

Общество с ограниченной ответственностью
Научно-производственное объединение «Измерительная техника ИТ»
(ООО НПО «Измерительная техника ИТ»)


СОГЛАСОВАНО
Зам. Руководителя ЦМ СИ –
директор Центрального отделения
ФГУ «ИНИС» ГИИ ВИСМ
А. Сажигай
2008 г.


УТВЕРЖДАЮ
Директор ООО НПО
«Измерительная техника ИТ»
«Измерительная
техника ИТ»
В.А. Литягов
2008 г.

ЭЛЕКТРОДЫ ИОНОСЕЛЕКТИВНЫЕ

"ЭЛИС-2"

Методика поверки

ГРБА.418422.016МП

Москва

2008

Настоящая методика поверки распространяется на электроды ионоселективные "ЭЛИС-2" (далее - электроды), предназначенные для преобразования концентрации (активности) ионов натрия в водных растворах и взвешях (кроме растворов, содержащих вещества, образующие осадки или пленки на поверхности мембраны) в значения электродвижущей силы (ЭДС), и устанавливает методику их поверки.

Межповерочный интервал составляет 1 год.

1 Операции поверки

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

Таблица 1

Наименование операции	Номер пункта методики
1 Внешний осмотр	6.1
2 Определение потенциала электрода	6.2
3 Определение крутизны электродной характеристики электрода	6.3
4 Определение электрического сопротивления электрода	6.4

1.2 При отрицательных результатах одной из операций поверка прекращается.

2 Средства поверки

2.1 При проведении поверки применяют средства измерений, оборудование, материалы и реактивы, приведенные в таблице 2.

Таблица 2

Наименование	Технические характеристики и обозначение документа
1	2
Весы лабораторные	Погрешность взвешивания не более $\pm 0,02$ г ГОСТ 24104-88
Термостат жидкостный	Диапазон температур от 0 до 100 °С Погрешность поддержания температуры не более $\pm 0,2$ °С ТУ 25-02-200.351-84
Термометр лабораторный ТЛ-4	Диапазон температур от 0 до 55 °С Цена деления 0,1 °С ТУ 25-2021.003-88
Электрод сравнения хлорсеребряный насыщенный образцовый 2-го разряда	ГОСТ 17792-72
Магнитная мешалка	До 1000 оборотов в минуту
Иономер «Экотест-120»	ТУ4215-004-41541647-98
Проточная ячейка с устройством для подщелачивания пробы	из комплекта рН-метра/иономера АТОН-101МП, ПШЛК421540.101ТУ
Тераомметр Е6-13А	ЯЫ2.722.014ТУ
Мерные колбы 2-1000-2, 2-500-2	1000 мл, 500 мл ГОСТ 1770-74
Мерная колба пластмассовая	1000 мл, class B DIN EN ISO 1024
Пипетки 2-2-50	50 мл ГОСТ 1770-74
Пипетки 2-1-2-5, 2-1-2-10	5 мл, 10 мл ГОСТ 1770-74

Продолжение таблицы 2

1	2
Полиэтиленовые (полипропиленовые) пробоотборные банки с плотно закрывающимися крышками	500 мл
Вода обессоленная	ОСТ 37-70-953.2-88
Натрий хлористый	«х.ч.» или «ч.д.а.», ГОСТ 4233-77
Калий хлористый	«х.ч.» или «ч.д.а.», ГОСТ 4234-77
Аммиак водный (25%)	«х.ч.» ГОСТ3760-64
Примечание - Допускается использование других средств измерений, оборудования, материалов и реактивов с характеристиками, не уступающими указанным в таблице	

3 Требования безопасности

3.1 Требования безопасности при поверке должны соответствовать требованиям, изложенным в эксплуатационной документации (далее - ЭД) электродов, поверочного оборудования и средств измерений.

4 Условия поверки и подготовка к ней

4.1 При проведении поверки соблюдают следующие условия:

- температура окружающей среды - (25 ± 10) °С;
- относительная влажность - (65 ± 20) % при температуре воздуха (25 ± 10) °С;
- атмосферное давление - 84 - 107 кПа (630 - 800 мм рт. ст.).

4.2 Запрещается проведение поверки в помещениях с агрессивными средами, вызывающими коррозию.

4.3 Средства измерения и оборудование, применяемые в процессе испытаний, должны быть исправны, иметь техническую документацию и свидетельства по ПР 50.2.006-94, а испытательное оборудование – аттестаты по ГОСТ Р 8.568-97.

4.4 На поверку должны быть представлены электроды с технической документацией, содержащей технические характеристики, состав и методику приготовления контрольных растворов, необходимых при их поверке.

4.5 Поверяемые электроды должны быть подготовлены к работе в соответствии с указаниями, изложенными в ЭД.

4.6 Эталонный (образцовый) электрод сравнения во время поверки должен быть подготовлен к работе в соответствии с ЭД.

4.7 Растворы, необходимые при проведении поверки, должны приготавливаться в соответствии с приложением В.

4.8 Настроить рН-метр 9 (рис Б.3-4) в комплекте с измерительным электродом 8 и электродом сравнения 6 для измерения величины рН по буферным растворам согласно его ЭД.

5 Требования к квалификации поверителя

5.1 К проведению поверки допускают лиц, имеющих высшее или среднетехническое образование, опыт работы в химических лабораториях не менее 1 года, владеющих техникой потенциометрических и амперометрических измерений, изучивших настоящую методику и аттестованных в качестве поверителя.

6 Проведение поверки

6.1 При проведении внешнего осмотра должно быть установлено:

- отсутствие повреждений провода;
- отсутствие повреждений и трещин на корпусе электрода;
- отсутствие повреждений на мембране электрода;
- наличие четкой маркировки на электроде.

6.2 Определение потенциала электрода

6.2.1 Определение потенциала электрода ЭЛИС-212Na проводят на установке, изображенной на рисунке Б.1, а электрода ЭЛИС-213 Na – на установке рис. Б.2 (приложение Б).

6.2.2 Заполняют ячейку раствором хлористого натрия концентрацией 0,1 моль/дм³ (раствор 1, таблица 3).

6.2.3 Термостатируют ячейку в течение 15 мин ячейку 5 при температуре (20±0,3) °С.

Таблица 3

Номер контрольного раствора	Показатель активности ионов натрия (pNa)	Концентрация ионов натрия, моль/л	Массовая концентрация ионов натрия
1	1,11	10 ⁻¹	2,3 г/л
2	4,00	10 ⁻⁴	2,3 мг/л
3	6,00	10 ⁻⁶	23 мкг/л

6.2.4 Проверяют величину рН контрольного раствора. Устройство подщелачивания ячейки должно обеспечивать рН анализируемой среды в пределах от (10,3 ± 0,5).

6.2.5 Проводят измерение потенциала в контрольном растворе. Измеренный потенциал должен соответствовать указанному в РЭ.

Примечание. Определение потенциала электрода в контрольном растворе целесообразно совместить с определением крутизны электродной характеристики, выполняемой в соответствии с 6.3.

6.3 Определение крутизны электродной характеристики

6.3.1 Для определения крутизны электродной характеристики ЭЛИС-212Na используют установку, изображенную на рисунке Б.3, а для ЭЛИС-213 – на рисунке Б.4.

6.3.2 Пропускают через гидравлический тракт измерительной установки обессоленную воду.

6.3.3 Проверяют значение рН анализируемой среды с помощью рН-метра. Сатураторы установок должны обеспечивать рН анализируемой среды в пределах (10,3 ± 0,5).

6.3.4 Помещают ячейку (для ЭЛИС-213Na помещают сам электрод) в водяной термостат и выдерживают в нем при температуре (20±0,3)° в течение 15 мин

6.3.5 Отмывку гидравлического тракта установки обессоленной водой заканчивают при достижении значений потенциала менее:

- минус 250 для электродов с изопотенциальной точкой pNa_и=3,00;
- минус 165 для электродов с изопотенциальной точкой pNa_и=4,30.

6.3.6 Проводят измерение потенциала электрода в растворах 1, 2, 3, приведенных в таблице 3. Для этого эти растворы по очереди, начиная с самого разбавленного в порядке возрастания их концентрации, пропускают через измерительную ячейку.

6.3.7 Рассчитывают значения крутизны электродной характеристики S , мВ/рNa, для каждой из пар растворов по формулам

$$S_{1-2} = \frac{|E_2 - E_1|}{|pNa_2 - pNa_1|} \quad (1)$$

$$S_{2-3} = \frac{|E_3 - E_2|}{|pNa_3 - pNa_2|} \quad (2)$$

где:

- E_1, E_2 и E_3 - измеренные значения потенциалов электрода в растворах 1, 2 и 3 (таблица 3), соответственно, мВ;
 pNa_1, pNa_2 и pNa_3 - значения рNa в указанных растворах.

6.3.8 Электрод считают выдержавшим испытание, если крутизна электродной характеристики соответствует значению, указанному в ЭД.

6.4 Проверка электрического сопротивления электродов

6.4.1 Проверку электрического сопротивления измерительного электрода (1.1.2) проводят на установке, изображенной на рисунке Б.5, а электрода ЭЛИС-213 Na – на установке рис. Б.6 (приложение Б) в контрольном растворе 1 (таблица 3).

6.4.2 Одну клемму тераомметра Е6/13А соединяют с выводом разъема на кабеле электрода, соответствующим цепи измерительного электрода, другую - с отрезком серебряной проволоки длиной от 20 до 50 мм и диаметром от 0,3 до 1,0 мм.

6.4.3 Электрод погружают на одну треть в контрольный раствор.

6.4.4 Электрод ЭЛИС-213Na заполняют контрольным раствором 1 (таблица 3) при помощи шприца.

6.4.5 Термостатируют ячейку в течение 15 мин ячейку 3 при температуре $(20 \pm 0,3)^\circ\text{C}$.

6.4.6 Погружают в ячейку отрезок серебряной проволоки на половину длины проволоки и измеряют сопротивление тераомметром при напряжении 100 В через 30 с после погружения отрезка проволоки.

6.4.7 Результаты проверки считают удовлетворительными, если электрическое сопротивление соответствует требованиям ЭД.

Примечание. Проверку электрического сопротивления следует производить после всех испытаний, связанных с измерением потенциала электрода.

7 Оформление результатов поверки

7.1 При проведении операций поверки ведут протокол результатов измерений при поверке произвольной формы.

7.2 Положительные результаты поверки оформляют путем выдачи свидетельства о поверке или простановкой поверительного клейма на паспорт в соответствии с ПР 50.2.006-94 и ПР 50.2.007-94.

7.3 При отрицательных результатах поверки выдают извещение по ПР 50.2.006-94 о непригодности с указанием причин, а электрод к применению не допускают.

Главный метролог

_____ А.С. Дойников

« ____ » _____ 2008 г

Начальник лаборатории

_____ Н.Н.Здориков

« ____ » _____ 2008 г

Старший научный сотрудник

ООО НПО "Измерительная техника ИТ"

_____ В.В.Соболь

« ____ » _____ 2008 г

Ведущий научный сотрудник

_____ Е.Е.Сейку

« ____ » _____ 2008 г

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(справочное)

ПЕРЕЧЕНЬ
ссылочных и нормативных документов

Обозначение документа	Наименование документа
ГОСТ 22261-94	Средства измерений электрических и магнитных величин. Общие технические условия.
ПР 50.2.006-94	ГСИ. Поверка средств измерений. Организация и порядок проведения.
ГОСТ 2.601-95	ЕСКД. Эксплуатационные документы
ГОСТ 6709-72	Вода дистиллированная. Технические условия.
ГОСТ 12997-84	Изделия ГСП. Общие технические условия.
ГОСТ 24104-88	Весы лабораторные общего назначения и образцовые. Общие технические условия.
ГОСТ 26828-86	Изделия машиностроения и приборостроения. Маркировка.
ГОСТ 17792-72	Электрод сравнения хлорсеребряный насыщенный образцовый 2-го разряда

ПРИЛОЖЕНИЕ Б
(обязательное)
Схемы установок для испытаний электродов

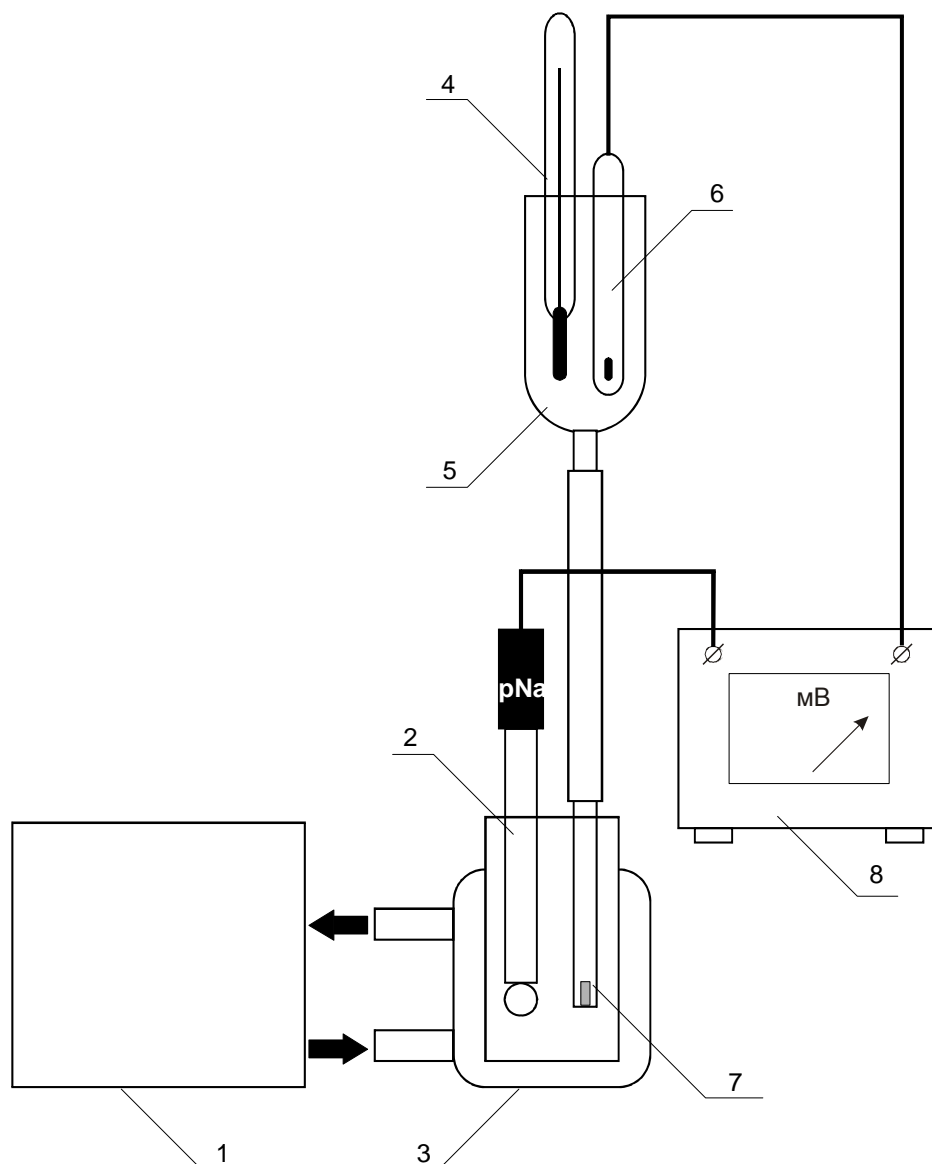


Рисунок Б.1 Схема установки для проверки потенциала электродов ЭЛИС-212Na

- 1 - термостат;
- 2 - электрод натрий-селективный;
- 3 - измерительная ячейка;
- 4 - термометр;
- 5 - сосуд электрода сравнения, заполненный насыщенным раствором KCl ;
- 6 - электрод сравнения образцовый;
- 7 - электролитический ключ;
- 8 - высокоомный вольтметр

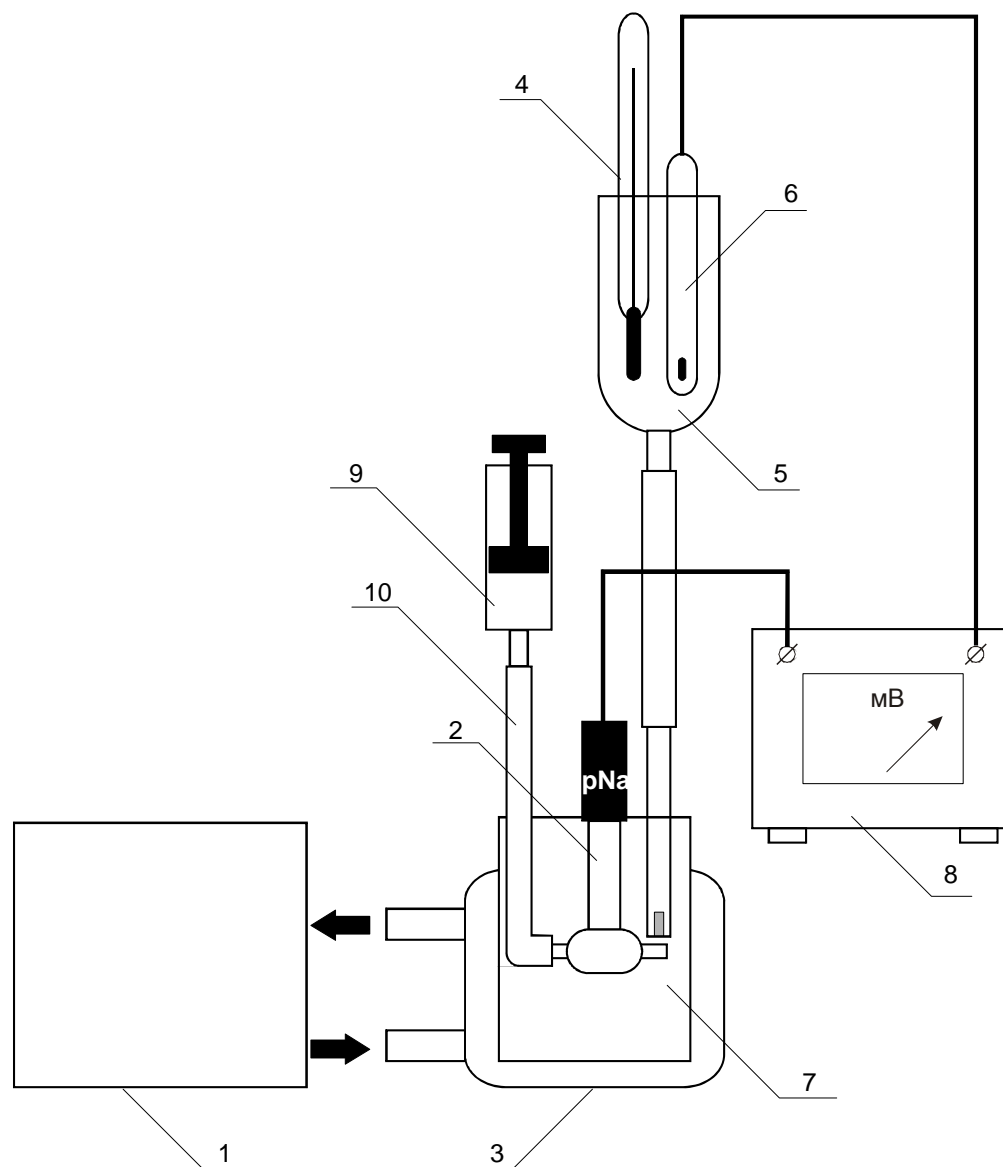


Рисунок Б.2 Схема установки для проверки потенциала электродов ЭЛИС-213Na

- 1 - термостат;
- 2 - электрод натрий-селективный;
- 3 - измерительная ячейка;
- 4 - термометр;
- 5 - сосуд электрода сравнения, заполненный насыщенным раствором KCl ;
- 6 - электрод сравнения образцовый;
- 7 - электролитический ключ;
- 8 - высокоомный вольтметр;
- 9 - шприц;
- 10 - трубка.

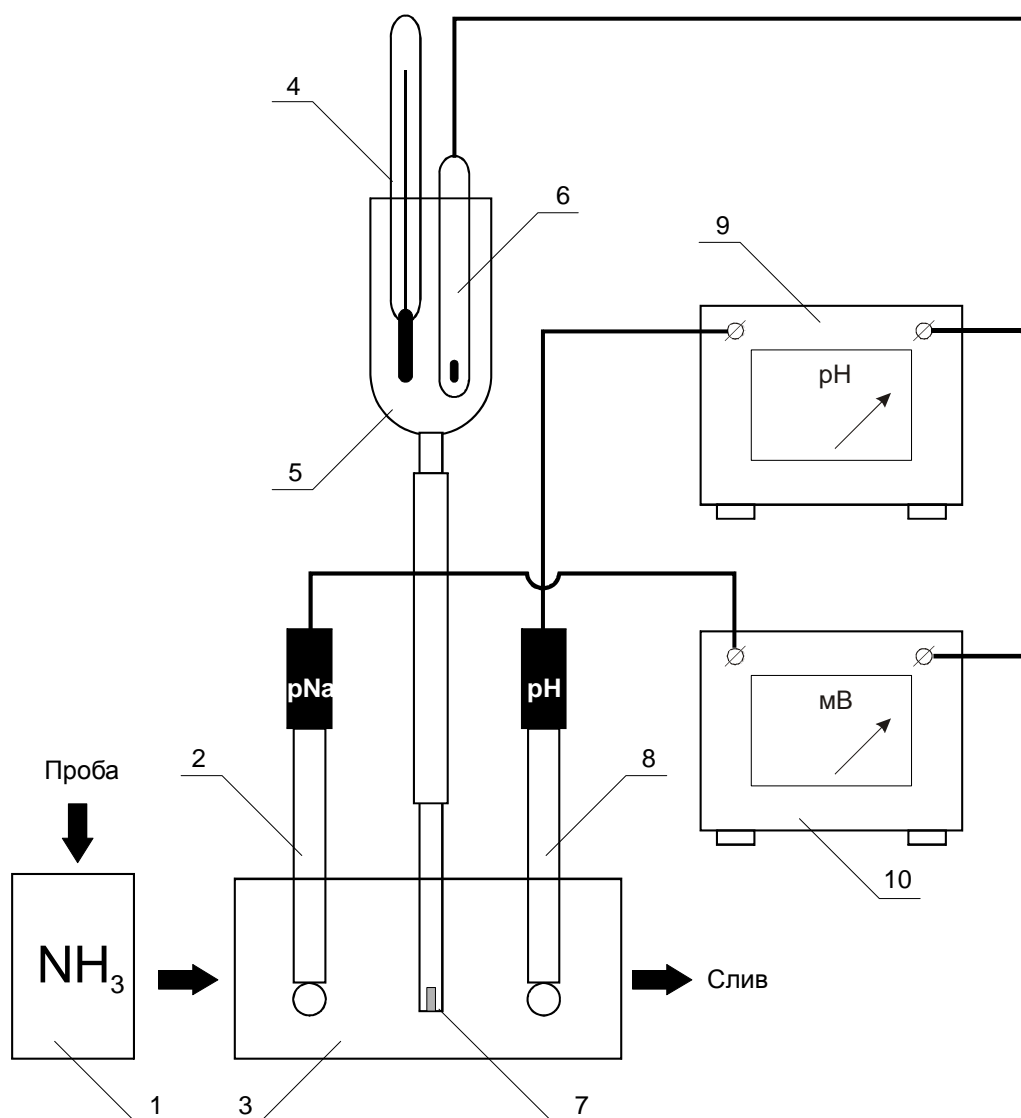


Рисунок Б.3 Схема установки для испытаний электродов ЭЛИС-212Na

- 1 - сатуратор;
- 2 - электрод натрий-селективный;
- 3 - проточная измерительная ячейка;
- 4 - термометр;
- 5 - сосуд электрода сравнения, заполненный насыщенным раствором KCl ;
- 6 - электрод сравнения образцовый;
- 7 - электролитический ключ;
- 8 - pH-электрод;
- 9 - pH-метр;
- 10 - высокоомный вольтметр

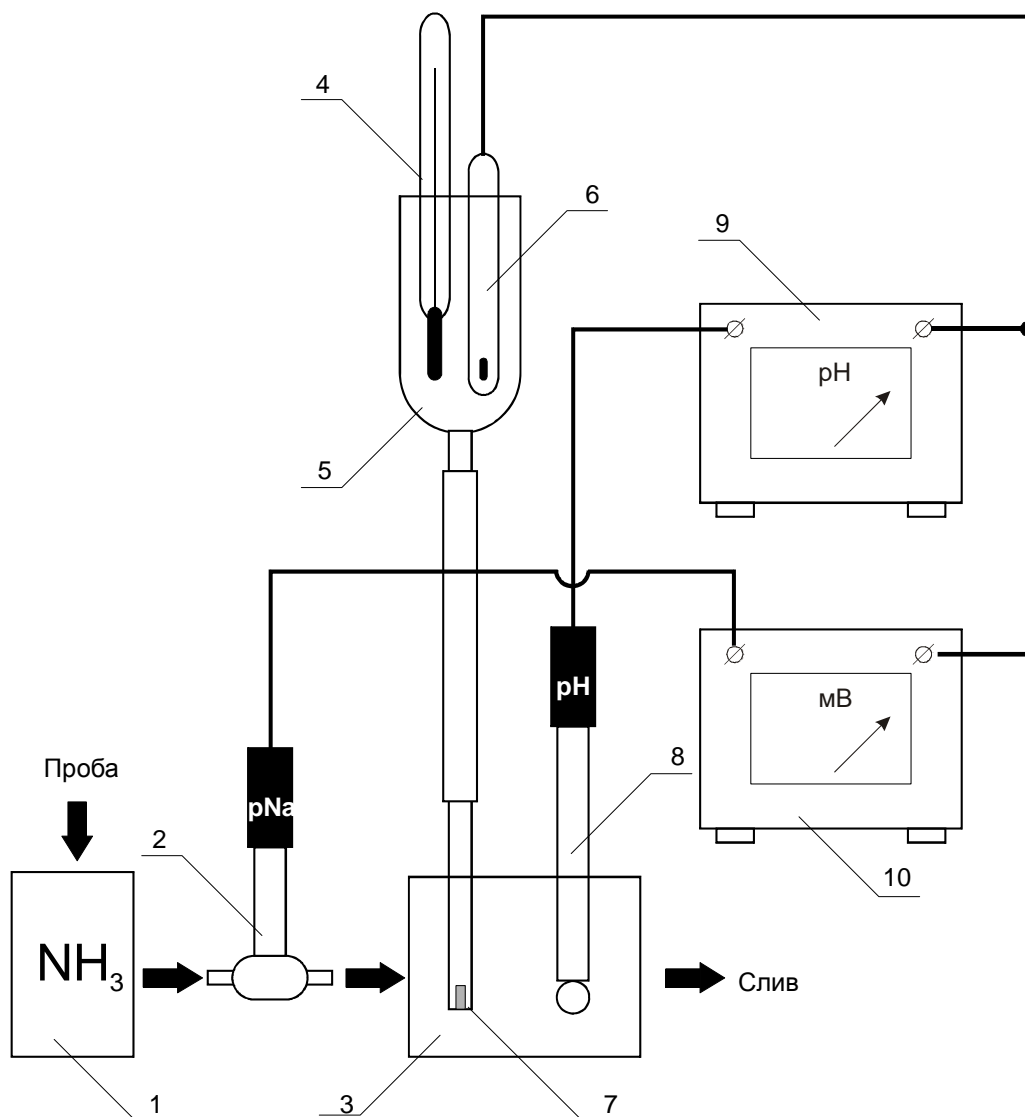


Рисунок Б.4 Схема установки для испытаний электродов ЭЛИС-213Na

- 1 - сатуратор;
- 2 - электрод натрий-селективный;
- 3 - проточная измерительная ячейка;
- 4 - термометр;
- 5 - сосуд электрода сравнения, заполненный насыщенным раствором KCl ;
- 6 - электрод сравнения образцовый;
- 7 - электролитический ключ;
- 8 - pH-электрод;
- 9 - pH-метр;
- 10 - высокоомный вольтметр

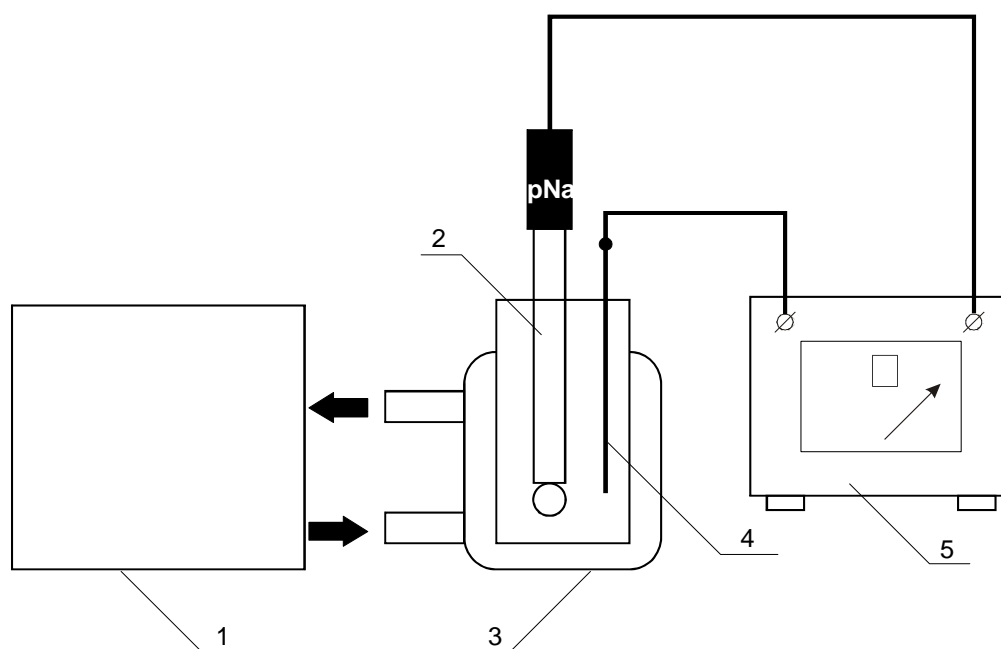


Рисунок Б.5 Схема установки для проверки электрического сопротивления электродов ЭЛИС-212Na

- 1 - термостат;
- 2 - электрод натрий-селективный;
- 3 - измерительная ячейка;
- 4 - серебряная проволока;
- 5 - тераомметр

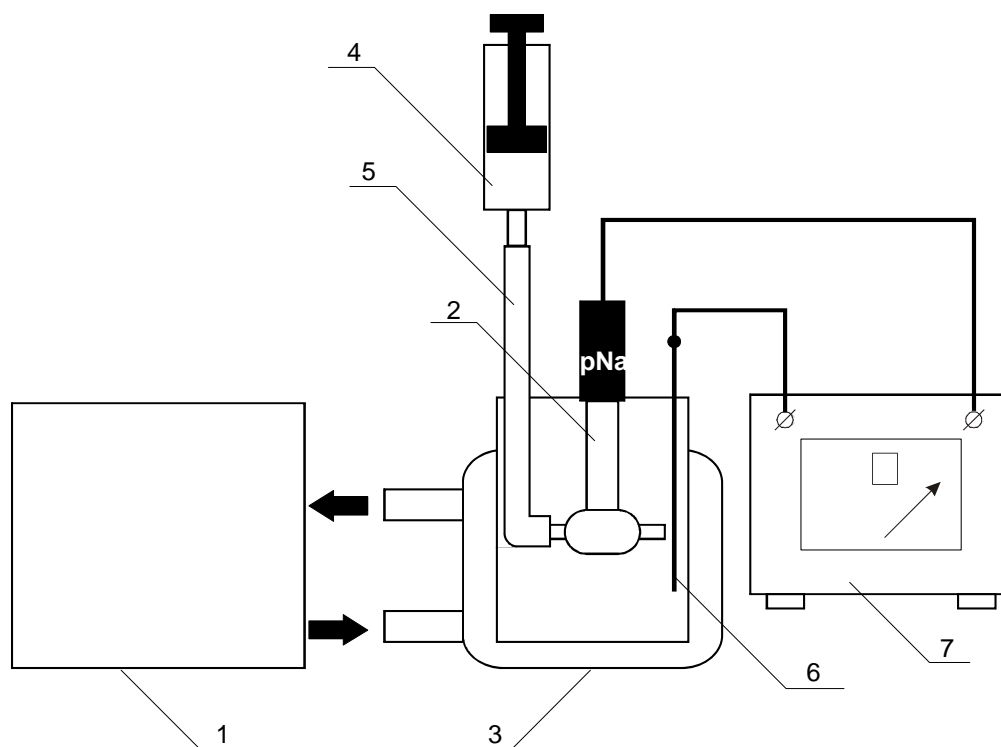


Рисунок Б.6 Схема установки для проверки электрического сопротивления электродов ЭЛИС-213Na

- 1 - термостат;
- 2 - электрод натрий-селективный;
- 3 - измерительная ячейка;
- 4 - шприц;
- 5 - трубка;
- 6 - серебряная проволока;
- 7 - тераомметр

ПРИЛОЖЕНИЕ В
(обязательное)
Приготовление проверочных растворов

В.1 Приготовление раствора хлорида натрия с концентрацией 0,1 моль/л (2,3 г/л Na⁺).

В.1.1 Взять навеску 5,85 г хлорида натрия, предварительно высушенного при температуре в течении 1...2 ч при температуре 110 °С (вместо навески может использоваться фиксанал 0,1 н NaCl ОСЧ МРТУ 6-09-292-70). Поместить ее в мерную колбу вместимостью 1000 мл.

В.1.2 Налить в колбу 500...700 мл деионизованной воды (допускается применение дистиллированной воды).

В.1.3 Добиваются полного растворения соли перемешиванием содержимого колбы.

В.1.4 Доливают в колбу деионизованную воду, не доливая до метки 1..3 см.

В.1.5 Термостатируют колбу при температуре (20±1) °С не менее 0,5 ч.

В.1.6 Доводят объем раствора деионизованной водой до метки, закрывают пробкой и тщательно перемешивают.

В.1.7 Перелить раствор в стеклянную или полиэтиленовую (полипропиленовую) емкость с плотно закрывающейся крышкой. Срок хранения раствора – не более 6 мес.

В.2 Приготовление раствора хлорида натрия с концентрацией 10⁻² моль/л (230 мг/л Na⁺).

В.2.1 Отобрать пипеткой 50 мл раствора NaCl с концентрацией 0,1 моль/л (2,3 г/л Na⁺) и перенести его в мерную колбу вместимостью 500 мл.

В.2.2 Доливают в колбу деионизованную воду, не доливая до метки 1..3 см (допускается применение дистиллированной воды).

В.2.3 Термостатируют колбу при температуре (20±1) °С не менее 0,5 ч.

В.2.4 Доводят объем раствора деионизованной водой до метки, закрывают пробкой и тщательно перемешивают.

В.2.5 Перелить раствор в стеклянную или полиэтиленовую (полипропиленовую) емкость с плотно закрывающейся крышкой. Срок хранения раствора – не более 6 мес.

В.2.6 Этот раствор является вспомогательным и используется только для приготовления более разбавленных растворов.

В.3 Приготовление раствора хлорида натрия с концентрацией 10⁻⁴ моль/л (2,3 мг/л Na⁺).

В.3.1 Отобрать пипеткой 5 мл раствора NaCl с концентрацией 10⁻² моль/л (230 мг/л Na⁺) и перенести его в мерную колбу вместимостью 500 мл.

В.3.2 Доливают в колбу деионизованную воду, не доливая до метки 1..3 см.

В.3.3 Термостатируют колбу при температуре (20±1) °С не менее 0,5 ч.

В.3.4 Доводят объем раствора деионизованной водой до метки, закрывают пробкой и тщательно перемешивают.

В.3.5 Перелить раствор в полиэтиленовую (полипропиленовую) емкость с плотно закрывающейся крышкой. Хранение раствора стеклянной таре недопустимо. Срок хранения раствора – не более 1 мес.

В.4 Приготовление раствора хлорида натрия с концентрацией 10⁻⁶ моль/л (23 мкг/л Na⁺).

В.4.1 Приготовление раствора требует высокой аккуратности. При приготовлении должна использоваться только полиэтиленовая (полипропиленовая) посуда. Исключе-

ние составляет только пипетка, она может быть стеклянной. Вся применяемая мерная посуда должна быть тщательно отмыта деионизованной водой. Не допускается прикосновение руками к частям посуды, которые контактируют с приготавливаемым раствором.

В.4.2 Отобрать пипеткой 10 мл раствора NaCl с концентрацией 10^{-4} моль/л (2,3 мг/л Na^+) и перенести его в пластмассовую мерную колбу вместимостью 1000 мл.

В.4.3 Доливают в колбу деионизованную воду, не доливая до метки 1...3 см.

В.4.4 Термостатируют колбу при температуре (20 ± 1) °C не менее 0,5 ч.

В.4.5 Доводят объем раствора деионизованной водой до метки, закрывают пробкой и тщательно перемешивают.

В.4.6 Раствор хранению не подлежит.