ОКП 42 1529

УТВЕРЖДАЮ
Зам. генерального директора
ГП "ВНИИФТРИ"
_____ Д.Р. Васильев
"20" 06 2002г.

ЭЛЕКТРОДЫ ИОНОСЕЛЕКТИВНЫЕ

"ЭЛИС-1"

Методика поверки

ГРБА.418422.015МП

Настоящая методика поверки распространяется на электроды ионоселективные "ЭЛИС-1", выпускаемые в 15 модификациях (далее - электроды), предназначенные для преобразования активности ионов водных растворов и взвесей (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 электрического сопротивления электрода	6.2
3 Определение крутизны электродной характеристики электрода	6.3
4 Определение потенциала электрода (для электродов ЭЛИС-142Li, ЭЛИС-142Na, ЭЛИС-112Na, ЭЛИС-131F, ЭЛИС-131-Cl, ЭЛИС-121-NO_3)	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 средств измерений, оборудования и реактивов	Класс точности или погрешность	Обозначение стандарта, технических условий	Примечание
1	2	3	4
Иономер «Экотест-120»	ПГ ±0,1 мВ	ТУ25-0511-044-84	
Электрод сравнения хлорсеребряный насыщенный образцовый 2-го разряда	ПГ ±2,5 мВ	ГОСТ 17792-72	
Мешалка магнитная ММ-5		ТУ25-11.834-80	
Термометр лабораторный ТЛ-4	ПГ ±0,2°С	ТУ 25-2021.003-88	Диапазон температур от 0 °С до 55 °С
Термостат жидкостный	ПГ ±0,2 °С	ТУ 25-02-200.351-84	Диапазон температур от 0 ºС до 100ºС
Весы ВЛКТ-500 г-М	ПГ ±20 мг	ГОСТ 24104-2001	
Секундомер	ПГ ±1,8 с/ч	ТУ 25-1894.003-90	
Резисторы	ПГ ± 5%	ОЖО.467.080 ТУ	КИМ-0,125-5,1 Мом, КИМ-0,125-51 МОм, КИМ-0,125-910 МОм
Посуда лабораторная стеклянная мерная		ГОСТ 1770-74	
Бумага фильтровальная лабораторная		ГОСТ 12026-76	
Ключ электролитический		ГРБА.418422.030	
Мостик электролитический		ГРБА.418422.031	

Продолжение таблицы 2

1	2	3	4
Термостатируемая ячейка		ГРБА.411339.001	
Сосуд для электрода сравнения		ГРБА.411339.003	
Вода дистиллированная		ГОСТ 6709-72	
Реактивы для приготовления растворов:			
- аммиак водный		ГОСТ 3760-79	«х.ч.» или «ч.д.а.»
- аммоний хлористый		ГОСТ 3773-72	«х.ч.» или «ч.д.а.»
- кадмий азотнокислый		ГОСТ 6262-74	«х.ч.» или «ч.д.а.»
- калий азотнокислый		ГОСТ 4217-77	«х.ч.» или «ч.д.а.»
- калий бромистый		ГОСТ 4160-74	«х.ч.» или «ч.д.а.»
- калий иодистый		ГОСТ 4232-74	«х.ч.» или «ч.д.а.»
- калий хлористый		ГОСТ 4234-77	«х.ч.» или «ч.д.а.»
- кальций углекислый		ГОСТ 4530-76	«х.ч.» или «ч.д.а.»
- кислота соляная		ТУ 6-09-2540-87	стандарт-титр
- литий уксуснокислый		ТУ 6-09-4082-84	«х.ч.» или «ч.д.а.»
- медь азотнокислая		ГОСТ 4163-78	«ч.д.а.»
- натрий фтористый		ГОСТ 4463-76	«ч.д.а.»
- свинец азотнокислый		ГОСТ 4236-77	«х.ч.» или «ч.д.а.»
- серебро азотнокислое		ГОСТ 1277-75	«х.ч.» или «ч.д.а.»
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 электродов, поверочного оборудования и средств измерений.

4 Условия поверки и подготовка к ней

4.1 При проведении поверки соблюдают следующие условия:

- температура окружающей среды – (20 ± 5) ^{o}C;
- относительная влажность – (65 ± 15)% при температуре воздуха (20 ± 5) ^{o}C;
- атмосферное давление – (101,3 ± 4) кПа, (760 ± 30) 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 в комплекте с технической документацией.

4.5 Электроды должны быть подготовлены к работе в соответствии с указаниями, изложенными в их паспортах.

4.6 Растворы, необходимые при проведении поверки, должны приготавливаться в соответствии с приложением Б.

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 крутизны электродной характеристики электродов выполняется следующим образом:

6.2.1 Для испытания электродов ЭЛИС-1 модификаций, кроме ЭЛИС-131Ag, ЭЛИС-131Cl, ЭЛИС-131Pb, ЭЛИС-121К собрать установку, схема которой приведена на рисунке А.1;

- залить в сосуд для электрода сравнения 4 насыщенный раствор KCl;
- добиться полного заполнения раствором (без воздушных пузырей) электролитического ключа 3 и трубки, соединяющей его с сосудом 4;
- поместить образцовый электрод сравнения ЭСО-01 в насыщенный раствор KCl в сосуд 4;
- подключить электроды к соответствующим разъемам иономера 6;
- включить термостат 1 и задать температуру 20 ^{o}C.

6.2.2 Для испытания электродов ЭЛИС-1 модификаций ЭЛИС-131Ag, ЭЛИС-131Cl, ЭЛИС-131Pb, ЭЛИС-121К собрать установку, схема которой приведена на рисунке А.2.

- залить в сосуд для электрода сравнения 4 насыщенный раствор KCl;
- добиться полного заполнения раствором (без воздушных пузырей) электролитического ключа 3 и трубки, соединяющей его с сосудом 4;
- поместить образцовый электрод сравнения 2-го разряда ЭСО-01 в насыщенный раствор KCl в сосуд 4;
- залить в стаканчик 12 насыщенный раствор KCl;
- опустить в стаканчик 12 электролитический ключ 3;
- заполнить электролитический мостик 13 1М раствором KNO_3 (1М раствором CH_3COOLi для ЭЛИС-121К);
- подключить электроды к соответствующим разъемам иономера 6;
- переключить иономер 6 в режим измерения ЭДС (мВ);
- включить термостат 1 и задать температуру 20 ^{o}C.

6.2.3 Выполнить измерения потенциала поверяемого электрода относительно образцового электрода сравнения ЭСО-01 в следующей последовательности:

- залить в ячейку 8 контрольный раствор №1 (таблица Б.1);
- промыть термометр 3, осушить его фильтровальной бумагой и поместить в ячейку с контрольным раствором;
- включить магнитную мешалку;
- дождаться установления постоянной температуры раствора 20 ± 1 ^{o}C;
- промыть поверяемый электрод дистиллированной водой, осушить его фильтровальной бумагой и поместить в ячейку с контрольным раствором;

Внимание! *Удаления капель воды с чувствительной мембраны электрода следует выполнять аккуратным касанием фильтровальной бумагой. Протирать мембрану недопустимо.*

- выдержать паузу не менее 3 мин для выравнивания температуры электрода и раствора;
- промыть электролитический ключ (или электролитический мостик) дистиллированной водой и осушить его фильтровальной бумагой;
- опустить электролитический ключ в ячейку 8 (или опустить один конец электролитического мостика в ячейку 8, а другой в стаканчик 12);
- дождаться стабилизации показаний на иономере 6 и записать значение E_1;
- извлечь поверяемый электрод, электролитический ключ (или электролитический мостик) и термометр из ячейки 8;
- слить первый контрольный раствор из ячейки 8, дважды ополоснуть ее небольшим количеством контрольного раствора №2 (таблица Б.1);
- заполнить ячейку 8 контрольным раствором №2 (таблица Б.1);
- промыть термометр 3, осушить его фильтровальной бумагой и поместить в ячейку с контрольным раствором;
- дождаться установления постоянной температуры раствора 20 ± 1 ^{o}C;
- промыть поверяемый электрод дистиллированной водой, осушить его фильтровальной бумагой и поместить в ячейку с контрольным раствором;
- выдержать паузу не менее 3 мин для выравнивания температуры электрода и раствора;
- промыть электролитический ключ (или электролитический мостик) дистиллированной водой и осушить его фильтровальной бумагой;
- опустить электролитический ключ в ячейку 8 (или опустить один конец электролитического мостика в ячейку 8, а другой в стаканчик 12);
- дождаться стабилизации показаний на иономере 6 и записать значение E_2;
- записать показания термометра 2, помещенного в сосуд для электрода сравнения 4.

Примечание*. После завершения измерений потенциала электрода во контрольном растворе №2 электрод и другие устройства из ячейки не вынимать, раствор не сливать, а сразу перейти к измерению сопротивления по 6.3.*

6.2.4 Рассчитать крутизну электродной характеристики по формуле 1.

$$S_{20} = \frac{E_2 - E_1}{pX_2 - pX_1}, \qquad (1)$$

где,

E_1 и E_2 - значения потенциала, измеренные в контрольных растворах №1 и №2, мВ;

pX_1 и pX_2 - значения pX этих растворов.

Результаты определения считают удовлетворительными, если крутизна электродной характеристики электрода (для 20°C) не выходит за пределы значения, указанного в паспорте.

6.3 Потенциал электродов ЭЛИС-1 (только для ЭЛИС-142Li, ЭЛИС-142Na, ЭЛИС-112Na, ЭЛИС-131F, ЭЛИС-131-Cl, ЭЛИС-121-NO_3) рассчитывают на основании результатов измерений потенциала электрода в контрольном растворе №2 и температуры, при которой находился электрод образцовый сравнения, измеренных по 6.2.3 по формуле:

$$E = E_2 + 202 - E_{ср} - \alpha*(t-20) \qquad (2)$$

где,

E – потенциал поверяемого электрода, мВ;

E_2 - значение потенциала, измеренное в контрольном растворе №2 по 6.2.3, мВ;

202 – потенциал хлорсеребряного насыщенного электрода сравнения относительно нормального водородного электрода при 20 ^oC, мВ;

$E_{ср}$ – потенциал электрода сравнения хлорсеребряного насыщенного образцового 2-го разряда ЭСО-01 относительно нормального водородного электрода при 20 ^oC, мВ;

α - температурный коэффициент электрода сравнения хлорсеребряного насыщенного образцового 2-го разряда ЭСО-01 (α= - 0,2 мВ/^oC);

Результаты определения считают удовлетворительными, если потенциал электрода не выходит за пределы значения, указанного в паспорте.

6.3 Определение электрического сопротивления электрода проводить нагрузочным методом сразу после определения E_2 (6.2.3) в контрольном растворе следующим образом:

- подключить параллельно входу иономера 6 с помощью переключателя 10 резистор 11 с номинальным значением сопротивления R_k, которое приведено в таблице 3;

Таблица 3

Модификации электрода	Электрическое сопротивление электрода при 20 °С, МОм	Сопротивление нагрузочного резистора (R_k), МОм
ЭЛИС-131Ag ЭЛИС-131Cu ЭЛИС-131Pb ЭЛИС-131Cd ЭЛИС-131Cl ЭЛИС-131Br ЭЛИС-131J	0,01 – 0,1	5,1
ЭЛИС-121NO_3	0,5 - 10	51
ЭЛИС-131F	<6,0	51
ЭЛИС-142Na ЭЛИС-112Na	50 - 200	910
ЭЛИС-121К ЭЛИС-121NH_4 ЭЛИС-121Ca	10 - 80	910
ЭЛИС-142Li	100 - 300	910

- через 30 сек зафиксировать показания иономера 6 - E_3;
- рассчитать электрическое сопротивление электрода $R_{эл}$ по формуле 2:

$$R_{эл} = R_k (\frac{E_2}{E_3} - 1) , \qquad (3)$$

где

E_2 - значение потенциала, измеренное в контрольном растворе №2 по 6.2.3, мВ;

E_3 - значение потенциала, измеренное в контрольном растворе №2 после подключения резистора, мВ

R_k – номинальное сопротивление нагрузочного резистора, Ом.

Результаты определения считают удовлетворительными, если электрическое сопротивление электрода не превышает значения, указанного в паспорте.

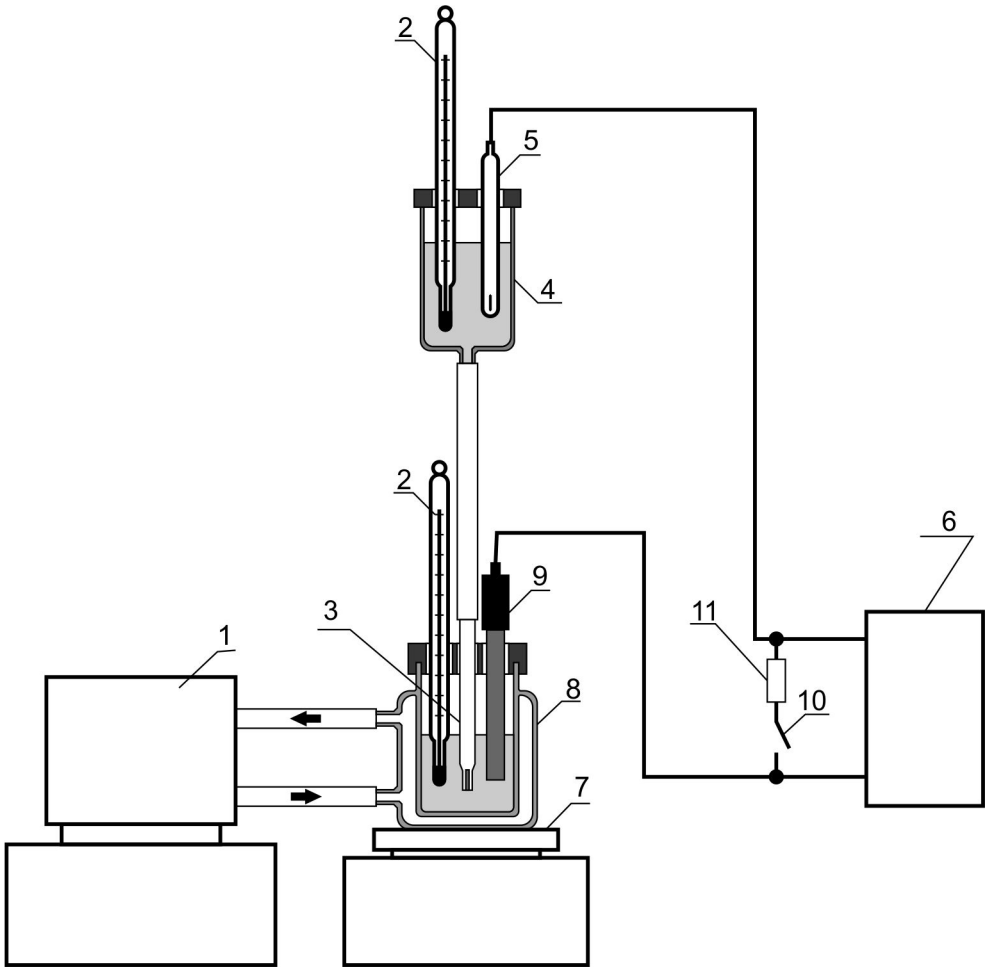
7 Оформление результатов поверки

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.

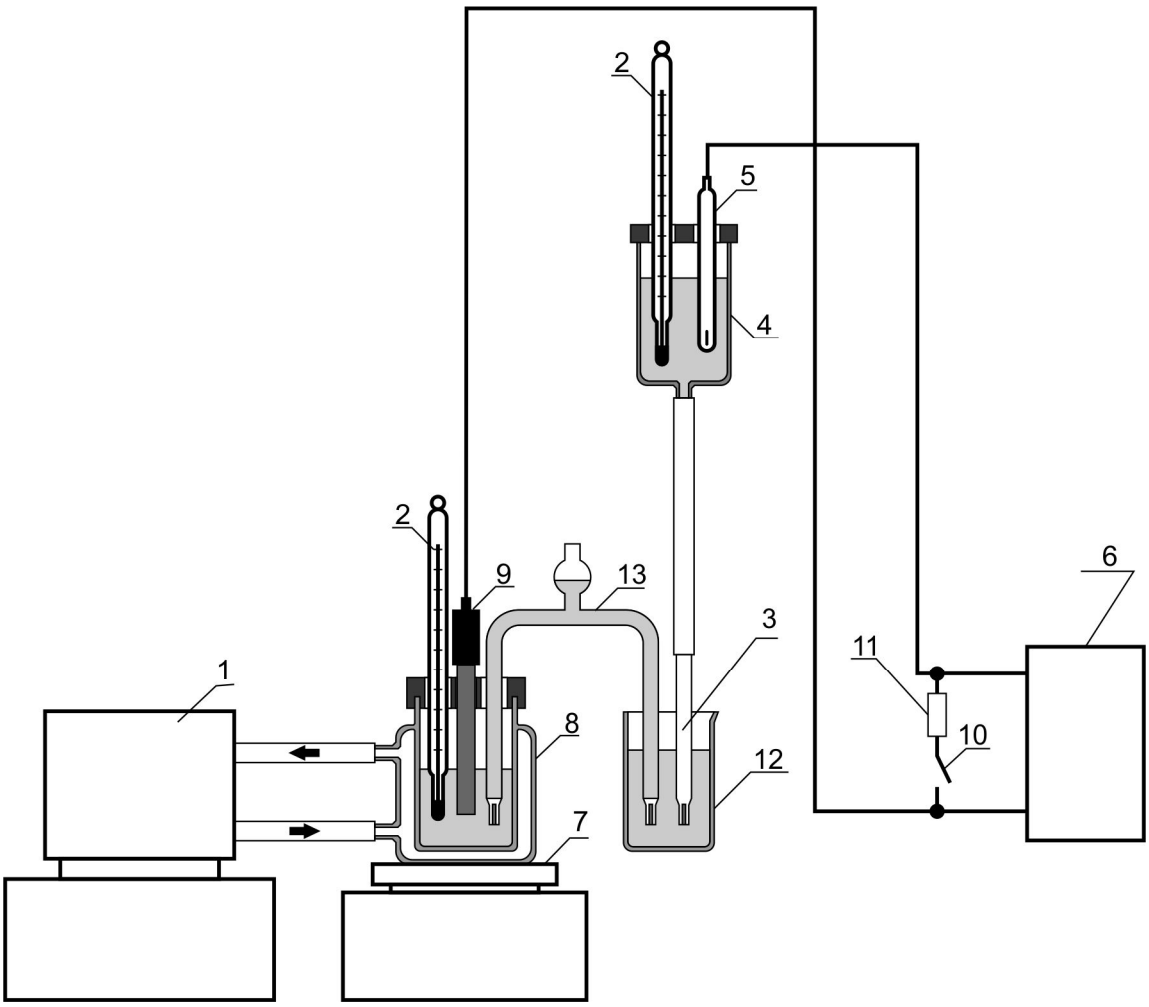
7.3 При отрицательных результатах поверки выдают извещение по ПР 50.2.006-94 о непригодности с указанием причин, а электрод к применению не допускают.

ПРИЛОЖЕНИЕ А



1 – термостат;
2 – термометры;
3 – электролитический ключ;
4 – сосуд для электрода сравнения;
5 – электрод сравнения хлорсеребряный насыщенный эталонный (образцовый) 2-го разряда;
6 – иономер Экотест-120;
7 – магнитная мешалка;
8 – термостатируемая ячейка;
9 – поверяемый электрод;
10 – переключатель;
11 – нагрузочный резистор.

Рисунок А.1 – Схема установки для поверки электродов ЭЛИС-1 (кроме модификаций ЭЛИС-131Ag, ЭЛИС-131Cl, ЭЛИС-131Pb, ЭЛИС-121К)



1 – термостат;
2 – термометры;
3 – электролитический ключ;
4 – сосуд для электрода сравнения;
5 – электрод сравнения хлорсеребряный насыщенный эталонный (образцовый) 2-го разряда;
6 – иономер Экотест-120;
7 – магнитная мешалка;
8 – термостатируемая ячейка;
9 – поверяемый электрод;
10 – переключатель;
11 – нагрузочный резистор.

Рисунок А.2 – Схема установки для поверки электродов ЭЛИС-1 модификаций ЭЛИС-131Ag, ЭЛИС-131Cl, ЭЛИС-131Pb, ЭЛИС-121К.

ИНСТРУКЦИЯ

по приготовлению контрольных растворов

Б.1 Контрольные растворы

Б.1.1 Контрольные растворы, применяемые при поверке электродов, готовят разбавлением исходного раствора соответствующей соли концентрацией 10^{-1} моль/дм^3.

Б.1.2 Используемые реактивы, навеска для приготовления исходного раствора и концентрации контрольных растворов приведены в таблице Б.1.

Таблица Б.1

Модификации электрода	Реактив для приготовления исходного раствора	Навеска для приготовления исходного раствора, г	Концентрация растворов, моль/дм^3 (значение pX)		
			Исходный	Контрольный №1	Контрольный №2
ЭЛИС-131Ag	$AgNO_3$	17,00	10^{-1}	10^{-4} (4,00)	10^{-2} (2,05)
ЭЛИС-142Li	LiCl	4,24	10^{-1}	10^{-3} (3,01)	10^{-1} (1,10)
ЭЛИС-142Na ЭЛИС-112Na	NaCl	5,84	10^{-1}	10^{-3} (3,01)	10^{-1} (1,05)
ЭЛИС-121К	KCl	7,45	10^{-1}	10^{-4} (4,00)	10^{-2} (2,05)
ЭЛИС-121NH_4	NH_4Cl	5,35	10^{-1}	10^{-4} (4,00)	10^{-2} (2,05)
ЭЛИС-121Ca	$CaCO_3$	10,01	10^{-1}	10^{-4} (4,05)	10^{-2} (2,26)
ЭЛИС-131Cu	$Cu(NO_3)_2.3H_2O$	24,20	10^{-1}	10^{-4} (4,05)	10^{-2} (2,26)
ЭЛИС-131Pb	$Pb(NO_3)_2$	33,10	10^{-1}	10^{-4} (4,05)	10^{-2} (2,26)
ЭЛИС-131Cd	$Cd(NO_3)_2.4H_2O$	30,80	10^{-1}	10^{-4} (4,05)	10^{-2} (2,26)
ЭЛИС-131F	NaF	4,20	10^{-1}	10^{-4} (4,00)	10^{-2} (2,05)
ЭЛИС-131Cl	NaCl	5,84	10^{-1}	10^{-4} (4,00)	10^{-2} (2,05)
ЭЛИС-131Br	KBr	11,90	10^{-1}	10^{-4} (4,00)	10^{-2} (2,05)
ЭЛИС-131J	KJ	16,60	10^{-1}	10^{-4} (4,00)	10^{-2} (2,05)
ЭЛИС-121NO_3	KNO_3	10,10	10^{-1}	10^{-4} (4,00)	10^{-2} (2,05)

Б.1.3 Приготовление растворов, используемых для поверки электродов ЭЛИС-1 (кроме ЭЛИС-142Li, ЭЛИС-142Na, ЭЛИС-112Na, ЭЛИС-121Ca) осуществляется в следующем порядке:

- для приготовления исходного раствора концентрацией 10^{-1} моль/дм^3 навеску соответствующей соли количественно переносят в мерную колбу вместимостью

1000 см^3, добавляют 300-500 см^3 дистиллированной воды, после полного растворения соли раствор доводят водой до метки и перемешивают;

- для приготовления контрольного раствора №2 с концентрацией 10^{-2} моль/дм^3 отбирают пипеткой 20 см^3 исходного раствора, переносят в мерную колбу вместимостью 200 см^3, доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают;

- для приготовления контрольного раствора №1 с концентрацией 10^{-4} моль/дм^3 отбирают пипеткой 10 см^3 контрольного раствора №2 с концентрацией 10^{-2} моль/дм^3, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают.

Б.1.4 Приготовление растворов, используемых для поверки электродов ЭЛИС-142Li, ЭЛИС-142Na, ЭЛИС-112Na осуществляется в следующем порядке:

- для приготовления исходного раствора концентрацией 10^{-1} моль/дм^3 (этот же раствор используется как контрольный раствор №2) навеску соответствующей соли количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, добавляют 300-500 см^3 дистиллированной воды, после полного растворения соли добавляют 3-5 капель водного раствора аммиака, доводят раствор водой до метки и перемешивают;

- для приготовления контрольного раствора №1 с концентрацией 10^{-3} моль/дм^3 отбирают пипеткой 10 см^3 исходного раствора с концентрацией 10^{-1} моль/дм^3, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, добавляют 3-5 капель водного раствора, доводят раствор водой до метки и перемешивают.

Б.1.5 Приготовление растворов, используемых для поверки электродов ЭЛИС-121Ca осуществляется в следующем порядке:

- для приготовления исходного раствора концентрацией 10^{-1} моль/дм^3 навеску соли поместить в стакан емкостью 1000 см^3, заполненный наполовину дистиллированной водой. Добавить в стакан 200 см^3 соляной кислоты с концентрацией 1 моль/дм^3. Перемешивать до завершения реакции и полного растворения углекислого кальция. Количественно перенести раствор в мерную колбу на 1000 см^3 и довести его объем до метки добавлением дистиллированной воды;

- для приготовления контрольного раствора №2 с концентрацией 10^{-2} моль/дм^3 отбирают пипеткой 20 см^3 исходного раствора, переносят в мерную колбу вместимостью 200 см^3, доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают;

- для приготовления контрольного раствора №1 с концентрацией 10^{-4} моль/дм^3 отбирают пипеткой 10 см^3 контрольного раствора №2 с концентрацией 10^{-2} моль/дм^3, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают.