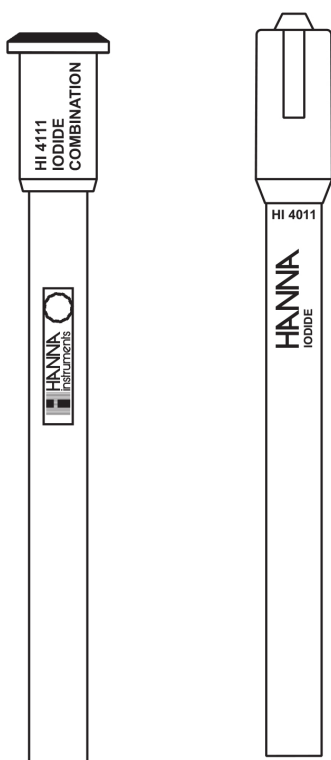


Manuel d'utilisation

HI 4011 Demi-cellule HI 4111 Combinée Électrode sélective pour ions iodure



I. Introduction

HI 4011 et **HI 4111** sont des électrodes sélectives conçues pour mesurer les ions iodure dans les solutions aqueuses. **HI 4011** est une demi-cellule à l'état solide qui nécessite une référence séparée. **HI 4111** est une électrode combinée sélective d'ions.

II. Spécifications

Type	Électrode à l'état solide avec une pastille d'iodure d'argent.
Ions mesurés	Iodure (I ⁻)
Gamme de mesure	1,0 M à 1×10^{-7} M De 127 000 à 0,01 ppm
Interférences	Il ne doit pas avoir de cyanure et de mercure. Les solutions réductrices fortes détériorent la membrane. Le ratio entre l'ion interférent et l'ion I ⁻ doit être inférieur au ratio indiqué ci-dessous : 500 pour le bromure Br ⁻ 500 pour les chlorures Cl ⁻
Température d'utilisation	0 à 80 °C
pH d'utilisation	pH 2,0 à 13,0
Dimensions	12 mm x 120 mm
Connexion	BNC

III. Principe de la mesure

Les électrodes à iodure **HI 4011** ou **HI 4111** sont des dispositifs potentiométriques utilisés pour la détermination rapide de l'iodure libre dans les produits alimentaires, les plantes et comme indicateur dans les titrages. L'électrode fonctionne comme un capteur ou un conducteur ionique. **HI 4011** a besoin d'une électrode de référence séparée pour réaliser son circuit électrolytique. **HI 4111** est équipé d'une électrode de référence. La pastille d'iodure d'argent est pratiquement insoluble dans les solutions mesurées et produit un changement de potentiel dû aux changements de l'activité ionique de l'échantillon. Lorsque la force ionique de l'échantillon est fixée par l'ajout d'ISA, la tension est proportionnelle à la concentration des ions iodure dans la solution et l'électrode suit l'équation de Nernst :

$$E = E_0 + 2,3 RT/nF \log A_{\text{ion}}$$

E = potentiel observé

E₀ = tensions de référence et fixe interne

R = constante de gaz (8,314 J/K mole)

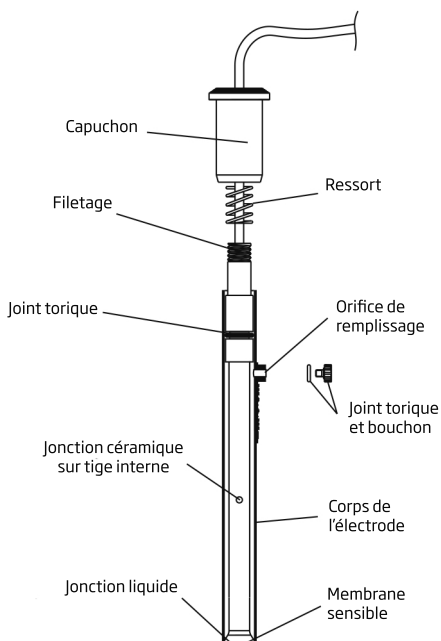
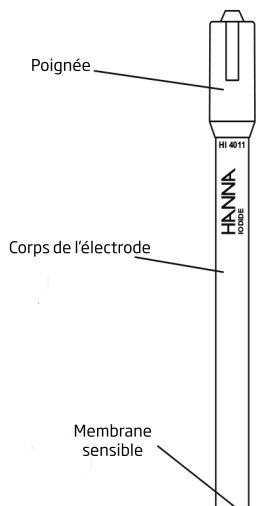
n = charge de l'ion (I⁻)

A_i = activité de l'ion dans l'échantillon

T = température absolue en K

F = constante de Faraday (9,648 X 10⁴ C/mole)

IV. Description des électrodes HI4011 et HI4111



V. Équipement nécessaire

- Électrode de référence double jonction **HI 5315** avec solution de remplissage **HI 7072** pour **HI 4011**.
- Instrument de paillasse **HI 4222** ou tout autre instrument équipé d'une fonction ISE ou pH/mV-mètre. (Note : un papier semi-logarithmique est nécessaire si l'instrument ne comporte pas de fonction ISE).
- Agitateur magnétique **HI 180** ou équivalent avec un barreau magnétique. (Note : Veillez à isoler le récipient de l'agitateur de telle sorte que l'échauffement n'influence pas la mesure. Ceci peut être réalisé avec un sous-verre en liège).
- Support d'électrode **HI 76404** ou équivalent avec des bechers (**HI 740036P**).

VI. Solutions nécessaires pour la mesure d'iodure

- Ajusteur de force ionique (ISA), 500 ml : **HI 4000-00**
- Standard Iodure 0,1M, 500 ml : **HI 4011-01**

Pour les solutions Molaires :

Utilisez des pipettes volumétriques et de la verrerie pour faire des dilutions de telle sorte à encadrer la concentration des échantillons. Les standards ayant des concentrations $< 10^{-3}$ M doivent être préparés tous les jours.

2 mL de solution ISA (**HI 4000-00**) doivent être ajoutés à 100 mL d'échantillon ou de standard.

Pour les solutions ppm :

Préparez un standard iodure à 1269 ppm en diluant **HI 4011-01** : Pipetez 100 mL de standard dans un becher jaugé de 1 litre. Ajoutez de l'eau déionisée jusqu'à la marque un litre. Utilisez des pipettes volumétriques et la verrerie pour faire des dilutions de cette solution à 1269 ppm de telle sorte à encadrer la concentration des échantillons. Les standards avec des concentrations < 127 ppm doivent être préparés tous les jours.

2 mL de solution ISA (**HI 4000-00**) doivent être ajoutés à 100 mL d'échantillon ou de standard.

VII. Informations générales

- Les standards d'étalonnage et les échantillons doivent avoir la même force ionique. La solution ISA devra être ajoutée aux échantillons et aux standards, dans la même proportion, juste avant de faire les mesures. 1 part de solution ISA pour 50 parts de standard est le ratio recommandé.
- Les échantillons concentrés (> 1 M) doivent être dilués avant la mesure. Multipliez le résultat final par le facteur de dilution correspondant.
- Pour les échantillons à force ionique élevée, préparez des standards avec une force ionique similaire en augmentant la quantité de solution ISA utilisée ou utilisez l'addition standard ou un titrage.
- Les standards d'étalonnage et les échantillons doivent être agités à la même vitesse en utilisant des barreaux magnétiques identiques. Agitez en continu.
- Les standards d'étalonnage et les échantillons doivent être à la même température.
- L'agitateur magnétique peut générer de la chaleur. Isolez thermiquement le becher contenant le standard ou l'échantillon de l'agitateur magnétique en plaçant du liège ou une autre matière isolante entre le becher et la plaque de l'agitateur.
- Rincez l'électrode avec de l'eau distillée ou déionisée entre les échantillons et séchez avec du papier absorbant ou avec une éponge absorbant douce.
- Un pré-trempage du capteur d'iodure dans un standard dilué optimisera la réponse. Utilisez des standards dont la concentrations est d'environ 10^{-3} M ou moins.

- Une pastille rayée, piquée ou ternie en surface peut causer une dérive, une lecture erronée en faible concentration ou une mauvaise répétabilité. Une réponse optimale peut être retrouvée en éliminant la partie endommagée avec la bande microabrasive **HI 4000-70**.
- Évitez les changements de température importants (choc thermique) car cela pourrait endommager le capteur.
- Des bulles de gaz peuvent se former lors du dégazage de la solution, aux changements de température. Tapotez doucement sur le corps du capteur pour les déloger de la surface de la membrane.

HI4011

- Retirez le capuchon de protection du bout du capteur.
- Préparez l'électrode de référence **HI5315** en remplissant le réservoir d'électrolyte avec la solution de remplissage **HI7072**.
- Mettez le capteur et l'électrode de référence dans le support d'électrodes et connectez les électrodes à l'instrument.

HI4111

- Enlevez le film de protection en plastique qui recouvre la jonction céramique avant d'assembler le capteur pour la première fois.
- La solution de remplissage de référence **HI 7072** doit être ajoutée quotidiennement dans le réservoir d'électrolyte avant l'utilisation de l'électrode.
- Pendant la mesure pensez, toujours, à retirer le bouchon de l'orifice de remplissage.
- Pendant l'utilisation normale, la solution de remplissage s'écoule lentement de la jonction conique à la partie inférieure de l'électrode. Une perte excessive (baisse du niveau > 4 cm en 24 heures) n'est pas normal. Si cela se produit, vérifiez que le capuchon est bien serré et qu'il n'y ait pas de débris entre le cône interne et le cône externe.
- Ajoutez de la solution de remplissage tous les jours pour maintenir une bonne pression en tête. Pour une réponse optimale, ce niveau doit être maintenu haut et ne pas descendre plus bas que 2 à 3 cm sous l'orifice de remplissage. L'électrolyte doit recouvrir la jonction céramique qui se trouve sur la tige interne.
- Si une mesure erratique se produit, vérifiez si un corps étranger n'est pas piégé près du cône interne. Vidangez et remplissez à nouveau avec de la solution de remplissage fraîche.

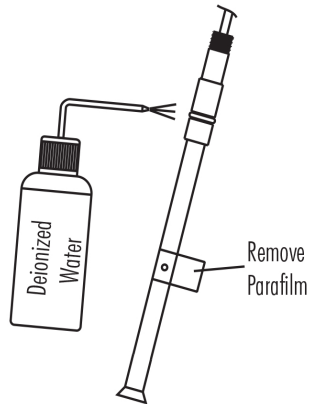
VIII. Préparation de l'électrode

HI4011

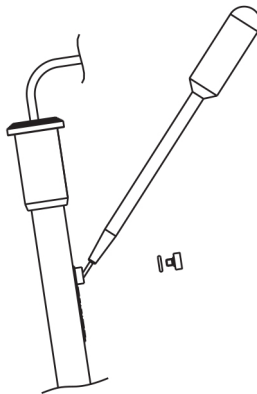
1. Retirez le capuchon de protection du bout du capteur.
2. Préparez l'électrode de référence **HI5315** en remplissant le réservoir d'électrolyte avec la solution de remplissage **HI7072**.
3. Mettez le capteur et l'électrode de référence dans le support d'électrodes et connectez les connecteurs à l'instrument.

HI4111

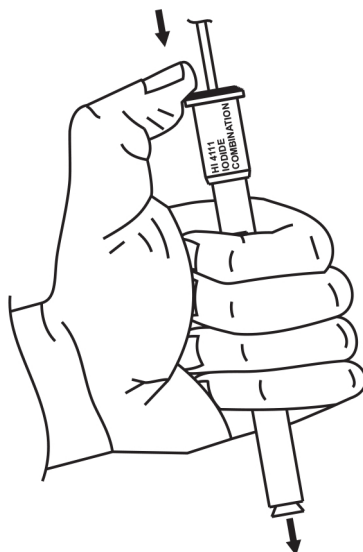
1. Enlevez le film plastique qui recouvre la jonction en céramique sur la tige interne et jetez-le. Celui-ci n'est utilisé que pour le transport et le stockage à long terme.
2. Rincez la tige interne avec de l'eau déionisée en veillant bien à humidifier le joint torique qui se trouve sur le haut de la tige.



3. Remontez l'électrode en faisant glisser doucement la tige dans le corps de l'électrode, faites coulisser le ressort vers le bas et vissez le capuchon sur la tige interne.
4. Retirez le bouchon et le joint torique de l'orifice de remplissage.
5. A l'aide de la pipette fournie, ajoutez quelques gouttes de solution de remplissage **HI 7072** dans l'électrode, pour mouiller le joint torique et rincer le réservoir de solution de remplissage.



6. Tenez le corps de l'électrode en appuyant doucement avec le pouce sur le capuchon. Cela permet à la solution de remplissage de s'écouler doucement. Relâchez le capuchon et vérifiez que l'électrode revienne à sa position d'origine.



7. Serrez le capuchon de l'électrode sur le corps et remplissez le réservoir d'électrolyte jusqu'à ce que le volume de la solution de remplissage soit juste en dessous de l'orifice de remplissage.
8. Placez l'électrode dans un support d'électrode **HI 76404** (ou équivalent) et branchez l'électrode à l'instrument.

IX. Vérification rapide de la pente de l'électrode

- Connectez l'électrode au pH/mV/ISE-mètre.
- Mettez l'instrument de mesure en mode mV.
- Versez 100 mL d'eau distillée dans un récipient propre avec un barreau magnétique.
- Placez les électrodes dans cette solution.
- Ajoutez 1 mL de solution standard à 0,1 M (12690 ppm) dans le becher. Relevez la valeur mV après stabilisation de la mesure.
- Ajoutez cette fois 10 ml de solution standard dans le becher et relevez la 2^{ème} valeur mV après stabilisation (approximativement 5 minutes). Cette 2^{ème} valeur doit être inférieure à la 1^{ère} notée (plus négative).
- Calculez la différence entre les 2 valeurs en mV. Une valeur acceptable pour la pente est de -56 ± 4 mV.

X. Action corrective

- Vérifiez que le capuchon de protection a été retiré (**HI4011**).
- Vérifiez que le film en plastique a été retiré de la jonction en céramique (**HI4111**).
- Vérifiez que le standard a été correctement ajouté.
- Vérifiez que les solutions standards ont été préparées du jour et correctement stockées. Refaites des solutions standards si nécessaire.
- Si la pente du capteur est proche de la pente suggérée, trempez le capteur dans un standard dilué peut résoudre le problème ($< 10^{-3}$ M iodure ou standard < 126 ppm).

- Vérifiez que l'électrode est correctement connectée à l'instrument et que celui-ci est alimenté.
- Une surface de détection rayée peut être polie avec la bande de polissage **HI4000-70**. Coupez environ 2,5 cm de la bande micro-abrasive. Mouillez le côté glacé avec de l'eau déionisée et placez-la contre la partie endommagée de l'électrode. Placez votre pouce contre le côté brillant et tournez lentement dans un mouvement de va-et-vient tout en exerçant une légère pression. Continuez à polir jusqu'à ce que la surface soit propre. Si des dépôts foncés apparaissent sur la bande de polissage, déplacez légèrement le papier et continuez à polir.
- Si la membrane est endommagée, que la réponse devient extrêmement lente ou que la pente de l'électrode a considérablement diminué, et que les procédures ci-dessus n'ont pas aidé à éliminer ces symptômes, le capteur doit être remplacé.

XI. Mesure et étalonnage par la méthode directe

Cette méthode est une procédure simple pour mesurer de nombreux échantillons. Un instrument ISE à lecture directe (**HI 4222** ou équivalent) détermine la concentration de l'inconnu à l'aide d'une méthode directe après avoir étalonné l'instrument avec les standards. L'instrument est étalonné avec deux ou plusieurs standards fraîchement fabriqués qui se trouvent dans la plage de mesure linéaire de l'inconnu. D'autres standards d'étalonnage sont nécessaires dans la région non-linéaire. L'inconnu est lu directement.

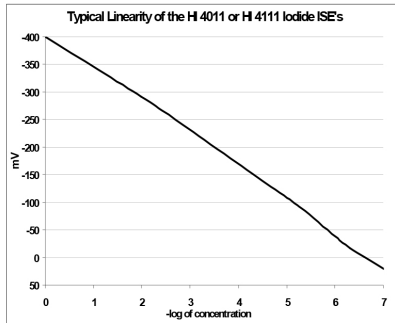
En cas de très faibles concentrations d'iode, des précautions particulières doivent être prises pour obtenir des mesures reproductibles. L'eau utilisée pour les standards doit être exempte d'iode et les capteurs et la verrerie doivent être rincés à plusieurs reprises avec cette eau pour éviter tout risque de contamination. Il est conseillé d'utiliser de l'eau désaérée pour les standards de concentration plus faibles pour prévenir l'oxydation de l'iode en iode. Dans cette région, plus de points d'étalonnage sont nécessaires, et l'étalonnage devra être répété plus fréquemment.

Un instrument pH/mV en mode mV et un papier graphique semi-logarithmique peuvent également être utilisés. Deux standards ou plus fraîchement préparés étant dans la gamme de mesure de l'inconnu sont mesurés en mode mV par l'instrument.

Ces valeurs sont reportés sur du papier graphique semi-logarithmique et leurs points sont reliés pour former une courbe linéaire. Quand les échantillons sont mesurés, leurs valeurs mV sont converties en concentration en reportant les mV sur l'axe des concentrations sur la partie semi-logarithmique.

Procédure

1. Suivez les sections VIII et IX pour préparer le capteur pour les mesures.
2. Suivez la section VI pour préparer des standards et des échantillons. Les standards doivent encadrer la plage de mesure des échantillons. Deux mL de solution ISA **HI4000-00** sont ajoutés à 100 ml d'échantillon et de standard. Ajoutez un barreau magnétique et mélangez avant de faire la mesure.
3. Suivez la section VII; informations générales pour optimiser la configuration des tests.
4. Pendant l'étalonnage, il est préférable de commencer par les standards de concentration les plus faibles. Attendez que la lecture soit stable avant de lire/enregistrer des valeurs.
5. Pour éviter la contamination des échantillons, rincez le capteur avec de l'eau déionisée et séchez-le entre les échantillons.



XII. Autres techniques de mesure

Addition connue

Une concentration inconnue peut être déterminée en ajoutant une quantité connue (volume et concentration) de l'ion mesuré à un volume connu de l'échantillon. Cette méthode est appelée Addition connue. La méthode peut utiliser la pente idéale du capteur, mais la pente réelle déterminée à la température de mesure doit être utilisée si elle est connue. Le volume et la concentration du standard ajouté doivent provoquer une variation en mV d'au moins 30 mV. Cette méthode est préprogrammée dans le pH/ISE/mV-mètre **HI 4222**, ce qui simplifie grandement la mise en oeuvre de la méthode.

Exemple : Détermination des ions iodure dans des échantillons avec des concentrations inférieures à 5×10^{-4} M par addition connue.

1. 50 mL de l'échantillon inconnu (V_{sample}) sont placés dans un récipient avec le capteur iodure. 2 mL de solution ISA **HI4000-00** (V_{ISA}) sont ajoutés aux 50 mL d'échantillon et le tout est mélangé. La valeur mV (mV1) stabilisée est enregistrée.
2. 10 mL (V_{std}) de standard à 10^{-2} M (C_{std}) sont ajoutés au récipient et la valeur mV baisse. La concentration en iodure inconnue de l'échantillon original (C_{sample}) peut être déterminé par l'équation suivante :

$$C_{\text{sample}} = \frac{C_{\text{standard}} V_{\text{standard}}}{(V_T) 10^{\Delta E/S} - (V_S)} \left(\frac{V_S}{V_{\text{sample}}} \right)$$

$$(V_{\text{sample}} + V_{\text{standard}} + V_{\text{ISA}}) = V_T$$

$$(V_{\text{sample}} + V_{\text{ISA}}) = V_S$$

3. La procédure peut être répétée avec l'addition d'un deuxième standard pour vérifier la pente et le mode opératoire de la méthode.

Titration

Une électrode à iode peut être utilisée comme indicateur pour suivre l'évolution et détecter le point final d'un titrage d'iode contenant des échantillons avec du nitrate d'argent. L'électrode peut être utilisée dans des échantillons colorés, ou ioniquement élevés ou variables pour augmenter la précision de la détermination.

Pendant le titrage, le capteur suit la diminution de l'iode pendant que de petites quantités de titrant, nitrate d'argent, sont ajoutées. L'argent réagit avec les ions iode formant un précipité d'iode d'argent. Au point final stoechiométrique, un changement important de mV se produit. Les mesures peuvent être automatisées à l'aide du titreur **HI 901** ou titrées manuellement.

XIII. pH

Les électrodes **HI 4111** et **HI 4011** peuvent être utilisées dans des solutions dont le pH est compris entre pH 2 et 13. Les échantillons qui se situent au-delà de cette plage doivent être ajustés.

XIV. Stockage des capteurs HI 4011 et HI 4111

Le capteur **HI 4011** peut être stocké dans des standards très dilués ($<10^{-3}M$) pendant de courtes périodes et devrait être entreposé sec avec le capuchon de protection lorsqu'il n'est pas utilisé.

L'électrode combinée **HI 4111** peut être laissée dans des standards dilués ($<10^{-3}M$) pendant de courtes périodes.

Pour un stockage plus long, l'électrode doit être vidangée et les sels rincés à l'eau distillée ou déionisée. Dévisser le capuchon et déplacez le corps vers le haut du câble. Enveloppez la jonction céramique de la tige intérieure avec du Parafilm® ou un autre emballage scellé. Placez le capuchon de protection fourni sur la membrane du capteur. Entreposez l'électrode désassemblée sèche dans un endroit à l'abri de l'humidité dans la boîte de rangement fournie.

XV. Table de conversion

Pour l'	Multipliez par
Moles/L (M) vers ppm (mg/L)	$1,269 \times 10^5$
ppm (mg/L) vers M (moles/L)	$7,88 \times 10^{-6}$

GARANTIE

Les électrodes sélectives **HANNA** instruments sont garanties 6 mois, à compter de la date de vente, contre tout vice de fabrication dans le cadre d'une utilisation normale et si la maintenance a été effectuée selon instructions.

La garantie est limitée à la réparation et au remplacement des électrodes. Les dommages dus à un accident, une mauvaise utilisation ou un défaut de maintenance ne sont pas pris en compte.

En cas de besoin, contactez votre revendeur le plus proche ou **HANNA** instruments. Si l'électrode est sous garantie, précisez le numéro de série de l'instrument, la date d'achat (fournir une copie de la facture) ainsi que de façon succincte, la nature du problème rencontré.

Si l'électrode n'est plus couverte par la garantie, un devis SAV vous sera adressé pour accord préalable de votre part.

Recyclez avec nous vos instruments **HANNA** instruments !

Cette électrode ne doit être ni rejetée dans la nature, ni déposée dans les déchetteries communales ou collectes d'ordures ménagères. Si vous ne disposez pas de votre propre filière de recyclage, retrouvez toutes les modalités de retour sur notre site internet, www.hannainstruments.fr ou contactez-nous :



HANNA instruments France

Parc d'Activités des Tanneries - 1 rue du Tanin
BP 133 LINGOLSHEIM - 67833 TANNERIES CEDEX
Tél. : 03 88 76 91 88 – Fax : 03 88 76 58 80

courriel : info@hannainstruments.fr – site internet : www.hannainstruments.fr