

42 1529

**ЭЛЕКТРОД
ИОНОСЕЛЕКТИВНЫЙ
ЭЛИС-131Рь**

Паспорт
ГРБА.418422.015-09 ПС



1 ОБЩИЕ СВЕДЕНИЯ. НАЗНАЧЕНИЕ

1.1 Электрод ионоселективный кристаллический ЭЛИС-131Рb предназначен совместно с электродом сравнения и электронным преобразователем (например, иономером) для измерения активности ионов свинца(II) в растворах. Электрод является прибором общего назначения для использования в научных и промышленных аналитических лабораториях.

1.2 Электрод изготавливается в соответствии с ГОСТ 22261-94 и техническими условиями ТУ 4215-015-35918409-2007.

2 ТЕХНИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ

2.1 Диапазон измерений рPb при температуре 20°C от 1,0 до 6,0.

2.2 Отклонение электродной характеристики от линейности в диапазоне измерений рPb и температуре раствора 20°C не более ± 3 мВ.

2.3 Диапазон температур анализируемой среды от 5 до 50°C.

2.4 Величина рН анализируемого раствора должна быть в пределах от 3 до 7.

2.5 Электрическое сопротивление электрода при температуре 20°C от 10 до 100 кОм.

2.6 Крутизна электродной характеристики по абсолютной величине, не менее:

- 27,0 мВ/рPb - при температуре 20°C;

- 30,0 мВ/рPb - при температуре 50°C

2.7 Не допускается присутствие в анализируемом растворе ионов Hg^{2+} , Ag^{+} , Cu^{2+} , Cd^{2+} , Fe^{3+} .

2.8 Габаритные размеры электрода не более;

диаметр - 10 мм;

длина - 130 мм.

2.9 Параметры соединительного кабеля и разъема приведены в таблице 1.

Таблица 1

| Тип разъема | Длина кабеля, мм | Код |
|-------------------------------|------------------|--------|
| Штекер ГРБА.685611.009 | 800 | К 80.3 |
| Штепсель ШП 4-2 ГаО.364.008ТУ | 800 | К 80.5 |
| Разъем BNC -7001 | 800 | К 80.7 |

Код кабеля приводится после обозначения электрода.

2.10 Масса электрода с кабелем не более 70 г.

2.11 Электрод является невозстанавливаемым изделием.

3 КОМПЛЕКТНОСТЬ

3.1 В комплект поставки входит:

электрод ЭЛИС-131Рb - 1 шт.

паспорт - 1 шт.

упаковка - 1 шт.

4 ПОДГОТОВКА К РАБОТЕ

4.1 Извлечь электрод из упаковки.

4.2 Убедиться в отсутствии механических повреждений электрода и соединительного кабеля.

4.3 Осмотреть рабочую мембрану электрода, на ней не должно быть царапин, отложений соли и других включений.

4.4 Электрод промыть дистиллированной водой. Нерастворимые в воде отложения и царапины на рабочей мембране удалить шлифовальной бумагой. Затем отполировать мембрану на фильтровальной бумаге, после чего электрод следует промыть дистиллированной водой.

5 ГРАДУИРОВКА И ИЗМЕРЕНИЯ

5.1 Ионоселективный электрод может применяться при реализации различных методов потенциометрического анализа, таких как прямая потенциометрия, потенциометрическое титрование, методы добавок. Большинство этих методов требует проведения градуировки электродов.

5.2 Для каждого объекта анализа должна применяться соответствующая методика выполнения измерений (МВИ), учитывающая особенности этого объекта. Методика включает в себя правила отбора, хранения и подготовки пробы, указания по градуировке электродов и проведению измерений, а также порядок вычисления результатов.

5.3 В случае отсутствия аттестованной МВИ может использоваться одна из нижеследующих методик градуировки и измерений.

5.4 Для измерений активности ионов Pb^{2+} при градуировке рекомендуется применять растворы нитрата свинца ($Pb(NO_3)_2$) известной концентрации (см. ПРИЛОЖЕНИЕ п.п.1, 2).

5.5 Для измерения концентрации в градуировочные растворы следует добавить буферный раствор для регулирования общей ионной силы (БРО-ИС)(см. ПРИЛОЖЕНИЕ п.3).

5.6 Подключить электроды (ЭЛИС-131Pb и электрод сравнения) к измерительному прибору согласно инструкциям, приведенным в паспорте на прибор.

Примечание: электрод сравнения должен быть подготовлен к работе в соответствии с инструкцией по его эксплуатации.

Внимание! Растворы KCl , обычно применяемые для заполнения электродов сравнения, взаимодействуют с растворами солей свинца с образованием малорастворимого соединения $PbCl_2$. Это может привести к искажению результатов измерений и нарушению работоспособности электрода сравнения в результате засорения электролитического ключа. Поэтому при работе с растворами, содержащими ионы свинца, следует применять либо двухключевой электрод сравнения, либо внешний электролитический мостик, заполненные раствором $1M KNO_3$.

5.7 Операции градуировки.

5.7.1 Промыть электроды дистиллированной водой и осушить фильтровальной бумагой.

5.7.2 Погрузить электроды в градуировочный раствор с наименьшей концентрацией. Произвести измерения потенциала при помощи измерительного прибора с высоким входным сопротивлением ($>10^{12}$ Ом), работающего в режиме вольтметра. Записать результат измерений.

5.7.3 Извлечь электроды из раствора и осушить их фильтровальной бумагой.

5.7.4 Повторить операции по п.п. 5.7.1 – 5.7.3 в остальных градуировочных растворах в порядке возрастания их концентрации. Температура градуировочных растворов не должна отличаться более чем на 1°C.

5.7.5 По результатам измерений по п.п. 5.7.1 – 5.7.4 построить градуировочный график в координатах $E - (-\lg a_{Pb^{2+}})$ для определения активности или $E - (-\lg M_{Pb^{2+}})$ для определения концентрации.

Взаимосвязь концентрации растворов $Pb(NO_3)_2$ и активности ионов Pb^{2+} в них приведены в таблице 2.

Таблица 2

| | | | | | | | |
|-----------------------|--------------------------------------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|
| Концентрация раствора | $M_{Pb^{2+}}$, моль/дм ³ | 10^{-6} | 10^{-5} | 10^{-4} | 10^{-3} | 10^{-2} | 10^{-1} |
| | $C_{Pb^{2+}}$, мг/дм ³ | 0,21 | 2,07 | 20,72 | 207,2 | 2072 | 20720 |
| | $-\lg M_{Pb^{2+}}$ | 6,00 | 5,00 | 4,00 | 3,00 | 2,00 | 1,00 |
| Активность Pb^{2+} | $-\lg a_{Pb^{2+}}$ | 6,00 | 5,00 | 4,05 | 3,10 | 2,26 | 1,57 |

5.8 Измерения.

5.8.1 Измерить потенциал электрода в растворе с неизвестной концентрацией и определить по градуировочному графику величину активности или концентрации ионов Pb^{2+} . Температура анализируемых растворов не должна отличаться более чем на $\pm 3^\circ C$ от температуры, при которой была проведена градуировка.

***Примечание:** при определении концентрации анализируемый раствор должен смешиваться с БРОИС, по той же схеме, что и градуировочные растворы.*

5.9 При использовании в качестве измерительного прибора современного иономера нет необходимости в построении градуировочного графика. В этом случае градуировка осуществляется, как правило, по двум или более растворам (см. п.п. 5.4-5.5), согласно инструкции по эксплуатации иономера. Результаты градуировки прибор заносит в свою память, в дальнейшем при измерениях производит необходимые расчеты и выводит результат на дисплей.

6 ОСОБЕННОСТИ ЭКСПЛУАТАЦИИ

6.1 Не допускается механическое повреждение мембраны электрода и использование электрода в растворах, содержащих вещества, образующие осадки и пленки на поверхности электрода.

6.2 При длительных перерывах в работе электрод следует промыть дистиллированной водой, осушить фильтровальной бумагой и надеть защитный колпачок. При последующем введении электрода в эксплуатацию следует повторить операции по п.4.3.

7 ПРАВИЛА ХРАНЕНИЯ И ТРАНСПОРТИРОВАНИЯ

7.1 Транспортирование электрода проводить в упаковке при температуре воздуха от минус 5 до плюс 55°C и относительной влажности воздуха не более 95% при 25°C

7.2 Хранить электрод на складах в упаковке при температуре 5-40°C и относительной влажности воздуха 80% при 25°C.

8 ПОВЕРКА ЭЛЕКТРОДА

8.1 Поверка проводится в соответствии с документом «Электроды ионоселективные «ЭЛИС-1», Методика поверки» ГРБА.418422.015МП», утвержденным ГП «ВНИИФТРИ» 20.06.2002.

9 ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

9.1 Изготовитель гарантирует соответствие электрода требованиям ТУ при соблюдении условий эксплуатации, транспортирования и хранения.

9.2 Гарантийный срок эксплуатации электрода 9 мес. с момента ввода в эксплуатацию при наработке, не превышающей 1000 часов.

Гарантийный срок хранения 6 мес. до ввода в эксплуатацию.

9.3 В случае нарушения работоспособности электродов в период гарантийного срока он должен быть направлен в адрес предприятия-изготовителя вместе со следующими документами:

- паспорт на электрод;
- акт с указанием выявленных неисправностей
- извещение о непригодности (в случае выявления брака службами ЦСМ Госстандарта) с обязательным приложением протокола испытаний.

Адрес предприятия-изготовителя: 109202, г. Москва, шоссе Фрезер, 12. ООО «Измерительная техника», т. (495)232-49-74, 232-42-14.

10 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

10.1 При проведении испытаний, обслуживании и эксплуатации электродов соблюдать требования безопасности, предусмотренные ГОСТ 12.1.007-76.

11 СВИДЕТЕЛЬСТВО О ПОВЕРКЕ

11.1 Электрод соответствует ГОСТ 22261-94 и техническим условиям ТУ 4215-015-35918409-2007, поверен и признан годным для эксплуатации.

Электрод № _____

Дата изготовления _____

МП ОТК

Дата поверки _____

МП _____

Подпись лиц, ответственных за поверку.

Дата продажи _____

Продавец _____

ПРИГОТОВЛЕНИЕ ГРАДУИРОВОЧНЫХ РАСТВОРОВ

Градуировочные растворы готовят из исходного раствора концентрацией $0,1 \text{ моль/дм}^3 \text{ Pb(NO}_3)_2$.

1 Приготовление раствора с концентрацией $0,1 \text{ моль/дм}^3$.

1.1 Взять навеску $33,12 \text{ г}$ нитрата свинца ($\text{Pb(NO}_3)_2$).

1.2 Поместить навеску в мерную колбу емкостью 1 дм^3 , заполнить колбу до половины дистиллированной водой. После растворения соли объем раствора довести до метки.

1.3 Остальные градуировочные растворы готовят из исходного раствора последовательным десятикратным разбавлением дистиллированной водой.

2 Приготовление градуировочных растворов с концентрацией $\text{Pb(NO}_3)_2$ 10^{-2} , 10^{-3} , 10^{-4} , $10^{-5} \text{ моль/дм}^3$.

2.1 Отобрать пипеткой 10 см^3 раствора $\text{Pb(NO}_3)_2$ с концентрацией $0,1 \text{ моль/дм}^3$, перенести в мерную колбу емкостью 100 см^3 и довести дистиллированной водой объем раствора до метки. Перемешать взбалтыванием. Полученный раствор $\text{Pb(NO}_3)_2$ имеет концентрацию – $10^{-2} \text{ моль/дм}^3$.

2.2 Отобрать пипеткой 10 см^3 раствора $\text{Pb(NO}_3)_2$ с концентрацией $10^{-2} \text{ моль/дм}^3$, перенести в мерную колбу емкостью 100 см^3 и довести дистиллированной водой объем раствора до метки. Перемешать взбалтыванием. Полученный раствор $\text{Pb(NO}_3)_2$ имеет концентрацию – $10^{-3} \text{ моль/дм}^3$.

2.3 Отобрать пипеткой 10 см^3 раствора $\text{Pb(NO}_3)_2$ с концентрацией $10^{-3} \text{ моль/дм}^3$, перенести в мерную колбу емкостью 100 см^3 и довести дистиллированной водой объем раствора до метки. Перемешать взбалтыванием. Полученный раствор $\text{Pb(NO}_3)_2$ имеет концентрацию – $10^{-4} \text{ моль/дм}^3$.

2.4 Отобрать пипеткой 10 см^3 раствора $\text{Pb(NO}_3)_2$ с концентрацией $10^{-4} \text{ моль/дм}^3$, перенести в мерную колбу емкостью 100 см^3 и довести дистиллированной водой объем раствора до метки. Перемешать взбалтыванием. Полученный раствор $\text{Pb(NO}_3)_2$ имеет концентрацию – $10^{-5} \text{ моль/дм}^3$.

3 Приготовление градуировочных растворов с добавлением фонового электролита для регулирования ионной силы (БРОИС).

3.1 В качестве БРОИС может применяться раствор KNO_3 с концентрацией 1 моль/дм^3 . Для его приготовления следует взять навеску KNO_3 $101,1 \text{ г}$, поместить ее в мерную колбу емкостью 1 дм^3 , заполнить колбу до половины дистиллированной водой. После растворения соли объем раствора довести до метки.

3.2 Отобрать пипеткой 50 см^3 раствора $\text{Pb(NO}_3)_2$ с концентрацией $10^{-2} \text{ моль/дм}^3$ (приготовленный по п.2.1), перенести в стакан емкостью 100 см^3 . Отобрать пипеткой 10 см^3 БРОИС, перенести в тот же стакан и перемешать. Полученный раствор $\text{Pb(NO}_3)_2$ имеет условную* концентрацию – $10^{-2} \text{ моль/дм}^3$.

* Пояснения см. на следующей странице.

3.3 Отобрать пипеткой 50 см³ раствора Pb(NO₃)₂ с концентрацией 10⁻³ моль/дм³ (приготовленный по п.2.2), перенести в стакан емкостью 100 см³. Отобрать пипеткой 10 см³ БРОИС, перенести в тот же стакан и перемешать. Полученный раствор Pb(NO₃)₂ имеет условную* концентрацию – 10⁻³ моль/дм³.

3.4 Отобрать пипеткой 50 см³ раствора Pb(NO₃)₂ с концентрацией 10⁻⁴ моль/дм³ (приготовленный по п.2.3), перенести в стакан емкостью 100 см³. Отобрать пипеткой 10 см³ БРОИС, перенести в тот же стакан и перемешать. Полученный раствор Pb(NO₃)₂ имеет условную* концентрацию – 10⁻⁴ моль/дм³.

3.5 Отобрать пипеткой 50 см³ раствора Pb(NO₃)₂ с концентрацией 10⁻⁵ моль/дм³ (приготовленный по п.2.3), перенести в стакан емкостью 100 см³. Отобрать пипеткой 10 см³ БРОИС, перенести в тот же стакан и перемешать. Полученный раствор Pb(NO₃)₂ имеет условную* концентрацию – 10⁻⁵ моль/дм³.

** Это то значение концентрации, которое должно использоваться при построении градуировочного графика или настройке иономера. Действительная концентрация этих растворов из-за разбавления фоновым раствором ниже указанной. Однако, поскольку в анализируемый раствор также добавляется БРОИС, происходит «автоматический» учет этого разбавления.*