

464

**Научно-производственное предприятие
"ЭКОНИКС"**

СОГЛАСОВАНО

**Начальник ГНИ СИ «ВОЕНТЕСТ»
32 ГНИИ МО РФ**

В. Н. Храменков

« 18 » марта 2003 г.

**ЭЛЕКТРОДЫ ИОНОСЕЛЕКТИВНЫЕ
"ЭКОМ"**

**Методика поверки
КДЦТ.418422.002 МП**

Настоящая методика поверки распространяется на электроды ионоселективные "ЭКОМ", выпускаемые в 27 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 первичной поверки.

Электроды подлежат первичной поверке при выпуске из производства. Периодической поверке электроды не подлежат.

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	5.1
2 Определение электрического сопротивления электрода	5.2
3 Определение крутизны электродной характеристики электрода	5.3
4 Определение потенциала электрода модификации "Эком-рН"	5.4

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 на поставку
1	2
Весы лабораторные	Погрешность взвешивания не более 0,2 г. ГОСТ 24104-88
Термостат жидкостной	Диапазон температур от 0 до 100 °С. Погрешность поддержания температуры не более ± 0,2 °С. ТУ 25-02-200.351-84
Термометр лабораторный	Диапазон измерения от 0 до 100 °С. Цена деления 0,1 °С ГОСТ 215-73Е
Электрод сравнения хлорсеребряный насыщенный эталонный (образцовый) 2-го разряда ЭСО-01	ГОСТ 17792-72
Электрод стеклянный для определения активности ионов водорода (рН)	ГОСТ 16287-77
Магнитная мешалка ММ-2	До 1000 оборотов в минуту
рН-метр-иономер "Экотест-120"	ТУ 4215-004-41541647-98

Окончание таблицы 2

1	2
Резисторы Мерные колбы Бюретки 6-1-1 0 Вода дистиллированная Натрий хлористый * Калий хлористый * Калий азотнокислый * Медь азотнокислая * Натрий сернокислый * Свинец азотнокислый * Ртуть азотнокислая * Натрий хлорнокислый * Натрий углекислый кислый * Калий бромистый * Серебро азотнокислое * Натрий сернистый * Калий йодистый * Кальций хлористый * Кальций углекислый * Барий хлористый * Аммоний хлористый * Натрий фтористый * Натрий рениевокислый * Калий цианистый * Калий роданистый * Калий двуххромовокислый * Магний хлористый * Натрий фосфорнокислый двузамещенный 12-водный* Золотохлористоводородная кислота * Кадмий азотнокислый * Аммоний фтористый * Аммоний азотнокислый * Кислота азотная * Кислота соляная * Стандарт-титр для приготовления рабочего эталона 2-го разряда рН 1,65 Стандарт-титр для приготовления рабочего эталона 2-го разряда рН 9,18	ОМЛТ-2,0-5,1 МОм ± 5%, КИМ-0,125-51МОм ± 20% 2-50-2; 2-100-2; 2-1000-2. ГОСТ 1770-74 Цена деления 0,1 мл, ГОСТ 20292-74 ГОСТ 6709-72 ГОСТ 4233-77 ГОСТ 4217-77 ГОСТ 4144-79 ГОСТ 4163-78 ГОСТ 4166-76 ГОСТ 4236-77 ГОСТ 4520-78 ТУ 6-09-3582-74 ГОСТ 4201-79 ГОСТ 4160-79 ГОСТ 1277-75 ГОСТ 2053-77 ГОСТ 4232-77 ГОСТ 4181-77 ГОСТ 4530-76 ГОСТ 4108-72 ГОСТ 3773-72 ГОСТ 4463-76 МРТУ 6-06-5288-68 МРТУ 6-09-254-87 ГОСТ 4139-75 ГОСТ 4220-75 ГОСТ 4209-67 ГОСТ 11773-76 ГОСТ 4176-77 ГОСТ 6262-79 ГОСТ 4518-75 ГОСТ 22867-77 ГОСТ 4461-77 ГОСТ 3118-77 ТУ 2642-001-42218836-96 ТУ 2642-001-42218836-96
* - применяются реактивы квалификации "х.ч." или "ч.д.а.".	

Примечание – допускается использование других средств с метрологическими характеристиками, не уступающими указанным в таблице 2.

3 Требования безопасности

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

3.2 Работу с цианистыми соединениями необходимо проводить в вытяжном шкафу с хорошей тягой с обязательным применением резиновых перчаток.

4 Условия поверки и подготовка к ней

4.1 При проведении поверки соблюдают следующие условия:

- температура окружающей среды – $(20 \pm 5) ^\circ\text{C}$;
- относительная влажность – $(65 \pm 15)\%$ при температуре воздуха $(20 \pm 5) ^\circ\text{C}$;
- атмосферное давление – $(101,3 \pm 4)$ КПа, (760 ± 30) мм рт.ст.;
- температура раствора – $(20 \pm 5) ^\circ\text{C}$.

Колебания температуры раствора при определении каждого метрологического параметра не должны превышать $\pm 1 ^\circ\text{C}$.

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 Электроды должны быть подготовлены к работе в соответствии с указаниями, изложенными в технической документации.

4.6 Эталонный (образцовый) электрод сравнения во время поверки должен находиться в насыщенном растворе хлористого калия.

4.7 Растворы, необходимые при проведении поверки, должны приготавливаться в соответствии с паспортами на электроды КДЦТ.418422.002 ПС.

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 проверяют:

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

6.2 Определение электрического сопротивления электрода проводят компенсационным методом на установке (приложение А) в контрольных растворах с концентрацией соли, содержащей ион, к которому селективен поверяемый электрод, равной 10^{-1} моль/дм³ (для электрода модификации "Эком-рН" - в растворе калия тетраоксалата концентрацией 0,05 моль/кг со значением рН= 1,65) следующим образом:

- погружают поверяемый электрод и хлорсеребряный насыщенный эталонный электрод сравнения 2-го разряда в стакан с контрольным раствором;
- измеряют потенциал E_1 поверяемого электрода относительно хлорсеребряного насыщенного эталонного электрода сравнения 2-го разряда;
- подключают параллельно входу рН –метра -иономера 6 с помощью переключателя 10 резистор 11 с номинальным значением сопротивления R_k 5,1 МОм для электрода с электрическим сопротивлением до 50 МОм или резистор с номинальным значением сопротивления R_k 51 МОм для электрода с электрическим сопротивлением более 50 МОм;
- повторно измеряют потенциал E_2 поверяемого электрода относительно электрода сравнения;
- рассчитывают электрическое сопротивление электрода $R_{эл}$ по формуле:

$$R_{эл} = R_k \left(\frac{E_1}{E_2} - 1 \right), \quad (1)$$

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

6.3 Крутизну электродной характеристики электрода определяют на установке согласно приложению А:

- измеряют потенциал E_1 поверяемого электрода относительно хлорсеребряного насыщенного эталонного (образцового) 2-го разряда электрода сравнения ЭСО-01 в контрольном растворе с концентрацией соли, содержащей ион, к которому селективен электрод, равной 10^{-1} моль/дм³ ($pX_1=1$);
- измеряют потенциал E_2 поверяемого электрода относительно хлорсеребряного насыщенного эталонного (образцового) 2-го разряда электрода сравнения ЭСО-01 в контрольном растворе с концентрацией соли, содержащей ион, к которому селективен электрод, равной 10^{-4} моль/дм³ ($pX_2=4$).

Для электрода модификации "Эком-рН" измерения потенциала проводят в растворах тетраоксалата калия концентрацией 0,05 моль/кг, рН=1,65 (E_1) и тетраборнокислого натрия концентрацией 0,01 моль/кг, рН=9,18 (E_2), соответственно $pX_1=1,65$, $pX_2=9,18$.

- рассчитывают крутизну электродной характеристики электрода S_t , мВ/рХ по формуле:

$$S_t = \frac{E_2 - E_1}{pX_2 - pX_1}, \quad (2)$$

где E_1 и E_2 - измеренные значения потенциала в указанных растворах, мВ;

pX_1 и pX_2 - значения рХ в этих растворах.

Результаты определения считают удовлетворительными, если крутизна электродной характеристики электрода не выходит за пределы значения, указанного в паспорте на электрод.

6.4 Потенциал электрода модификации "Эком-рН" определяют следующим образом:

- собрать установку, схема которой приведена на рисунке А.1;
- измеряют потенциал электрода относительно хлорсеребряного насыщенного эталонного (образцового) 2-го разряда электрода сравнения ЭСО-01 в растворе тетраоксалата калия концентрацией 0,05 моль/кг, рН=1,65.

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

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

« ____ » _____ 2001 г

Главный метролог

ООО НПП "Эконикс"

_____ О.Т. Рудягина

« ____ » _____ 2001 г

Директор Центра физико-химических
и электрических измерений

_____ О.В.Карпов

« ____ » _____ 2001 г

Начальник лаборатории

_____ Н.Н.Здориков

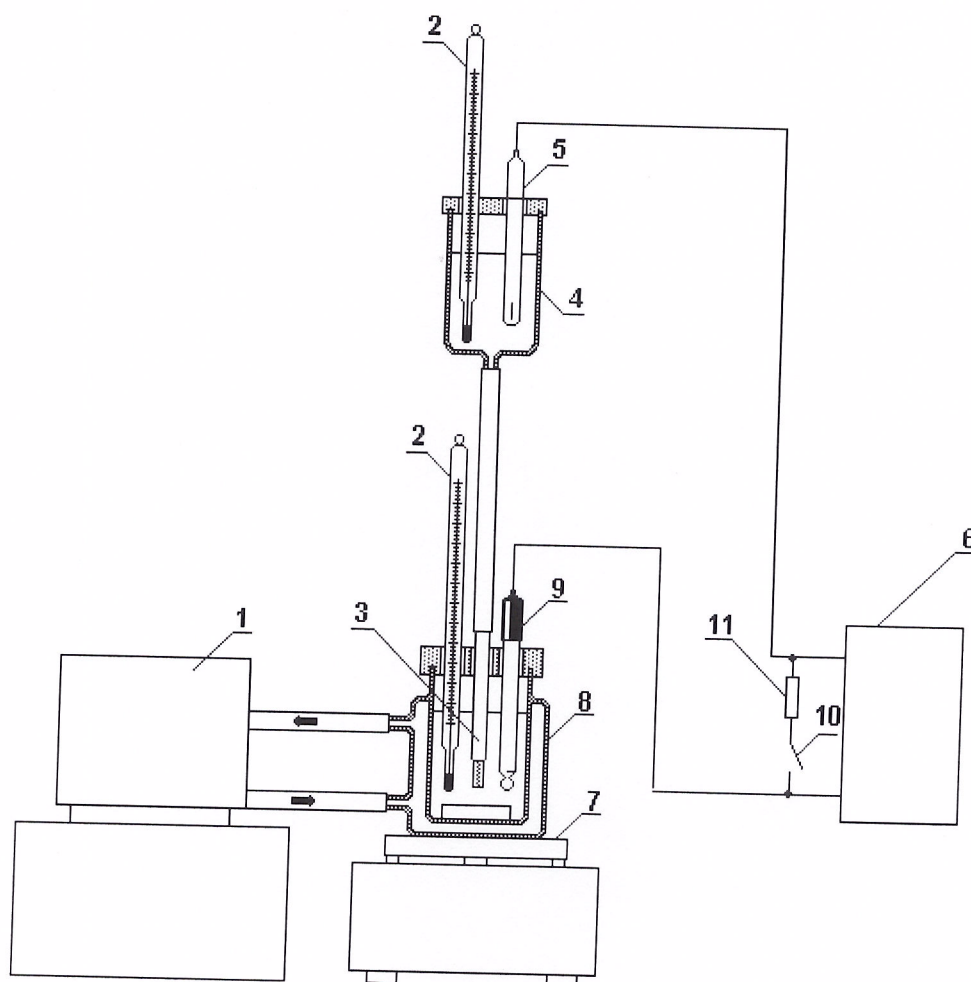
« ____ » _____ 2001 г

Ведущий научный сотрудник

_____ Е.Е.Сейку

« ____ » _____ 2001 г

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 – рН –метр -иономер "Экотест-120";
- 7 – магнитная мешалка;
- 8 – термостатируемая ячейка;
- 9 – поверяемый электрод;
- 10 – переключатель;
- 11 – резистор ОМЛТ-2,0-5,1 МОм \pm 5% (или КИМ-0,125-51МОм \pm 20%).

Рисунок А.1 – Схема установки для поверки электродов