ\text{C}$ , с ценой деления $\pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$
6 Термостат жидкостной	ТУ 25-02-200.351-84	Пределы регулирования температуры от 0 до $80 \text{ }^\circ\text{C}$ с точностью поддержания температуры $\pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$
Примечание - Допускается использование других средств измерений с метрологическими характеристиками, не уступающими указанным. Средства измерений должны быть поверены, иметь техническую документацию, свидетельства о поверке по ПР 50.2.006.		

## 3 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

3.1 При работе с иономером необходимо выполнять общие правила работы с электрическими установками до 1000 В и требования безопасности, предусмотренные “Основными правилами безопасной работы в химической лаборатории”, М; Химия, 1979-205с.

3.2 Лица, допускаемые к работе, должны иметь соответствующую техническую квалификацию и подготовку, ежегодно проходить проверку знаний техники безопасности.

## 4 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

4.1 Поверка иономера должна проводиться в нормальных условиях применения:

- температура окружающего воздуха, °С 20 ± 5;
- относительная влажность воздуха, % 30...80;
- атмосферное давление, кПа (мм рт. ст.) 84-106 (630-795);
- сопротивление в цепи измерительного электрода (номинальное значение), Мом 0;
- сопротивление в цепи вспомогательного электрода (номинальное значение), кОм 0;
- напряжение источника постоянного тока, В 6±1.

4.2 Поверка иономера производится в центрах стандартизации и метрологии, а также на предприятии-изготовителе (ООО НПП “ЭКОНИКС”).

## 5 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

5.1 При подготовке к поверке должны быть выполнены работы, указанные в разделе 2.2 “Подготовка к работе” Руководства по эксплуатации КДЦТ 414314.004 РЭ (далее – РЭ).

5.2 Проверить выполнение мер безопасности в соответствии с разделом 3.

5.3 Проверить наличие средств поверки согласно таблицы 2.

5.4 Перед проведением поверки должны быть приготовлены рабочие эталоны 2-го разряда (буферные растворы) для измерения рН с номинальными значениями рН=9,18; 6,86; 4,01; 1,65 (при 25 °С) из стандарт-титров по ТУ 2642-001-42218836-96.

## 6 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

### 6.1 Внешний осмотр

При проведении внешнего осмотра должно быть установлено:

- комплектность поверяемого иономера в соответствии с разделом 1.3 РЭ (только при первичной поверке);
- наличие маркировки, указанной в пункте 1.4.7 РЭ;
- состояние защитных покрытий, отсутствие коррозии и загрязнений, дефектов, механических повреждений, целостность корпусов, разъемов и соединительных кабелей составных частей комплекта.

### 6.2 Опробование

При опробовании иономера должны быть проведены работы в соответствии с разделом 3.3 РЭ.

6.3 Определение абсолютной погрешности вторичного измерительного преобразователя (ИП) проводят на установке, приведенной в приложении А.

6.3.1 Определение абсолютной погрешности ИП в режиме измерения “**Вольтметр (Еh)**” проводят в точках N равных минус 4000, минус 2500, минус 1000, минус 500, 0, 500, 1000, 2500, 4000 мВ следующим образом:

Подавая на вход ИП напряжение с компаратора, соответствующее указанным выше значениям  $N$ , измеряют напряжение в каждой точке  $N$  нажатием кнопки **“ИЗМ”** на панели управления. Считывают показания ИП, соответствующие входному напряжению. Измерения проводят в каждой точке не менее трех раз. Рассчитывают среднее значение результатов измерений.

Абсолютную погрешность ИП для каждого значения напряжения рассчитывают по формуле

$$\Delta = N_x - N, \quad (1)$$

где  $\Delta$  - абсолютная погрешность преобразователя, мВ;

$N_x$  – среднее значение показаний ИП, мВ;

$N$  - значение, устанавливаемое на компараторе, мВ.

Абсолютная погрешность не должна превышать  $\pm 0,20$  мВ.

6.3.2 Определение абсолютной погрешности ИП при измерении температуры в режиме работы **“Термометр”** проводят в точках  $N$  равных минус 5, 0, 20, 40, 60, 80, 100, 150 °С следующим образом:

К разъему ИП **“Т”** подключают магазин сопротивлений. Устанавливают на магазине сопротивлений последовательно значения сопротивления (приложение Б), соответствующие указанным выше значениям  $N$ , проводят измерение температуры в каждой точке нажатием кнопки **“ИЗМ”** на панели управления. Считывают показания ИП, соответствующие входному сопротивлению. Измерения проводят в каждой точке не менее трех раз. Рассчитывают среднее значение результатов измерений.

Абсолютную погрешность ИП для каждого значения температуры рассчитывают по формуле

$$\Delta = T_x - T_N, \quad (2)$$

где  $\Delta$  - абсолютная погрешность преобразователя, °С;

$T_x$  – среднее значение показаний ИП, °С;

$T_N$  - значение в проверяемой точке, °С, соответствующее установленному сопротивлению по приложению Б.

Абсолютная погрешность не должна превышать  $\pm 0,3$  °С.

6.3.3 Определение абсолютной погрешности ИП при измерении показателя активности ионов рХ (рН) в режиме **“рН-метр - иономер”** проводят на примере измерения рСl следующим образом:

Ионометрический канал предварительно градуируют для работы в диапазоне измеряемых значений э.д.с. и рХ.

Устанавливают режим работы ИП **“рН-метр-иономер”**, нажимают кнопку **“ИОН”** и кнопками **“←”** и **“→”** выбирают **“Сl”**. На дисплее появится надпись:

**Сl Заряд -  
35.4530 М.М.**

Нажимают кнопку **“ВВОД”**.

Производят градуировку (калибровку) ИП по двум точкам. Для этого нажима-

ют кнопку **“КЛБ”**. На дисплее появится окно с надписью:

**00.000 pX Cl**  
**0000.0 мВ n1**

Выбирают количество точек градуировки нажатием кнопки **“N”**. Появится надпись:

**Число точек**  
**x**

Кнопками **“←”** и **“→”** устанавливают число **2** и нажимают кнопку **“ВВОД”**. На дисплее появится окно с обозначением номера точки градуировки в нижней строке:

**xx.xxx pX Cl**  
**xxxx.x мВ n1**

Подают от компаратора на вход ИП напряжение **-1164 мВ**. Нажимают кнопку **“ЧИСЛ”**. Появится сообщение **“Введите число”**. Набирают на клавиатуре число **20** и нажимают кнопку **“ВВОД”**. Появится запрос:

**Ввод изменения ?**  
**ДА - ВВОД НЕТ - ОТМ**

Нажимают кнопку **“ВВОД”**. Появится надпись:

**20,000 pX Cl**  
**xxxx.x n1**

Нажимают кнопку **“ИЗМ”**. На дисплее появится надпись:

**КАЛИБР. pX 0 : 02**  
**xxxx.x мВ**

Начнется измерение напряжения и отсчет времени измерения. После того, как показания напряжения установятся до постоянного значения, нажимают кнопку **“ВВОД”**. После запроса:

**Ввод изменения ?**  
**Да - ВВОД Нет - ОТМ**

Нажимают кнопку **“ВВОД”**. На дисплее появится надпись:

**20,000 pX Cl**  
**-1164.0 мВ n1**

Переходят ко второй точке градуировки. Для этого кнопкой **“→”** устанавливают на дисплее окно с обозначением **n2** в нижней строке. Подают от компаратора на вход ИП напряжение **1164 мВ**. Нажимают кнопку **“ЧИСЛ”**. Появится надпись **“Введите число”**. Набирают на клавиатуре число **-20** и нажимают кнопку **“ВВОД”**. Далее выполняют операции так же, как и для первой точки градуировки. После окончания градуировки нажимают кнопку **“ОТМ”**.

Подавая на вход ИП (**“ИЗМ”**) с компаратора последовательно напряжение согласно приложению В, проводят измерение рХ нажатием кнопок **“ИЗМ”** и **“рХ”**

на панели управления. Считывают значение  $pX$ , соответствующее данному напряжению. Измерения проводят в каждой точке не менее трех раз. Рассчитывают среднее значение результатов измерений.

Абсолютную погрешность ИП для каждого значения  $pX$  рассчитывают по формуле

$$\Delta = pX_x - pX_N, \quad (3)$$

где  $\Delta$  - основная абсолютная погрешность измерительного преобразователя,  $pX$ ;

$pX_x$  - среднее значение показаний ИП,  $pX$ ;

$pX_N$  - значение  $pX$  в проверяемой точке, соответствующее установленному напряжению по приложению В.

Абсолютная погрешность измерения  $pX$  не должна превышать  $\pm 0,005$  рСІ.

6.4 Определение погрешности ИП при измерении  $pX$  (рН) в рабочем диапазоне температур анализируемой среды в режиме термокомпенсации проводят на установке, (приложение А), сличением показаний ИП с табличными значениями  $pX$ , соответствующими диапазону измерений, приведенными в приложении Г.

Устанавливают режим измерения рН. Для этого входят в режим работы ИП “рН-метр-иономер”, нажимают кнопку “ИОН”, кнопками “←” и “→” выбирают “рН” и нажимают кнопку “ВВОД”. Нажимают кнопку “КЛБ”. На дисплее появится окно с надписью:

**0.000 рХ    рН**  
**0.0 мВ    n1**

Входят в режим ввода параметров термокомпенсации нажав кнопку “ТК”. На дисплее появится надпись:

**Термокомпенсация**  
**xxxx.x мВ**

Нажимают кнопку “ЧИСЛ”. После сообщения “Введите число” набирают на клавиатуре число, соответствующее значению изопотенциальной точки в милливольтгах, указанному в паспорте на электрод, например для “Эком-рН” -1953,0 и нажимают кнопку “ВВОД”. Появится запрос:

**Ввод изменения ?**  
**ДА - ВВОД    НЕТ - ОТМ**

Нажимают кнопку “ВВОД”. Появится надпись:

**Термокомпенсация**  
**-1953,0 мВ**

Нажимают кнопку “ВВОД”. Появится надпись:

**Термокомпенсация**  
**xx.xxx рН**

Нажимают кнопку “ЧИСЛ”. После сообщения “Введите число” набирают на клавиатуре число, соответствующее значению изопотенциальной точки в ед.  $pX$  (рН), указанному в паспорте на электрод, например для “Эком-рН” 1,7 и нажимают кнопку “ВВОД”. Появится запрос:

**Ввод изменения ?**  
**ДА - ВВОД НЕТ – ОТМ**

Нажимают кнопку “**ВВОД**”. Появится надпись:

**Термокомпенсация**  
**1.700 рН**

Нажимают последовательно кнопки “**ВВОД**” и “**ОТМ**”.

Для ввода значения температуры нажимают кнопку “**ТК**” и с помощью кнопок “←” и “→” устанавливают окно с надписью:

**Ввод температуры**  
**Ручной**

Нажимают кнопку “**ЧИСЛ**”. После сообщения “**Введите число**” вводят значение температуры 20 °С, набрав на клавиатуре число 20, и дважды нажимают кнопку “**ВВОД**”.

Подавая на вход ИП (“ИЗМ”) с компаратора последовательно значения напряжения согласно приложению Г, соответствующие температуре раствора 20 °С, проводят измерение рХ нажатием кнопок “**ИЗМ**” и “**рХ**” на панели управления. Считывают значение рХ, соответствующее данному напряжению.

Аналогично вводят значение температуры 60 °С и проводят измерение рХ, подавая на вход ИП (“ИЗМ”) с компаратора последовательно значения напряжения согласно приложению Г, соответствующие температуре раствора 60 °С. Измерения проводят в каждой точке не менее трех раз и рассчитывают среднее значение результатов измерений.

Погрешность ИП для каждого значения рХ рассчитывают по формуле

$$\Delta = pX_{и} - pX_{N}, \quad (4)$$

где  $\Delta$  - абсолютная погрешность измерительного преобразователя, рХ;

$pX_{и}$  – среднее значение показаний ИП, рХ;

$pX_{N}$  - значение рХ в проверяемой точке, соответствующее установленному напряжению по приложению Г.

Абсолютная погрешность измерения рН не должна превышать  $\pm 0,005$ .

6.5 Определение абсолютной погрешности иономера при измерении рН проводят в комплекте с измерительным электродом “Эком-рН” по рабочим эталонам рН 2-го разряда (буферным растворам) с номинальными значениями рН=9,18; 6,86; 4,01; 1,65 при 25 °С, приготовленным из стандарт-титров по ТУ 2642-001-42218836-96. Температура рабочих эталонов при градуировке и измерениях поддерживается с точностью  $\pm 0,1$  °С.

Подключают к разъему “ИЗМ” ИП измерительный электрод типа “Эком-рН”, к разъему “ВСП” электрод сравнения хлорсеребряный ЭВЛ-1МЗ. Электроды устанавливают в штатив ШЛ-4 и помещают в стакан лабораторный с рабочим эталонном.

Включают прибор нажатием кнопки “**ВКЛ**”, входят в режим работы ИП “**рН-метр-иономер**”, нажимают кнопку “**ИОН**”, кнопками “←” и “→” выбирают “**рН**” и нажимают кнопку “**ВВОД**”.



Проводят градуировку ИП по трем точкам в рабочих эталонах с рН=9,18; 6,86 и 1,65. Для этого нажимают кнопку “КЛБ”. На дисплее появится окно с надписью:

**0.000 рХ рН**  
**0.0 мВ n1**

Нажимают кнопку “N”. На дисплее появится надпись:

**Число точек**  
**2**

Кнопками “←” и “→” устанавливают число 3 и нажимают кнопку “ВВОД”. На дисплее появится окно с надписью:

**xx.xxx рХ рН**  
**xxxx.x мВ n1**

Опускают электроды в рабочий эталон с рН = 9,18. Нажимают кнопку “ЧИСЛ”. После сообщения “Введите число” набирают на клавиатуре число 9,18 и нажимают кнопку “ВВОД”. Появится запрос:

**Ввод изменения ?**  
**Да - ВВОД Нет - ОТМ**

Нажимают кнопку “ВВОД”. Появится надпись:

**9,18 рХ рН**  
**xxxx.x мВ n1**

Нажимают кнопку “ИЗМ”. На дисплее появится надпись:

**КАЛИБР. рХ 0 : 02**  
**xxxx.x мВ**

Начнется измерение э.д.с. и отсчет времени измерения. После установления постоянного значения э.д.с. (изменение не более 1 мВ/мин), нажимают кнопку “ВВОД”. Появится запрос:

**Ввод изменения ?**  
**Да - ВВОД Нет - ОТМ**

Нажимают кнопку “ВВОД”. Появится надпись:

**9,18 рХ рН**  
**xxxx.x мВ n1**

Вынимают электроды из первого рабочего эталона, промывают дистиллированной водой, осушают фильтровальной бумагой и опускают во второй рабочий эталон с рН=6,86.

Переходят ко второй точке градуировки. Для этого кнопкой “→” устанавливают на дисплее окно с обозначением n2 в нижней строке. Нажимают кнопку “ЧИСЛ”. После сообщения “Введите число” набирают на клавиатуре число 6,86 и нажимают кнопку “ВВОД”. Далее операции градуировки проводят так же, как и по первому рабочему эталону.

Аналогичным образом проводят градуировку по третьей точке с рабочим эталоном, имеющим рН=1,65.

После окончания градуировки нажимают кнопку “ОТМ” и проводят измере-

ние рН в рабочем эталоне с рН=4,01. При этом входят в режим измерения, нажав кнопки “ИЗМ”, “рХ” и считывают показания иономера. Измерения повторяют не менее трех раз. Результаты измерений усредняют, если максимальное расхождение между ними не превышает погрешности иономера. При получении выпадающего результата измерение повторяют.

Абсолютную погрешность  $\Delta$  рассчитывают по формуле

$$\Delta = \text{pH}_x - \text{pH}, \quad (5)$$

где  $\Delta$  - абсолютная погрешность иономера, рН;

$\text{pH}_x$  - среднее значение показаний иономера;

рН- значение рН рабочего эталона при температуре измерения (приложение Д).

Абсолютная погрешность измерения рН не должна превышать  $\pm 0,03$ .

6.6 Определение абсолютной погрешности иономера при измерении температуры в режиме “Термометр” проводят методом непосредственного сличения результатов измерения температуры воды эталонным термометром и термодатчиком иономера в трех точках диапазона измерения температуры, расположенных на начальном  $(5 \pm 5) ^\circ\text{C}$ , среднем  $(20 \pm 5) ^\circ\text{C}$  и конечном  $(60 \pm 5) ^\circ\text{C}$  участках диапазона термокомпенсации.

Температурный датчик и эталонный термометр погружают в термостатированный сосуд с интенсивно перемешиваемой водой. Поддержание температуры осуществляется с точностью  $\pm 0,1 ^\circ\text{C}$ . Измерения в каждой точке проводят не менее трех раз и рассчитывают среднее значение.

Значение абсолютной погрешности при измерении температуры вычисляют по формуле

$$\Delta = T_{\text{и}} - T_0, \quad (6)$$

где  $T_{\text{и}}$  - среднее значение температуры, измеренное иономером,  $^\circ\text{C}$ ;

$T_0$  - значение температуры, измеренное эталонным термометром,  $^\circ\text{C}$ .

Результаты испытаний считаются положительными, если абсолютная погрешность измерения температуры не превышает  $\pm 0,5 ^\circ\text{C}$ .

## 7 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

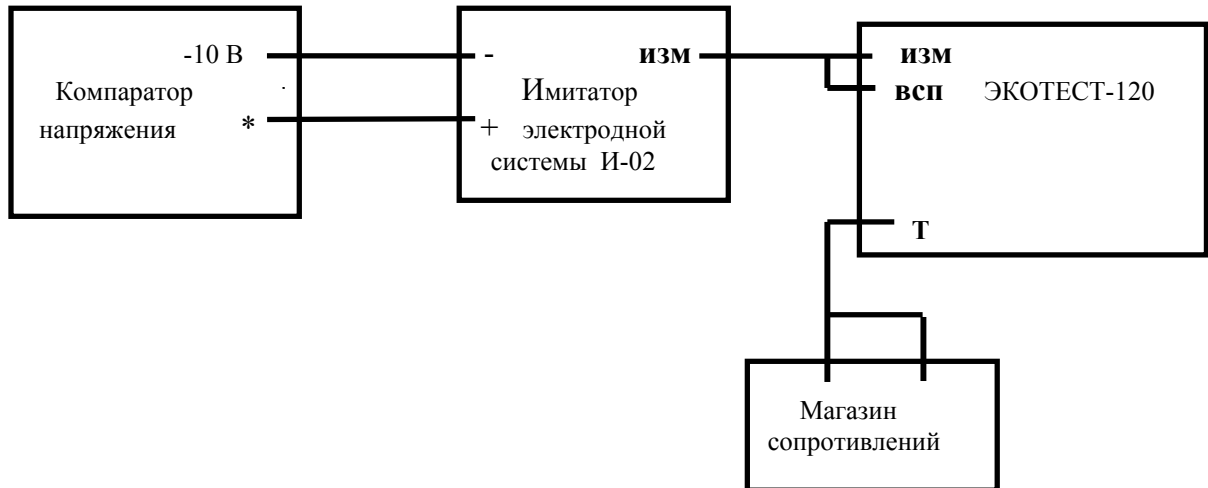
7.1 Положительные результаты поверки оформляют путем выдачи “Свидетельства о поверке” или нанесением оттиска поверительного клейма на техническую документацию или на иономер в соответствии с ПР 50.2.006 и ПР 50.2.007.

7.2 При отрицательных результатах поверки “Свидетельство о поверке” аннулируют, оттиск поверительного клейма гасят и выдают “Извещение о непригодности” с указанием причин по ПР50.2.006 или делают соответствующую запись в технической документации. Иономер к применению не допускают.

## ПРИЛОЖЕНИЕ А

(обязательное)

## Схема установки для проведения испытаний



**ПРИЛОЖЕНИЕ Б**  
**(обязательное)**

**Номинальные значения сопротивлений температурного датчика Pt-1000  
при различных температурах**

Температура °С	- 5	0	20	40	60	80	100	150
Сопротивление температурного датчика, Ом	980,7	1000,0	1075,5	1151,4	1226,0	1300,5	1375,0	1558,0

**Номинальные значения сопротивлений температурного датчика \_\_\_\_\_  
при различных температурах**

Температура °С	- 5	0	20	40	60	80	100	150
Сопротивление температурного датчика, Ом								

## ПРИЛОЖЕНИЕ В

(обязательное)

**Таблица значений э.д.с. электродной системы с ненормированными координатами изопотенциальной точки для однозарядных ионов**

рХ	э.д.с., мВ
-20	1164,0
-15	873,0
-10	582,0
-5	291,0
-1	58,2
0	0
1	-58,2
5	-291,0
10	-582,0
15	-873,0
20	-1164,0

## ПРИЛОЖЕНИЕ Г

(обязательное)

**Таблица значений э.д.с. электродной системы с нормированными координатами изопотенциальной точки ( $E_{н} = -1953,0$  мВ;  $pX_{н} = 1,7$ )**

pX	Температура раствора, °С	
	20	60
-20	-690,80	-518,90
-15	-981,60	-849,10
-10	-1272,40	-1179,80
-5	-1563,30	-1510,20
-1	-1796,00	-1774,60
0	-1854,10	-1840,60
1	-1912,30	-1906,80
5	-2145,00	-2171,10
10	-2435,80	-2501,60
15	-2726,60	-2832,00
20	-3017,40	-3162,50

**ПРИЛОЖЕНИЕ Д**  
**(обязательное)**

**Зависимость значений рН рабочих эталонов 2-го разряда от температуры**

Температура, °С	Калий тетраоксалат 0,05 м	Калий гидрофталат 0,05 м	Калий дигидрофосфат 0,025 м, натрий моногидрофосфат 0,025 м	Натрий тетраборат 0,01 м
0	1,62	4,00	6,96	9,45
5	1,63	4,00	6,94	9,39
10	1,64	4,00	6,91	9,33
15	1,64	4,00	6,89	9,28
20	1,64	4,00	6,87	9,23
25	1,65	4,01	6,86	9,18
30	1,65	4,01	6,84	9,14
37	1,65	4,02	6,83	9,09
40	1,65	4,03	6,82	9,07
50	1,65	4,05	6,81	9,01
60	1,66	4,08	6,82	8,97
70	1,67	4,12	6,83	8,93
80	1,69	4,16	6,85	8,91
90	1,72	4,21	6,90	8,90
95	1,73	4,24	6,92	8,89

