

УТВЕРЖДАЮ
Первый заместитель генерального директора -
заместитель по научной работе
ФГУП «ВНИИФТРИ»




А.Н. Щипунов
2015г.

СТАНДАРТ-ТИТРЫ СТ-ОВП-01

Методика поверки

6/630-СТ-ОВП-01/2014

г.р. 61364-15

р.п. Менделеево
2015

СОДЕРЖАНИЕ

1 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ.....	3
2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ	3
3 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ И ПОДГОТОВКА К НЕЙ.....	4
4 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ИСПОЛНИТЕЛЕЙ	5
5 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ.....	5
6 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ.....	5
7 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ	6
ПРИЛОЖЕНИЕ А (обязательное) Характеристики стандарт-титров	7
ПРИЛОЖЕНИЕ Б (обязательное) ИНСТРУКЦИЯ по приготовлению буферных растворов из стандарт-титров СТ-ОВП-01	8
ПРИЛОЖЕНИЕ В (обязательное) Схема установки для поверки стандарт – титров.....	10
ПРИЛОЖЕНИЕ Г (обязательное) Инструкция по приготовлению насыщенного раствора хлорида калия	11
ПРИЛОЖЕНИЕ Е (справочное) Список нормативно-технических документов	13

Настоящая методика поверки распространяется на стандарт-титры СТ-ОВП-01 (далее – стандарт-титры), предназначенные для приготовления буферных растворов — рабочих эталонов ОВП (окислительно-восстановительного потенциала) 2-го разряда. Выпускается два типа стандарт-титров: СТ-ОВП-01-1 для приготовления буферного раствора, имеющего окислительно-восстановительный потенциал (ОВП) относительно нормального водородного электрода $E_h = 298,0$ мВ, и СТ-ОВП-01-2 для приготовления буферного раствора, имеющего $E_h = 605,0$ мВ. Характеристики стандарт-титров приведены в приложении А, инструкция по приготовлению буферных растворов – в приложении Б.

Буферные растворы, приготовленные из стандарт-титров, предназначены для поверки и калибровки рабочих средств измерений: потенциометрических анализаторов жидкости, имеющих канал для измерения ОВП водных растворов, и измерительных редоксметрических электродов.

Методика поверки разработана в соответствии с РМГ 51-2002.

Методика поверки устанавливает методы первичной поверки и порядок оформления результатов поверки.

Стандарт-титры подлежат только первичной поверке.

1 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

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

Таблица 1

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Проведение операций при
		первичной поверке
1 Внешний осмотр	6.1	+
2 Определение абсолютной погрешности воспроизведения потенциала E_h буферного раствора, приготовленного из стандарт-титра	6.2	+

2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1 При проведении поверки должны быть применены средства поверки, приведенные в таблице 2.

Схема установки для поверки стандарт титров приведена в Приложении В.

Таблица 2

Номер пункта методики поверки	Наименование и тип основного средства поверки, обозначение нормативного документа, основные технические характеристики средства поверки
1	2
6.2	Мультиметр цифровой (диапазон измерений $\pm 2,1$ В, пределы допускаемой погрешности измерений $\pm (2 \cdot 10^{-5})$ В)
	Электрод сравнения хлорсеребряный насыщенный образцовый 2-го разряда ЭСО-01 (значение потенциала при 25 °С относительно СВЭ $202,5 \pm 2$ мВ, нестабильность потенциала не более $\pm 0,5$ мВ)
	Электрод редоксметрический платиновый типа ЭРП (значение потенциала при 25 °С относительно СВЭ ± 5 мВ, нестабильность потенциала не более $\pm 0,5$ мВ)
	Термометр ртутный стеклянный (диапазон измерений от 0 °С до 100 °С, цена деления не менее 0,1 °С)
	Термостат жидкостной (диапазон поддержания температуры от 0 °С до 100 °С, нестабильность поддержания температуры $\pm 0,02$ °С)
	Вода дистиллированная по ГОСТ 6709. Удельная электропроводность не более $5 \cdot 10^{-4}$ См/м при 25 °С
	Посуда мерная лабораторная стеклянная по ГОСТ 1770. Объем от 10 до 1000 см ³ , класс точности 2
Калий хлористый (хч) по ГОСТ 4234	
Примечание – Допускается применять другие средства поверки, обеспечивающие определение метрологических характеристик с требуемой точностью.	

3 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ И ПОДГОТОВКА К НЕЙ

3.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха (20 ± 5) °С;
- относительная влажность воздуха не более 80 %;
- атмосферное давление от 86 до 106,7 кПа.

3.2 Электропитание средств измерений производится при нормальных значениях параметров электрической сети по ГОСТ 22261:

- напряжение ($220 \pm 4,4$) В;
- частота ($50 \pm 0,5$) Гц.

3.3 Средства измерений должны быть исправны, поверены и иметь свидетельства о поверке по ПР 50.2.006.

3.4 Отбор образцов стандарт – титров для поверки проводят в соответствии с ГОСТ 3885. Партия стандарт-титров каждого типа составляет 50 штук. Отбирают случайную выборку. Объем выборки для партии одного типа составляет 3 штуки.

4 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ИСПОЛНИТЕЛЕЙ

4.1 Исполнители поверочных работ должны иметь высшее или среднетехническое образование, владеть техникой потенциметрических и амперометрических измерений, знать нормативную и техническую документацию на стандарт-титры и иметь аттестат поверителя.

5 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

5.1 При проведении поверки должны выполняться общие правила техники безопасности и производственной санитарии по ГОСТ 12.1.007, ГОСТ 12.1.005 а также указания соответствующих разделов эксплуатационной документации средств поверки.

5.2 К проведению поверки допускаются лица, изучившие документацию на стандарт-титры, средства поверки, прошедшие инструктаж по технике безопасности и имеющие право на поверку (аттестованные в качестве поверителей).

6 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1 Внешний осмотр

6.1.1 При внешнем осмотре проверяется соответствие отобранных образцов стандарт-титров требованиям комплектности, расфасовки, упаковки, маркировки (п.п. 3, 8, 9 Паспорта). При положительных результатах внешнего осмотра образцы стандарт-титров считаются пригодными для дальнейшего проведения поверки.

6.2 Определение абсолютной погрешности воспроизводимого потенциала E_h буферных растворов, приготовленных из стандарт-титров

6.2.1 Измерения проводить на установке для поверки стандарт титров. Схема установки приведена в Приложении В. Электролитический ключ (7) заполнить насыщенным раствором хлорида калия. Инструкция по приготовлению раствора хлорида калия приведена в Приложении Г.

6.2.2 Приготовить буферный раствор из стандарт-титра СТ-ОВП-01-1 в соответствии с инструкцией (Приложение Б). Приготовленный раствор налить в сосуд (3). Температура раствора должна поддерживаться равной $(25 \pm 0,1) ^\circ\text{C}$.

6.2.3 Значение ОВП буферного раствора, приготовленного из стандарт-титра СТ-ОВП-01-1, при температуре раствора $(25 \pm 0,1) ^\circ\text{C}$ составляет $E_{h\text{табл}} = 298,0$ мВ. Данное значение складывается из значения ОВП буферного раствора и значения потенциала электрода сравнения хлорсеребряного насыщенного относительно нормального водородного электрода.

6.2.4 Включить цифровой мультиметр и провести измерение разности потенциалов ΔE между измерительным электродом и электродом сравнения, входящих в состав

установки для поверки стандарт титров. Измерить температуру T в сосуде для электрода сравнения. Рассчитать экспериментальное значение ОВП буферного раствора относительно нормального водородного электрода $E_{h_{\text{эксп.}}} = \Delta E + E_{\text{ср.}}$, где $E_{\text{ср.}}$ – значение потенциала электрода сравнения при температуре T по данным свидетельства о поверке на электрод сравнения.

6.2.5 Абсолютную погрешность измерения ОВП рассчитать по формуле:

$$\Delta E_h = E_{h_{\text{табл.}}} - E_{h_{\text{эксп}}}$$

6.2.6 Результаты поверки считаются положительными, если $|\Delta E_h| \leq 3$ мВ для каждого образца.

6.2.7 Операции по пп. 6.2.2-6.2.6 повторяют для остальных двух из отобранных образцов стандарт-титров СТ-ОВП-01-1 из этой же партии.

6.2.8 При отрицательном результате поверки партия стандарт-титров бракуется и возвращается изготовителю.

6.2.9 Вылить буферный раствор из сосуда, промыть сосуд дистиллированной водой.

6.2.10 В сосуд налить буферный раствор, приготовленный из стандарт-титра СТ-ОВП-01-2 в соответствии с инструкцией (Приложение Б).

6.2.11 Значение ОВП буферного раствора, приготовленного из стандарт-титра СТ-ОВП-01-2, при температуре раствора $(25 \pm 0,1)$ °С составляет $E_{h_{\text{табл.}}} = 605,0$ мВ. Данное значение складывается из значения ОВП буферного раствора и значения потенциала электрода сравнения хлорсеребряного насыщенного относительно нормального водородного электрода.

6.2.12 Повторить операции по пп. 6.2.4-6.2.6.

7 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1 Результаты поверки заносят в протокол. Форма протокола поверки в Приложении Д.

7.2 При положительных результатах поверки выдается свидетельство о поверке в соответствии с ПР 50.2.006.

7.3 При отрицательных результатах поверки выдается извещение о непригодности в соответствии с требованиями ПР 50.2.006 с указанием причины непригодности.

Методику поверки разработал

Начальник лаборатории –ученый-хранитель
государственного эталона, НИО-6



С.В. Прокудин

Приложение А
(обязательное)

Характеристики стандарт-титров

Тип стандарт-титра	Химический состав стандарт-титров	Номинальное значение E_h при 25 °С, мВ
Стандарт-титр СТ-ОВП-01-1	Дигидрофосфат калия (KH_2PO_4), моногидрофосфат натрия (Na_2HPO_4)	298,0
	Хингидрон ($C_{12}H_{10}O_4$)	
Стандарт-титр СТ-ОВП-01-2	Тетраоксалат калия 2-водный ($KH_3(C_2O_4)_2 \cdot 2H_2O$)	605,0
	Хингидрон ($C_{12}H_{10}O_4$)	

Приложение Б (обязательное)

ИНСТРУКЦИЯ по приготовлению буферных растворов из стандарт-титров СТ-ОВП-01

1 Приготовление буферных растворов

1.1 Буферные растворы – рабочие эталоны ОВП 2-го разряда готовят растворением содержимого стандарт-титров в дистиллированной воде по ГОСТ 6709 (далее – вода) с удельной электропроводностью не более $5 \cdot 10^{-4}$ См·м⁻¹. При приготовлении раствора используется мерная колба по ГОСТ 1770 (далее – колба).

Примечание. Для приготовления растворов со значением pH > 6 используют воду, не содержащую углекислоты. Для удаления углекислоты, воду необходимо прокипятить, закрыть емкость с водой крышкой и охладить до комнатной температуры. При подготовке стеклянной посуды не допускается использовать синтетические моющие средства.

1.2 Содержимое флакона (дигидрофосфат калия и моногидрофосфат натрия) переносят количественно в колбу. Для этого:

- извлекают флакон из упаковки;
- промывают поверхность флакона водой и просушивают фильтровальной бумагой;
- в мерную колбу вместимостью 1000 см³ вставляют воронку;
- вскрывают флакон, дают содержимому полностью высыпаться в колбу, промывают флакон изнутри водой до полного удаления вещества с поверхностей, промывные воды сливают в колбу;
- заполняют колбу водой примерно на две трети объема, и перемешивают до полного растворения содержимого;
- доливают колбу водой, не доливая до метки 5 – 10 см³. В течение 10 мин термостатируют колбу в водяном термостате при температуре 20 °С, перемешивая вещества в колбе встряхиванием;
- доводят водой до метки, закрывают пробкой и тщательно перемешивают содержимое.

1.3 Контрольный раствор ОВП готовят насыщением предварительно приготовленного раствора (см. п. 1.2) хингидроном.

Для этого предварительно приготовленный раствор (см. п. 1.2) переносят в колбу вместительностью 2 дм³ (для облегчения встряхивания при перемешивании), вскрывают флакон с хингидроном, высыпают его в колбу с приготовленным раствором и проводят

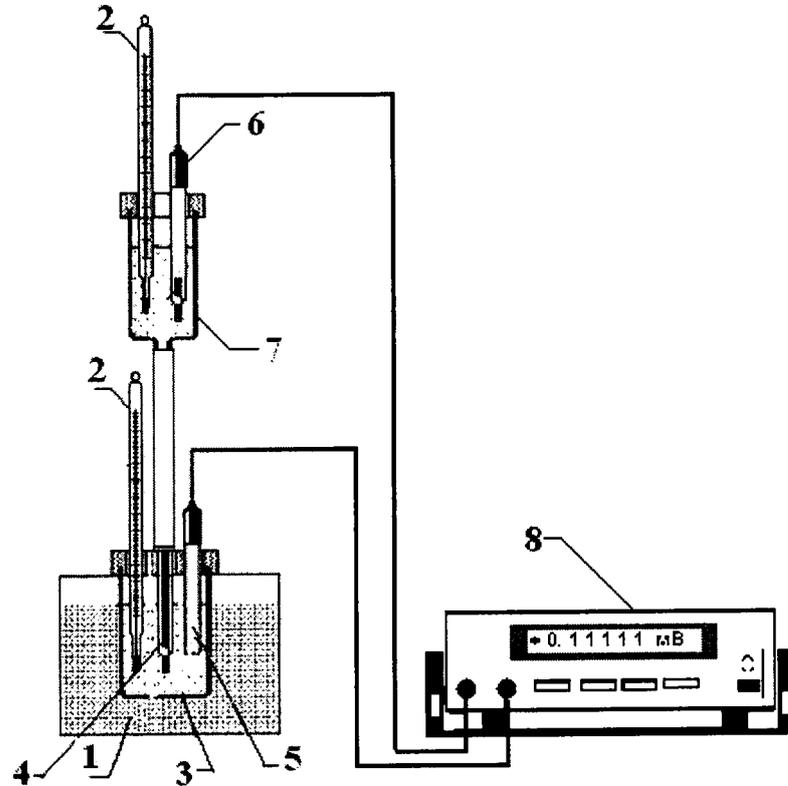
насыщение раствора в течение двух часов при непрерывном перемешивании, после этого раствор фильтруют и используют по назначению.

2 Хранение буферных растворов

Буферные растворы должны быть использованы в течение пяти часов после приготовления. Хранению не подлежат.

Приложение В (обязательное)

Схема установки для поверки стандарт – титров



1- жидкостной термостат, 2- термометр ртутный стеклянный, 3- сосуд с буферным раствором, 4 – часть электролитического ключа, находящаяся в контакте с буферным раствором, 5- электрод редоксметрический платиновый типа ЭРП, 6- электрод сравнения типа ЭСО-01, 7- электролитический ключ с насыщенным раствором хлорида калия, 8- цифровой мультиметр.

Приложение Г
(обязательное)

**Инструкция по приготовлению
насыщенного раствора хлорида калия**

- 1 Навеску хлорида калия в количестве $156,5 \pm 0,5$ г переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3 .
- 2 Наливают в колбу дистиллированную воду до метки.
- 3 Термостатируют колбу при температуре $(20 \pm 2) \text{ }^\circ\text{C}$ не менее 4 ч, периодически перемешивая водную суспензию хлорида калия.
- 4 Срок хранения раствора – не более 6 месяцев с момента изготовления.

Приложение Д
(рекомендуемое)

Протокол поверки № _____

Наименование организации, проводившей поверку _____

Стандарт-титр СТ-ОВП-01, $E_h =$ _____ мВ при 25 °С,

заводской № _____

Изготовлен _____

Внешний осмотр

Наименование метрологических характеристик	Значение по НД	Фактическое	Соответствие параметру
Определение абсолютной погрешности воспроизведения ОВП (E_h) буферных растворов, приготовленных из: стандарт-титра СТ-ОВП-01-1	± 3 мВ		
-стандарт-титра СТ-ОВП-01-2	± 3 мВ		

Результаты поверки _____

Выдано свидетельство о поверке № _____.

Поверку проводил _____

Дата

Приложение Е
(справочное)

СПИСОК НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИХ ДОКУМЕНТОВ

РМГ 51-2002	«Государственная система обеспечения единства измерений. Документы на методики поверки средств измерений. Основные положения»
ГОСТ 6709-72	«Реактивы. Вода дистиллированная. Технические условия»
ГОСТ 1770-74	«Посуда мерная лабораторная стеклянная цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия»
ГОСТ 4234-77	«Реактивы. Калий хлористый. Технические условия»
ГОСТ 22261-94	«Средства измерений электрических и магнитных величин. Общие технические условия»
ПР 50.2.006-94	«Правила по метрологии. Государственная система обеспечения единства измерений. Порядок проведения поверки средств измерений»
ГОСТ 3885-73	«Реактивы и особо чистые вещества. Правила приёмки, отбор проб, фасовка, упаковка, маркировка, транспортирование и хранение»
ГОСТ 12.1.007-76	«Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности»
ГОСТ 12.1.005-88	«Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны»