

Электрод ионоселективный ЭЛИС-121NO₃

Инструкция по эксплуатации

1 ПОДГОТОВКА К РАБОТЕ

- 1.1 Извлечь электрод из упаковки.
- 1.2 Убедиться в отсутствии механических повреждений электрода и соединительного кабеля.
- 1.3 Снять защитный колпачок, поместить рабочую мембрану электрода в раствор азотнокислого калия с концентрацией 0,01 моль/дм³ и выдержать в нем не менее 24 ч.
- 1.4 Подключить электроды (ЭЛИС-121NO₃ 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.

2 КАЛИБРОВКА И ПРОВЕДЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

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

2.2 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 калибровке электродов и проведению измерений, а также порядок вычисления результатов.

2.3 В случае отсутствия аттестованной МВИ может использоваться одна из нижеследующих методик калибровки и измерений.

3 ИЗМЕРЕНИЕ АКТИВНОСТИ

3.1 Для измерения *активности* ионов NO₃⁻ при калибровке рекомендуется применять растворы нитрата калия (KNO₃) известной концентрации (см. ПРИЛОЖЕНИЕ).

3.2 Операции калибровки.

3.2.1 Промыть электроды дистиллированной водой и осушить фильтровальной бумагой.

Внимание! Во избежание механических повреждений протирание рабочей мембраны не допускается. Для осушения ее следует осторожно промокнуть фильтровальной бумагой.

3.2.2 Погрузить электроды в калибровочный раствор с наименьшей концентрацией. Произвести измерения потенциала при помощи измерительного прибора с высоким входным сопротивлением (>10¹² Ом), работающего в режиме вольтметра. Записать результат измерений.

3.2.3 Извлечь электроды из раствора и осушить их фильтровальной бумагой.

3.2.4 Повторить операции по п.п. 3.2.1 – 3.2.3 в остальных калибровочных растворах в порядке возрастания их концентрации. Температура калибровочных растворов не должна отличаться более чем на 1°C.

Примечание: при работе с сильно разбавленными растворами (<10⁻³ моль/дм³) возможно искажение результатов измерений из-за быстрого изменения их состава вследствие истечения электролита из электрода сравнения (обычно насыщенного раствора KCl). При этом наблюдается дрейф потенциала и занижение величины крутизны электродной характеристики. Для предотвращения этого рекомендуется использовать большие объемы растворов (не менее 100 мл), а измерения проводить по следующей схеме: погрузить измерительный электрод в раствор, выждать 2-3 мин., погрузить в раствор электрод сравнения, дождаться стабилизации показаний прибора и записать результат измерений.

3.2.5 По результатам измерений по п.п. 3.2.1 – 3.2.4 построить калибровочный график (рис.1) в координатах E – (-lg a_{NO₃⁻}).

Взаимосвязь концентрации растворов KNO₃ и активности ионов NO₃⁻ в них приведены в таблице 1.

Таблица 1

Концентрация, моль/дм ³	5x10 ⁻⁵	10 ⁻⁴	10 ⁻³	10 ⁻²	10 ⁻¹	1
-lg a _{NO₃⁻} (pNO ₃)	4,30	4,00	3,02	2,05	1,13	0,35

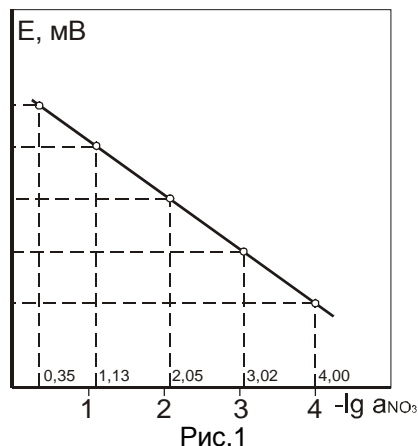


Рис.1

3.3 Измерения.

3.3.1 Измерить потенциал электрода в растворе неизвестной концентрации и определить по калибровочному графику величину активности NO_3^- . Температура анализируемых растворов не должна отличаться более чем на $\pm 3^\circ\text{C}$ от температуры, при которой была проведена калибровка.

3.3.2 При использовании в качестве измерительного прибора современного иономера нет необходимости в построении калибровочного графика. В этом случае калибровка осуществляется, как правило, по двум или более растворам согласно инструкции по эксплуатации иономера. Результаты калибровки прибор заносит в свою память, в дальнейшем при измерениях производит необходимые расчеты и выводит результат на дисплей.

4 ОСОБЕННОСТИ ЭКСПЛУАТАЦИИ

4.1 Не допускается применение электрода в растворах, содержащих органические растворители, разрушающие или растворяющие материал корпуса электрода и его рабочую мембрану (ПВХ).

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

4.3 Между измерениями электрод следует хранить в растворе KNO_3 с концентрацией $0,01 \text{ моль/дм}^3$.

4.4 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.1.3.

ПРИЛОЖЕНИЕ

ПРИГОТОВЛЕНИЕ КАЛИБРОВОЧНЫХ РАСТВОРОВ

Калибровочные растворы готовят из исходного раствора концентрацией 1 моль/дм^3 .

1 Приготовление исходного раствора KNO_3 с концентрацией 1 моль/дм^3 .

1.1 Взять навеску $101,0 \text{ г}$ азотнокислого калия (KNO_3).

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 калибровочные растворы готовят из исходного раствора

2 Приготовление калибровочных растворов с концентрацией KNO_3 10^{-1} , 10^{-2} , 10^{-3} , $10^{-4} \text{ моль/дм}^3$.

2.1 Отобрать пипеткой 10 см^3 раствора KNO_3 с концентрацией 1 моль/дм^3 , перенести в мерную колбу емкостью 100 см^3 и довести дистиллированной водой объем раствора до метки. Перемешать взбалтыванием. Полученный раствор KNO_3 имеет концентрацию – $10^{-1} \text{ моль/дм}^3$.

2.2 Отобрать пипеткой 10 см^3 раствора KNO_3 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 KNO_3 имеет концентрацию – $10^{-2} \text{ моль/дм}^3$.

2.3 Отобрать пипеткой 10 см^3 раствора KNO_3 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 имеет KNO_3 концентрацию – $10^{-3} \text{ моль/дм}^3$.

2.4 Отобрать пипеткой 10 см^3 раствора KNO_3 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 KNO_3 имеет концентрацию – $10^{-4} \text{ моль/дм}^3$.