



УТВЕРЖДАЮ

Руководитель ГЦИ СИ ФГУП «СНИИМ»

 В.И. Евграфов

« 20 » августа 2009 г

**рН-метр-термометр
НИТРОН-рН**

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

ИНК 400.00.000 МП

С ИЗМЕНЕНИЕМ №1,
утвержденным
ГЦИ СИ «ФГУП СНИИМ»
20 сентября 2014 года

г. Новосибирск
2009 г.

Настоящая методика поверки (МП) распространяется на рН-метр-термометр НИТРОН-рН предназначенный для измерения показателя активности ионов водорода (далее рН), окислительно-восстановительного потенциала (далее Eh), температуры в жидких средах и устанавливает методы и средства его первичной и периодической поверок.

Периодичность поверки - один раз в год.

Поверка проводится органами метрологической службы, аккредитованными на право поверки в установленном порядке.

1 Операции поверки

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

1.2 Определение основной абсолютной погрешности измерения рН допускается проводить по 6.3.3.1 или 6.3.3.2.

Таблица 1 – Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта МП	Проведение операции при поверке	
		первичной	периодической
Внешний осмотр	6.1	Да	Да
Проверка программного обеспечения	6.3.10	Да	Нет
Опробование	6.2	Да	Да
Определение времени установления показаний	6.3.1	Да	Нет
Определение основной абсолютной погрешности измерения Eh	6.3.4	Да	Да
Определение основной абсолютной погрешности измерения рН	6.3.3	Да	Да
Определение основной абсолютной погрешности измерения температуры	6.3.2	Да	Да
Определение дополнительной погрешности от влияния напряжения питания	6.3.5	Да	Нет
Определение дополнительной погрешности от влияния температуры измеряемого раствора	6.3.6	Да	Нет
Определение дополнительной погрешности от влияния сопротивления в цепи измерительного электрода	6.3.7	Да	Да
Определение дополнительной погрешности от влияния сопротивления в цепи вспомогательного электрода	6.3.8	Да	Нет
Определение нестабильности показаний	6.3.9	Да	Нет

2 Средства поверки

2.1 Средства измерений, используемые при поверке должны быть поверены в установленном порядке.

2.2 Перечень оборудования и средств измерений, используемых при поверке, приведен в таблице 2.

Таблица 2 – Средства поверки

Номер пункта методики поверки	Наименование и тип средств поверки	Основные технические характеристики
6.2, 6.3.1, 6.3.3.1, 6.3.4, 6.3.5 – 6.3.9	Компаратор напряжения Р3003	Диапазон измерения от 0 до 2,1 В, класс точности 0,02
6.3.1, 6.3.7, 6.3.8	Имитатор электродной системы И-02	Погрешность ± 5 мВ, диапазон измерения напряжения ± 2 В
6.2, 6.3.1, 6.3.3.1, 6.3.4 6.3.5 – 6.3.9	Вольтметр В7-46	Диапазон измерения от 0 до 2 В, класс точности 0,02
6.3.5.2	Вольтметр В7-21А	Диапазоны измерений: напряжений от 0 до 500 В; токов от 10^{-3} до 1 А. Класс точности 0,2
6.2, 6.3.1, 6.3.3.1 6.3.5 – 6.3.9	Магазин сопротивлений Р33	Класс точности 0,2, предел измерений 10^4 Ом
6.3.5.2	Источник питания постоянного тока Б5-47	Рабочий ток до 5А, диапазон напряжений от 0 до 29,9 В
6.2, 6.3.1, 6.3.2, 6.3.3, 6.3.4, 6.3.5.1 6.3.6 – 6.3.9	Лабораторный автотрансформатор РНО – 250 - 05	Диапазон напряжений от 0 до 250 В, мощность нагрузки 0,5 кВт
6.3.1	Секундомер СОПСпр-2а-3;	ТУ 25-1819.0021-90
6.3.2	Термостат жидкостный VT18-1	Диапазон поддерживаемой температуры от 20 °С до 100 °С Точность поддержания температуры $\pm 0,1$ °С
6.3.2	Термометр ЛТ-300	Диапазон измерения от 0 до 100 °С; цена деления от $0,01^0$ С
6.3.3.2	Комбинированный рН электрод	Диапазон измерений от 0 до 12 рН. Значение рНи от 6,5 до 7,5 рН. Значение Еи от минус 50 до 50 мВ
6.3.3.2	Стандарт – титры для приготовления буферных растворов рабочих эталонов рН второго разряда	ГОСТ 8.135
6.3.3.2	Вода дистиллированная	ГОСТ 6709

2.3 Оборудование, приведенное в таблице 2, может быть заменено аналогичным, обеспечивающим определение метрологических характеристик поверяемых средств измерений с требуемой точностью.

Имитатор электродной системы (далее имитатор) может быть заменен системой из двух резисторов, имитирующих сопротивление электродов, а компаратор напряжения (далее компаратор) – цифровым вольтметром постоянного тока.

3 Требования безопасности

3.1 При проведении поверки необходимо соблюдать «Правила техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителем», «Правила эксплуатации электроустановок потребителем» а также требования ГОСТ 12.2.007.0 «Изделия электротехнические. Общие требования безопасности».

4 Условия поверки

4.1 Поверку проводят при следующих условиях:

- температура окружающего воздуха плюс $(20 \pm 2) ^\circ\text{C}$;
- относительная влажность воздуха не более 80%;
- атмосферное давление от 86 до 106 кПа;
- напряжение питания сети переменного тока $(220 \pm 10) \text{ В}$, $(50 \pm 0,5) \text{ Гц}$;
- напряжение питания постоянного тока $(3,0 \pm 0,2) \text{ В}$.

5 Подготовка к поверке

5.1 Для проведения поверки необходимо собрать стенд в соответствии со схемами, приведенными в приложениях А (с использованием имитатора и компаратора) или Б (с использованием системы резисторов и цифрового вольтметра).

В случае использования системы резисторов и цифрового вольтметра имитацию установки напряжения на выходе электродной системы проводить путем вращения резистора R1 (рисунок Б.1), величину напряжения измерять цифровым вольтметром, скачкообразное изменение напряжения обеспечивать путем замыкания (от $\pm 1500 \text{ мВ}$ до 0 мВ) или размыкания (от 0 мВ до $\pm 1500 \text{ мВ}$) тумблера SA1 (рисунок А1), имитацию изменения сопротивлений электродов проводить путем подсоединения или отсоединения резисторов R4 и R5 (рисунок Б.1), при этом резистор R5 следует подсоединять между разъемом ВСП. прибора и клеммой «-» выхода «Евн» источника ЭДС, а резистор R4 – между разъемом ИЗМ. прибора и клеммой «+» выхода «Евн» источника ЭДС (рисунок Б.1).

6 Проведение поверки

6.1 Внешний осмотр

6.1.1 При внешнем осмотре должно быть установлено соответствие поверяемого рН-метра-термометра НИТРОН-рН следующим требованиям:

- комплектность (без запасных частей) – в соответствии с паспортом;
- отсутствие следов коррозии и загрязнений;
- надписи и маркировки, нанесенные на корпус преобразователя измерительного (далее прибора) должны быть четкими и содержать следующую информацию:
 - условное обозначение;
 - товарный знак предприятия- изготовителя;
 - порядковый номер по системе нумерации предприятия - изготовителя;
 - обозначение органов управления.
- прибор не должен иметь внешних повреждений (разбитое стекло на передней панели, расшатанные или поврежденные гнезда, кнопки и т.д.), должна быть сохранена целостность пломбы (наклейки), нанесенной на корпус прибора.

6.1.2 Результат операции поверки считать положительным, если комплектность соответствует указанной в паспорте и не выявлено внешних повреждений прибора.

В противном случае прибор бракуют и к дальнейшей поверке не допускают.

6.2 Опробование

6.2.1 Установить в отсек на задней панели прибора батареи гальванических элементов или соединить разъем ИСТОЧНИК ПИТАНИЯ прибора с преобразователем статическим из комплекта поверяемого прибора, подключить его к сети 220 В, включить прибор с помощью кнопки ВКЛ. и прогреть не менее 10 мин.

6.2.2 Подключить к разъему ИЗМ. прибора выход компаратора, а к разъему ТЕРМОКОМПЕНСАТОР магазин сопротивлений.

6.2.3 Установить на поверяемом приборе режим измерения температуры кнопками «◀» или «▶». Путем изменения величины сопротивления магазина, установить на табло поверяемого прибора значение температуры ($25 \pm 0,1$) °С;

6.2.4 На выходе компаратора установить величину напряжения 0,0 В;

6.2.5 Перевести прибор в режим измерения Eh кнопками «◀» или «▶». Через 2-3 с показания табло поверяемого прибора должны находиться в пределах от минус 0,5 мВ до плюс 0,5 мВ.

6.2.6 Установить режим измерения рН кнопками «◀» или «▶» и провести градуировку в следующем порядке:

- установить значение рНи равным 7,00 рН. Для этого нажать кнопку «рНи» на панели прибора. Кнопками «◀» или «▶» выбрать значение рНи равное 7,00 рН. Вновь нажать кнопку «рНи».

- установить на выходе компаратора величину напряжения 316,5 мВ (имитация буферного раствора со значением 1,65 рН).

- нажать кнопку «ГРАДУИРОВКА» на панели прибора. Установить число стандартов «5» и нажать кнопку «ГРАДУИРОВКА». После этого в нижней правой части табло прибора должно отобразиться значение рН буферного раствора «1,65 рН». Если показание на табло отличается от указанного значения, то необходимо установить его кнопками «◀» или «▶».

- вновь нажать кнопку «ГРАДУИРОВКА» для продолжения градуировки по другим растворам.

- устанавливать последовательно на выходе компаратора значения напряжения, соответствующие имитации буферных растворов со значениями 4,01; 6,86; 9,18; 12,43 рН и нажимать кнопку «ГРАДУИРОВКА» после установки каждого из следующих значений:

176,9 мВ для имитации буферного раствора 4,01 рН;

8,3 мВ для имитации буферного раствора 6,86 рН;

минус 129 мВ для имитации буферного раствора 9,18 рН;

минус 321,2 мВ для имитации буферного раствора 12,43 рН.

(при этом после установки каждого из значений проверять на табло прибора отображенное значение рН и при необходимости устанавливать требуемое значение, кнопками «◀» или «▶»).

6.2.7 Установить на выходе компаратора величину напряжения 0 мВ. Показания прибора должны соответствовать ($7,00 \pm 0,02$) рН

6.2.8 Результат операции проверки считать положительным, если обеспечена возможность выполнения указаний, приведенных в 6.2.1 – 6.2.7.

В противном случае прибор бракуют и к дальнейшей проверке не допускают.

6.3 Определение метрологических характеристик.

6.3.1 Определение времени установления показаний.

6.3.1.1 Определение времени установления показаний прибора при измерении Eh проводить в указанной далее последовательности.

Установить на поверяемом приборе режим измерения Eh.

Подключить компаратор к гнездам «Евн» имитатора, а выход имитатора к разъемам ИЗМ., ВСП. прибора.

Установить на имитаторе сопротивление основного электрода равным 500 МОм, а сопротивление вспомогательного электрода равным 20 кОм.

Установить на выходе компаратора напряжение равным 1500 мВ. Дождаться установления показаний на табло ($1500 \pm 2,0$) мВ. Зафиксировать показания.

Установить на выходе компаратора напряжение 0 мВ. Дождаться установления показаний на табло.

Установить скачком напряжение 1500 мВ на выходе компаратора.

Определить время установления показаний по секундомеру, с момента подачи напряжения 1500 мВ до момента отображения на табло прибора показаний ($1500 \pm 2,0$) мВ.

Аналогичные измерения провести при изменении напряжения на выходе компаратора от 1500 до 0 мВ, от 0 до минус 1500 мВ и от минус 1500,0 до 0 мВ.

Результат операции поверки считать положительным если время установления показаний при измерении E_h не превышает 10 с.

В противном случае прибор бракуют и к дальнейшей поверке не допускают.

6.3.1.2 Определение времени установления показаний прибора при измерении рН проводить в указанной далее последовательности.

Установить на поверяемом приборе режим измерения рН.

Установить на имитаторе сопротивление измерительного электрода равным 500 МОм, а сопротивление вспомогательного электрода равным 20 кОм.

Установить на выходе компаратора напряжение равным 407,2 мВ. Дождаться установления показаний на табло ($0,00 \pm 0,02$) рН. Зафиксировать показания.

Установить на выходе компаратора напряжение 0 мВ. Дождаться установления показаний на табло ($7,00 \pm 0,02$) рН.

Установить скачком напряжение 407,2 мВ на выходе компаратора.

Определить время установления показаний по секундомеру, с момента подачи скачка напряжения 407,2 мВ до момента отображения на табло прибора показаний ($0,00 \pm 0,02$) рН.

Аналогичные измерения произвести при изменении напряжения на выходе компаратора от 407,2 до 0 мВ, от 0 до минус 407,2 мВ и от минус 407,2 до 0 мВ. Показания прибора при установлении напряжения минус 407,2 мВ должны соответствовать ($14,00 \pm 0,02$) рН.

Результат операции поверки считать положительным, если время установления показаний при измерении рН не превышает 10 с.

В противном случае прибор бракуют и к дальнейшей поверке не допускают.

6.3.2 Определение основной абсолютной погрешности измерения температуры

Определение основной абсолютной погрешности измерения температуры прибором проводить в указанной далее последовательности.

Отсоединить от поверяемого прибора магазин сопротивления и подсоединить термокомпенсатор к разъему ТЕРМОКОМПЕНСАТОР.

Установить на поверяемом приборе режим измерения температуры.

Поместить термокомпенсатор и образцовый термометр в термостат с интенсивно перемешиваемой водой, имеющей температуру (25 ± 5) °С на глубину не менее 50 мм. После стабилизации показаний зафиксировать показания на табло поверяемого прибора и термометра.

Аналогичные измерения провести при температуре воды (50 ± 5) °С и (75 ± 5) °С.

Основную абсолютную погрешность измерения температуры прибором рассчитывают по формуле (1):

$$\Delta = t_{\text{ИЗМ}} - t_{\text{ЭТ}} \quad (1)$$

где:

Δ - основная абсолютная погрешность измерения температуры прибором, °С;

$t_{\text{ИЗМ}}$ - значение температуры воды, считанное с табло поверяемого прибора, °С;

$t_{\text{ЭТ}}$ - значение температуры воды, измеренное эталонным термометром, °С.

После проведения измерений установку восстановить в соответствии с используемой схемой (рисунки А.1 или Б.1).

Результат операции поверки считать положительным, если основная абсолютная погрешность прибора при измерении температуры не превышает 0,2 °С.

В противном случае прибор бракуют и к дальнейшей поверке не допускают.

6.3.3 Определение основной абсолютной погрешности измерения рН.

6.3.3.1 Определение основной абсолютной погрешности измерения рН прибором проводить в указанной далее последовательности.

Подключить компаратор к разъемам ИЗМ., ВСП. прибора.

Отсоединить термокомпенсатор и подсоединить магазин сопротивлений к разъему ТЕРМОКОМПЕНСАТОР поверяемого прибора.

Установить значение имитируемой температуры равной $(20 \pm 0,1)$ °С путем изменения величины сопротивления магазина.

Установить на поверяемом приборе режим измерения рН.

Устанавливать на выходе компаратора значение ЭДС в соответствии с таблицей 3 и после установления показаний считывать с табло поверяемого прибора значения рН;

Одновременно со снятием показаний прибора фиксировать дискретность отсчета цифровой индикации.

Таблица 3 - Значения ЭДС на выходе компаратора в зависимости от имитируемого значения рН.

Значение показателя активности ионов водорода, рН	Температура раствора, °С					
	0	20	40	60	80	100
Значение напряжения на выходе компаратора, мВ						
0	379,4	407,2	434,9	462,7	490,6	518,3
2	271,0	290,8	310,7	330,5	350,3	370,2
4	162,6	174,5	186,4	198,3	210,2	222,1
6	54,2	58,2	62,1	66,1	70,1	74,0
7	0	0	0	0	0	0
8	-54,2	-58,2	-62,1	-66,1	-70,1	-74,0
10	-162,6	-174,5	-186,4	-198,3	-210,2	-222,1
12	-271,0	-290,8	-310,7	-330,5	-350,3	-370,2
14	-379,4	-407,2	-434,9	-462,7	-490,6	-518,3

Основную абсолютную погрешность прибора в режиме измерения рН рассчитывают по формуле (2):

$$\Delta_{\text{рН}} = \hat{E}_1 - K_{\text{рН}} \quad (2)$$

где:

$\Delta_{\text{рН}}$ - основная абсолютная погрешность измерения рН прибором, рН;

\hat{E}_1 - показание прибора, рН;

$K_{\text{рН}}$ - значения рН соответствии с таблицей 3 при температуре раствора 20 °С, рН.

Результат операции поверки считать положительным, если основная абсолютная погрешность прибора при измерении рН не превышает 0,02 рН.

В противном случае прибор бракуют и к дальнейшей поверке не допускают.

6.3.3.2 Определение основной абсолютной погрешности измерения рН прибором в составе с рН электродом проводить в указанной далее последовательности.

Приготовить буферные растворы по ГОСТ 8.135 из стандарт-титров не ниже второго разряда со значениями равными 1,65; 4,01; 6,86; 9,18 рН при температуре 25 °С.

Значения рН буферных растворов в зависимости от температуры раствора приведены в таблице 4.

Таблица 4 - Значения рН буферных растворов в зависимости от температуры раствора

Температура, °С	Раствор			
	1,65 рН	4,01 рН	6,86 рН	9,18 рН
0	-	4,00	6,96	9,48
5	-	4,00	6,94	9,41
10	1,64	4,00	6,91	9,35
15	1,64	4,00	6,89	9,29
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	9,13
37	1,65	4,02	6,83	9,07
40	1,65	4,03	6,82	9,05
50	1,65	4,05	6,81	9,98
60	1,66	4,08	6,82	8,93
70	1,67	4,12	6,83	8,90
80	1,69	4,16	6,85	8,88
90	1,72	4,21	6,90	8,84

Значения рН буферных растворов при промежуточных температурах определяют методом линейной интерполяции

Провести градуировку прибора по буферным растворам со значениями равными 1,65 и 9,18 рН.

Для проведения градуировки прибора выполнить следующие операции:

- промыть электрод дистиллированной водой с двукратной сменой воды. погрузить электрод и термокомпенсатор в буферный раствор со значением равным 1,65 рН и выдержать его до установления показаний прибора, но не менее трех минут;
- нажать кнопку «ГРАДУИРОВКА». на передней панели прибора, установить число стандартов «2» и нажать кнопку «ГРАДУИРОВКА» (после этого в левой нижней части табло прибора должно отобразиться значение рН буферного раствора 1,65 рН, скорректированное в соответствии с таблицей 4. Если значение отсутствует или не соответствует значениям, приведенным в таблице 6, установить нужное значение кнопками «◀» или «▶»);
- нажать кнопку «ГРАДУИРОВКА»;
- промыть электрод дистиллированной водой с двукратной сменой воды и остатки воды удалить с помощью фильтровальной бумаги.
- опустить в раствор со значением 9,18 рН и выдержать его до установления показаний прибора, но не менее трех минут (после этого в левой нижней части

табло прибора должно отобразиться значение рН буферного раствора 9,18 рН, скорректированное в соответствии с таблицей 4. Если значение отсутствует или не соответствует значениям, приведенным в таблице 4, установить нужное значение кнопками «◀» или «▶»);

- нажать кнопку «ГРАДУИРОВКА» (после нажатия кнопки прозвучит звуковой сигнал, означающий завершение градуировки прибора).

Провести измерения рН буферных растворов со значениями: 1,65, 4,01, 6,86 и 9,18 рН.

ВНИМАНИЕ: ПОСЛЕ КАЖДОГО ИЗМЕРЕНИЯ ПРОМЫВАТЬ ЭЛЕКТРОД ДИСТИЛЛИРОВАННОЙ ВОДОЙ С ДВУХКРАТНОЙ СМЕНОЙ ВОДЫ.

При расхождении измеренных значений со значениями рН буферных растворов более чем на 0,05 рН следует повторить градуировку и измерения.

Основную абсолютную погрешность измерения рН прибором в составе с рН электродом рассчитать по формуле:

$$\Delta_{рХ} = K_1 - K_{ЭТ} \quad (3)$$

где

$\Delta_{рХ}$ - основная абсолютная погрешность измерения рН прибором в составе с рН электродом, рН

K_1 - показание прибора, рН;

$K_{ЭТ}$ - значения рН буферных растворов в соответствии с таблицей 4 при температуре раствора $(20 \pm 5)^\circ\text{C}$, рН;

Результат операции поверки считать положительным, если основная абсолютная погрешность измерения рН прибором в составе с рН электродом не превышает 0,05 рН.

В противном случае прибор бракуют и к дальнейшей поверке не допускают.

6.3.4 Определение основной абсолютной погрешности измерения Eh

Определение основной абсолютной погрешности измерения Eh прибором проводить в указанной далее последовательности.

Подключить компаратор к разъемам ИЗМ. и ВСП. поверяемого прибора

Установить на приборе режим измерения Eh.

Устанавливать на выходе компаратора напряжения ± 1500 мВ, $\pm 750,0$ мВ, $\pm 375,0$ мВ, $\pm 187,5$ мВ, $\pm 93,7$ мВ и $\pm 46,9$ мВ и после установления показаний считывать с табло поверяемого прибора значения Eh.

Основную абсолютную погрешность прибора в режиме измерения Eh определяют по формуле (4):

$$\Delta = E_2 - E_1 \quad (4)$$

где:

Δ - основная абсолютная погрешность измерения Eh прибором в режиме; мВ

E_1 - значение ЭДС, установленное на выходе компаратора, мВ;

E_2 - значение Eh, считанное с табло поверяемого прибора, мВ.

Результат операции поверки считать положительным, если основная абсолютная погрешность измерения Eh прибором не превышает:

± 1 мВ в диапазоне от минус 999,9 мВ до 999,9 мВ;

± 2 мВ в диапазоне от минус 1500 до минус 1000 мВ и от 1000 мВ до 1500 мВ.

В противном случае прибор бракуют и к дальнейшей поверке не допускают.

6.3.5 Определение дополнительных погрешностей от влияния напряжения питания.

6.3.5.1 Определение дополнительных погрешностей прибора от влияния напряжения питания при питании от сети переменного тока проводить в указанной далее последовательности.

Подсоединить выход компаратора к клеммам «Евн» имитатора электродной системы, а выход имитатора - к разъему ИЗМ. поверяемого прибора.

Подсоединить магазин сопротивлений к разъему ТЕРМОКОМПЕНСАТОР.

Установить с помощью лабораторного автотрансформатора напряжение сети переменного тока 220 В.

Провести измерения имитируемой температуры контролируемого раствора, значений рН и Еh в соответствии с 6.3.2, 6.3.3.1, 6.3.4.

Измерения рН и Еh в следует проводить в крайних точках рабочего диапазона.

Измерения имитируемой температуры раствора проводить в точках $(25 \pm 5)^\circ\text{C}$ и $(75 \pm 5)^\circ\text{C}$, устанавливая температуру путем изменения сопротивления магазина сопротивлений.

Провести аналогичные измерения, устанавливая с помощью лабораторного автотрансформатора напряжение сети переменного тока 187 и 242 В

Значение дополнительной погрешности прибора от влияния величины напряжения питания определяют по формуле (5):

$$\Delta = K_1 - K_2 \quad (5)$$

где:

Δ - значение дополнительной погрешности измеряемого параметра в зависимости от изменения влияющего фактора;

K_1 - показание прибора, полученное в условиях определения основной погрешности;

K_2 - показание прибора, полученное при изменении влияющего фактора.

Результат операции поверки считать положительным, если дополнительная погрешность прибора от влияния напряжения питания составляет не более 0,5 от основной погрешности измерений соответствующего параметра.

В противном случае прибор бракуют и к дальнейшей поверке не допускают.

6.3.5.2 Определение дополнительных погрешностей прибора от влияния напряжения питания при питании от батареи гальванических элементов проводить в указанной далее последовательности.

Установить величину напряжения источника питания постоянного тока равной 3 В.

Отсоединить преобразователь статический от разъема ИСТОЧНИК ПИТАНИЯ и подсоединить источник питания постоянного тока к клеммам «+3 В» и «-3 В» отсека для установки гальванических элементов прибора. Включить прибор при помощи кнопки ВКЛ.

Провести измерения величины температуры контролируемого раствора, рН и Еh в соответствии с 6.3.2, 6.3.3.1, 6.3.4.

Измерения проводить в следующих точках диапазона: в режиме измерения температуры – при температурах раствора $(25 \pm 5)^\circ\text{C}$ и $(75 \pm 5)^\circ\text{C}$; в режиме измерения рН и Еh – в крайних точках рабочего диапазона. Значения температуры устанавливать с помощью магазина сопротивлений.

Повторить измерения при напряжении источника питания 2,6 и 3,6 В.

Значение дополнительной погрешности прибора от влияния напряжения питания определяют по формуле (5).

После проведения измерений установку восстановить в соответствии с используемой схемой (рисунки А.1 или Б.1).

Результат операции поверки считать положительным, если дополнительная погрешность прибора от влияния напряжения питания составляет не более 0,5 от основной погрешности измерений соответствующего параметра.

В противном случае прибор бракуют и к дальнейшей поверке не допускают.

6.3.6 Определение дополнительной погрешности от влияния температуры измеряемого раствора

Определение дополнительной погрешности прибора от влияния температуры измеряемого раствора проводят в указанной далее последовательности.

Соединить прибор с источником питания, подключить его к сети 220 В, включить прибор с помощью кнопки ВКЛ.

Подсоединить выход компаратора к клеммам «Евн» имитатора электродной системы, а выход имитатора - к разъему ИЗМ. поверяемого прибора

Подсоединить магазин сопротивлений к разъему ТЕРМОКОМПЕНСАТОР поверяемого прибора;

Провести измерения в соответствии с пунктом 6.3.3.1 в крайних точках рабочего диапазона, при имитируемых температурах раствора (0, 20, 40, 60, 80, 100) °С. Значения температуры устанавливать с помощью магазина сопротивлений.

Значение дополнительной погрешности прибора от влияния температуры контролируемого раствора определить по формуле (5).

После окончания измерений установить температуру раствора равной 20° С.

Результат операции поверки считать положительным, если дополнительная погрешность прибора от влияния температуры контролируемого раствора составляет не более 1,5 от основной погрешности измерений рН.

В противном случае прибор бракуют и к дальнейшей поверке не допускают.

6.3.7 Определение дополнительной погрешности от влияния сопротивления в цепи измерительного электрода

Определение дополнительной погрешности прибора от влияния сопротивления в цепи измерительного электрода проводят в указанной далее последовательности.

Установить на выходе компаратора напряжение минус 407,2 мВ.

Установить на поверяемом приборе режим измерения рН.

Установить сопротивление R_i имитатора равным 0 МОм, сопротивление R равным 20 кОм. После установления показаний, считать с табло прибора измеренное значение рН.

Установить величину R_i равным 500 МОм. После установления показаний считать с табло прибора измеренное значение рН.

Аналогичные измерения провести при напряжении на выходе компаратора 407,2 мВ.

Значение дополнительной погрешности прибора от влияния сопротивления в цепи измерительного электрода определяют по формуле (5).

Результат операции поверки считать положительным, если дополнительная погрешность прибора от влияния сопротивления в цепи измерительного электрода составляет не более 0,5 от основной погрешности измерений рН.

В противном случае прибор бракуют и к дальнейшей поверке не допускают.

6.3.8 Определение дополнительной погрешности от влияния сопротивления в цепи вспомогательного электрода

Определение дополнительной погрешности прибора от влияния сопротивления в цепи вспомогательного электрода проводят в указанной далее последовательности:

Подключить выход имитатора к разъему ИЗМ. поверяемого прибора.

Установить режим измерения рН.

Установить сопротивление R имитатора равным 0 кОм.

Установить на выходе компаратора напряжение минус 407,2 мВ. После установления показаний считать с индикатора прибора измеренное значение рН.

Установить сопротивление R равным 20 кОм. После установления показаний считать с табло поверяемого прибора измеренное значение рН.

Аналогичные измерения провести при напряжении на выходе компаратора 407,2 мВ.

Значение дополнительной погрешности прибора от влияния сопротивления в цепи вспомогательного электрода определяют по формуле (5).

Результат операции поверки считать положительным, если дополнительная погрешность прибора от влияния сопротивления в цепи вспомогательного электрода составляет не более 0,5 от основной погрешности измерений рН.

В противном случае прибор бракуют и к дальнейшей поверке не допускают.

6.3.9 Определение нестабильности показаний

Определение нестабильности показаний прибора провести в указанной далее последовательности.

Провести измерения рН и E_h и имитируемой температуры через 10 минут и через 2 часа после включения прибора.

Измерения рН и E_h в следует проводить в крайних точках рабочего диапазона по 6.3.3.1, 6.3.4.

Измерения имитируемой температуры раствора в точках $(25 \pm 5)^\circ\text{C}$ и $(75 \pm 5)^\circ\text{C}$ проводить устанавливая температуру путем изменения сопротивления магазина сопротивлений, подключенного ко входу ТЕРМОКОМПЕНСАТОР поверяемого прибора (термокомпенсатор от прибора отсоединить).

Значение нестабильности показаний прибора определяется как максимальное отклонение измеренного значения от значения, зафиксированного через 10 мин после включения прибора.

Результат операции поверки считать положительным, если нестабильность показаний поверяемого прибора не превышает основной погрешности измерений соответствующего параметра.

В противном случае прибор бракуют.

6.3.10 Проверка программного обеспечения.

Порядок проверки программного обеспечения приведен в приложении Г.

7 Оформление результатов поверки

7.1 При выполнении операций поверки результаты измерений, заносят в протокол. Рекомендуемая форма протокола приведена в приложении В.

7.2 При положительных результатах поверки оформляют свидетельство о поверке в соответствии с ПР 50.2.006-94. На оборотной стороне свидетельства о поверке указывают информацию, о том, что поверка выполнена в соответствии с настоящей методикой поверки.

7.3 При отрицательных результатах поверки оформляют извещение о непригодности в соответствии ПР 50.2.006-94.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(Обязательное)

Схема стенда для поверки с использованием имитатора электродной системы и компаратора напряжения

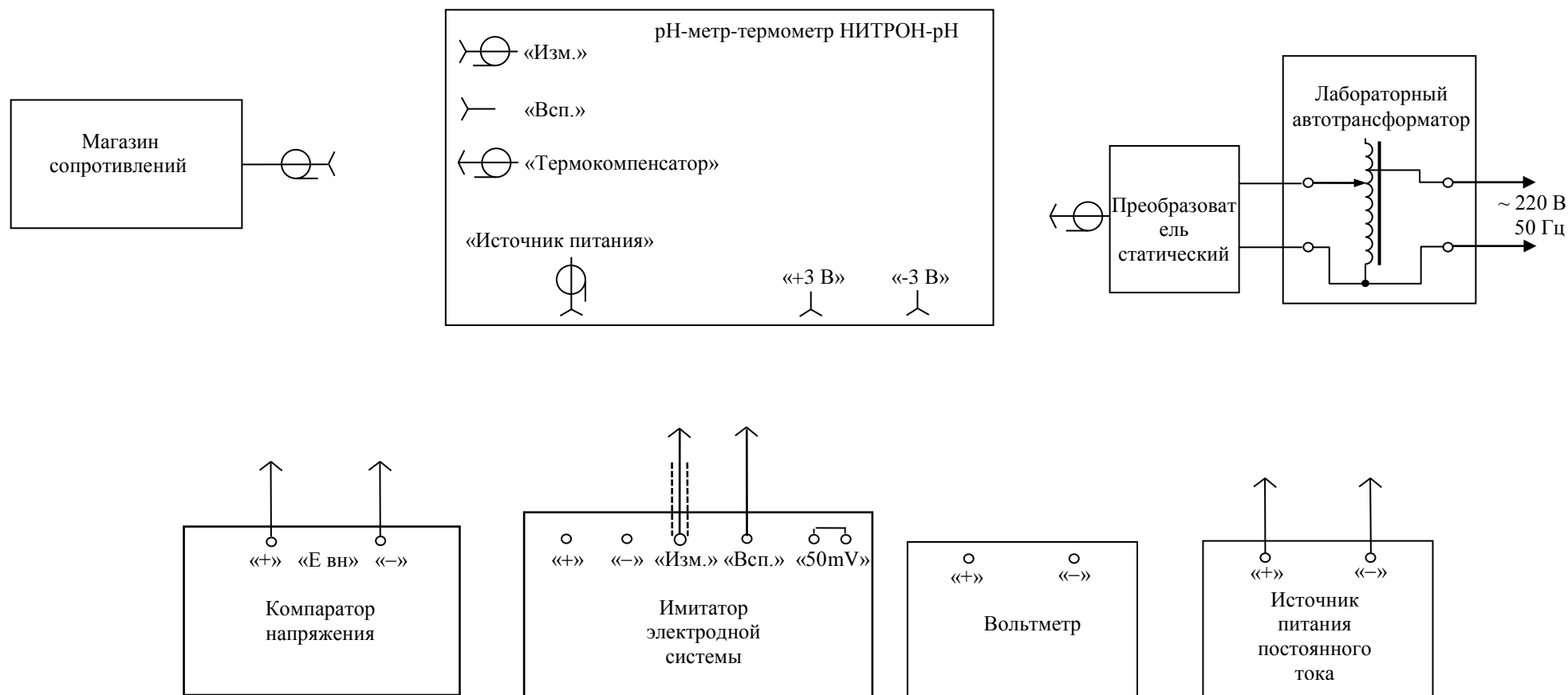


Рисунок А.1 - Схема стенда для поверки рН-метра-термометра НИТРОН-рН

Схема стенда для поверки с использованием системы резисторов и цифрового вольтметра

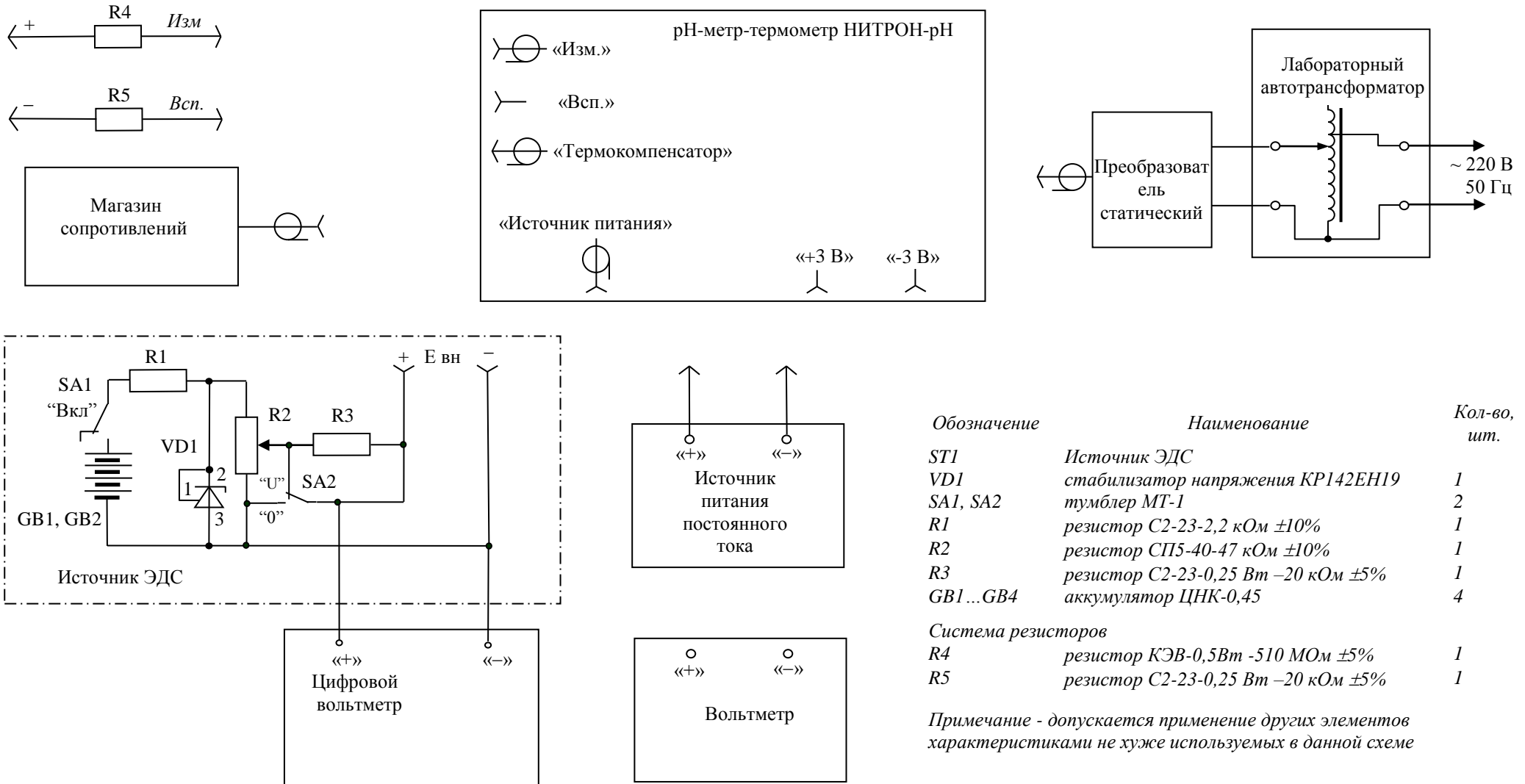


Рисунок Б.1 - Схема стенда для испытаний рН-метра-термометра НИТРОН-рН.

ПРИЛОЖЕНИЕ В

Протокол № _____

Тип (модификация) _____

Заводской № _____

Предприятие-изготовитель _____

Средства поверки _____

тип, разряд, заводской номер применяемых средств измерений

срок действия и номер свидетельства о поверке (калибровке)

4 Условия проведения поверки

- температура окружающего воздуха плюс $(20 \pm 2) ^\circ\text{C}$
- относительная влажность воздуха не более 80%;
- атмосферное давление от 86 до 106 кПа;
- напряжение питания сети переменного тока $(220 \pm 10) \text{ В}$, $(50 \pm 0,5) \text{ Гц}$;
- напряжение питания постоянного тока $(3,0 \pm 0,2) \text{ В}$.

РЕЗУЛЬТАТЫ ПОВЕРКИ

1 Внешний осмотр _____

2 Опробование _____

3 Основная абсолютная погрешность измерения рН преобразователем измерительным рН-метра-термометра НИТРОН-рН (далее прибором).

Проверяемое значение, рН	Значение ЭДС на выходе компаратора, мВ	Показание прибора, рН				Основная абсолютная погрешность измерения рН, рН
		1	2	3	Среднее	
0	407,2					
2	290,8					
4	174,5					
6	58,2					
7	0					
8	-58,2					
10	-174,5					
12	-290,8					
14	-407,2					

Основная абсолютная погрешность измерения рН прибором не должна превышать $\pm 0,02$ рН.

4 Основная абсолютная погрешность измерения рН прибором в составе с рН электродом.

Проверяемое значение, рН	Показание прибора, рН				Основная абсолютная погрешность измерения рН, рН
	1	2	3	Среднее	
1,65					
4,01					
6,86					
9,18					

Основная абсолютная погрешность измерения рН прибором в составе с рН электродом на превышать $\pm 0,05$ рН.

5 Основная абсолютная погрешность измерения Eh прибором.

Проверяемое значение, мВ	Показание прибора, мВ				Основная абсолютная погрешность измерения Eh, мВ
	1	2	3	Среднее	
-1500					
-750,0					
-375,0					
-187,5					
-93,7					
46,9					
0					
46,9					
93,7					
187,5					
375,0					
750,0					
1500					

Основная абсолютная погрешность прибора при измерении Eh не должна превышать:
 ± 1 мВ в диапазоне от минус 999,9 до 999,9 мВ;
 ± 2 мВ в диапазоне от минус 1500 до минус 1000 мВ и от 1000 до 1500 мВ.

6 Основная абсолютная погрешность измерения температуры прибором.

Проверяемое значение, °С	Показание образцового термометра, °С	Показание прибора, °С	Основная абсолютная погрешность, °С
25			
50			
75			

Основная абсолютная погрешность прибора при измерении температуры не должна превышать $\pm 0,2$ °С.

7 Дополнительная погрешность прибора от влияния изменения сопротивления в цепи измерительного электрода при измерении рН.

Сопротивление в цепи электрода, МОм	Проверяемое значение, рН					
	0			14		
	Значение ЭДС на выходе компаратора, мВ	Показание прибора, рН	Дополнительная погрешность, рН	Значение ЭДС на выходе компаратора, мВ	Показание прибора, рН	Дополнительная погрешность, рН
0	407,2			- 407,2		
500	407,2			- 407,2		

Дополнительная погрешность прибора от влияния изменения сопротивления в цепи измерительного электрода не должна превышать 0,5 предела основной погрешности измерения рН.

8 Дополнительная погрешность прибора от влияния изменения сопротивления в цепи вспомогательного электрода при измерении рН.

Сопротивление в цепи электрода, кОм	Проверяемое значение, рН					
	0			14		
	Значение ЭДС на выходе компаратора, мВ	Показание прибора, рН	Дополнительная погрешность, рН	Значение ЭДС на выходе компаратора, мВ	Показание прибора, рН	Дополнительная погрешность, рН
0	407,2			- 407,2		
20	407,2			- 407,2		

Дополнительная погрешность прибора от влияния изменения сопротивления в цепи вспомогательного электрода не должна превышать 0,5 предела основной погрешности измерения рН.

9 Дополнительная погрешность прибора от влияния температуры контролируемых растворов при измерении рН.

Температура контролируемого раствора, °С	Проверяемое значение, рН					
	0			14		
	Значение ЭДС на выходе компаратора, мВ	Показание прибора, рН	Дополнительная погрешность, рН	Значение ЭДС на выходе компаратора, мВ	Показание прибора, рН	Дополнительная погрешность, рН
0	379,4			- 379,4		
20	407,2			- 407,2		
40	434,9			- 434,9		
60	462,7			- 462,7		
80	490,6			- 490,6		
100	518,3			- 518,3		

Дополнительная погрешность прибора от влияния температуры контролируемых растворов не должна превышать 1,5 предела основной погрешности измерения рН

10 Дополнительная погрешность прибора от влияния напряжения питания при питании от источника постоянного тока при измерении рН, Eh, температуры.

Проверяемое значение	Измеряемый параметр	Значение ЭДС на выходе компаратора, мВ	Напряжение питания, В				
			220	187		242	
			Показание прибора	Показание прибора	Дополнительная погрешность	Показание прибора	Дополнительная погрешность
0 рН 14 рН	рН	407,2 - 407,2					
-1500 мВ 1500 мВ	Eh	-1500 1500					
25 °С 75 °С	T _{раствора}	-					

Дополнительная погрешность прибора от влияния напряжения питания не должна превышать 0,5 предела основной погрешности измерения соответствующего параметра.

11 Дополнительная погрешность прибора от влияния напряжения питания при питании от гальванических элементов при измерении рН, Eh, температуры.

Проверяемое значение	Измеряемый параметр	Значение ЭДС на выходе компаратора, мВ	Напряжение питания, В				
			3,0	2,6		3,6	
			Показание прибора	Показание прибора	Дополнительная погрешность	Показание прибора	Дополнительная погрешность
0 рН 14 рН	рН	407,2 - 407,2					
-1500 мВ 1500 мВ	Eh	- 1500 1500					
25 °С 75 °С	T _{раствора}	-					

Дополнительная погрешность прибора от влияния напряжения питания не должна превышать 0,5 предела основной погрешности измерения соответствующего параметра.

12. Время прогрева прибора и нестабильности показаний при измерении рН.

Время считывания показаний (после включения прибора)	Проверяемое значение, рН			
	0		14	
	Показание прибора, рН	Нестабильность показаний, рН	Показание прибора, рН	Нестабильность показаний, рН
Через 10 мин. Через 2 часа				

Время прогрева прибора не должно превышать 10 мин.

Нестабильность показаний прибора не должна превышать значения основной погрешности измерений

13. Время прогрева прибора и нестабильности показаний при измерении температуры.

Время считывания показаний (после включения прибора)	Проверяемое значение, °С			
	0		100	
	Показание прибора, °С	Нестабильность показаний, °С	Показание прибора, °С	Нестабильность показаний, °С
Через 10 мин. Через 2 часа				

Время прогрева прибора не должно превышать 10 мин.
Нестабильность показаний прибора не должна превышать значения основной погрешности измерений.

14. Время прогрева прибора и нестабильности показаний при измерении Eh.

Время считывания показаний (после включения прибора)	Проверяемое значение, мВ			
	-1500		1500	
	Показание прибора, мВ	Нестабильность показаний, мВ	Показание прибора, мВ	Нестабильность показаний, мВ
Через 10 мин.				
Через 2 часа				

Время прогрева прибора не должно превышать 10 мин.
Нестабильность показаний прибора не должна превышать значения основной погрешности измерений.

15. Время установления показаний прибора

Время установления показаний прибора при измерении Eh _____ с;
при измерении рН _____ с.

Время установления показаний прибора при измерении Eh и рН не должно превышать 10 с.

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

Поверитель

подпись

/расшифровка подписи/

Дата поверки _____ 20 __ г.

ПРИЛОЖЕНИЕ Г (обязательное)

Проверка программного обеспечения (ПО)

Г.1 Проверка встроенного ПО

Проверка проводится для подтверждения соответствия встроенного программного обеспечения (ПО) прибора зафиксированному при испытаниях в целях утверждения типа средства измерений.

Проверку встроенного ПО проводят путем проверки его целостности и определения номера версии программы управления микроконтроллера прибора. Заключение о целостности встроенного ПО делают после визуального осмотра прибора и установления целостности пломбы (наклейки) изготовителя, нанесенной на корпус (6.1.1).

Для отображения номера версии встроенного ПО на табло прибора необходимо выполнить следующие действия:

- выключить прибор нажатием кнопки ВКЛ/ОТКЛ (если прибор был включен);
- нажать и удерживать кнопку «▶» на лицевой панели прибора;
- удерживая кнопку «▶», нажать кнопку ВКЛ/ОТКЛ, после чего раздается звуковой сигнал кнопку ВКЛ/ОТКЛ;
- после звукового сигнала отпустить кнопку ВКЛ/ОТКЛ, продолжая удерживать кнопку «▶», при этом на табло прибора должен отобразиться номер версии ПО. «Н 22.02»; информация сохраняется на табло до тех пор, пока удерживается в нажатом состоянии кнопка «▶».

(кроме номера версии отображается заводской номер прибора)

Г.2 Проверка автономного ПО (сервисной программы «Нитрон SUP»)¹

Проверку автономного ПО проводят путем определения номера версии и цифрового идентификатора исполняемого файла сервисной программы «Нитрон SUP».

Номер версии исполняемого файла «IonSerialLog_v002.exe» сервисной программы «Нитрон SUP» определяется средствами операционной системы Windows XP при отображении свойств требуемого файла.

Вид окна «Свойства» для исполняемого файла «IonSerialLog_v002.exe» приведен на рисунке Г.1.

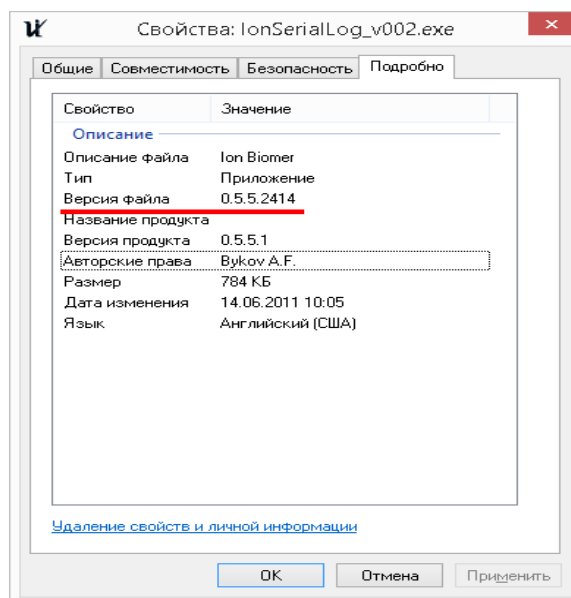


Рисунок Г.1 – Отображение номера версии сервисной программы «Нитрон SUP»

¹ Проверка проводится при наличии сервисной программы «Нитрон SUP» в комплекте поставки

контрольной суммы исполняемого файла

Окно «Свойства» открывается при указании на требуемый файл курсором и нажатии на правую кнопку компьютерного манипулятора («мыши»). Номер версии сервисной программы «Нитрон SUP» отображается в поле «версия файла» («0.5.5.2414»).

Цифровой идентификатор автономного ПО определяют путем расчета контрольной суммы исполняемого файла «IonSerialLog_v002.exe» сервисной программы «Нитрон SUP», по алгоритму md5 при помощи программы (утилиты) «WinMD5 free», находящейся в свободном доступе сети Internet (сайт www.winmd5.com).

Для расчета цифрового идентификатора необходимо выполнить следующие операции:

- запустить программу «WinMD5 free» (вид окна программы приведен на рисунке Г.2);
- нажать кнопку «Browse» и в появившемся диалоговом окне «Открыть» указать путь к расположению исполняемого файла «IonSerialLog_v002.exe». После выбора файла программа автоматически произведет расчет контрольной суммы. Результат будет отражен в поле «Current file MD5 checksum value».

Цифровой идентификатор должен соответствовать указанному на рисунке Г.2: d1942313c2b07e96ef7c86fb4144b68e.

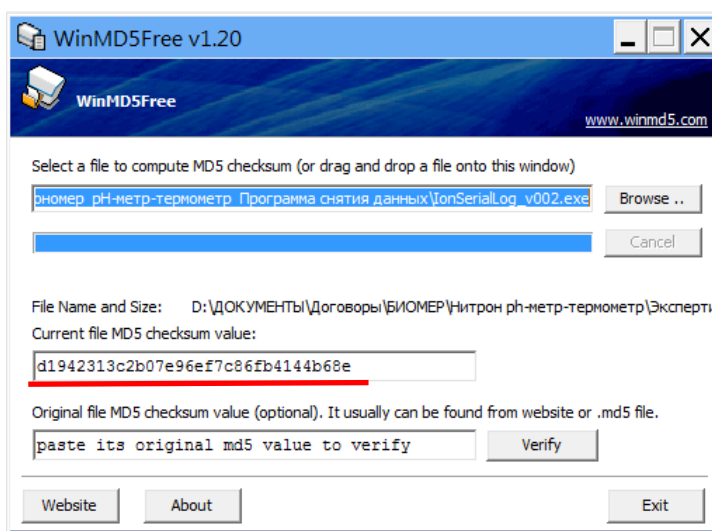


Рисунок Г.2 - Результат расчета контрольной суммы исполняемого файла сервисной программы «Нитрон SUP»

Результат проверки считать положительным если целостность пломбы не нарушена, номер версии встроенного ПО не ниже «Н 22.02», а идентификационные данные автономного ПО соответствует приведенным на рисунках Г.1, Г.2.

