

Процедура калибровки датчика растворенного в воде кислорода

1. Аппаратура, материалы и реактивы

- 1) Датчик растворенного в воде кислорода.
- 2) Весы лабораторные или другие весы общего назначения с разрешением не менее 0,05 г.
- 3) Магнитная мешалка.
- 4) Сульфит натрия.
- 5) Хлорид кобальта 6-водный.
- 6) Вода дистиллированная.

2. Подготовка материалов и оборудования

2.1 Подготовка датчика растворенного в воде кислорода к работе

Датчик растворенного в воде кислорода (далее датчик) можно разделить на две части: сенсорная и электронная. Сенсорная часть состоит из пластиковой цилиндрической электрохимической ячейки. Электронная часть представляет собой блок датчика с разъемом USB для подключения к компьютеру.

Для получения более точных и воспроизводимых значений показаний необходимо выполнять следующие требования по хранению и обслуживанию электрохимической ячейки:

- 1) В перерывах между применением электрохимическая ячейка должна храниться в дистиллированной воде.
- 2) Необходимо избегать длительного нахождения ячейки в растворе с сульфитом натрия (на этапе калибровки), т. к. раствор может проникнуть внутрь ячейки и это ухудшит ее работоспособность.
- 3) При долгосрочном хранении открутить колпачок с полимерной мембраной, промыть электрод и колпачок в дистиллированной воде и высушить. Накрутить колпачок обратно таким образом, чтобы мембрана не касалась торца электрода. Устройство хранить в условиях относительной влажности не более 85%, температуре не более 40 градусов по Цельсию.

Подготовка датчика к работе:

- 1) Открутить колпачок с полимерной мембраной, заполнить его на $\frac{3}{4}$ объема электролитом (Electrode Filling Solution), убедиться, что после заполнения не образовалось пузырьков воздуха в области мембраны. Если образовались пузырьки, то аккуратно постучать пальцем по мембране, либо самому колпачку, для их устранения.
Примечание: если в насадке с электродом была жидкость, то ее следует вылить и залить новую.
- 2) Накрутить колпачок. Во время закручивания мембрана будет растягиваться и более плотно прилегать к торцу электрода. Появление капелек жидкости на мембране свидетельствует о нарушении ее целостности, такой колпачок с полимерной мембраной следует заменить.
- 3) Подключить датчик с помощью кабеля-рулетки к включенному компьютеру и выждать 30 минут (рекомендуется), пока не завершится процесс поляризации электрода. Параллельно с поляризацией можно начинать готовить калибровочные растворы.

2.2 Приготовление калибровочных растворов

Приготовление бескислородного раствора (0%):

- 1) В мерный стакан объемом 500мл добавить 250 мл дистиллированной воды.
- 2) Добавить 500 мг сульфита натрия Na_2SO_3 (Reagent A).
- 3) Начать перемешивание раствора.
- 4) Добавить хлорид кобальта 6-водный $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ в роли катализатора (Reagent B).
- 5) Перемешивать в течение 30 минут.

Приготовление насыщенной кислородом воды (100%):

- 1) Взять 8 литров дистиллированной воды. Температура воды должна быть близка к температуре тестового раствора.
- 2) Начать перемешивание воды.
- 3) Начать аэрацию воды с помощью воздушного насоса.
- 4) Продолжать помешивание и аэрацию в течение 60 минут.

Примечание: при приготовлении насыщенной кислородом воды допускается использовать меньшие объемы жидкости, при этом длительность аэрации можно сократить (но не менее 30 минут).

3. Калибровка датчика

Калибровку датчика необходимо осуществлять в следующей последовательности:

- 1) Подключить датчик растворенного в воде кислорода к персональному компьютеру или планшету посредством USB разъема.
- 2) Запустить программу Releon Lite. На первом экране программы должна отображаться информация об определении датчика растворенного в воде кислорода (рис. 1).

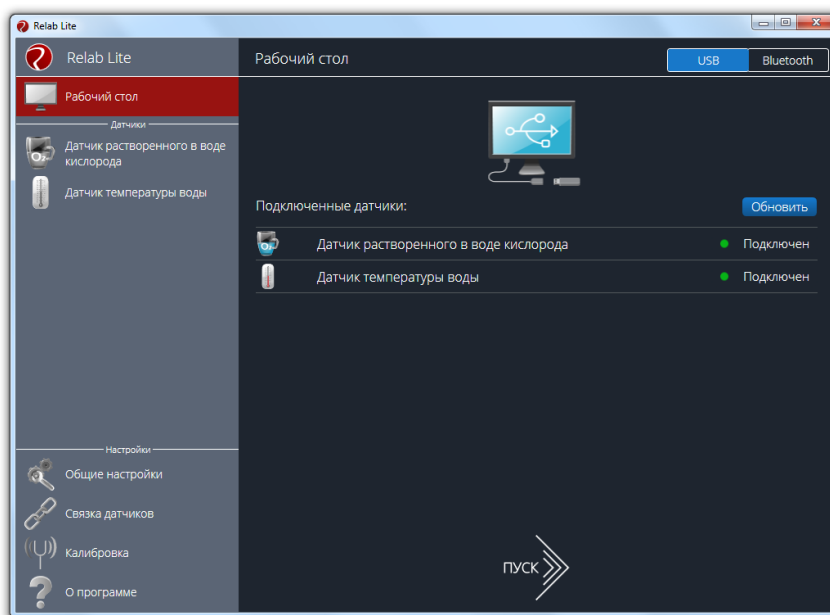


Рисунок 1 – Начальное окно работы Releon Lite.

- 3) Приготовить калибровочные растворы согласно п. 2.2, в каждый раствор с помощью внешнего магнита погрузить магнитный якорь.

- 4) Подготовить датчик растворенного в воде кислорода к работе согласно п. 2. Закрепить электрохимическую ячейку датчика и магнитную мешалку на лабораторном штативе так, чтобы обеспечить возможность оперативной смены емкостей с используемыми растворами.
- 5) На панели «Настройки» выбрать пункт меню «Калибровка». В появившемся списке датчиком выбрать режим «Калибровать» для датчика растворенного в воде кислорода (рис. 2).

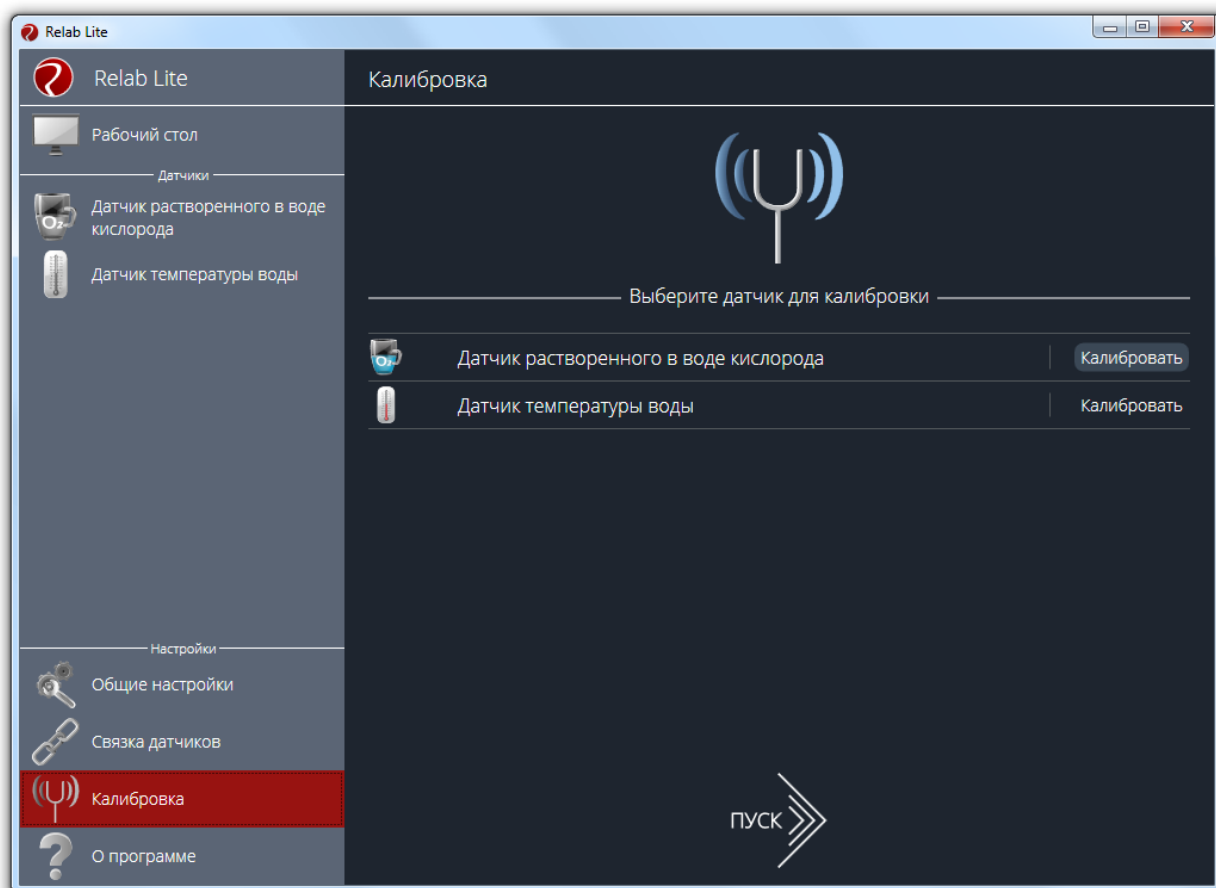


Рисунок 2 – Окно выбора калибруемого датчика

- 6) Для осуществления калибровки выбранного датчика необходимо ввести пароль в окне «Введите пароль» и нажать «ОК» (рис. 3).

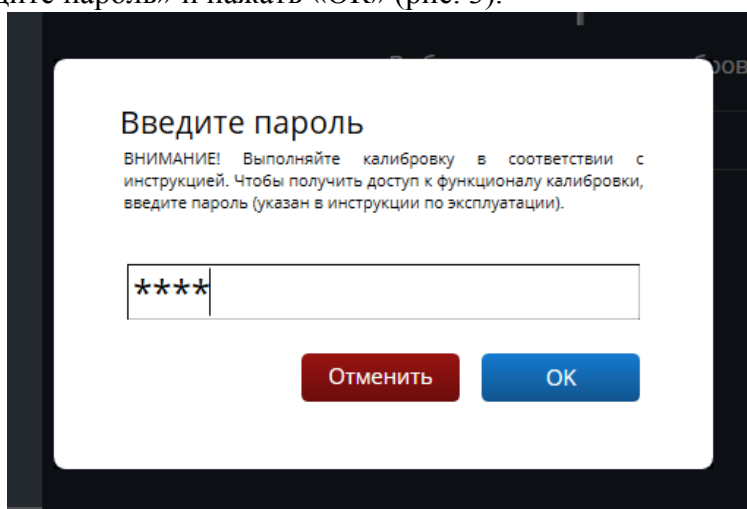


Рисунок 3 – Окно ввода пароля

Внимание!!!! По умолчанию заданный пароль для калибровки: 5102. Не разглашайте пароль для калибровки персоналу, не ознакомленному с

инструкциями по калибровке используемых датчиков. Помните, что неправильно выполненная калибровка может привести к неверной работе датчика и существенной потере его точности.

- 7) Если пароль введен верно, на экране появится окно калибровки датчика (рис. 4). С помощью выпадающего списка в меню «Количество этапов» необходимо выбрать число калибровочных растворов, на основании которых будет производиться калибровка параметров датчика (в данном случае 2).

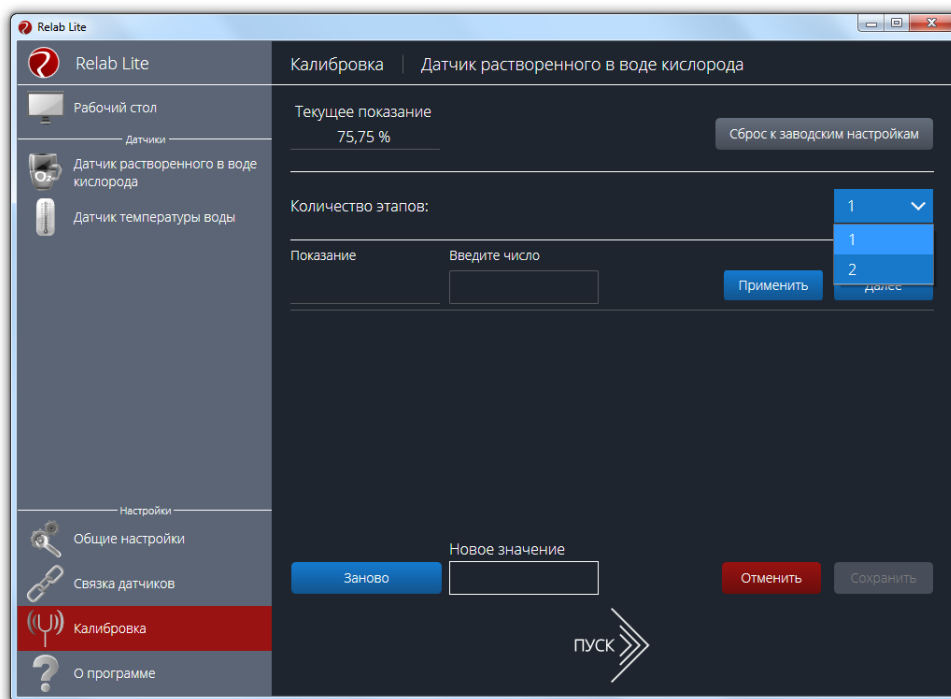


Рисунок 4 – Выбор количества этапов калибровки

- 8) Электрохимическую ячейку тщательно ополоснуть дистиллированной водой, осторожно осушить фильтровальной бумагой и погрузить в калибровочный раствор. Включить магнитную мешалку и настроить скорость вращения магнитного якоря на 1-2 об./с. Процедуру калибровки датчика рекомендуется начинать с калибровочного бескислородного раствора (0%). Все процедуры калибровки необходимо производить при одинаковой температуре и скорости перемешивания растворов.
- 9) В активное поле ввода «Введите число» ввести концентрацию используемого калибровочного раствора (0%). После установления показаний в поле «Показание» нажать кнопку «Применить». В случае возникновения ошибок при проведении данного этапа измерений допускается повторение действий этапа измерений с последующим нажатием кнопки «Применить». Если данный этап калибровки окончен, перейти к следующему этапу калибровки, нажав кнопку «Далее» (рис. 5).

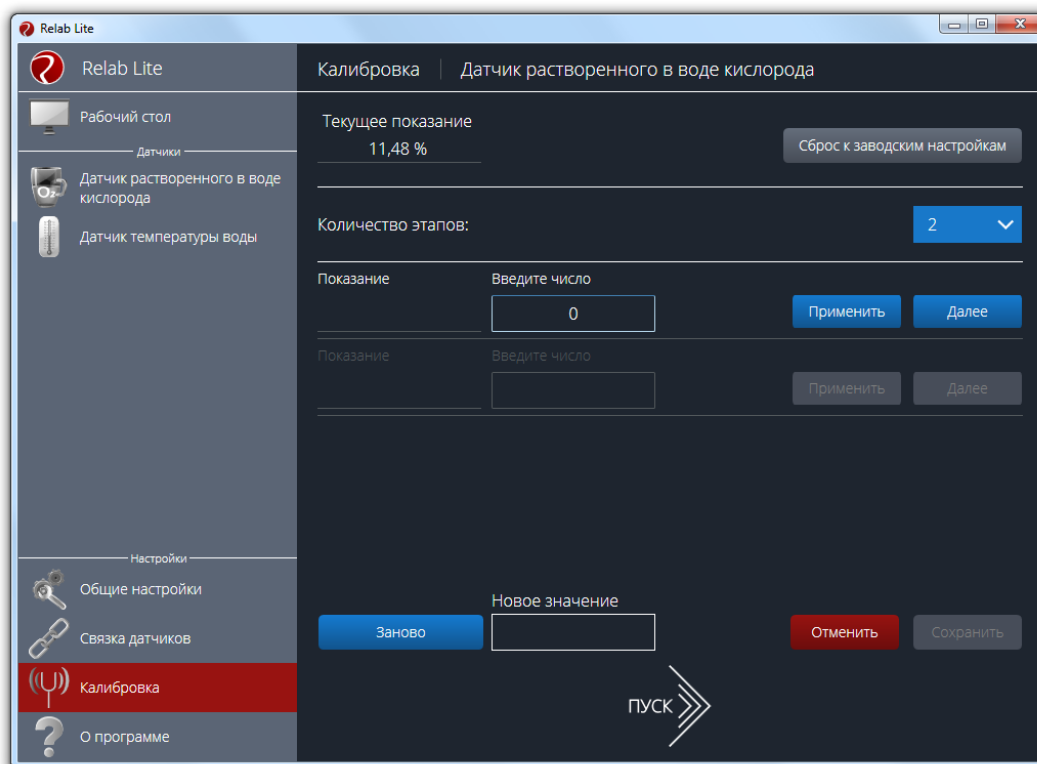


Рисунок 5 – Первый этап калибровки

10) Выполнить действия пп.3.8 – 3.9 для насыщенной кислородом воды (100%) (рис. 6).

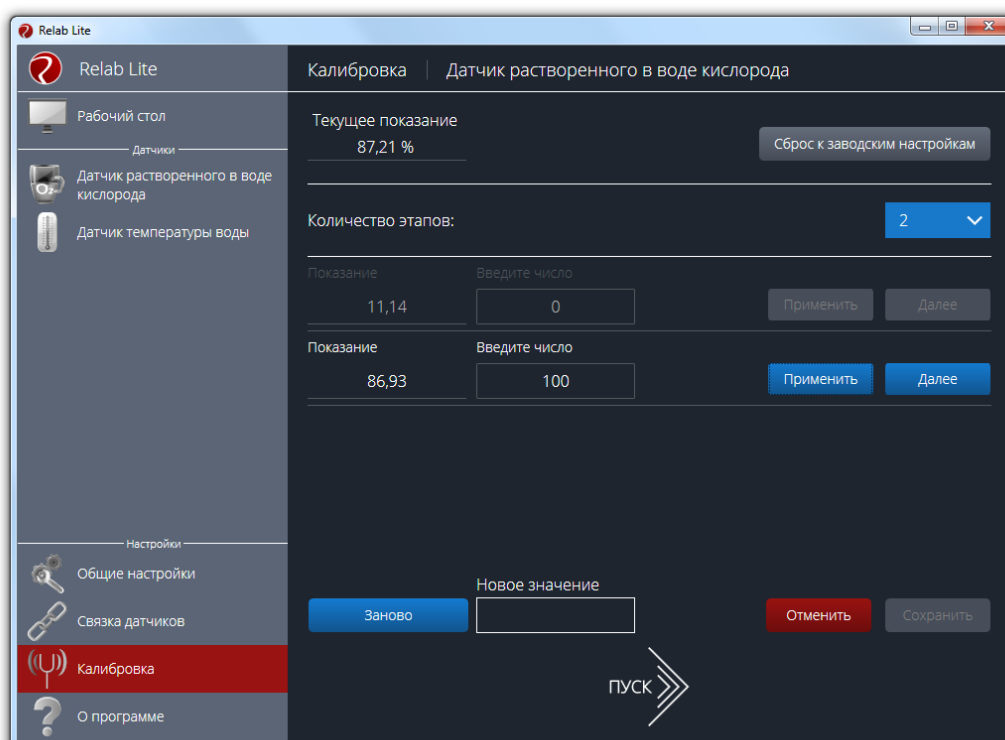


Рисунок 6 – Второй этап калибровки

11) После нажатия кнопки «Далее» на последнем этапе калибровки в поле «Новое значение» появится откалиброванное значение концентрации текущего раствора. Если значение удовлетворяет требованиям к точности для производимого эксперимента, нажать кнопку «Сохранить», в обратном случае – повторить

процедуру калибровки, нажав кнопку «Заново» (рис. 7). **Внимание!!! Необходимо помнить, что после нажатия кнопки «Сохранить», происходит безвозвратное изменение калибровочных коэффициентов датчика! Неквалифицированное выполнение процедуры калибровки может привести к потере точности используемого датчика. В случае возникновения ошибок при калибровке датчика, необходимо выполнить сброс калибровочных коэффициентов, нажав кнопку «Сброс к заводским настройкам», и повторно произвести процедуру калибровки.**

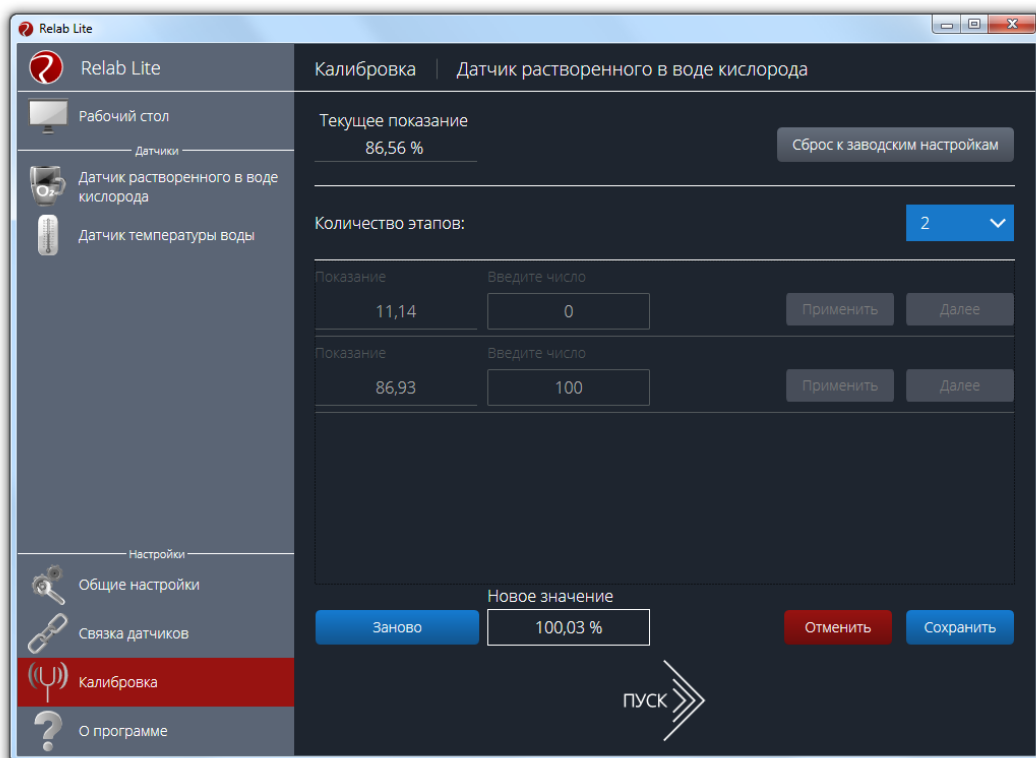


Рисунок 7 – Сохранение результатов калибровки

12) Для продолжения работы с датчиком в режиме измерений нажать кнопку «Пуск» (рис. 8).

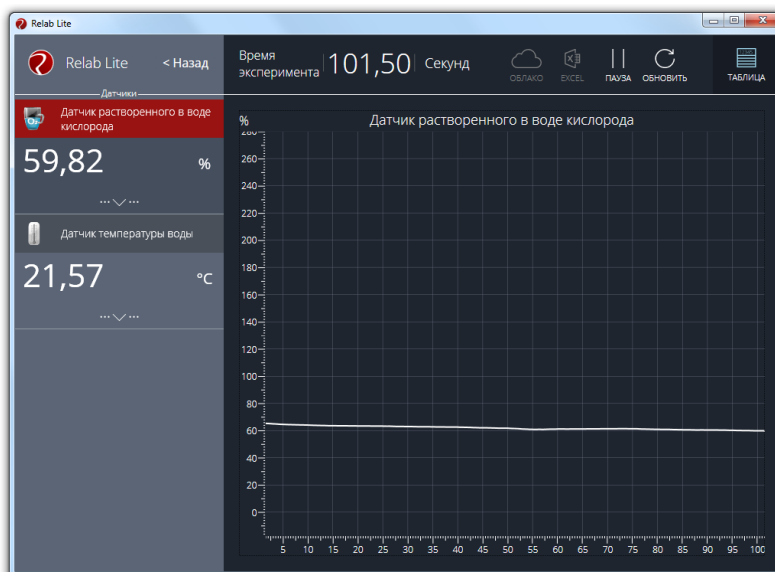


Рисунок 8 – Проведение измерений откалиброванным датчиком

4. Обслуживание электрохимической ячейки

4.1 Состав электрохимической ячейки

Электрохимическая ячейка состоит из следующих элементов (рис. 9):

- Колпачок с полимерной мембраной
- Электрод, включающий в себя серебряный анод и золотой катод
- Датчик температуры



Рисунок 9 – Состав электрохимической ячейки (Внешний вид электрохимической ячейки может отличаться от изображенного на рисунке).

4.2 Обслуживание электрохимической ячейки

Обслуживание электрохимической ячейки включает периодическую замену электролита и полимерной мембраны, регулярную чистку электродов.

Замена электролита.

В процессе эксплуатации количество электролита в электрохимической ячейке будет уменьшаться, что может привести к образованию пузырьков воздуха и, в свою очередь, скажется на результатах измерения. Чтобы заменить электролит следуйте представленным ниже пунктам:

- Открутить колпачок с полимерной мембраной, вылить старый электролит и заполнить его на $\frac{3}{4}$ объема свежим электролитом (Electrode Filling Solution), убедиться, что после заполнения не образовалось пузырьков воздуха в области мембраны. Если образовались пузырьки, то аккуратно постучать пальцем по мембране, либо самому колпачку, для их устранения. Примечание: если в насадке с электродом была жидкость, то ее следует вылить и залить новую.

- b. Накрутить колпачок. Во время закручивания мембрана будет растягиваться и более плотно прилегать к торцу электрода. Появление капелек жидкости на мембране свидетельствует о нарушении ее целостности, такой колпачок с полимерной мембраной следует заменить.

Чистка электрода.

- a. Открутите колпачок с полимерной мембраной. Промойте электрод и колпачок в дистиллированной воде.
- b. Если золотой катод электрода имеет потемнения, то необходимо отполировать его поверхность с помощью полировальной бумаги, смоченной деионизированной водой. Затем промыть в деионизированной воде и обмокнуть бумажным полотенцем.
- c. Если поверхность серебряного анода почернела, то его следует отполировать с помощью полировальной бумаги, затем промыть в деионизированной воде и обмокнуть бумажным полотенцем.