

ОКП РБ 33.20.81.400
ОКП 42 1529



Открытое акционерное общество
"Гомельский завод измерительных приборов"

**ЭЛЕКТРОДЫ
СТЕКЛЯННЫЕ ЛАБОРАТОРНЫЕ
ЭСЛ-15-11, ЭСЛ-45-11**

**РУКОВОДСТВО ПО ЭКСПЛУАТАЦИИ
5М2.840.128 РЭ**



Наша система управления на разработку, производство, продажу, ремонт и обслуживание аналитических приборов для контроля и регулирования технологических процессов, мониторинга окружающей среды, а также электродных систем для потенциометрических измерений сертифицирована DEKRA согласно ИСО 9001



СОДЕРЖАНИЕ

Введение	3
1 ОПИСАНИЕ И РАБОТА ИЗДЕЛИЯ	3
1.1 Назначение изделия	3
1.2 Технические характеристики	3
1.3 Устройство и работа	4
1.4 Маркировка	6
1.5 Упаковка	6
2 ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ПО НАЗНАЧЕНИЮ	6
2.1 Эксплуатационные ограничения	6
2.2 Подготовка изделия к использованию	6
2.3 Использование изделия	6
2.4 Меры безопасности при использовании изделия по назначению	6
3 ХРАНЕНИЕ И ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ	6
4 МЕТОДИКА ПОВЕРКИ	7
4.1 Операции и средства поверки	7
4.2 Требования безопасности	11
4.3 Условия поверки и подготовка к ней	11
4.4 Проведение поверки	12
4.5 Оформление результатов поверки	14
Приложение А (обязательное) – Перечень и методика приготовления поверочных растворов.....	15
Приложение Б (обязательное) – Схема измерения потенциала электрода.....	17
Приложение В (обязательное) – Пример расчета отклонения потенциала от расчетного значения	18
Приложение Г (рекомендуемое) - ФОРМА ПРОТОКОЛА ПОВЕРКИ	19

Настоящее руководство по эксплуатации предназначено для изучения устройства, принципа действия, технических характеристик электродов стеклянных лабораторных ЭСЛ-15-11, ЭСЛ-45-11 и содержит методы и средства поверки электродов.

1 ОПИСАНИЕ И РАБОТА ИЗДЕЛИЯ

1.1 Назначение изделия

1.1.1 Электроды стеклянные лабораторные ЭСЛ-15-11, ЭСЛ-45-11 предназначены для преобразования активности ионов водорода (значения pH) водных растворов и пульп (кроме растворов, содержащих фтористоводородную кислоту или ее соли и вещества, образующие осадки или пленки на поверхности электродов) в значения электродвижущей силы.

Электрод ЭСЛ-15-11 соответствует типу 2, электрод ЭСЛ-45-11 – типу 1 СТБ 1047-97.

В зависимости от назначения электроды относятся к лабораторным, в зависимости от конструктивного исполнения – к одностержневым (жидкостным), работающим в паре с электродом сравнения, в зависимости от температурных режимов – к среднетемпературным, в зависимости от формы мембраны – к сферическим. Давление анализируемой среды – атмосферное. Вид климатического исполнения УХЛ 4.2 ГОСТ 15150-69.

Электроды предназначены для работы с лабораторными pH-метрами.

1.1.2 Пример записи обозначения электродов в других документах и (или) при заказе:

«Электрод стеклянный лабораторный ЭСЛ-15-11 ТУ РБ 400002024.015-2004»;

«Электрод стеклянный лабораторный ЭСЛ-45-11 ТУ РБ 400002024.015-2004».

1.2 Технические характеристики

1.2.1. Предельные значения линейного диапазона водородной характеристики и температура анализируемой среды указаны в таблице 1.

Таблица 1

Обозначение электродов	Предельные значения линейного диапазона водородной характеристики, pH, при температуре			Температура анализируемой среды, °C
	25 °C	80 °C	наибольшей рабочей	
ЭСЛ-15-11	от 0 до 14	от 0 до 11	от 0 до 10	от 25 до 100
ЭСЛ-45-11	от 0 до 12	-	от 0 до 10	от 0 до 40

Примечание – Верхние пределы линейного диапазона водородной характеристики электродов при температуре 25 °C указаны для растворов с концентрацией ионов натрия 0,1 моль/дм³.

1.2.2 Крутизна водородной характеристики электродов в линейной части кривой S_t , мВ/pH, от расчетной величины, определяемой по формуле (1), составляет не менее:

- 99 % при выпуске из производства;
- 98 % после 500 ч работы;
- 98,5 % во время всего срока хранения;
- 97 % после 1000 ч работы.

Расчетные величины крутизны водородной характеристики электродов S_t , мВ/pH, определяют по формуле

$$S_t = - (54,197 + 0,1984 \cdot t), \quad (1)$$

где t – температура анализируемой среды, °C.

1.2.3 Потенциал электродов, измеренный в стандартном буферном растворе относительно образцового электрода сравнения, не отклоняется более чем на ± 12 мВ при выпуске электродов из производства от расчетного значения потенциала электрода E_p , мВ, определяемого по формуле

$$E_p = E_n + S_t \cdot (pH_t - pH_n) + \Delta - \Delta', \quad (2)$$

где E_n , pH_n – номинальные значения координат изопотенциальной точки электродной системы, состоящей из измерительного электрода и электрода сравнения, соответственно, мВ, pH;

S_t – крутизна водородной характеристики электрода при температуре буферного раствора t °C, рассчитанная по формуле (1), мВ/pH;

pH_t – значение pH стандартного буферного раствора при температуре t °C;

- Δ – разность между номинальным значением потенциала электрода сравнения и действительным значением потенциала образцового электрода сравнения, мВ.
Номинальное значение потенциала электрода сравнения относительно нормального водородного электрода при температуре 20 °С равно 202,0 мВ;
- Δ' – поправка к потенциалу образцового электрода сравнения на отклонение его температуры от 20 °С, мВ

$$\Delta' = \alpha \cdot (t_1 - 20), \quad (3)$$

где α – температурный коэффициент потенциала образцового электрода сравнения, указанный в паспорте, мВ/°С;

t_1 – температура образцового электрода сравнения, °С.

Отклонение потенциала электрода от расчетного не превышает:

- ± 15 мВ во время хранения у изготовителя;
- ± 20 мВ во время хранения у потребителя;
- ± 25 мВ после 500 ч работы.

1.2.4 Отклонение водородной характеристики от линейности при предельных значениях рН, указанных в 1.2.1, не превышает $\pm 0,2$ рН.

1.2.5 Номинальные значения координат изопотенциальной точки:

$$\text{pH}_и = 4,25 \text{ рН}; \quad E_и = -25 \text{ мВ}.$$

Отклонение значения координаты изопотенциальной точки $\text{pH}_и$ от номинальной величины не превышает: $\pm 0,3$ рН при выпуске из производства;

- $\pm 0,4$ рН во время хранения у изготовителя;
- $\pm 0,5$ рН во время хранения у потребителя;
- $\pm 0,6$ мВ при последующих проверках.

Отклонение значения координаты изопотенциальной точки $E_и$ от номинальной величины не превышает: ± 25 мВ при выпуске из производства;

± 50 мВ после 500 ч работы.

1.2.6 Электрическое сопротивление электродов при температуре 20 °С находится в пределах: ЭСЛ-15-11 – от 250 до 750 Мом; ЭСЛ-45-11 – от 10 до 90 МОм.

Электрическое сопротивление электродов при минимальных значениях температуры анализируемой среды, указанной в 1.2.1, не более 10^9 Ом.

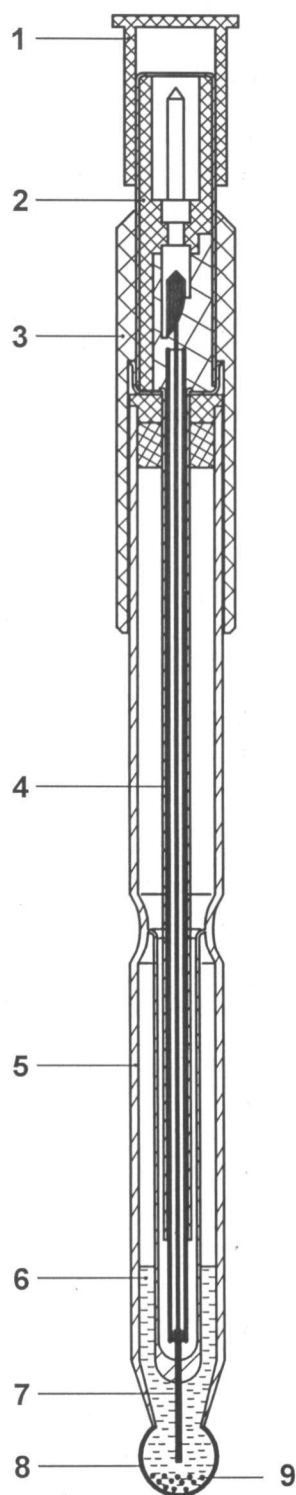
1.2.7 Электрическое сопротивление изоляции электродов не менее 10^{11} Ом при температуре (20 ± 5) °С и относительной влажности не более 80 %.

1.3 Устройство и работа

1.3.1 При погружении электрода в контролируемый раствор между поверхностью индикаторного шарика, изготовленного из специального электродного стекла, и раствором происходит обмен ионами, в результате которого возникает разность потенциалов, пропорциональная величине рН раствора.

Разность потенциалов между измерительным и вспомогательным электродами (потенциал последнего не изменяется от величины рН) подается на вход преобразователя.

1.3.2 Электроды стеклянные лабораторные ЭСЛ-15-11, ЭСЛ-45-11 - запаянной конструкции. В соответствии с рисунком 1 представляют собой стеклянный корпус (5), оканчивающийся индикаторным шариком (8) из специального электродного стекла. В полость корпуса залит раствор (6), в который погружен контактный хлорсеребряный полуэлемент (7), герметично впаянный в корпус. В раствор (6) засыпаны кристаллы хлористого серебра (9). Электростатический экран (4) защищает электроды от внешних электрических полей. На верхней части корпуса закреплена маркировочная втулка (3). Разъем (2) служит для подключения к держателю прибора. Разъем (2) на время хранения и транспортирования закрыт транспортировочным колпачком (1).



- 1 - транспортировочный колпачок;
- 2 - разъем;
- 3 - маркировочная втулка;
- 4 - электростатический экран;
- 5 - стеклянный корпус;
- 6 - раствор;
- 7 - контактный хлорсеребряный полуэлемент;
- 8 - индикаторный шарик;
- 9 - кристаллы хлористого серебра.

Рисунок 1 - Электроды стеклянные лабораторные ЭСЛ-15-11, ЭСЛ-45-11

1.4 Маркировка

1.4.1 На каждом электроде указаны:

- условное обозначение электрода;
- порядковый номер;
- год и месяц выпуска.

1.4.2 На этикетке упаковочных коробок указаны:

- наименование и (или) товарный знак изготовителя;
- условное обозначение электрода;
- год и месяц выпуска;
- температура хранения и транспортирования;
- количество электродов.

1.5 Упаковка

1.5.1 Электроды упакованы в потребительскую тару (коробки), изготовленную согласно чертежам изготовителя, обеспечивающую сохранность электродов при транспортировании и хранении. В каждую коробку вложен паспорт.

В случае поставки в комплекте с изделием электроды могут быть упакованы в потребительскую тару, предусмотренную конструкторской документацией на изделие.

2 ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ПО НАЗНАЧЕНИЮ

2.1 Эксплуатационные ограничения

2.1.1 Эксплуатацию электродов производить в водных растворах и пульпах, не содержащих фтористоводородную кислоту или ее соли, и вещества, образующие осадки или пленки на поверхности электродов.

2.2 Подготовка изделия к использованию

2.2.1 Подготовка электродов производить в соответствии с указаниями, приведенными в паспорте 5М2.840.128 ПС на электроды стеклянные лабораторные ЭСЛ-15-11, ЭСЛ-45-11.

2.3 Использование изделия

2.3.1 Подключение электродов к прибору производится в соответствии с указаниями, приведенными в эксплуатационных документах на прибор.

2.4 Меры безопасности при использовании изделия по назначению

2.4.1 К работе с электродами допускаются лица, изучившее настоящее руководство по эксплуатации, паспорт на электроды, эксплуатационные документы на приборы, с которыми используются электроды, правила работы с химическими реактивами. При работе с электродами необходимо соблюдать правила безопасности работ в химических лабораториях, правила электробезопасности эксплуатации электроустановок.

3 ХРАНЕНИЕ И ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ

3.1 Условия хранения электродов – по группе 1 ГОСТ 15150-69. В воздухе помещения не должно быть агрессивных примесей, вызывающих коррозию электродов.

3.2 В перерывах между измерениями электроды хранить в растворе для вымачивания или в дистиллированной воде.

3.3 Транспортирование электродов должно производиться любым видом крытого транспорта, но при температуре не ниже минус 25 °С.

4 МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

Настоящий раздел устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок электродов стеклянных лабораторных ЭСЛ-15-11, ЭСЛ-45-11.

Межповерочный интервал не более 12 месяцев.

4.1 Операции и средства поверки

4.1.1 При проведении поверки должны быть выполнены следующие операции и применены средства поверки с характеристиками, указанными в таблице 2.

Таблица 2

Наименование операции	Номер пункта РЭ	Наименование средств поверки, номер НД, метрологические характеристики	Обязательность проведения операции при	
			первичной поверке	эксплуатации и хранении
1	2	3	4	5
1 Внешний осмотр	4.4.1.1	–	да	да
2 Определение потенциала электродов	4.4.2.1	<p>Иономер типа И-160 ТУ РБ 14694395.003-97, входное сопротивление не менее 10^{12} Ом, диапазон измерения от минус 3000 до плюс 2000 мВ, дискретность 0,1 мВ. Электрод сравнения хлорсеребряный насыщенный образцовый 2-го разряда ЭСО-01 ГОСТ 17792-72.</p> <p>Термометры ртутные стеклянные лабораторные ТЛ-4 ТУ 25-2021.003-88, предел измерения от 0 до 55 °С и от 50 до 105 °С, цена деления 0,1 °С.</p> <p>Ультра-Термостат типа У10, диапазон регулирования температуры от 0 до 100 °С, точность поддержания $\pm 0,2$ °С.</p> <p>Измерительная ячейка для контрольного раствора - стеклянный или полиэтиленовый сосуд вместимостью 500-1000 мл (нестандартное оборудование).</p> <p>Магнитная мешалка ММ5 ТУ 25-11.834-80, максимальное количество перемешиваемой жидкости 1,5 л.</p> <p>Ячейка для насыщенного раствора хлористого калия - полиэтиленовый или полистироловый сосуд вместимостью 100-200 мл (нестандартное оборудование).</p> <p>Электролитический ключ с истечением насыщенного раствора хлористого калия от 0,3 до 3,5 мл в сутки (нестандартное оборудование).</p> <p>Весы лабораторные ГОСТ 24104-2001, класс точности не ниже II.</p> <p>Колбы 2-1000-2 ГОСТ 1770-74.</p> <p>Вода дистиллированная ГОСТ 6709-72.</p>	да	да

Продолжение таблицы 2

1	2	3	4	5
		<p>Калий хлористый "х.ч." или "ч.д.а." ГОСТ 4234-77.</p> <p>Кислота соляная "х.ч." или "ч.д.а." ГОСТ 3118-77.</p> <p>Стандарт – титр для приготовления рабочих эталонов pH 2-го разряда:</p> <p>- калий тетраоксалат (0,05 моль/кг) $\text{K}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$.</p>		
3 Определение крутизны водородной характеристики электродов	4.4.2.2	<p>Иономер типа И-160</p> <p>ТУ РБ 14694395.003-97, входное сопротивление не менее $1 \cdot 10^{12}$ Ом, диапазон измерения от минус 3000 до плюс 2000 мВ, дискретность 0,1 мВ.</p> <p>Электрод сравнения хлорсеребряный насыщенный образцовый 2-го разряда ЭСО-01 ГОСТ 17792-72.</p> <p>Термометры ртутные стеклянные лабораторные ТЛ-4 ТУ 25-2021.003-88, предел измерения от 0 до 55 °С и от 50 до 105 °С, цена деления 0,1 °С.</p> <p>Ультра-Термостат типа У10, диапазон регулирования температуры от 0 до 100 °С, точность поддержания $\pm 0,2$ °С.</p> <p>Измерительная ячейка для контрольного раствора - стеклянный или полиэтиленовый сосуд вместимостью 500-1000 мл (нестандартное оборудование).</p> <p>Магнитная мешалка ММ5</p> <p>ТУ 25-11.834-80, максимальное количество перемешиваемой жидкости 1,5 л.</p> <p>Ячейка для насыщенного раствора хлористого калия - полиэтиленовый или полистироловый сосуд вместимостью 100-200 мл (нестандартное оборудование).</p> <p>Электролитический ключ с истечением насыщенного раствора хлористого калия от 0,3 до 3,5 мл в сутки (нестандартное оборудование).</p> <p>Весы лабораторные ГОСТ 24104-2001, класс точности не ниже II.</p> <p>Колбы 2-1000-2 ГОСТ 1770-74.</p> <p>Вода дистиллированная ГОСТ 6709-72.</p> <p>Калий хлористый "х.ч." или "ч.д.а." ГОСТ 4234-77.</p> <p>Кислота соляная "х.ч." или "ч.д.а." ГОСТ 3118-77.</p>	нет	да

Продолжение таблицы 2

1	2	3	4	5
		Стандарт – титры для приготовления рабочих эталонов pH 2-го разряда: - калий тетраоксалат (0,05 моль/кг) $\text{KH}_3(\text{C}_2\text{O}_4)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$; - натрий тетраборат (0,01 моль/кг) $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$.		
4 Определение отклонения водородной характеристики от линейности	4.4.2.3	<p>Иономер типа И-160 ТУ РБ 14694395.003-97, входное сопротивление не менее $1 \cdot 10^{12}$ Ом, диапазон измерения от минус 3000 до плюс 2000 мВ, дискретность 0,1 мВ. Электрод сравнения хлорсеребряный насыщенный образцовый 2-го разряда ЭСО-01 ГОСТ 17792-72. Термометры ртутные стеклянные лабораторные ТЛ-4 ТУ 25-2021.003-88, предел измерения от 0 до 55 °С и от 50 до 105 °С, цена деления 0,1 °С. Ультра-Термостат типа U10, диапазон регулирования температуры от 0 до 100 °С, точность поддержания $\pm 0,2$ °С. Измерительная ячейка для контрольного раствора - стеклянный или полиэтиленовый сосуд вместимостью 500-1000 мл (нестандартное оборудование). Магнитная мешалка ММ5 ТУ 25-11.834-80, максимальное количество перемешиваемой жидкости 1,5 л. Ячейка для насыщенного раствора хлористого калия - полиэтиленовый или полистироловый сосуд вместимостью 100-200 мл (нестандартное оборудование). Электролитический ключ с истечением насыщенного раствора хлористого калия от 0,3 до 3,5 мл в сутки (нестандартное оборудование). Весы лабораторные ГОСТ 24104-2001, класс точности не ниже II. Колбы по ГОСТ 1770-74: 2-25-2; 2-50-2; 2-100-2; 2-200-2; 2-500-2; 2-1000-2. Пипетки 2-1-2-10 ГОСТ 29227-91. Вода дистиллированная ГОСТ 6709-72. Калий хлористый "х.ч." или "ч.д.а." ГОСТ 4234-77.</p>	нет	да

Продолжение таблицы 2

1	2	3	4	5
		<p>Кислота соляная "х.ч." или "ч.д.а." ГОСТ 3118-77.</p> <p>Натрий тетраборнокислый 10-водный "х.ч." или "ч.д.а." ГОСТ 4199-76.</p> <p>Натрия гидроокись "х.ч." или "ч.д.а." ГОСТ 4328-77.</p> <p>Стандарт – титры для приготовления рабочих эталонов pH 2-го разряда:</p> <ul style="list-style-type: none"> - калий тетраоксалат (0,05 моль/кг) $\text{K}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$; - натрий тетраборат (0,01 моль/кг) $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$. 		
5 Определение координаты изопотенциальной точки pH_i	4.4.2.4	<p>Иономер типа И-160</p> <p>ТУ РБ 14694395.003-97, входное сопротивление не менее 10^{12} Ом, диапазон измерения от минус 3000 до плюс 2000 мВ, дискретность 0,1 мВ.</p> <p>Электрод сравнения хлорсеребряный насыщенный образцовый 2-го разряда ЭСО-01 ГОСТ 17792-72.</p> <p>Термометры ртутные стеклянные лабораторные ТЛ-4 ТУ 25-2021.003-88, предел измерения от 0 до 55 °С и от 50 до 105 °С, цена деления 0,1 °С.</p> <p>Ультра-Термостат типа У10, диапазон регулирования температуры от 0 до 100 °С, точность поддержания $\pm 0,2$ °С.</p> <p>Измерительная ячейка для контрольного раствора - стеклянный или полиэтиленовый сосуд вместимостью 500-1000 мл (нестандартное оборудование).</p> <p>Магнитная мешалка ММ5 ТУ 25-11.834-80, максимальное количество перемешиваемой жидкости 1,5 л.</p> <p>Ячейка для насыщенного раствора хлористого калия – полиэтиленовый или полистироловый сосуд вместимостью 100-200 мл (нестандартное оборудование).</p> <p>Электролитический ключ с истечением насыщенного раствора хлористого калия от 0,3 до 3,5 мл в сутки (нестандартное оборудование).</p> <p>Весы лабораторные ГОСТ 24104-2001, класс точности не ниже II.</p> <p>Колбы 2-1000-2 ГОСТ 1770-74.</p> <p>Вода дистиллированная ГОСТ 6709-72.</p> <p>Калий хлористый "х.ч." или "ч.д.а." ГОСТ 4234-77.</p>	нет	да

Окончание таблицы 2

1	2	3	4	5
		Кислота соляная "х.ч." или "ч.д.а." ГОСТ 3118-77. Стандарт – титр для приготовления рабочих эталонов pH 2-го разряда: - калий тетраоксалат (0,05 моль/кг) $\text{K}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$.		
6 Определение электрического сопротивления электродов	4.4.2.5	Тераомметр Е6-13А ЯЫ2.722.014 ТУ, диапазон измерений от 10 до 10^{14} Ом, основная погрешность $\pm 10,0$ %. Термометр ртутный стеклянный лабораторный ТЛ-4 ТУ 25-2021.003-88, предел измерения от 0 до 55 °С, цена деления 0,1 °С. Ультра-Термостат типа U10, диапазон регулирования температуры от 0 до 100 °С, точность поддержания $\pm 0,2$ °С. Измерительная ячейка для контрольного раствора - стеклянный или полиэтиленовый сосуд вместимостью 500-1000 мл (нестандартное оборудование). Контактный электрод – стальная пластинка с площадью поверхности от 5 до 10 см ² . Весы лабораторные ГОСТ 24104-2001, класс точности не ниже II. Колбы 2-1000-2 ГОСТ 1770-74. Вода дистиллированная ГОСТ 6709-72. Кислота соляная "х.ч." или "ч.д.а." ГОСТ 3118-77.	да	да

Примечание - Допускается применять другие средства поверки, не приведенные в таблице 2, обеспечивающие определение метрологических характеристик электродов с требуемой точностью, аттестованные и поверенные в установленном порядке.

4.2 Требования безопасности

4.2.1 При проведении поверки должны быть соблюдены требования безопасности, установленные ГОСТ 12.2.007.0-75.

4.3 Условия поверки и подготовка к ней

4.3.1 При проведении поверки должны соблюдаться следующие условия:

- температура окружающего воздуха (20 ± 5) °С;
- относительная влажность воздуха от 30 до 80 %;
- атмосферное давление от 84 до 106,7 кПа.

4.3.2 Электроды на поверку должны представляться в упаковке незагрязненными и с эксплуатационными документами, содержащими основные технические данные, необходимые для поверки электродов.

4.3.3 Электроды должны быть подготовлены к измерениям в соответствии с указаниями, приведенными в эксплуатационных документах.

4.3.4 Необходимая для измерения температура в ячейке с электродами должна быть установлена за 3 мин до снятия показания.

4.3.5 Колебание температуры, при которой находится образцовый электрод сравнения при определении каждой из метрологических характеристик, не должно превышать ± 1 °C. При больших колебаниях температуры в результат измерения необходимо вносить поправку с учетом температурного коэффициента потенциала образцового электрода сравнения.

4.3.6 Перед измерением потенциалов электроды промывают в измеряемом растворе.

4.3.7 При измерении потенциалов электролитический ключ погружают в измерительную ячейку только на время измерения.

4.3.8 Измерение потенциалов производят не ранее, чем через 8 ч после измерения электрического сопротивления или электрического сопротивления изоляции электродов.

4.3.9 Для поверки электродов применяют растворы, перечень и методика приготовления которых приведены в приложении А.

4.4 Проведение поверки

4.4.1 Внешний осмотр

4.4.1.1 При проведении внешнего осмотра должно быть установлено соответствие электродов следующим требованиям:

- на электродах должна быть нанесена четкая маркировка;
- электроды не должны иметь трещин на корпусе и других повреждений.

4.4.2 Определение метрологических характеристик

4.4.2.1 Определение потенциала электродов

4.4.2.1.1 Потенциал электродов $E_{изм.}$, мВ, измеряют в растворе 1 или 2, приведенных в таблице А.1 приложения А, относительно образцового электрода сравнения 2-го разряда ЭСО-01 ГОСТ 17792-72. Температура раствора - $(25,0 \pm 0,5)$ °C.

Схема измерения потенциала электродов приведена в приложении Б.

Значение потенциала при измерениях следует отсчитывать до десятых долей милливольта.

4.4.2.1.2 Измеренное значение потенциала электродов $E_{изм.}$, мВ, не должно отличаться от расчетного значения E_p , мВ, определяемого по формуле 2, более чем на:

- ± 12 мВ при первичной поверке,
- ± 25 мВ при эксплуатации и хранении.

Пример расчета отклонения потенциала приведен в приложении В.

4.4.2.2 Определение крутизны водородной характеристики электродов

4.4.2.2.1 Крутизну водородной характеристики электродов в линейной части кривой определяют по данным измерения потенциалов по методике пункта 4.4.2.1 в растворах 1 и 3 или в растворах 2 и 3.

Температура растворов: $(40,0 \pm 0,2)$ °C – для электродов ЭСЛ-45-11;

$(80,0 \pm 0,2)$ °C – для электродов ЭСЛ-15-11.

Крутизну водородной характеристики S_t , мВ/pH, рассчитывают по формуле

$$S_t = \frac{E_3 - E_1}{pH_3 - pH_1}, \quad (4)$$

где E_3 – потенциал электрода в растворе 3, мВ;

E_1 – потенциал электрода в растворе 1 или 2, мВ;

pH_3 – значение pH раствора 3;

pH_1 – значение pH раствора 1 или 2.

Значение крутизны водородной характеристики при расчетах следует округлять до первого десятичного знака включительно.

4.4.2.2.2 Крутизна водородной характеристики в линейной части кривой по абсолютной величине должна быть не менее:

60,9 мВ/pH – для электродов ЭСЛ-45-11 при температуре 40 °C;

68,7 мВ/pH – для электродов ЭСЛ-15-11 при температуре 80 °C.

4.4.2.3 Определение отклонения водородной характеристики от линейности

4.4.2.3.1 Отклонение водородной характеристики от линейности определяют по данным измерения потенциалов по методике пункта 4.4.2.1 в растворах и при температуре, приведенных в таблице 3.

Таблица 3

Электроды	Растворы по таблице А.1	Температура, °С
ЭСЛ-45-11	Растворы 4, 1 или 2, 3, 6	(40,0±0,5)
ЭСЛ-15-11	Растворы 5, 1 или 2, 3, 7	(80,0±0,5)

Отклонение водородной характеристики от линейности в кислой Δ_K , рН, и щелочной $\Delta_{Щ}$, рН, средах при температуре t °С рассчитывают по формуле

$$\Delta_K = \text{рН}_K - \text{рН}_1 - \frac{E_K - E_1}{S_t}, \quad (5)$$

$$\Delta_{Щ} = \text{рН}_{Щ} - \text{рН}_3 - \frac{E_{Щ} - E_3}{S_t}, \quad (6)$$

где рН_K – значение рН раствора 4 для электродов ЭСЛ-45-11,
раствора 5 для электродов ЭСЛ-15-11;

рН_1 – значение рН раствора 1 или 2;

E_K – потенциал электрода в растворе 4 для электродов ЭСЛ-45-11,
в растворе 5 для электродов ЭСЛ-15-11, мВ;

E_1 – потенциал электрода в растворе 1 или 2, мВ;

S_t – крутизна водородной характеристики, рассчитанная по формуле (4), мВ/рН;

$\text{рН}_{Щ}$ – значение рН раствора 6 для электродов ЭСЛ-45-11,
раствора 7 для электродов ЭСЛ-15-11;

рН_3 – значение рН раствора 3;

$E_{Щ}$ – потенциал электрода в растворе 6 для электродов ЭСЛ-45-11,
в растворе 7 для электродов ЭСЛ-15-11, мВ;

E_3 – потенциал электрода в растворе 3, мВ.

4.4.2.3.2 Отклонение водородной характеристики от линейности Δ_K и $\Delta_{Щ}$ не должно превышать ±0,2 рН.

4.4.2.4 Определение координаты изопотенциальной точки $\text{рН}_и$

4.4.2.4.1 Координату изопотенциальной точки $\text{рН}_и$ определяют измерением потенциалов по методике пункта 4.4.2.1 в растворе 1 или 2 при температурах:

$t_1 = (25,0 \pm 0,2)^\circ\text{C}$ и $t_2 = (40,0 \pm 0,2)^\circ\text{C}$ – для электродов ЭСЛ-45-11;

$t_1 = (25,0 \pm 0,2)^\circ\text{C}$ и $t_2 = (80,0 \pm 0,2)^\circ\text{C}$ – для электродов ЭСЛ-15-11.

Координату изопотенциальной точки $\text{рН}_и$, рН, рассчитывают по формуле

$$\text{рН}_и = \frac{E_{t1} - E_{t2} + S_{t2} \cdot \text{рН}_{t2} - S_{t1} \cdot \text{рН}_{t1}}{S_{t2} - S_{t1}}, \quad (7)$$

где E_{t1} , E_{t2} – потенциалы электрода при температурах t_1 и t_2 , соответственно, мВ;

S_{t2} , S_{t1} – крутизна водородной характеристики электрода, рассчитанная по формуле (1), при температурах t_2 и t_1 , соответственно, мВ/рН;

рН_{t2} , рН_{t1} – значение рН раствора при температурах t_2 и t_1 , соответственно.

Значение координаты $\text{рН}_и$ при расчетах следует округлять до первого десятичного знака включительно.

4.4.2.4.2 Отклонение расчетного значения координаты $\text{рН}_и$ от номинального значения, указанного в 1.2.5, должно быть не более ±0,6 рН.

4.4.2.5 Определение электрического сопротивления электродов

4.4.2.5.1 Электрическое сопротивление электродов определяют тераомметром в растворе 1. Температура раствора - $(20,0 \pm 0,5) ^\circ\text{C}$.

Поверяемый и контактный электроды устанавливают в ячейку с раствором. Один вывод тераомметра присоединяют к выводному проводу электрода (центральной жиле экранированного провода), а другой – к контактному электроду.

4.4.2.5.2 Электрическое сопротивление электродов должно соответствовать:

при первичной поверке

от 10 до 90 МОм электродов ЭСЛ-45-11,

от 250 до 750 МОм электродов ЭСЛ-15-11;

при эксплуатации и хранении

от 8 до 108 МОм электродов ЭСЛ-45-11,

от 188 до 900 МОм электродов ЭСЛ-15-11.

4.5 Оформление результатов поверки

4.5.1 Результаты поверки должны быть оформлены протоколом по форме приложения Г.

4.5.2 При положительных результатах поверки выдается Свидетельство о поверке по форме приложения Г ТКП 8.003-2011 или ставится отметка в паспорте при первичной поверке.

4.5.3 При отрицательных результатах поверки электрод бракуется и выдается Заключение о непригодности с указанием причин несоответствия по форме приложения Д ТКП 8.003-2011.

Свидетельство о поверке аннулируется.

Приложение А
(обязательное)

Перечень и методика приготовления поверочных растворов

А.1 Перечень поверочных растворов приведен в таблице А.1.

Таблица А.1

Номер раствора	Состав раствора	Температура, °С	Значение pH
1	Соляная кислота HCl концентрацией 0,1 моль/дм ³	25	1,10
		40	1,10
		80	1,11
2	Калий тетраоксалат $\text{KH}_3(\text{C}_2\text{O}_4)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ концентрацией 0,05 моль/кг H ₂ O	25	1,646
		40	1,650
		80	1,690
3	Натрий тетраборат $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ концентрацией 0,01 моль/кг H ₂ O	40	9,066
		80	8,91
4	Соляная кислота HCl концентрацией 1,11 моль/дм ³	40	0
5	Соляная кислота HCl концентрацией 1,35 моль/дм ³	80	0
6	Смесь растворов натрия тетраборат $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ концентрацией 0,05 моль/дм ³ и гидроксид натрия NaOH концентрацией 0,1 моль/дм ³ с соотношением объемов 100 : 85	40	10,00
7	Смесь растворов натрия тетраборат $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ концентрацией 0,05 моль/дм ³ и гидроксид натрия NaOH концентрацией 0,1 моль/дм ³ с соотношением объемов 100 : 294	80	11,00

А.2 Методика приготовления поверочных растворов, приведенных в таблице А.1

А.2.1 Раствор 1 – соляная кислота HCl концентрацией 0,1 моль/дм³, готовят по методике ГОСТ 4919.2-77.

А.2.2 Раствор 2 – калий тетраоксалат $\text{KH}_3(\text{C}_2\text{O}_4)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ концентрацией 0,05 моль/кг H₂O, и раствор 3 – $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ концентрацией 0,01 моль/кг H₂O, готовят из соответствующих стандарт-титров 2-го разряда.

А.2.3 Раствор 4 – соляная кислота HCl концентрацией 1,11 моль/дм³, и раствор 5 – соляная кислота HCl концентрацией 1,35 моль/дм³, готовят соответствующим разбавлением концентрированной соляной кислоты или используют ампулы, содержащие определенное количество соляной кислоты.

А.2.3.1 При использовании концентрированной соляной кислоты для приготовления 1 л растворов 4 и 5 берут объемы концентрированной соляной кислоты, указанные в таблице А.2.

Таблица А.2

Плотность соляной кислоты, г/см ³	Объем концентрированной соляной кислоты, необходимый для приготовления 1 л раствора, мл	
	раствор 4	раствор 5
1,190	88,8	108,0
1,180	94,6	115,1
1,170	101,2	123,1

Отмеренный объем концентрированной кислоты осторожно при перемешивании вливают в воду и доводят объем раствора дистиллированной водой до 1 л.

В приготовленных растворах кислот устанавливают содержание HCl титрованием.

Титруют раствором NaOH концентрацией 1 моль/дм³ (1 н) или раствором Na₂CO₃ концентрацией 0,5 моль/дм³ (1 н) в присутствии 1 капли метилового оранжевого. Методика приготовления растворов NaOH и Na₂CO₃ изложена в ГОСТ 4919.2-77 и ГОСТ 25794.1-83, индикатора метилового оранжевого – в ГОСТ 4919.1-77.

На титрование 10 мл раствора 4 – HCl концентрацией 1,11 моль/дм³, точно должно расходоваться 11,1 мл раствора NaOH концентрацией 1 моль/дм³ или Na₂CO₃ концентрацией 0,5 моль/дм³.

На титрование 10 мл раствора 5 – HCl концентрацией 1,35 моль/дм³, точно должно расходоваться 13,5 мл раствора NaOH концентрацией 1 моль/дм³ или Na₂CO₃ концентрацией 0,5 моль/дм³.

В случае использования концентрированной соляной кислоты других плотностей объем V', мл, исходного раствора (концентрированной кислоты) для приготовления 1 л раствора рассчитывают по формуле

$$V' = 1000 \cdot \frac{N}{N'}, \quad (A.1)$$

где N – нормальность приготовленного раствора, моль/дм³;

N' – нормальность исходного раствора, моль/дм³.

Таблицы зависимости концентраций растворов кислот от их плотностей изложены в справочниках по химии, например, Ю.Ю. Лурье, Справочник по аналитической химии, изд. Москва "Химия", 1989, таблица 17.

А.2.3.2 При использовании ампул соляной кислоты концентрацией 0,1 моль/дм³

– для приготовления раствора 4 вначале из 12 ампул готовят 1 л раствора HCl концентрацией 1,2 моль/дм³, затем к литру приготовленного раствора добавляют 81,1 мл дистиллированной воды;

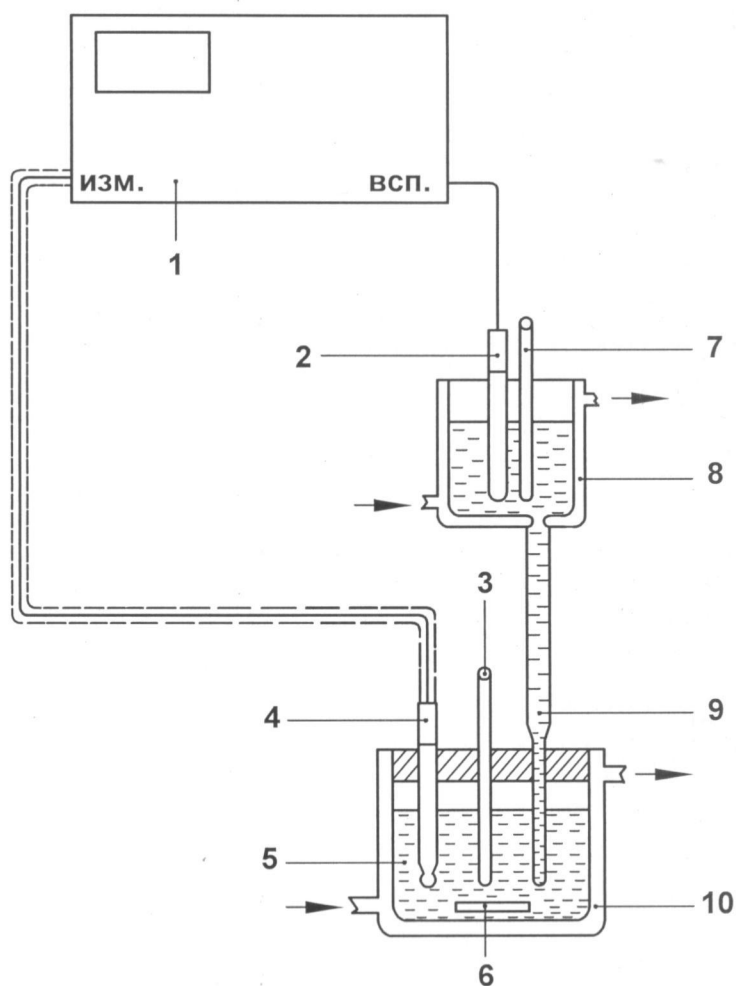
– для приготовления раствора 5 вначале из 14 ампул готовят 1 л раствора HCl концентрацией 1,4 моль/дм³, затем к литру приготовленного раствора добавляют 37,0 мл дистиллированной воды.

А.2.4 Растворы 6 и 7 готовят смешиванием соответствующих объемов растворов натрия тетрабората Na₂B₄O₇ · 10H₂O концентрацией 0,05 моль/дм³ (0,1 н) и гидроксида натрия NaOH концентрацией 0,1 моль/дм³ (0,1 н).

Методика приготовления растворов тетрабората натрия Na₂B₄O₇ · 10H₂O концентрацией 0,05 моль/дм³ и гидроксида натрия NaOH концентрацией 0,1 моль/дм³ изложена в ГОСТ 4919.2-77.

Приложение Б
(обязательное)

Схема измерения потенциала электрода



- 1 - иономер И-160;
- 2 - образцовый электрод сравнения 2-го разряда по ГОСТ 17792-72;
- 3, 7 - термометры;
- 4 - поверяемый электрод;
- 5 - контрольный раствор;
- 6 - перемешивающий стержень магнитной мешалки;
- 8, 10 - термостатированные ячейки (термостатирование ячейки 8 необязательно);
- 9 - электролитический ключ с насыщенным раствором хлористого калия.

Рисунок Б.1

Приложение В
(обязательное)

Пример расчета отклонения потенциала от расчетного значения

Потенциал электрода, измеренный при температуре 25 °С в растворе соляной кислоты концентрацией 0,1 моль/дм³ (величина $pH_t = 1,10$ pH), $E_{изм.} = 162,3$ мВ.

Номинальные значения координат изопотенциальной точки $pH_{и} = 4,25$ pH, $E_{и} = -25$ мВ (в паре с насыщенным хлорсеребряным электродом сравнения).

Крутизна водородной характеристики при температуре 25 °С, рассчитанная по формуле (1), $S_t = -59,157$ мВ/pH.

Потенциал образцового электрода сравнения 2-го разряда при температуре 20 °С равен 203,2 мВ (относительно нормального водородного электрода).

Разность между номинальным значением потенциала электрода сравнения (202,0 мВ при 20 °С) и действительным значением потенциала образцового электрода сравнения (203,2 мВ при 20 °С)

$$\Delta' = 202,0 - 203,2 = -1,2 \text{ мВ.}$$

Температура в ячейке образцового электрода сравнения 23 °С.

$$\text{Поправка } \Delta'' = -0,2 (23 - 20) = -0,6 \text{ мВ.}$$

Расчетное значение потенциала электрода

$$E_p = -25 + (-59,157) \cdot (1,1 - 4,25) + (-1,2) - (-0,6) = 160,7 \text{ мВ.}$$

Отклонение потенциала электрода от расчетного значения равно

$$162,3 - 160,7 = 1,6 \text{ мВ.}$$

