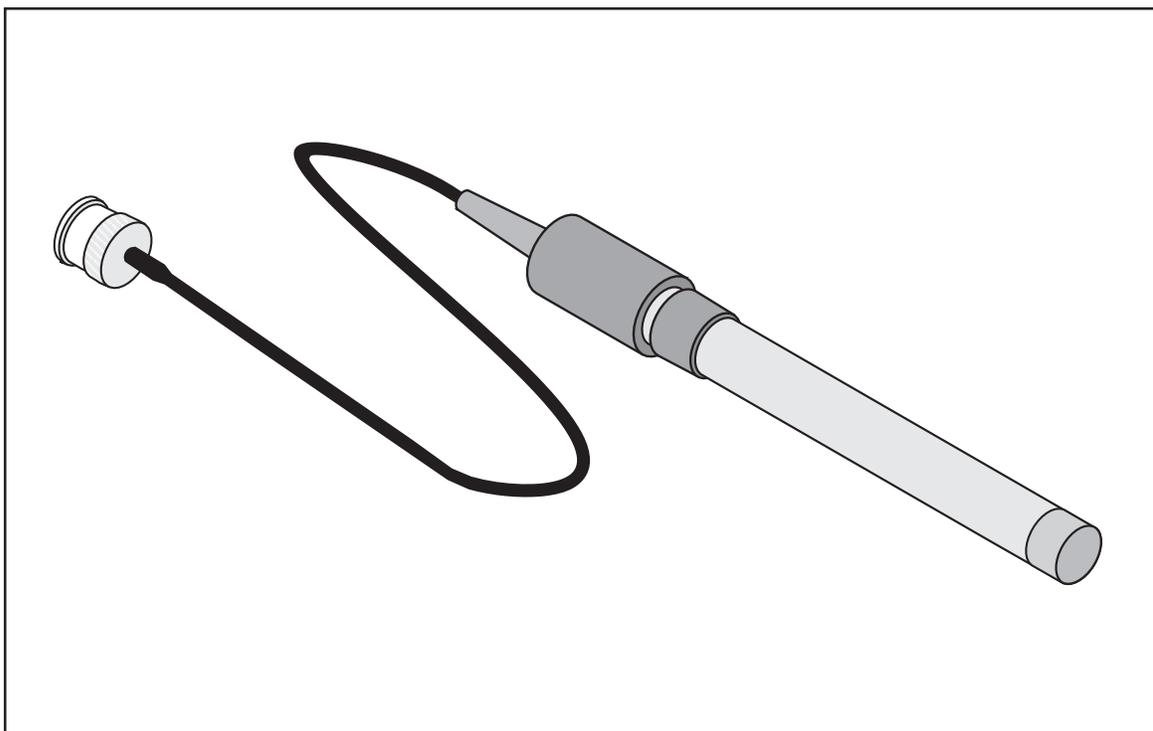


**Руководство пользователя
и Инструкция по проведению
эксперимента
для модели CI-6735
производства PASCO scientific**

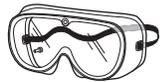
012-06616A
9/97

НИТРАТ-СЕЛЕКТИВНЫЙ ЭЛЕКТРОД



© 1997 PASCO scientific

\$7,50



**При работе с химикатами
всегда используйте защиту
для глаз и перчатки.**

Содержание

Введение	1
Теория	1
Оборудование	3
В комплекте	3
Дополнительно требуется.....	3
Необходимые растворы	3
Общая подготовка	4
Подготовка электрода.....	4
Проверка крутизны электродной функции с помощью <i>Science Workshop</i>	4
Измерение	5
Указания по измерению	5
Требования к пробам.....	5
Единицы измерения.....	5
Порядок действий при измерении	6
Прямое измерение.....	6
Определение низких значений концентрации нитрат-иона.....	7
Характеристики электродов	9
Воспроизводимость	9
Ионы, создающие помехи	9
Влияние температуры.....	10
Отклик электрода	10
Пределы обнаружения.....	11
Влияние pH.....	11
Срок службы электрода	11
Обслуживание	12
Хранение электрода	12
Спецификации	12
Руководство по разрешению проблем	12
Стеклянная/пластиковая посуда	12
Электрод.....	12
Эталонные растворы и реагенты	13
Проба	13
Техника проведения измерений.....	13
Указания по разрешению проблем	14
Техническая поддержка	17

Авторское право, гарантия и возврат оборудования

Данное руководство может быть скопировано в соответствии с ограничениями, накладываемыми авторскими правами, указанными ниже.

Уведомление об авторских правах

Руководство 012-06616A PASCO scientific защищено авторскими правами. Тем не менее, некоммерческим образовательным учреждениям разрешается воспроизводить любую часть данного руководства пользователя нитрат-селективного электрода только для использования в лабораториях и учебных классах, но не для продажи. Воспроизведение в любых других обстоятельствах без предварительного разрешения компании PASCO scientific запрещается.

Ограниченная гарантия

PASCO scientific гарантирует, что дефекты материалов и изготовления данного продукта не будут выявлены в течение одного года со дня поставки заказчику. PASCO отремонтирует или заменит по своему усмотрению любую часть продукта, которая считается дефектной (дефект материала или изготовления). Данная гарантия не распространяется на повреждения изделия, вызванные неправильным использованием. Определение того, является ли отказ продукта результатом производственного дефекта или неправильного использования заказчиком, должно проводиться исключительно PASCO scientific. Ответственность за возврат оборудования на гарантийный ремонт лежит на заказчике. Оборудование должно быть надлежащим образом упаковано (чтобы предотвратить повреждение) и выслано (с предоплатой стоимости доставки). (Повреждение, вызванное неправильной упаковкой оборудования при обратной отправке, не будет покрыто за счет гарантии). Затраты на транспортировку при возврате оборудования после ремонта будут покрыты за счет PASCO scientific.

Сведения об авторах

Автор: Питер Бойл
Редактор: Стив Миллер

Возврат оборудования

Если по какой-либо причине продукт необходимо вернуть PASCO scientific, уведомите PASCO scientific по почте, телефону или факсу ДО возврата оборудования. После уведомления будут быстро предоставлены разрешение на возврат и инструкции по доставке.

► **ПРИМЕЧАНИЕ:** ОБОРУДОВАНИЕ НЕ БУДЕТ ПРИНЯТО К ВОЗВРАТУ БЕЗ РАЗРЕШЕНИЯ PASCO.

При возвращении оборудования на ремонт все устройства должны быть упакованы должным образом. Перевозчик не несет ответственности за повреждения, причиной которых была ненадлежащая упаковка. Чтобы устройство не было повреждено при перевозке, соблюдайте следующие правила:

- ① Коробка, в которую продукт упаковывается для перевозки, должна быть достаточно прочной.
- ② Убедитесь, что между устройством и внутренней стенкой коробки по меньшей мере два дюйма упаковочного материала.
- ③ Убедитесь, что инструмент не соприкасается с коробкой из-за того, что упаковочный материал внутри коробки смещается и сжимается.

Адрес: PASCO scientific
10101 Foothills Blvd.
P.O. Box 619011
Roseville, CA 95678-9011

Тел.: +1 (916) 786-3800
Факс: +1 (916) 786-3292
Email: techsupp@pasco.com
Сайт: www.pasco.com

Введение

Нитрат-селективный электрод производства компании PASCO scientific используется для быстрых, простых, точных и экономичных измерений концентрации нитрат-иона в водных растворах.

Теория

Нитрат-селективный электрод состоит из электродного корпуса с жидким внутренним заполняющим раствором, находящимся в контакте с гелевой органофильной мембраной, содержащей нитрат-селективный фильтр. Когда мембрана находится в контакте с раствором, содержащим свободные нитрат-ионы, на ней образуется электродный потенциал. Этот электродный потенциал измеряется относительно постоянного потенциала электрода сравнения с помощью усилителя ISE и интерфейса Science Workshop. Уровень нитрат-ионов в зависимости от измеренного потенциала описывается уравнением Нернста:

$$E = E_0 + S \log X,$$

где

E = измеренный электродный потенциал,
 E_0 = потенциал электрода сравнения (константа),
 S = крутизна электродной функции (≈ 55 мВ на декаду),
 X = уровень нитрат-ионов в растворе

.Активность X представляет собой эффективную концентрацию ионов в растворе. Общая концентрация нитрат-ионов C_t представляет собой сумму концентраций свободных нитрат-ионов C_f и комплексных или связанных перхлорат-ионов C_b . Электрод реагирует только на свободные ионы, концентрация которых равна

$$C_f = C_t = C_b$$

Так как нитрат-ионы образуют очень мало устойчивых комплексных соединений, концентрацию свободных ионов можно приравнять к общей ионной концентрации.

Активность соотносится с концентрацией свободных ионов C_f через коэффициент активности γ следующим образом:

$$X = \gamma C_f$$

Коэффициенты активности меняются в зависимости от общей ионной силы I , определяемой как:

$$I = 1/2 \sum C_x Z_x^2,$$

где

C_x = концентрация иона X
 Z_x = заряд иона X
 Σ = сумма по всем типам присутствующих в растворе ионов.

Если ионная сила имеет постоянное, высокое значение по отношению к концентрации селективного иона, коэффициент активности γ является константой, и активность X прямо пропорциональна концентрации.

Чтобы установить постоянное и высокое значение фоновой ионной силы, в пробы и эталонные растворы добавляется регулятор ионной силы (ISA). Рекомендованный раствор ISA для нитрат-ионов – $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$. Другие растворы можно использовать в качестве регуляторов ионной силы, если присутствующие ионы не мешают реакции электрода на нитрат-ионы.

Особенно тяжело проводить измерения в сильноокислых ($\text{pH} = 0-2$) и сильнощелочных ($\text{pH} = 12-14$) растворах. Высокая подвижность ионов водорода и гидроксида в пробах не позволяет нейтрализовать эффект диффузного потенциала ни при каких значениях концентрации раствора солевого мостика. Необходимо либо проводить калибровку электродов в диапазоне pH, аналогичном диапазону проб, либо использовать метод известных добавок для измерения концентрации ионов.

Оборудование

- Нитрат-селективный электрод
- Заполняющий раствор нитрат-селективного электрода
- Дозатор для заливки раствора

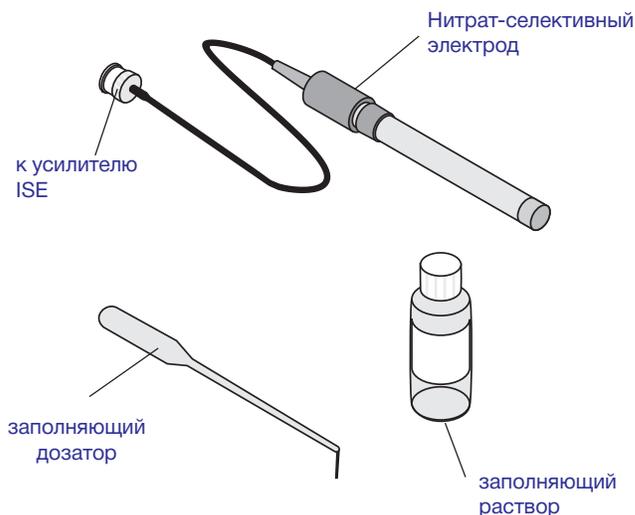


Рисунок 1
Комплектующее оборудование

Дополнительно требуется:

Необходимое оборудование

PASCO CI-6738 усилитель ISE (ион-селективного электрода)

- *Science Workshop* 2.2.5 или более поздней версии
- Компьютерный интерфейс *Science Workshop* от компании PASCO
- Полулогарифмическая бумага с 4 циклами для построения калибровочных кривых.
- Пластина для магнитного перемешивания
- Лабораторная посуда из пластика (не из стекла) для проведения всех измерений низких концентраций.

Необходимые растворы

Готовые растворы, перечисленные в этом разделе, могут быть приготовлены по описанию в этом тексте или заказаны непосредственно у PASCO. Растворы, доступные для заказа, и соответствующие цены представлены в «Прейскуранте на рабочие растворы ISE».

- Деионизированная или дистиллированная вода для приготовления пробы и эталонного раствора.
- Регулятор ионной силы (ISA), 2 М $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$

Чтобы приготовить этот раствор, налейте в мерную колбу объемом 1000 мл дистиллированную воду до половины и добавьте 264 грамма сульфата аммония ЧДА $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$. Аккуратно взболтайте колбу, чтобы растворить сухое вещество. Налейте в колбу дистиллированную воду до отметки, закройте колпачком и переверните несколько раз, чтобы размешать раствор. Чтобы отрегулировать ионную силу до значения 0,12 М, необходимо добавить 2 мл раствора ISA на каждые 100 мл эталонного раствора или пробы.

- Заполняющий раствор электрода сравнения, 0,1 М $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ / 0,01 М KCl
- Эталонный раствор нитрат-иона, 0,1 М NaNO_3

Чтобы приготовить этот раствор, в мерную колбу вместимостью 1 л налейте до половины дистиллированную воду и добавьте 8,50 грамма нитрата натрия ЧДА. Аккуратно взболтайте колбу, чтобы растворить сухое вещество. Налейте в колбу дистиллированную воду до отметки, закройте колпачком и переверните несколько раз, чтобы размешать раствор.

- Эталонный раствор нитрат-иона, 1000 ppm NO_3^{-1}

Чтобы приготовить этот раствор, в мерную колбу вместимостью 1 л налейте до половины дистиллированную воду и добавьте 1,37 грамма нитрата натрия ЧДА. Аккуратно взболтайте колбу, чтобы растворить сухое вещество. Налейте в колбу дистиллированную воду до отметки, закройте колпачком и переверните несколько раз, чтобы размешать раствор.

- Эталонный раствор нитрат-иона, 100 ppm NO_3^{-1}

Чтобы приготовить этот раствор, в мерную колбу вместимостью 1 л налейте до половины дистиллированную воду и добавьте 0,61 грамма нитрата натрия ЧДА. Аккуратно взболтайте колбу, чтобы растворить сухое вещество. Налейте в колбу дистиллированную воду до отметки, закройте колпачком и переверните несколько раз, чтобы размешать раствор.

Общая подготовка

Подготовка электрода

1. Удалите резиновый колпачок, закрывающий наконечник электрода. Отодвиньте резиновую муфту вниз, открыв заливочное отверстие нитрат-селективного электрода. Налейте в электрод поставляемый в комплекте заполняющий раствор до уровня заливочного отверстия. Сдвиньте резиновую муфту обратно на заливочное отверстие (Рисунок 2а). Аккуратно встряхните электрод вертикальными движениями, как медицинский термометр, чтобы удалить пузырьки воздуха, которые могли скопиться за нитрат-селективной мембраной. Перед первым использованием и после длительного хранения поместите нитрат-селективную мембрану в эталонный раствор нитрат-иона на тридцать минут. Теперь электрод готов к использованию.
2. Подключите нитрат-селективный электрод к усилителю ISE и соедините его разъем DIN с аналоговым каналом А или В компьютерного интерфейса PASCO (Рисунок 2б и 2в).

Проверка крутизны электродной функции с помощью ScienceWorkshop (выполняйте проверку электродов каждый день)

1. В лабораторный стакан объемом 150 мл добавьте 100 мл дистиллированной воды и 2 мл раствора ISA. Поместите стакан на магнитную мешалку и начните перемешивание на постоянной скорости. Запустите ScienceWorkshop, в качестве датчика выберите ион-селективный электрод, откройте цифровой дисплей, поменяйте количество цифр дробной части с 1 до 3 и начните отслеживать показания. Погрузите наконечник электрода в раствор.
2. Используя дозатор, налейте в стакан 1 мл эталонного раствора нитрат-иона с концентрацией 0,1 М или 1000 ppm. Когда показания установятся, запишите значение напряжения, отображаемое на цифровом дисплее.
3. С помощью дозатора добавьте в стакан 10 мл того же эталонного раствора нитрат-иона. Когда показания установятся, запишите значение напряжения, отображаемое на цифровом дисплее.
4. Вычислите разность этих двух значений. Если значение разности равно 55 ± 2 мВ, то электрод работает правильно, при условии, что температура раствора 20–25 °С. Если разность потенциалов не лежит в этом диапазоне, см. раздел «Разрешение проблем».

► **ПРИМЕЧАНИЕ:** Крутизна определяется как разность потенциалов при изменении концентрации в 10 раз.

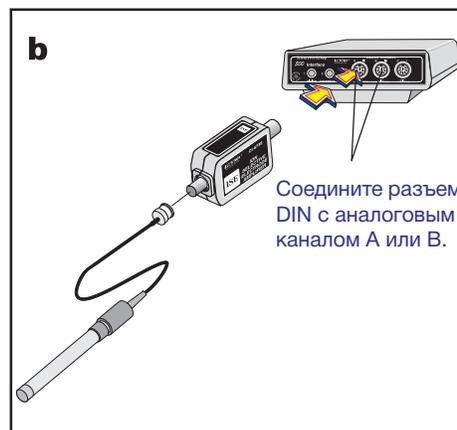
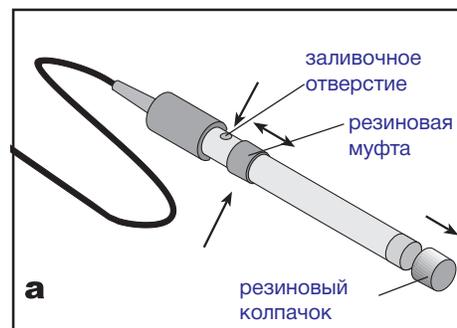


Рисунок 2
Настройка оборудования. а: заливка в электрод заполняющего раствора; б, в: подключение электрода к усилителю ISE и компьютерному интерфейсу

Измерение

Указания по измерению

- Для точного измерения все пробы и эталонные растворы должны быть одной температуры. Разница температуры в 1 °С приведет к ошибке приблизительно в 2%.
- Так как чувствительная мембрана обладает свойством водопоглощения, она может казаться мутной. Это не влияет на производительность.
- Для точного измерения необходимо постоянное, но не резкое перемешивание. Магнитные мешалки могут вырабатывать значительное количество тепла, способное изменить температуру раствора. Чтобы нейтрализовать этот эффект, поместите кусок изоляционного материала, например лист стирофома, между мешалкой и мензуркой.
- Между измерениями всегда ополаскивайте электрод дистиллированной водой и промокайте насухо. Используйте чистые салфетки, чтобы предотвратить загрязнение.
- Для проб с высоким значением ионной силы подготовьте эталонные растворы с составом, аналогичным составу пробы.
- Всегда проверяйте, чтобы после погружения в эталонный раствор или пробу на мембране не скапливались пузырьки воздуха.
- Причиной медленного отклика электрода могут быть ионы, создающие помехи при работе электрода. Чтобы восстановить должную производительность, опустите электрод в дистиллированную воду на 5 минут, чтобы очистить мембрану, затем опустите его в разбавленный эталонный раствор на 5 минут.

Требования к пробам

- Все решения должны быть водными и не должны содержать органических веществ, которые могут растворять мембрану или экстрагировать жидкий ионный фильтр.
- Температура эталонных растворов и проб должна быть одинаковой и ниже 40 °С. Разница температур в 1 °С приведет к ошибке в 2%.
- Ионы, создающие помехи, должны отсутствовать. Если они присутствуют, используйте процедуры из раздела «Ионы, создающие помехи», чтобы устранить их.
- pH-диапазон для нитрат-селективного электрода составляет 2,5–11. Если pH-уровень проб не попадает в этот диапазон, нейтрализуйте их с помощью кислоты или щелочи до pH-значения, попадающего в диапазон.

Единицы измерения

Концентрация нитрат-иона измеряется в таких единицах измерения, как ppm нитрата натрия, ppm нитрат-иона, моль на литр или в любых других удобных единицах измерения концентрации. Некоторые единицы измерения концентрации представлены в таблице 1.

ТАБЛИЦА 1: Коэффициенты пересчета для единиц измерения концентрации

<i>ppm NaNO₃</i>	<i>ppm NO₃⁻¹</i>	<i>моль/л</i>
850,00	620,00	1,0 X 10 ⁻²
85,0	62,0	1,0 X 10 ⁻³
8,5	6,2	1,0 X 10 ⁻⁴

Порядок действий при измерении

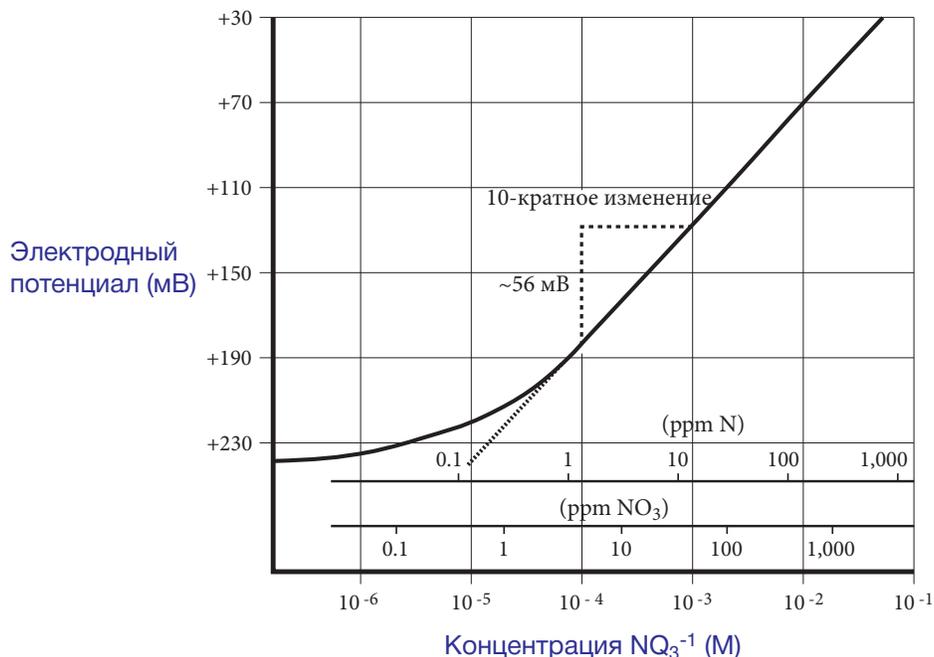
Прямое измерение

Прямое измерение – это простая процедура для измерения большого количества проб. Для каждой пробы достаточно снять по одному показанию. Необходимо отрегулировать ионную силу проб и эталонных растворов, добавив ISA во все растворы нитрат-иона. Температура пробы и эталонного раствора должна быть одинаковой.

Прямое измерение

► **Примечание:** Калибровочная кривая строится на полупологарифмической бумаге. Строится зависимость измеренного электродного потенциала (линейная ось) от концентрации эталонного раствора (логарифмическая ось). Для построения линейного участка калибровочной кривой требуются только два эталонных раствора. Необходимо выбирать калибровочные эталонные растворы с концентрацией, близкой к ожидаемому значению концентрации исследуемой пробы. Для построения нелинейного участка кривой необходимо выполнить дополнительные измерения. Данная процедура прямого измерения позволяет построить линейную часть кривой. Для построения нелинейной части кривой необходимо выполнить специальные измерения для низких значений концентрации.

1. С помощью последовательного разбавления из готового эталонного раствора с концентрацией 0,1 М или 1000 ppm приготовьте три эталонных раствора. Итоговые эталонные растворы нитрат-иона должны иметь концентрации 10^{-2} М, 10^{-3} М и 10^{-4} М или 1000, 100 и 10 ppm. Добавьте 2 мл ISA на каждые 100 мл эталонного раствора. Если ионная сила проб выше 0,1 М, приготовьте эталонные растворы, аналогичные по составу пробам.
2. В мензурку объемом 150 мл налейте самый разбавленный раствор (10^{-4} М или 10 ppm), поместите ее на магнитную мешалку и начните перемешивание на постоянной скорости. Убедившись, что ScienceWorkshop работает, опустите наконечник электрода в раствор. Когда показания установятся, запишите значение напряжения, отображаемое на цифровом дисплее.
3. Налейте в мензурку объемом 150 мл раствор со средним значением концентрации (10^{-3} М или 100 ppm), поместите ее на магнитную мешалку и начните перемешивание. Ополоснув электрод дистиллированной водой, промокните насухо и погрузите наконечник электрода в раствор. Когда показания установятся, запишите значение напряжения, отображаемое на цифровом дисплее.
4. Налейте в мензурку объемом 150 мл раствор с самым высоким значением концентрации (10^{-2} М или 1,000 ppm), поместите ее на магнитную мешалку и начните перемешивание. Ополоснув электрод дистиллированной водой, промокните насухо и погрузите наконечник электрода в раствор. Когда показания установятся, запишите значение напряжения, отображаемое на цифровом дисплее.
5. Используя полупологарифмическую бумагу, постройте график зависимости значений напряжения, отображаемых на цифровом дисплее (по линейной оси) от концентрации (по логарифмической оси). Экстраполируйте калибровочную кривую до приблизительного значения $1,0 \times 10^{-5}$ М (1,0 ppm NO_3^{-1}). На Рисунке 3 представлена типичная калибровочная кривая.

**Рисунок 3**

Типичная калибровочная кривая нитрат-селективного электрода

► **Примечание:** Калибровочная кривая строится на полулогарифмической бумаге. Она представляет собой график зависимости измеренных значений электродного потенциала (по линейной оси) от концентрации эталонного раствора (по логарифмической оси).

Для построения линейного участка калибровочной кривой требуются только три эталонных раствора. Для построения нелинейного участка кривой необходимо выполнить дополнительные измерения. Данная процедура прямого измерения позволяет построить линейную часть кривой. Для построения нелинейной части кривой необходимо выполнить специальные измерения для низких значений концентрации.

- В чистый сухой лабораторный стакан объемом 150 мл налейте 100 мл пробы и 2 мл раствора ISA. Поместите стакан на магнитную мешалку и начните перемешивание на постоянной скорости. Ополоснув электрод дистиллированной водой, промокните насухо и погрузите наконечник электрода в раствор. Когда показания установятся, запишите значение напряжения, отображаемое на цифровом дисплее. Используя калибровочную кривую, определите концентрацию пробы.
- Необходимо проверять калибровочную кривую каждые 2 часа. При неизменной температуре окружающей среды поместите наконечник электрода в эталонный раствор со средним значением концентрации. Когда показания установятся, сравните их с первоначальными записями, полученными на шаге 3. Если результаты отличаются больше, чем на 0,5 мВ, или в случае изменения температуры окружающей среды необходимо повторить описанные ранее шаги 2–6. Новую калибровочную кривую необходимо строить каждый день.

Определение низких значений концентраций натрия

Данная процедура рекомендована для растворов с ионной силой меньше $1,0 \times 10^{-4} \text{ M}$. Для раствора с высоким значением ионной силы, но низкой концентрацией нитрат-иона используйте ту же процедуру, только приготовьте калибровочный раствор с составом, аналогичным составу пробы.

- Разбавьте дистиллированной водой 20 мл эталонного раствора ISA до 100 мл. Получившийся раствор ISA с низкой концентрацией ($0,4 \text{ M } (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$) добавляется в соотношении 1 мл на каждые 100 мл раствора. Фоновая ионная сила будет равна $4,0 \times 10^{-3} \text{ M}$.

2. Для измерений в молях на литр разбавьте 1 мл эталонного раствора с концентрацией 0,1 М до 100 мл, чтобы приготовить эталонный раствор NO_3^- с концентрацией $1,0 \times 10^{-3}$ М. Используйте эталонный раствор с концентрацией 1000 ppm, чтобы приготовить эталонный раствор NO_3^- с концентрацией 100 ppm, разбавив 10 мл эталонного раствора с концентрацией 1000 ppm до 100 мл. Свежие эталонные растворы необходимо готовить ежедневно.
3. В мерную колбу вместимостью 100 мл налейте 1 мл раствора ISA для низких значений концентрации и налейте дистиллированную воду до отметки. Перелейте раствор в мензурку объемом 150 мл и поместите ее на магнитную мешалку. Начните перемешивание на постоянной скорости.
4. Поместите наконечник электрода в раствор. Убедитесь, что *ScienceWorkshop* работает.
5. Добавляйте эталонный раствор с концентрацией $1,0 \times 10^{-3}$ М или 100 ppm в объемах, указанных ниже в Таблице 2.
6. После каждого добавления, когда показания установятся, запишите значение напряжения, отображаемое на цифровом дисплее.

ТАБЛИЦА 2: Поэтапная калибровка для измерения низких значений концентрации нитрат-иона

Шаг	Дозатор	Добавленный объем (мл)	Концентрация	
			М NO_3^-	ppm NO_3^-
1	А	0,1	$1,0 \times 10^{-6}$	0,1
2	А	0,1	$2,0 \times 10^{-6}$	0,2
3	А	0,2	$4,0 \times 10^{-6}$	0,4
4	А	0,2	$6,0 \times 10^{-6}$	0,6
5	А	0,4	$9,9 \times 10^{-6}$	1,0
6	Б	2,0	$2,9 \times 10^{-5}$	2,9
7	Б	2,0	$4,8 \times 10^{-5}$	4,8

Дозатор А = градуированный дозатор вместимостью 1 мл

Дозатор Б = градуированный дозатор вместимостью 2 мл

Растворы: добавление эталонного раствора с концентрацией $1,0 \times 10^{-3}$ М или 100 ppm к 100 мл раствора ISA, приготовленного на шаге 3.

7. Используя полулогарифмическую бумагу, постройте график зависимости значений напряжения, отображаемых на цифровом дисплее (по линейной оси), от концентрации (по логарифмической оси), как показано на Рисунке 3.
8. Ополосните электрод и промокните насухо.
9. Отмерьте 100 мл пробы в лабораторный стакан объемом 150 мл, добавьте 1 мл раствора ISA для низких значений концентраций. Поместите стакан на магнитную мешалку и начните перемешивание. Погрузите наконечник электрода в раствор. Когда показания стабилизируются, запишите значение потенциала, отображаемое на цифровом дисплее, и определите концентрацию по калибровочной кривой для низких значений.
10. Каждый день необходимо строить новую калибровочную кривую для низких значений. Проверьте калибровочную кривую каждые два часа, повторяя описанные выше шаги 2–7.

Характеристики электродов

Воспроизводимость

Если калибровка проводится каждый час, значение воспроизводимости для измерений с помощью электрода составляет +2%. Такие факторы, как колебания температур, дрейф и нестабильность показаний ограничивают воспроизводимость. Воспроизводимость не зависит от концентрации, значение которой находится в рамках рабочего диапазона электрода.

Ионы, создающие помехи

При измерении с помощью электрода определенные анионы создают помехи. Высокая концентрация этих элементов в растворе может привести к поломке электрода, дрейфу показаний или ошибкам измерений. В таблице 3 для трех значений концентраций нитрат-иона представлен уровень стандартных анионов, вызывающих помехи, который приведет к ошибке в 10%.

ТАБЛИЦА 3 Концентрация ионов, создающих помехи, приводящая к ошибке в 10% Концентрации нитрат-иона; значение фоновой ионной силы составляет 0,12 М (NH₄)₂SO₄

Ионы, создающие помехи				
	моль/л	10 ⁻² М	10 ⁻³ М	10 ⁻⁴ М
	Cl ⁻¹	3,0X10 ⁻¹	3,0X10 ⁻²	3,0X10 ⁻³
	NO ₂ ⁻¹	7,0X10 ⁻³	7,0X10 ⁻⁴	7,0X10 ⁻⁵
	Br ⁻¹	7,0X10 ⁻³	7,0X10 ⁻⁴	7,0X10 ⁻⁵
	CN ⁻¹	1,0X10 ⁻³	1,0X10 ⁻⁴	1,0X10 ⁻⁵
	ClO ₃ ⁻¹	5,0X10 ⁻⁴	5,0X10 ⁻⁵	5,0X10 ⁻⁶
	I ⁻¹	5,0X10 ⁻⁵	5,0X10 ⁻⁶	5,0X10 ⁻⁷
	ClO ₄ ⁻¹	1,0X10 ⁻⁶	1,0X10 ⁻⁷	1,0X10 ⁻⁸

Ионы, создающие помехи				
	моль/л	100 ppm N	10 ppm N	1 ppm N
	Cl ⁻¹	7 600	760	76,0
	NO ₂ ⁻¹	230	23,0	2,30
	Br ⁻¹	400	40,0	4,00
	CN ⁻¹	20,0	2,00	0,20
	ClO ₃ ⁻¹	30,0	3,00	0,30
	I ⁻¹	4,00	0,40	0,04
	ClO ₄ ⁻¹	0,07	0,007	0,0007

Ионы, создающие помехи, такие как хлорид, бромид, йодид и цианид, можно устранить осаждением, добавив 0,5 грамма сульфата серебра на 100 мл пробы. Помехи от нитрита можно устранить, добавив 0,3 грамма сульфаминовой кислоты на 100 мл пробы. Карбонат и бикарбонат, помехи от которых не так сильны, могут быть устранены подкислением пробы до pH-уровня 4,5 с помощью серной кислоты. Органические (карбоксилат) анионы затрудняют реакцию нитрат-селективного электрода и могут быть устранены с помощью добавления 10 грамм сульфата алюминия на 100 мл пробы.

Вышеописанные процедуры удаления мешающих ионов необходимо выполнить как для эталонных растворов, так и для проб.

Если на электрод воздействуют ионы, создающие сильные помехи, которые не могут быть устранены, это приведет к дрейфу показаний, а отклик электрода может замедлиться. Восстановите производительность, погрузив электрод на 30 минут в дистиллированную воду, а затем на 30 минут в эталонный раствор нитрат-иона.

Влияние температуры

Т. к. электродные потенциалы зависят от изменений температуры, температура проб и эталонных растворов должна быть одинаковой. Разница температур в 1 °С приводит к ошибке в 2% при концентрации 10^{-3} М. Так как электрод зависит от равновесия растворимости, абсолютный потенциал электрода сравнения плавно изменяется в зависимости от температуры. Крутизна электродной функции нитрат-селективного электрода, которая обозначается как множитель «S» в уравнении Нернста, также зависит от температуры. В Таблице 4 представлены значения множителя «S» в уравнении Нернста для нитрат-иона.

Рабочий диапазон температур нитрат-селективного электрода составляет 0 +40 °С при условии одинаковой температуры растворов.

Если температура значительно отличается от комнатной, рекомендуется подождать 1 час до достижения равенства температур.

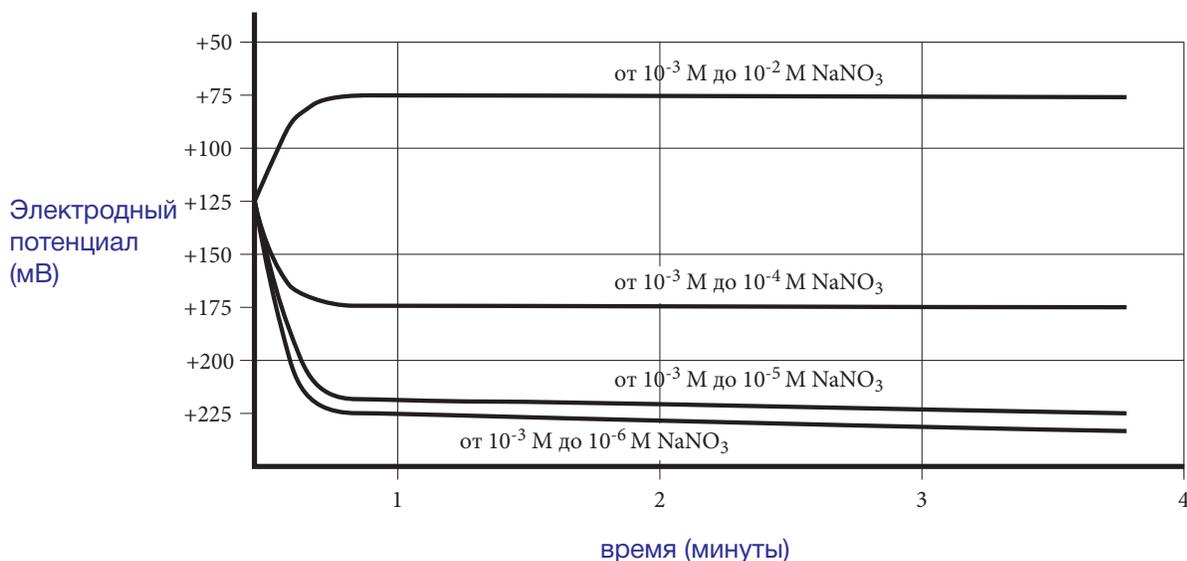
ТАБЛИЦА 4: Влияние температуры на значения крутизны электродной функции

Температура (°C)	«S»
0	54,20
10	56,18
20	58,16
25	59,16
30	60,15
40	62,13
50	64,11

Отклик электрода

График зависимости электродного потенциала от концентрации нитрат-иона, построенный на полулогарифмической бумаге, представляет собой прямую линию с крутизной около 55 мВ на декаду. (См. Рисунок 3).

Время, необходимое для достижения стабильности полученных значений электродного потенциала 99% – время отклика электрода – может меняться от 1 минуты и меньше для высококонцентрированных растворов и до нескольких минут для концентраций, близких к пределу обнаружения. (См. Рисунок 4).

**Рисунок 4**

Стандартное время отклика электрода для поэтапного изменения концентрации NaNO_3

Пределы обнаружения

Верхний предел обнаружения для чистых растворов нитрата натрия составляет 1 М. В присутствии других ионов верхний предел обнаружения будет выше 10^{-1} М нитрат-иона. Но на величину верхнего предела влияют два фактора. Вероятность образования диффузионного потенциала на электроде сравнения и эффект экстрагирования солей оказывают влияние на величину верхнего предела. Некоторые соли при высокой концентрации могут экстрагироваться в мембрану электрода, что приводит к отклонению значения времени отклика от теоретического. Либо разбавляйте пробы со концентрацией между 1 М и 10^{-1} М, либо выполняйте калибровку электрода по 4 или 5 промежуточным точкам.

Нижний предел обнаружения определяется низкой растворимостью в воде ионного фильтра чувствительного модуля. Обратитесь к Рисунку 3, чтобы сравнить теоретический и действительный отклик при низких концентрациях нитрат-иона. Измерение концентраций нитрат-иона со значениями ниже 10^{-5} М NO_3^{-1} (0,6 ppm NO_3^{-1}) должны проводиться с помощью процедур для измерения низких значений концентрации.

Влияние pH

Рабочий диапазон нитрат-селективного электрода составляет 2,5–11 pH.

Срок службы электрода

При стандартном использовании в лаборатории срок службы нитрат-селективного электрода составит шесть месяцев. Измерения вне лаборатории могут сократить срок службы до нескольких месяцев. Со временем отклик будет замедляться, а крутизна калибровочной кривой – уменьшаться. Когда выполнение калибровки станет затруднительным, необходимо заменить электрод.

Обслуживание

Хранение электрода

В течение короткого времени нитрат-селективный электрод может храниться в растворе нитрат-иона с концентрацией 10^{-2} М. Для более длительного хранения (дольше двух недель) ополосните и высушите нитрат-селективную мембрану и наденьте на наконечник защитный колпачок, поставляемый с электродом. Если возможно, из электрода сравнения (или внешнего корпуса электрода сравнения) необходимо вылить заполняющий раствор и высушить электрод, а заливочное отверстие закрыть резиновой муфтой.

Спецификации

Диапазон концентраций:	от 1 М до 7×10^{-6} М (от $6,2 \times 10^4$ до 0,5 ppm NO_3^{-1})
Диапазон рН:	2,5–11
Диапазон температур:	0–40 °С
Сопротивление:	100 МОм
Воспроизводимость:	+2%
Пробы:	только водные растворы; органические растворители недопустимы
Хранение:	хранить в разбавленном растворе нитрат-иона
Размер:	Длина 110 мм Диаметр 12 мм Длина кабеля 1 м

Руководство по разрешению проблем

Для решения проблемы необходимо определить ее, по очереди проверив все системные компоненты: измерительный прибор, пластиковую лабораторную посуду, электроды, эталонные растворы и реагенты, пробу и технику проведения измерений.

Стеклоянная/пластиковая посуда

Для правильного выполнения измерений требуется чистая лабораторная посуда. Тщательно промывайте стеклянную/пластиковую лабораторную посуду мягким моющим средством и ополаскивайте дистиллированной или деионизированной водой.

Электрод

Для проверки электрода выполните проверочные действия, описанные в разделе *Проверка крутизны электродной функции*.

1. Для действий, описанных в разделе *Проверка крутизны электродной функции*, необходимо использовать дистиллированную или деионизированную воду.
2. Если время отклика электрода остается неудовлетворительным, обратитесь к разделу *Указания по измерению*. Повторите проверку крутизны.
3. Если время отклика электрода все еще остается неудовлетворительным, при возможности замените его другим нитрат-селективным электродом, пригодным к работе. Если проблема сохраняется, и вы используете пару электродов, попробуйте выполнить те же действия с работающим электродом сравнения.

4. Если проблема сохраняется, возможно, используется низкокачественный реагент, в пробе присутствуют помехи или измерения проводятся неправильно. (Обратитесь к нижеописанным разделам *Эталонные растворы и реагенты*, *Проба* и *Техника проведения измерений*).
5. Если невозможно выполнить тест с другим электродом, или если вы предполагаете, что проблема в используемом электроде, выполните следующие действия:
 - Тщательно очистите и ополосните электрод.
 - Подготовьте электрод должным образом.
 - Используйте подходящий заполняющий раствор.
 - Отрегулируйте pH и ионную силу раствора с помощью соответствующего раствора ISA.
 - Проводите измерения правильно и аккуратно.
 - Обратитесь к разделу *Указания по разрешению проблем*.

Эталонные растворы и реагенты

В случае возникновения проблем с процедурой измерения, успешно использованной ранее, проверьте эталонные растворы и реагенты. Если вы сомневаетесь в надежности каких-либо растворов, приготовьте их заново. Ошибки могут возникать из-за загрязнения раствора ISA, неправильного разбавления эталонных растворов, плохого качества дистиллированной/деонизированной воды или просто из-за неправильных математических вычислений.

Проба

Если электрод отлично работает в эталонном растворе, но не работает в пробе, ищите возможные ионы, создающие помехи, комплексообразующие вещества или вещества, которые могли бы повлиять на отклик или физически повредить чувствительный электрод.

Постарайтесь определить состав пробы до начала исследования, чтобы заранее выявить возможные проблемы. (Обратитесь к разделам *Указания по измерению*, *Требования к пробам* и *Ионы, создающие помехи*.)

Техника проведения измерений

Убедитесь, что предел обнаружения электрода не превышен. Убедитесь, что метод анализа совершенно понятен, и что его можно применять для данной пробы. Снова обратитесь к руководству пользователя. Прочтите еще раз разделы *Общая подготовка* и *Характеристики электродов*.

Если проблемы сохраняются, позвоните в техническую поддержку PASCO scientific.

Указания по разрешению проблем

Симптом	Возможные причины	Следующий этап
Показания вне заданного диапазона	неисправный электрод	проверьте правильность функционирования электрода
	электроды не подключены должным образом	отключите электроды и повторно подключите их
	электрод сравнения не заполнен	необходимо заполнить электрод сравнения
	пузырьки воздуха на мембране	удалите пузырьки, повторно погрузив электрод
	электрод не помещен в раствор	поместите электроды в раствор
Неустойчивые или нестабильные показания (показания постоянно или произвольно меняются)	на электрод воздействуют ионы, создающие помехи	погрузите электрод в эталонный раствор нитрат-иона
	неисправный электрод	замените электрод
	не используется раствор ISA	используйте рекомендованный раствор ISA
	измерительный прибор или мешалка не заземлены	заземлите мешалку
	пузырьки воздуха на мембране	удалите пузырьки, повторно погрузив электрод
	слишком низкий уровень внешнего заполняющего раствора	заполните электрод до уровня заливочного отверстия
Дрейф (показания медленно изменяются в одном направлении)	разная температура проб и эталонных растворов	до начала измерений подождите, пока растворы достигнут комнатной температуры
	на электрод воздействуют ионы, создающие помехи	погрузите электрод в эталонный раствор нитрат-иона
	некорректный заполняющий раствор в электроде сравнения	используйте рекомендованный заполняющий раствор

Симптом	Возможные причины	Следующий этап
Значение крутизны низкое или отсутствует	эталонные растворы загрязнены или приготовлены некорректно	приготовьте свежие эталонные растворы
	не используется раствор ISA	используйте рекомендованный раствор ISA
	эталонный раствор использован вместо раствора ISA	используйте раствор ISA
	на электрод воздействуют ионы, создающие помехи неисправный электрод	погрузите электрод в эталонный раствор нитрат-иона проверьте правильность функционирования электрода
	пузырьки воздуха на мембране	удалите пузырьки, повторно погрузив электрод
«Неверный ответ» (при правильно построенной калибровочной кривой)	некорректный масштаб полулогарифмической бумаги	значение напряжения откладывайте по линейной оси. На логарифмической оси убедитесь, что числа, соответствующие значениям концентрации, в каждой декаде увеличиваются с увеличением концентрации
	некорректный знак	убедитесь в корректности знака значения потенциала, выраженного в милливольтках
	некорректные эталонные растворы использование неправильных единиц измерений	приготовьте свежие эталонные растворы используйте правильный коэффициент пересчета: 10 ⁻³ M = 62,0 ppm NO ₃ ⁻¹ 10 ⁻³ M = 85,0 ppm NaNO ₃
	перенос раствора	между измерениями тщательно промывайте электрод

Техническая поддержка

Обратная связь

Если у вас есть комментарии, касающиеся продукта или руководства, пожалуйста, свяжитесь с нами. Если вы можете предложить альтернативные эксперименты, или в случае обнаружения ошибки в руководстве, пожалуйста, сообщите нам. PASCO ценит обратную связь от заказчика. Ваше участие помогает нам оценивать и улучшать наш продукт.

Контакты

Для получения технической поддержки позвоните по телефону 1-800-772-8700 (звонок бесплатный в США) или +1 (916) 786-3800.

Факс: (916) 786-3292

E-mail: techsupp@pasco.com

Сайт: www.pasco.com

Обращение в техническую поддержку

Перед обращением в техническую поддержку PASCO подготовьте следующую информацию:

► Если ваш вопрос касается устройства PASCO, запишите:

- Наименование и номер модели (обычно указаны в маркировке)
- Приблизительный срок службы устройства
- Подробное описание проблемы, последовательность событий (чтобы вы не потеряли ценную информацию в случае, если вы не можете позвонить в PASCO незамедлительно);
- По возможности при обращении имейте под рукой устройство, чтобы упростить описание отдельных компонентов.

► Если ваш вопрос касается руководства пользователя, запишите:

- Номер компонента и редакции (месяц и год указаны на обложке);
- Имейте руководство под рукой, чтобы обсудить ваши вопросы.