

Máy đo pH - Quy trình kiểm định

pH-meters - Methods and means of verification

1 Phạm vi áp dụng

Văn bản kỹ thuật này quy định phương pháp và phương tiện kiểm định ban đầu, kiểm định định kỳ và kiểm định bất thường các máy đo pH phạm vi đo ($0 \div 14$) pH có giá trị độ chia 0,01 pH và 0,1 pH.

2 Các phép kiểm định

Phải lần lượt tiến hành các phép kiểm định ghi trong bảng 1.

Bảng 1

Tên phép kiểm định	Theo điều nào của QTKĐ	Chế độ kiểm định		
		Ban đầu	Định kỳ	Bất thường
1 Kiểm tra bên ngoài	5.1	+	+	+
2 Kiểm tra kỹ thuật	5.2	+	+	+
3 Kiểm tra đo lường	5.3			
3.1 Kiểm tra độ ổn định	5.3.1	+	+	+
3.2 Kiểm tra bù nhiệt	5.3.2	+		
3.3 Kiểm tra thay đổi điện áp nguồn nuôi	5.3.3	+		
3.4 Kiểm tra sai số	5.3.4	+	+	+

3 Phương tiện kiểm định

3.1 Chuẩn và phương tiện chuẩn

- Dung dịch đệm chuẩn: từ 1,675 pH đến 12,627 pH, sai số $\pm 0,005$ pH tại nhiệt độ 20°C;
- Dung dịch đệm chuẩn: từ 1,675 pH đến 12,627 pH, sai số $\pm 0,01$ pH tại nhiệt độ 20°C;

ĐLVN 31: 2001

- Phương tiện đo nhiệt độ:
 - + Phạm vi đo từ 0 °C đến 50 °C;
 - + Giá trị độ chia 0,05 °C.

3.2 Các phương tiện phụ

- Bình điều nhiệt
 - + Phạm vi điều nhiệt từ 0 °C đến 50 °C;
 - + Độ ổn định $\pm 0,05$ °C.
- Cốc để đựng dung dịch chuẩn khi đo, thể tích 50 ml;
- Nguồn điện xoay chiều có khả năng điều chỉnh liên tục được điện áp từ 0 V đến 250 V; công suất tối thiểu 200 W;
- Nước cất có độ dẫn điện $\leq 2 \mu\text{S/cm}$ ở nhiệt độ 25 °C;
- Bình xịt tia chứa nước cất có thể tích $\geq 0,5$ L;
- Giấy lọc.

4 Điều kiện kiểm định và chuẩn bị kiểm định

4.1 Điều kiện môi trường

Phòng kiểm định phải có các điều kiện môi trường sau :

- Nhiệt độ : (20 ± 2) °C; hoặc (25 ± 2) °C;
- Độ ẩm tương đối : từ 40 %RH đến 70 %RH.

4.2 Chuẩn bị kiểm định

4.2.1 Chọn 3 dung dịch đệm chuẩn theo các yêu cầu quy định ở bảng 2.

Bảng 2

Loại dung dịch	Giá trị pH	
	Tại nhiệt độ 20 °C	Tại nhiệt độ 25 °C
Dung dịch trung tính	7,030 pH (hoặc 6,881 pH);	7,010 pH (hoặc 6,865 pH)
Dung dịch tính a xít	$\leq 4,002$ pH	$\leq 4,008$ pH
Dung dịch tính kiềm	$\geq 9,225$ pH	$\geq 9,180$ pH

4.2.2 Dung dịch đệm chuẩn phải được đặt trong phòng kiểm định 24 giờ trước khi tiến hành kiểm định. Điện cực của máy đo pH cần kiểm định phải được ngâm trước trong nước cất hoặc trong dung dịch theo hướng dẫn sử dụng điện cực 24 giờ tại phòng kiểm định.

4.2.3 Trước mỗi lần đo giá trị pH của loại dung dịch đệm chuẩn khác cần phải thực hiện các thao tác sau:

- Rửa điện cực của máy đo pH;
- Làm khô điện cực của máy đo pH bằng giấy lọc.

5 Tiến hành kiểm định

5.1 Kiểm tra bên ngoài

Kiểm tra bằng mắt để xác định sự phù hợp của máy đo pH đối với các yêu cầu quy định trong tài liệu kỹ thuật, về hình dáng, kích thước, chỉ thị, nguồn nuôi, ký nhãn hiệu, cơ cấu niêm phong của máy, tài liệu và phụ tùng kèm theo.

5.2 Kiểm tra kỹ thuật

Kiểm tra trạng thái hoạt động bình thường của máy đo pH theo hướng dẫn vận hành.

5.3 Kiểm tra đo lường

5.3.1 Kiểm tra độ ổn định của máy

5.3.1.1 Đối với máy đo pH có nhiều thang đo pH khác nhau, việc kiểm tra độ ổn định chỉ tiến hành tại một điểm bất kỳ mang tính axit hoặc mang tính kiềm của một thang đo bất kỳ, bằng một dung dịch đệm chuẩn thích hợp.

5.3.1.2 Đo giá trị pH của dung dịch đệm chuẩn đã chọn tại nhiệt độ đo. Ghi kết quả đo vào biên bản ở phụ lục 1.

5.3.1.3 Thực hiện lại phép đo giá trị pH của dung dịch đệm chuẩn như mục 5.3.1.2 sau 2 giờ đối với máy đo pH kiểm định ban đầu, định kỳ và sau 8 giờ đối với kiểm định bất thường. Ghi kết quả đo vào biên bản ở phụ lục 1.

5.3.1.4 Chênh lệch giữa các kết quả đo theo mục 5.3.1.2 và mục 5.3.1.3 không được lớn hơn sai số cho phép là $\pm 0,02$ pH đối với máy đo pH có giá trị độ chia 0,01 pH hoặc không được lớn hơn sai số cho phép là $\pm 0,1$ pH đối với máy đo pH có giá trị độ chia 0,1 pH.

5.3.2 Kiểm tra bù nhiệt

5.3.2.1 Chọn một loại dung dịch đệm chuẩn thích hợp.

ĐLVN 31: 2001

5.3.2.2 Đo giá trị pH của dung dịch đệm chuẩn đã chọn tại nhiệt độ 20 °C (hoặc nhiệt độ 25 °C), đo nhiệt độ bằng phương tiện đo nhiệt độ. Ghi kết quả đo pH vào biên bản ở phụ lục 1.

5.3.2.3 Đo giá trị pH của dung dịch đệm chuẩn đã chọn tại nhiệt độ 40 °C. Ghi kết quả đo vào biên bản ở phụ lục 1.

5.3.2.4 Chênh lệch giữa kết quả đo theo mục 5.3.2.2 và 5.3.2.3 với giá trị pH của dung dịch đệm chuẩn tương ứng ghi trong bảng 3 không được lớn hơn sai số cho phép là $\pm 0,02$ pH đối với máy đo pH có giá trị độ chia 0,01 pH hoặc không được lớn hơn sai số cho phép là $\pm 0,1$ pH đối với máy đo pH có giá trị độ chia 0,1 pH.

Bảng 3

Nhiệt độ, °C	0,05 mol/kg, $\text{KH}_2(\text{C}_2\text{O}_4) \cdot \text{H}_2\text{O}$	$\text{C}_2\text{H}_4\text{O}_2(\text{COOK})(\text{COOH})$, bão hoà ở 25 °C	0,05 mol/kg, $\text{KH}_2\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7$	0,05 mol/kg, $\text{C}_6\text{H}_4(\text{COOK})(\text{COOH})$	0,025 mol/kg KH_2PO_4 + 0,025 mol/kg Na_2HPO_4	0,086 95 mol/kg KH_2PO_4 + 0,03043 mol/kg	0,01 mol/kg, $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$	0,025 mol/kg NaHCO_3 + 0,025 mol/kg Na_2CO_3	$\text{Ca}(\text{OH})_2$ bão hoà ở 25 °C
20	1,675		3,788	4,002	6,881	7,030	9,225	10,062	12,627
25	1,679	3,557	3,776	4,008	6,865	7,010	9,180	10,012	12,454
40	1,694	3,547	3,753	4,035	6,838	6,980	9,068	9,889	11,984

5.3.3 Kiểm tra thay đổi điện áp nguồn nuôi

Chỉ kiểm tra ảnh hưởng do thay đổi điện áp nguồn nuôi đối với máy đo pH sử dụng điện lưới.

5.3.3.1 Chọn một loại dung dịch đệm chuẩn thích hợp.

5.3.3.2 Đo giá trị pH của dung dịch đệm chuẩn đã chọn bằng máy đo pH cần kiểm định tại nhiệt độ 20 °C (hoặc 25 °C) cùng giá trị danh định của điện áp nguồn nuôi. Ghi kết quả đo pH vào biên bản ở phụ lục 1.

5.3.3.3 Tăng điện áp nguồn nuôi cho máy đo pH tới điện áp cao nhất cho phép ghi trong hướng dẫn vận hành của máy. Đo giá trị pH của dung dịch đệm chuẩn đã chọn tại điện áp nguồn nuôi đó với nhiệt độ 20 °C (hoặc 25 °C). Ghi kết quả đo pH vào biên bản ở phụ lục 1.

5.3.3.4 Giảm điện áp nguồn nuôi cho máy đo pH tới điện áp thấp nhất cho phép ghi trong hướng dẫn vận hành của máy. Đo giá trị pH của dung dịch đệm chuẩn tại điện áp nguồn nuôi đó với nhiệt độ 20 °C (hoặc 25 °C). Ghi kết quả đo pH vào biên bản ở phụ lục 1.

5.3.3.5 Chênh lệch giữa kết quả đo theo mục 5.3.3.2 với mục 5.3.3.3 và theo mục 5.3.3.2 với mục 5.3.3.4 không được lớn hơn sai số cho phép là $\pm 0,02$ pH đối với máy đo pH có giá trị độ chia 0,01 pH hoặc không được lớn hơn sai số cho phép là $\pm 0,1$ pH đối với máy đo pH có giá trị độ chia 0,1 pH.

5.3.4 Kiểm tra sai số

5.3.4.1 Đối với máy đo pH có phạm vi đo từ (0 ÷ 14) pH.

Chọn dung dịch đệm chuẩn theo mục 4.2.1.

5.3.4.2 Rửa và làm khô điện cực theo mục 4.2.4.

Dùng máy đo pH cần kiểm định đo giá trị pH của dung dịch đệm chuẩn thứ nhất 7,00 pH (hoặc 6,89 pH) tại nhiệt độ 20 °C (hoặc 25 °C). Ghi kết quả đo vào biên bản ở phụ lục 1.

5.3.4.3 Thực hiện các thao tác như mục 5.3.3.2 đối với dung dịch đệm chuẩn thứ hai mang tính axit. Ghi kết quả đo vào biên bản ở phụ lục 1.

5.3.4.4 Thực hiện các thao tác như mục 5.3.3.2 đối với dung dịch đệm chuẩn thứ ba mang tính kiềm. Ghi kết quả đo vào biên bản ở phụ lục 1.

5.3.4.5 Thực hiện lại lần thứ hai phép đo theo quy định ở mục 5.3.3.2, 5.3.3.3, 5.3.3.4. Ghi kết quả đo vào biên bản ở phụ lục 1.

5.3.4.6 Sự sai khác giữa giá trị pH đo được ở mục 5.3.3.2, 5.3.3.3, 5.3.3.4, 5.3.3.5 với giá trị chuẩn tương ứng tại nhiệt độ 20 °C (hoặc 25 °C) ghi trong bảng 2 không được lớn hơn sai số cho phép là $\pm 0,02$ pH đối với máy đo pH có giá trị độ chia 0,01 pH hoặc không được lớn hơn sai số cho phép là $\pm 0,1$ pH đối với máy đo pH có giá trị độ chia 0,1 pH.

6 Xử lý chung

6.1 Máy đo pH cần kiểm định đạt các yêu cầu quy định ở mục 5 được đóng dấu kiểm định hoặc/và cấp giấy chứng nhận kiểm định.

6.2 Máy đo pH cần kiểm định không đạt một trong các yêu cầu quy định ở mục 5 thì không cấp giấy chứng nhận kiểm định và xoá dấu kiểm định cũ.

6.3 Chu kỳ kiểm định: 01 năm.

Tên cơ quan kiểm định:

BIÊN BẢN KIỂM ĐỊNH

.....

Số:.....

Tên phương tiện đo:
 Kiểu:Số:.....
 Cơ sở sản xuất: Năm sản xuất:
 Đặc trưng kỹ thuật:
 - Phạm vi đo:
 - Giá trị độ chia:
 Nơi sử dụng:
 Phương pháp thực hiện:
 Chuẩn, thiết bị chính được sử dụng:.....
 Điều kiện môi trường:.....
 Người thực hiện:
 Ngày thực hiện:

KẾT QUẢ

1 Kiểm tra bên ngoài

2 Kiểm tra kỹ thuật

3 Kiểm tra đo lường

3.1 Kiểm tra độ ổn định

Ổn định	Kết quả đo (pH) ...giờ...	Kết quả đo (pH) ...giờ...	Sai số	Sai số cho phép

3.2 Kiểm tra bù nhiệt

Bù nhiệt	Thang đo từ ... pH đến ... pH			
	Kết quả đo (pH)	Chuẩn (pH)	Sai số	Sai số cho phép
Ở nhiệt độ 20 °C (hoặc 25 °C)				
Ở nhiệt độ 40 °C				

3.3 Kiểm tra thay đổi điện áp nguồn nuôi

Kết quả đo ở.....V (điện áp cao nhất cho phép) (pH)	Kết quả đo ởV (điện áp danh định) (pH)	Kết quả đo ởV (điện áp thấp nhất cho phép) (pH)	Sai số (pH)		Sai lệch cho phép (pH)
(1)	(2)	(3)	(2)-(1)	(2)-(3)	

3.4 Kiểm tra sai số

Dung dịch	Thang đo từ ... pH đến ... pH				Thang đo từ ... pH đến ... pH			
	Kết quả đo (pH)	Giá trị chuẩn (pH)	Sai số (pH)	Sai số cho phép (pH)	Kết quả đo (pH)	Giá trị chuẩn (pH)	Sai số (pH)	Sai số cho phép (pH)
Dung dịch 1								
Dung dịch 2								
Dung dịch 3								
Kết luận:								

Người soát lại

Người thực hiện