

УТВЕРЖДАЮ
Руководитель ГИ СИ ФГУП ВНИИМС



В.Н.Яншин

2007г

ИНСТРУКЦИЯ

**ЭЛЕКТРОДЫ СТЕКЛЯННЫЕ ЛАБОРАТОРНЫЕ КОМБИНИРОВАННЫЕ
ЭСЛК-00.0**

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

4215-014-81696414-2007 МП

з.р. 36551-07

Москва, 2007

Настоящая инструкция распространяется на электроды стеклянные лабораторные комбинированные ЭСЛК-00.0 (ЭСЛК-01.4, ЭСЛК-01.7, ЭСЛК-11.7, ЭСЛК-12.7, ЭСЛК-13.7, ЭСЛК-15.7, ЭСЛК-16.7, ЭСЛК-17.7, ЭСЛК-19.7 и ЭСЛК-21.7), изготовленные по ТУ 4215-014-81696414-2007 и устанавливает методы и средства их поверки.

Межповерочный интервал – 1 год.

1. Операции поверки

При проведении поверки должны выполняться операции, указанные в таблице 1.

Наименование операции	Номер пункта инструкции	Проведение операций при поверке	
		первичной	периодической
1. Внешний осмотр	7.1	да	да
2. Опробование	7.2	да	да
3. Определение метрологических характеристик			
– определение Э.Д.С. электрода стеклянного комбинированного в 0,05 М растворе тетраоксалата калия	7.3.1	да	да
– определение крутизны водородной характеристики	7.3.2	да	да
– определение пределов линейности водородной характеристики	7.3.3	да	да

2. Средства поверки

Поверку выполняют с помощью средств измерений и оборудования, указанных в таблице 2.

Таблица 2

Наименование	Номер ГОСТа или ТУ
Калибратор постоянного тока В1-12.	Выходн.напр.10В
Стандарт-титры для рН-метрии	ГОСТ 4233-77
Термометры лабораторные ТЛ-4	ГОСТ 28498
Электрод сравнения хлорсеребряный насыщенный образцовый 2-го разряда	ГОСТ 17792-72
Стандарт-титры кислоты соляной 1М	ТУ 2642-001-49415344-90
Термостат ТС-01	ТУ 4211-001-44330709-00
Посуда лабораторная стеклянная	ГОСТ 25336-82
Бумага фильтровальная лабораторная	ГОСТ 12026-76
Вода дистиллированная	ГОСТ 6709-72
Калий хлористый	ГОСТ 4234-77
Натрий хлористый	ГОСТ 4233-77

Примечание. Допускается применение других средств измерений и оборудования, не уступающих по техническим характеристикам, приведенным в данной таблице.

3. Требования безопасности

Требования безопасности определены в паспорте электродов и соответствующих НД, обеспечивающих проведение поверки.

4. Требования к квалификации поверителей

4.1 К проведению поверки допускаются лица, изучившие данную методику поверки и техническую документацию на электроды

4.2 При проведении поверки необходимо соблюдать требования, указанные в руководстве по эксплуатации.

5. Условия поверки

При проведении поверки соблюдают нормальные условия по ГОСТ Р 8.395.

6. Подготовка к поверке

Установку и подготовку электродов к поверке, включение соединительных устройств выполняют в соответствии с паспортом электрода.

Поверочные растворы готовят в соответствии с приложением А.

7. Проведение поверки

7.1 Внешний осмотр

При проведении внешнего осмотра проверяют соответствие:

- комплектности, маркировки, заводского номера паспорту электрода;
- не допускается отсутствие или нечеткое отображение маркировки
- не допускается наличие сколов и трещин на поверхности и мембране измерительного электрода.

7.2. Опробование

При опробовании электрод, подключенный ко входу калибратора, погружают в насыщенный раствор хлористого калия. Электрод считается прошедшим опробование, если в течение 3-5 мин показания калибратора устанавливаются на уровне значений 10^{-1} мВ.

7.3. Определение метрологических характеристик электродов

7.3.1 Проверку Э.Д.С. электрода стеклянного комбинированного в 0,05 М растворе тетраоксалата калия производят с помощью калибратора В1-12.

Поверяемый электрод помещают в химический стакан, заполненный раствором тетраоксалата калия с концентрацией 0,05 моль/дм³, помещают в термостат на 1 час при температуре $(20 \pm 0,5)^{\circ}\text{C}$; затем измеряют э.д.с. электрода, мВ (E_2).

Измеренное значение э.д.с., мВ должно соответствовать значению, приведенному в паспорте электрода (приложение Б справочное).

7.3.2 Проверку крутизны статической водородной характеристики электрода производят с помощью калибратора по разности значений э.д.с, измеренных в растворах тетрабората натрия с концентрацией 0,01 моль/дм³ и тетраоксалата калия с концентрацией 0,05 моль/дм³.

Электрод помещают в химический стакан, заполненный раствором тетрабората натрия с концентрацией 0,01 моль/дм³ и помещают в термостат на 1 час при температуре $(20 \pm 0,5)^{\circ}\text{C}$, после чего измеряют э.д.с., мВ (E_4).

Значения крутизны водородной характеристики, мВ/рН, рассчитывают по формуле (1):

$$S_t = \frac{E_4 - E_2}{pH_4 - pH_2}, (1)$$

где S_t – крутизна водородной характеристики при температуре t ($20 \pm 0,5$)⁰С;
 E_2 и E_4 – э.д.с. электродов, мВ, измеренные в поверочных растворах 2 и 4 соответственно при температуре ($20 \pm 0,5$)⁰С;
 pH_2 , pH_4 – номинальные значения рН поверочных растворов при температуре ($20 \pm 0,5$)⁰С соответственно раствора 2 -1,64 ед. рН и раствора 4 - 9,23 ед. рН.

Значение крутизны должно соответствовать требованиям паспорта электрода (приложение Б справочное).

7.3.3 Проверку линейности статической водородной характеристики проводят путем измерения потенциала электрода калибратором аналогично п.п.7.3.1 в поверочных растворах 1 и 3 в кислой (ΔK) области диапазона измерений и растворах 4 и 5 в щелочной ($\Delta Щ$) области диапазона измерений.

Отклонения статической водородной характеристики от линейности рассчитывают по формулам (2А) в кислой (ΔK) и (2В) щелочной ($\Delta Щ$) областях диапазона измерений:

$$\Delta K = pH_3 - pH_1 - \frac{E_3 - E_1}{S_{20}}, (2A)$$

$$\Delta Щ = pH_5 - pH_4 - \frac{E_5 - E_4}{S_{20}}, (2B)$$

где E_1 и E_3 ; E_5 и E_4 – измеренные значения э.д.с., мВ поверочных растворов 1, 3, 4 и 5 соответственно;
 pH_1 , pH_3 , pH_4 , pH_5 – номинальные значения рН поверочных растворов 1, 3, 4, 5 соответственно, ед.рН при 20⁰С;
 S_{20} – крутизна водородной характеристики электрода, мВ/рН при температуре растворов ($20 \pm 0,5$)⁰С.

Отклонение от линейности должно быть не более $\pm 0,2$ ед.рН.

8. Оформление результатов поверки

8.1. Результаты поверки электродов заносят в протокол по форме, приведенной в приложении В.

8.2 Положительные результаты поверки электродов оформляют выдачей свидетельства в соответствии с ПР 50.2.006.

8.3.Электроды, не удовлетворяющие требованиям настоящих рекомендаций, к эксплуатации не допускаются. Электроды изымают из обращения и утилизируют в установленном порядке. Свидетельство о поверке изымают и выдают извещение о непригодности с указанием причин в соответствии с ПР 50.2.006.

ПРИГОТОВЛЕНИЕ ПОВЕРОЧНЫХ РАСТВОРОВ

1. Поверочный раствор 1

Раствор соляной кислоты с концентрацией 0,1 моль/дм³ готовят из стандарт-титра соляной кислоты (ТУ 6-09-25-40-87) в соответствии с прилагаемой к нему инструкцией. рН раствора ед.рН 1.10 при температуре 20⁰С.

2. Поверочный раствор 2

Раствор калия тетраоксалата с концентрацией 0,05 моль/дм³ готовят из стандарт-титра (ТУ 2642-001-42218836-96) в соответствии с прилагаемой к нему инструкцией. рН раствора ед.рН 1.68 при температуре 20⁰С.

3. Поверочный раствор 3

Раствор соляной кислоты с концентрацией 1,0 моль/дм³ готовят из стандарт-титра соляной кислоты (ТУ 6-09-25-40-87). Ампулу стандарт-титра промывают дистиллированной водой и помещают в стеклянную воронку, установленную в горло мерной колбы вместимостью 100 см³. Пробойником пробивают ампулу и дистиллированной водой тщательно переносят содержимое ампулы в мерную колбу. Объем раствора доводят до метки и перемешивают. рН раствора ед.рН 0.10 при температуре 20⁰С.

4. Поверочный раствор 4

Раствор натрия тетраборнокислого с концентрацией 0,01 моль/дм³ готовят из стандарт-титра (ТУ 2642-001-42218836-96) в соответствии с прилагаемой к нему инструкцией. рН раствора ед.рН 9.23 при температуре 20⁰С.

5. Поверочный раствор 5

5.1 Раствор натрия гидроокиси с концентрацией 0,1 моль/дм³ (раствор А) готовят из стандарт-титра натрия гидроокиси (ТУ 6-09-25-40-87) в соответствии с прилагаемой инструкцией.

5.2 В мерную колбу вместимостью 1000 см³ помещают навеску глицина массой 7,507 г и навеску натрия хлористого массой 5,844 г взвешенных на аналитических весах, добавляют 500-600 см³ дистиллированной воды и перемешивают до полного растворения, после чего содержимое колбы доводят до метки и перемешивают (раствор Б).

5.3. Приготовление поверочного раствора 5.

В мерную колбу вместимостью 100 см³ из бюретки приливают 45,55 см³ раствора Б, приготовленного по п.5.2 и содержимое колбы, доводят до метки раствором А, приготовленным по п.5.1 и перемешивают. рН раствора ед.рН 12,00 при температуре 20⁰С.

6. Насыщенный раствор калия хлористого готовят из калия хлористого по ГОСТ растворяя его до насыщения в дистиллированной воде.

**ЗНАЧЕНИЯ МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК,
ПОДТВЕРЖДАЕМЫХ ПРИ ПОВЕРКЕ**

1. Потенциал измерительного электрода в растворе тетраоксалата калия ($\text{K}_2\text{C}_4\text{O}_8 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) с концентрацией $0,05 \text{ моль/дм}^3$ при температуре анализируемого раствора 20°C измеренный относительно внутреннего электрода сравнения составляет:

для электрода ЭСЛК-01.4 – $134 \pm 12 \text{ мВ}$;

для электрода ЭСЛК-01.7 – $277 \pm 12 \text{ мВ}$;

для электродов ЭСЛК-11.7, ЭСЛК-12.7, ЭСЛК-13.7, ЭСЛК-15.7, ЭСЛК-16.7, ЭСЛК-17.7, ЭСЛК-19.7 и ЭСЛК-21.7 – $298 \pm 12 \text{ мВ}$.

2. Крутизна статической водородной характеристики в ее линейной части при выпуске из производства составляет по абсолютной величине не менее 53 мВ/рН при температуре раствора 20°C .

3. Отклонение статической водородной характеристики электрода от линейности при температуре $(20 \pm 0,5)^\circ\text{C}$ в диапазонах, указанных в п.1.1, должно не превышать $\pm 0,2 \text{ рН}$.

ПРИЛОЖЕНИЕ В

ФОРМА ПРОТОКОЛА ПОВЕРКИ

Протокол № _____ от _____ 200 ____ г. поверки

электрода стеклянного лабораторного комбинированного ЭСЛК- _____, производства
ООО "НПО Аквилон"

Зав.номер _____

Принадлежащего _____

Условия поверки _____

Средства поверки _____

Внешний осмотр _____

Опробывание и определение метрологических характеристик

Наименование характеристики	Значение	
	Действительное	По паспорту
1.Определение метрологических характе- ристик		
2 Определение потенциала электрода в рас- творе тетраоксалата калия		
3 Определение крутизны статической водо- родной характеристики		
4 Определение пределов линейности стати- ческой водородной характеристики элек- трода		

Заключение по результатам поверки: электрод стеклянный лабораторный комбиниро-
ванный ЭСЛК, зав.№ _____ признан пригодным к применению (непригод-
ным) _____
(указать причину)

Выдано свидетельство № _____ от _____ 200 ____ г.

Проверку проводил _____
(подпись)