

СОГЛАСОВАНО

**Первый заместитель генерального
директора-заместитель по научной работе**

ФГУП «ВНИИФТРИ»

А.Н. Щипунов



« 15 » 01 2022 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

**ЭЛЕКТРОДЫ СРАВНЕНИЯ ХЛОРСЕРЕБРЯНЫЕ НАСЫЩЕННЫЕ
ОБРАЗЦОВЫЕ 2-ГО РАЗРЯДА**

ЭСО-01

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП-630-001-22

**р.п. Менделеево
2022 г.**

1 ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на электроды сравнения 2-го разряда (далее по тексту - электроды сравнения), в том числе по ГОСТ 17792 и устанавливает методы и средства их первичной и периодической поверок.

1.2 Интервал между поверками – 1 (один) год.

1.3 При определении метрологических характеристик электродов сравнения в рамках проводимой по данной методике поверки обеспечивается передача единицы потенциала электродов относительно нормального водородного электрода подтверждающая прослеживаемость к государственному первичному эталону ГЭТ 54-2019.

1.4 При определении метрологических характеристик используется метод непосредственного сравнения результата измерений поверяемого электрода сравнения со значением потенциала нормального водородного электрода, определенного эталоном.

2 ПЕРЕЧЕНЬ ОПЕРАЦИЙ ПОВЕРКИ

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

Таблица 1 – Объем поверки

Наименование операции	Номер пункта методики, в соответствии с которой выполняется операция	Проведение операции при	
		первичной поверке	периодической поверке
1 Внешний осмотр	7	Да	Да
2 Подготовка к поверке и опробование средства измерений	8	Да	Да
3 Определение потенциала эталонного электрода сравнения относительно нормального водородного электрода	9.1	Да	Да
4 Определение электрического сопротивления электрода	9.2	Да	Да
5 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	10	Да	Да
6 Оформление результатов поверки	11	Да	Да

3 ТРЕБОВАНИЯ К УСЛОВИЯМ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

3.1 Поверку проводить в следующих условиях:

- температура окружающего воздуха, °С от 15 до 35;
- относительная влажность окружающего воздуха, %, не более от 30 до 80;
- атмосферное давление, кПа от 84 до 106,7

3.2 Характеристики питающей электрической сети должны быть следующие:

- напряжение переменного тока, В от 207 до 253;
- частота переменного тока, Гц от 49 до 51.

3.3 Перед проведением поверки электрод сравнения выдержать в насыщенном растворе хлористого калия (KCl) не менее 24 ч.

4 ТРЕБОВАНИЯ К СПЕЦИАЛИСТАМ, ОСУЩЕСТВЛЯЮЩИМ ПОВЕРКУ

4.1 К проведению поверки допускаются лица, имеющие высшее или среднее техническое образование, аттестованные в качестве поверителя, изучившие настоящую методику поверки и эксплуатационную документацию на анализатор, прошедшие инструктаж по технике безопасности.

5 МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ И ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ К СРЕДСТВАМ ПОВЕРКИ

5.1 При поверке должны быть использованы средства, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Средства поверки

Номера пункта методики поверки	Наименование и тип (условное обозначение) основного или вспомогательного средства поверки; обозначение нормативного документа, регламентирующего технические требования, и (или) метрологические и основные технические характеристики средства поверки
<i>Основные средства поверки</i>	
9.1, 9.2	Электрохимическая ячейка без переноса с водородным электродом (далее — электрохимическая ячейка) (пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений ЭДС + 0,2 мВ) входящая в состав государственного первичного эталона ГЭТ 54-2019.
9.1, 9.2	Стандарт-титр для приготовления буферного раствора — рабочего эталона рН 1 разряда СТ-рН-1-6 (значение рН (9,225 + 0,004) при температуре 20 °С)
9.1	Калибратор измерения напряжения и силы тока (диапазон определения сопротивления от 100 мкОм до 100 МОм, с точностью ± 2% от шкалы прибора).
9.1, 9.2	Термометр (диапазон измерений от 0 до 60 °С, пределы допускаемой абсолютной погрешности ± 0,05 °С).
9.1, 9.2	Мультиметр (диапазон измерения напряжения от 200 мВ до 1000 В с разрешением от 1нВ до 10 мкВ).
<i>Вспомогательные средства поверки</i>	
9.1, 9.2	Термостат жидкостной (диапазон поддержания температуры от 0 до 100 °С, нестабильность поддержания температуры ± 0,02°С).

5.2 Допускается замена средств поверки, указанных в таблице 2, другими средствами поверки, обеспечивающими определение метрологических характеристик анализатора с требуемой точностью.

5.3 Все средства поверки должны быть исправны. Результаты поверки средств измерений, используемых в качестве средств поверки, должны быть в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений с не истекшим сроком действия на время проведения поверки анализатора.

6 ТРЕБОВАНИЯ ПО ОБЕСПЕЧЕНИЮ БЕЗОПАСНОСТИ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

6.1 При проведении поверки соблюдать правила безопасности, указанные в эксплуатационной документации на поверяемый анализатор и средства поверки, правила безопасности при работе с электрооборудованием, питающимся от сети переменного тока напряжением до 1000 В.

7 ВНЕШНИЙ ОСМОТР

7.1 Проверить комплектность электрода сравнения на соответствие паспорту.

7.2 Провести внешний осмотр электрода сравнения на предмет:

–наличия, полноты и целостности маркировки;

–отсутствия видимых повреждений, которые могут повлиять на работу электрода сравнения.

7.3 Электрод сравнения считать пригодным к проведению поверки, если:

–комплектность достаточна для проведения поверки;

–маркировка четкая и включает все данные, необходимые для идентификации электрода сравнения (заводской номер, дата изготовления);

–отсутствуют видимые повреждения и загрязнения;

–соединительный кабель и электрический разъем в исправности.

В противном случае электрод сравнения к дальнейшей поверке не допускается, результаты поверки считать отрицательными.

8 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ И ОПРОБОВАНИЕ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

8.1 Подготовка к поверке

8.1.1 Подготовить электрод сравнения к работе согласно руководству по его эксплуатации, а именно: поместить электрод сравнения в ячейку с насыщенным при 20 °С раствором хлористого калия KCl, и выдержать в нем образцовый электрод в течение не менее 24 часов.

9 ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК

9.1 Определение потенциала эталонного электрода сравнения относительно нормального водородного электрода.

9.1.1 Проводят термостатирование электрохимической ячейки в термостате при температуре (20,00 + 0,1) °С в течение 30 мин.

9.1.2 После достижения требуемого температурного режима, открывают двухходовой кран электрохимической ячейки. Пропускают через буферный раствор газообразный водород, фиксируя показания вольтметра до тех пор, пока не произойдет стабилизация измеренной разности потенциалов ΔE между водородным электродом и эталонным электродом сравнения (изменения ΔE не более 0,1 мВ в течение 5 с).

9.1.3 Проводят измерение значения разности потенциалов ΔE , мВ.

9.1.4 Рассчитывают значение потенциала $E_{эт}$ эталонного электрода сравнения, мВ, по формуле (1):

$$E_{эт} = \Delta E - k \cdot [pH + 0,5 \cdot \lg((P_{атм} - P_{H_2O})/p^0)] = \Delta E - 58,168 \cdot [9,225 + 0,5 \cdot \lg((P_{атм} - 2333)/101325)] \quad (1)$$

где ΔE - разность потенциалов, В;

k - коэффициент преобразования, равный 58,168 мВ при температуре 20 °С;

pH - значение pH буферного раствора - рабочего эталона pH 1 разряда;

$P_{атм}$ - измеренное атмосферное давление, при котором проводится поверка, Па;

P_{H_2O} - давление насыщенного пара воды, равное 2333 Па при температуре 20 °С;

p^0 - давление одной атмосферы в стандартных условиях, равное 101325 Па.

9.2 Определение электрического сопротивления электрода сравнения

9.2.1 Для определения электрического сопротивления одну клемму измерителя иммитанса (далее — мультиметр) соединяют с клеммой электрода сравнения, а другую - с платиновым электродом.

9.2.2 Погружают электрод сравнения в стакан с насыщенным раствором хлорида калия, установленным в водяной термостат. Термостатируют стакан при температуре $(20,00 \pm 0,2)$ °С в течение 30 мин.

9.2.3 Погружают платиновый электрод в стакан на половину длины и через 30 с после погружения мультиметром измеряют сопротивление при частоте 1 кГц.

10 ПОДТВЕРЖДЕНИЕ СООТВЕТСТВИЯ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ МЕТРОЛОГИЧЕСКИМ ТРЕБОВАНИЯМ

10.1 Результаты по п.9.1 настоящей методики в части определения потенциала эталонного электрода сравнения относительно нормального водородного электрода считать положительными, если потенциал эталонного электрода сравнения находится в интервале от 199,5 до 204,5 мВ при температуре 20 °С . В противном случае результаты поверки считать отрицательными.

10.2 Результаты по п.9.2 настоящей методики в части определения потенциала эталонного электрода сравнения относительно нормального водородного электрода считать положительными, если электрическое сопротивление не превышает 10 кОм при температуре 20 °С. В противном случае результаты поверки считать отрицательными.

10.3 При положительных результатах поверки, электрод сравнения признается годным к применению в качестве рабочего эталона второго разряда, согласно Государственной поверочной схеме для средств измерений показателя рН активности ионов водорода в водных растворах, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии (Росстандарт) №324 от 09.02.2022 г.

11 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

11.1 Результаты поверки оформить протоколом произвольной формы.

11.2 При положительных результатах поверки электрод сравнения признается годным, при отрицательных результатах поверки электрод сравнения бракуется и к дальнейшей эксплуатации не допускается.

11.3 Результаты поверки электрода сравнения подтверждаются сведениями о результатах поверки средств измерений, включенными в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений. По заявлению владельца электрода сравнения или лица, представившего его на поверку, на электрод сравнения выдается свидетельство о поверке (при положительных результатах поверки) или извещение о непригодности к применению (при отрицательных результатах поверки).

Начальник НИО-6
ФГУП «ВНИИФТРИ»

В.И. Добровольский

Заместитель начальника лаборатории 630
ФГУП «ВНИИФТРИ»

Д.А. Веньгина

Технолог 1-й категории
лаборатории 630 ФГУП «ВНИИФТРИ»

И.В. Морозов