Методика зарегистрирована в Федеральном реестре методик выполнения измерений, применяемых в сферах распространения государственного метрологического контроля и надзора (регистр. код ФР.1.31.2008.04295)

МУ 08-47/218

(по реестру аккредитованной метрологической службы Томского политехнического университета)

ВОЛОСЫ.

МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ КАЛЬЦИЯ МЕТОДОМ АМПЕРОМЕТРИЧЕСКОГО ТИТРОВАНИЯ

ТОМСК

gost.e-ecolog.ru

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ОБРАЗОВАНИЮ
ГОСУДАРСТВЕННОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ПРОФЕССИОНАЛЬНОГО ОБРАЗОВАНИЯ
«ТОМСКИЙ ПОЛИТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»

АККРЕДИТОВАННАЯ МЕТРОЛОГИЧЕСКАЯ СЛУЖБА ТПУ
(аттестат об аккредитации № РОСС RU 01.00143-03 от 24.12.01)

ООО «ВНЕДРЕНЧЕСКАЯ НАУЧНО-ПРОИЗВОДСТВЕННАЯ ФИРМА «ЮМХ»

ООО «СИБМЕДАНАЛИТ»

СВИДЕТЕЛЬСТВО ОБ АТТЕСТАЦИИ МВИ

№ 08-47/218

Методика выполнения измерений массовой концентрации кальция методом амперометрического титрования, разработанная в Томском политехническом университете и ООО «ВНПФ «ЮМХ» и регламентированная в МУ 08-47/218 (по реестру аккредитованной метрологической службы Томского политехнического университета)

ВОЛОСЫ.

МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ КАЛЬЦИЯ МЕТОДОМ АМПЕРОМЕТРИЧЕСКОГО ТИТРОВАНИЯ

аттестована в соответствии с ГОСТ Р 8.563 (ГОСТ 8.010).

Аттестация осуществлена по результатам теоретического и экспериментального исследования МВИ.

В результате аттестации МВИ установлено, что данная МВИ соответствует предъявляемым к ней метрологическим требованиям и обладает следующими основными метрологическими характеристиками:

1 Диапазоны измерений, относительные значения показателей точности, повторяемости и воспроизводимости методики при доверительной вероятности P=0,95

Определяемый компонент	Диапазон измеряемых концентраций, г/кг	Показатель повторяемости (среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r, %	Показатель воспроизводимости (среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R, %	Показатель точности (границы, в которых находится погрешность методики), δ,%
Кальций	От 0,1 до 20 включ.	8	15	30

2 Диапазон измерений, значения пределов повторяемости и воспроизводимости при доверительной вероятности P=0,95

Определяемый компонент	Диапазон измеряемых концентраций, г/кг	Предел повторяемости (для двух результатов параллельных определений), ***r***	Предел воспроизводимости (для двух результатов измерений), ***R***
Кальций	От 0,1 до 20 включ.	$0{,}22 \cdot \overline{X}$	$0{,}42 \cdot \overline{\overline{X}}$

$\overline{X}$ - среднее арифметическое значение результатов параллельных определений массовой концентрации компонента

$\overline{\overline{X}}$ - среднее арифметическое значение результатов измерений, полученных в двух разных лабораториях

3 Дата выдачи свидетельства _____200 г

Метролог метрологической службы ТПУ

_____Н.П.Пикула

"___"_____ 200 г.

«СОГЛАСОВАНО»
Главный метролог ТПУ

_____Е.Н.Рузаев

"___"_____200 г.

«СОГЛАСОВАНО»
Директор
ФГУ «Томский ЦСМ»

_____М.М.Чухланцева

"___"_____200 г.

«УТВЕРЖДАЮ»
Проректор по НР и И ТПУ

_____В.А.Власов

"___"_____200 г.

«УТВЕРЖДАЮ»
Директор ООО «ВНПФ «ЮМХ»

_____Г.Б.Слепченко

"___"_____200 г.

ООО «ВНЕДРЕНЧЕСКАЯ НАУЧНО-ПРОИЗВОДСТВЕННАЯ ФИРМА «ЮМХ»

ООО «СибМедАналит»

"УТВЕРЖДАЮ"

Директор ООО «СибМедАналит»

_____ Чухнова Д.Л.

"13" 02 2008 г.

"УТВЕРЖДАЮ"

Директор ООО «ВНПФ «ЮМХ»

_____ Г.Б.Слепченко

"12" 02 2008 г.

Методика зарегистрирована в Федеральном реестре методик выполнения измерений, применяемых в сферах распространения государственного метрологического контроля и надзора

(регистрационный код ФР.1.31.2008.04295)

МУ 08-47/218

(по реестру аккредитованной метрологической службы Томского политехнического университета)

ВОЛОСЫ.

МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ КАЛЬЦИЯ МЕТОДОМ АМПЕРОМЕТРИЧЕСКОГО ТИТРОВАНИЯ

"СОГЛАСОВАНО"

Метролог аккредитованной метрологической службы ТПУ

_____ Н.П. Пикула

"12" 02 2008 г.

Томск

1 НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий документ (МУ 08-47/218) устанавливает методику выполнения измерений массовой концентрации кальция в пробах волос человека методом амперометрического титрования.

Диапазон определяемых концентраций **кальция** составляет от 0,1 до 20 г/кг включительно.

Если содержание компонента в пробе выходит за верхнюю границу диапазона определяемых концентраций, допускается разбавление подготовленной к измерению пробы или уменьшения объема аликвоты анализируемой пробы.

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящей методике использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 12.1.004-91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.005-88 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.019-79 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ 12.4.009-83 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

ГОСТ 12.4.021-75 ССБТ. Системы вентиляционные. Общие требования

ГОСТ 1770-74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Технические условия

ГОСТ 2156-76 Натрий двууглекислый. Технические условия

ГОСТ 3117-78 Аммоний уксуснокислый. Технические условия

ГОСТ 4204-77 Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4206-75 Калий железосинеродистый. Технические условия

ГОСТ 4212-76 Реактивы. Методы приготовления растворов для колориметрического и нефелометрического анализа

ГОСТ 4234-77 Калий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4461-77 Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 5962-67 Спирт этиловый ректификованный. Технические условия

ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 7328-2001 Гири. Общие технические условия

ГОСТ 8677-76 Кальция оксид. Технические условия

ГОСТ 9736-91 Приборы электрические прямого преобразования для измерения неэлектрических величин. Общие технические требования и методы испытаний

ГОСТ 10929-76 Реактивы. Водорода пероксид. Технические условия

ГОСТ 11125-84 Реактивы. Кислота азотная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 12026-76 Бумага фильтрованная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 14261-77 Реактивы. Кислота соляная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 14262-78 Реактивы. Кислота серная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 14919-83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия

ГОСТ 19908-90 Тигли, чаши, стаканы, колбы, воронки, пробирки и наконечники из прозрачного кварцевого стекла. Общие технические условия

ГОСТ 24104-2001 Весы лабораторные. Общие технические требования

ГОСТ 24861-91 (ИСО 7886-84) Шприц инъекционный однократного применения

ГОСТ 25336-82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 27869-88 Вещества особо чистые. Метод концентрирования микропримесей ионным обменом

ГОСТ 27987-88 Анализаторы жидкости потенциометрические ГСП. Общие технические условия.

ГОСТ 28165-89 Приборы и аппараты лабораторные из стекла. Аквадистилляторы. Испарители. Установки ректификационные. Общие технические требования

ГОСТ 29169-91 (ИСО 648-77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 29227-91 (ИСО 835-1-81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 29228-91 (ИСО 835-2-81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 2. Пипетки градуированные без установленного времени ожидания

ГОСТ 30553-98 (ИСО 904-76) Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ Р 8.563-96 Государственная система обеспечения единства измерений. Методики выполнения измерений

ГОСТ Р ИСО 5725-1-2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения

ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

3 СУЩНОСТЬ МЕТОДИКИ

Сущность методики состоит в предварительной подготовке проб волос путем «мокрого озоления» с последующим определением массовой концентрации кальция методом амперометрического титрования.

Метод амперометрического титрования основан на регистрации зависимости диффузионного тока (I_d) при постоянном потенциале E_c индикаторного электрода от объема (V) прибавленного титранта - калия железосинеродистого. Амперометрическое определение содержания ионов кальция (2+) основано на реакции образования малорастворимого соединения кальция (2+) с калием железосинеродистым ($K_4Fe(CN)_6$) (реакция 1) и с дальнейшим окислением ферроцианида ($K_4Fe(CN)_6$) на электроде при заданном постоянном потенциале до феррицианида ($K_3Fe(CN)_6$) (реакция 2) с последующей регистрацией анодного тока.

Ионы кальция (2+) на фоне (0,005 – 0,01) М аммония уксуснокислого в смеси с этиловым спиртом в объемном соотношении равном 35 % аммония уксуснокислого и 65% этилового спирта образуют прочный комплекс с калием железосинеродистым в соотношении (Ca^{2+}):$\left[Fe(CN)_6\right]^{4-}$, равном 1:1. Эквивалентное количество ионов ферроцианида, израсходованное на титрование кальция, определяют графически из кривой титрования. Ось ординат соответствует току окисления ферроцианида до феррицианида в растворе аммония уксуснокислого при Е = + 1,0 В. По оси абсцисс кривой титрования откладывают объем ферроцианида, пошедшего на титрование ионов кальция (2+). Конечную точку титрования (точку эквивалентности) находят по резкому изменению силы тока (изменение наклона кривой титрования).

$$Ca^{2+} + Fe(CN)_6^{4-} \xrightarrow{(NH_4)_2} CaFe(CN)_6 \downarrow$$ реакция 1

$$Fe(CN)_6^{4-} \xrightarrow{-e} Fe(CN)_6^{3-}$$ реакция 2

4 ПРИПИСАННЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОГРЕШНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ

4.1 Методика выполнения измерений массовых концентраций кальция в пробах волос методом амперометрического титрования обеспечивает получение результатов измерений с погрешностью, не превышающей значений, приведенных в таблице 1.

Таблица 1 – Диапазоны измерений, относительные значения показателей точности, повторяемости и воспроизводимости методики при доверительной вероятности P=0,95

Определяемый компонент	Диапазон измеряемых концентраций, г/кг	Показатель повторяемости (среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r, %	Показатель воспроизводимости (среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R, %	Показатель точности (границы, в которых находится погрешность методики), δ,%
Кальций	От 0,1 до 20 включ.	8	15	30

4.2 Значения показателя точности методики используют при:

-оценке деятельности лабораторий на качество проведения испытаний;

-оценке возможности использования результатов измерений при реализации методики выполнения измерений в конкретной лаборатории.

5 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ, ОХРАНЫ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ ПРИ ВЫПОЛНЕНИИ ИЗМЕРЕНИЙ

5.1 Условия безопасного проведения работ

К работе с амперометрическим анализатором, нагревательными приборами и химическими реактивами допускается персонал, изучивший инструкцию по эксплуатации прибора, правила работы с химическими реактивами и химической посудой.

При работе с реактивами соблюдают требования безопасности, установленные для работы с токсичными, едкими и легковоспламеняющимися веществами по ГОСТ 12.1.005.

При работе с электроустройствами соблюдают правила электробезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.019 и инструкцией по эксплуатации приборов.

Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

Помещение должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией по ГОСТ 12.4.021.

5.2 Требования к квалификации операторов

Измерения может проводить химик-аналитик, владеющий техникой амперометрического анализа и изучивший инструкции по эксплуатации используемой аппаратуры.

5.3 Условия выполнения измерений

Измерения проводят в нормальных лабораторных условиях:

- Температура окружающего воздуха (25 ± 10) °С;
- Атмосферное давление (97 ± 10) кПа;
- Относительная влажность не более 80 %;
- Частота переменного тока (50 ± 5) Гц;
- Напряжение в сети (220 ± 22) В.

6 ОТБОР И ХРАНЕНИЕ ПРОБ

Волосы перед срезом промывают нейтральным шампунем и дважды прополаскивают кипяченой водой.

Для минимизации загрязнения образцов при отборе проб применяют ножницы или с керамическим покрытием, или с покрытием из нитрида титана, или с лезвиями из нержавеющей стали.

Волосы срезают чистыми руками при помощи ножниц у самого корня в 3 – 5 местах затылочной части головы ближе к шее прядками толщиной по 2 – 3 мм[*)]. У длинных волос оставляют от 3 до 5 см от корня, остальные отрезают. Срезанные волосы помещают в конверт. Конверт маркируют стрелкой по направлению от корней к кончикам волос, указывают фамилию, имя, отчество, пол, возраст, место проживания, род профессиональной деятельности за последние 5 лет, естественный цвет волос (в случае химической завивки, окраски или обесцвечивания), какие лекарственные препараты, витамины, БАДы обследуемый принимает или принимал незадолго до отбора образца, дату отбора образца.

Пробы хранят в чистом, сухом, прохладном, хорошо проветриваемом помещении. Срок хранения не ограничен.

[*)] ***Примечание.*** Для определенных видов анализа волосы берут из подмышечных впадин, а для выявления гормональных заболеваний и гинекологической патологии — с лобка.

7 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНОЕ ОБОРУДОВАНИЕ, ПОСУДА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

При проведении количественного химического анализа применяют следующие средства измерений, вспомогательное оборудование, посуду, материалы и реактивы:

7.1 Средства измерений и вспомогательное оборудование

7.1.1 Комплекс вольтамперометрический СТА [1] в комплекте с IBM-совместимым компьютером с трехэлектродным датчиком (измерительный электрод, вспомогательный электрод и электрод сравнения) и системой сбора и обработки данных со следующими метрологическими и техническими характеристиками:

- предел допускаемой относительной погрешности измерений, % - не более 20;

- предел СКО случайной составляющей погрешности измерений, % - не более 5.

Допускается использовать другое оборудование и приборы, обеспечивающие метрологические характеристики, соответствующие установленным характеристикам погрешности методики выполнений измерений.

7.1.2 Электрохимическая ячейка, в состав которой входят:

- электроды:

- ***индикаторный электрод*** – вращающийся рабочий электрод:

- графитовый, на основе графитового стержня, пропитанного в вакууме смесью парафина и полиэтилена (d = 4 мм)

- ***электрод сравнения*** - хлорсеребряный (ХСЭ) с сопротивлением не более 3,0 кОм.
- ***вспомогательный электрод*** – платиновый, платиновая проволока диаметром (0,5 – 1,0) мм длиной (5 – 8) мм, площадь поверхности составляет (0,25 – 0,8) $см^2$.

- сменные стаканчики из кварцевого стекла вместимостью 20 – 25 $см^3$;

7.1.3 ГСО состава растворов ионов кальция с аттестованным значением массовой концентрации ионов 1,0 $г/дм^3$ и относительной погрешностью аттестованного значения не более 1% (при P=0,95).

Например, ГСО 7475-98

Допускается применение других ГСО ионов кальция с метрологическими характеристиками не хуже указанных.

При отсутствии ГСО допускается использование растворов аттестованных смесей, приготовленных по ГОСТ 4212.

7.1.4 Весы лабораторные по ГОСТ 24104, с наибольшим пределом взвешивания 210 г и ценой деления 0,1мг

7.1.5 Набор гирь Г-2-200 по ГОСТ 7328

7.1.6 Пипетки мерные лабораторные стеклянные 2 класса точности, вместимостью 0,5; 1,0; 2,0; 5,0; 10,0 $см^3$ по ГОСТ 29227 и ГОСТ 29169

7.1.7 Посуда мерная лабораторная стеклянная 2 класса точности по ГОСТ 1770: колбы мерные наливные вместимостью 25; 50; 100; 500; 1000 $см^3$; цилиндры вместимостью 10; 25; 50 $см^3$; пробирки мерные вместимостью 10; 15; 20 $см^3$

7.1.8 Дозаторы типа ДП-1-5-40; ДП-1-40-200 или другие с дискретностью доз 1,0 мкл или 2,0 мкл с пределом допускаемой систематической составляющей основной относительной погрешности при температуре $(20 \pm 2)\ ^0$С, $\pm$ 5,0 %.

7.1.9 Шкаф сушильный лабораторный с диапазоном регулирования температуры от 40°С до 150°С

7.1.10 Муфельная печь типа ПМ - 8 или МР – 64 - 0215 по ГОСТ 9736

или комплекс пробоподготовки “Темос-Экспресс” с диапазоном рабочих температур от 50 °С до 650 °С с погрешностью измерений ±10 °С (изготовитель ООО “ИТМ”, г.Томск).

7.1.11 Плитка электрическая с закрытой спиралью по ГОСТ 14919

7.1.12 Кварцевые стаканчики объемом (20 ÷ 25) $см^3$ по ГОСТ 19908

7.1.13 Эксикатор по ГОСТ 25336

7.1.14 Щипцы тигельные ЩТ по [2]

7.1.15 Бумага индикаторная универсальная pH 1-14 [3]

7.1.16 Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026

7.1.17 Вода бидистиллированная по [4] или дистиллированная по ГОСТ 6709, перегнанная в присутствии серной кислоты и перманганата калия (0,5 $см^3$ концентрированной серной кислоты и 3,0 $см^3$ 3%-ного раствора перманганата калия на 1,0 $дм^3$ дистиллированной воды).

7.1.18 Калий хлористый по ГОСТ 4234

7.1.19 Кислота азотная по ГОСТ 4461 или ГОСТ 11125

7.1.20 Спирт этиловый ректификованный, технический по ГОСТ 5962

7.1.21 Кислота серная по ГОСТ 4204 или ГОСТ 14262

7.1.22 Кислота соляная по ГОСТ 14261

7.1.23 Водорода пероксид по ГОСТ 10929

7.1.24 Натрий двууглекислый (пищевая сода) по ГОСТ 2156

7.1.25 Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117

7.1.26 Калий железосинеродистый по ГОСТ 4206

Примечание. Все реактивы должны быть квалификации ос.ч или х.ч

7.2 Порядок подготовки к проведению измерений

При подготовке к проведению измерений выполняют следующие работы: подготовка посуды, приготовление растворов, подготовка анализа-

тора (включающая подготовку измерительных, вспомогательных и электродов сравнения), подготовка проб.

7.2.1 Подготовка посуды

Новую и загрязненную лабораторную стеклянную посуду, сменные наконечники дозаторов, пипетки промывают азотной кислотой, затем серной кислотой и многократно бидистиллированной водой.

Кварцевые стаканчики протирают сухой пищевой содой при помощи фильтровальной бумаги, многократно ополаскивают сначала водопроводной, затем бидистиллированной водой. Затем в каждый стаканчик добавляют по (0,1 - 0,2) $см^3$ концентрированной серной кислоты, стаканчики помещают на электроплитку или комплекс пробоподготовки «Темос-Экспресс» (при открытой крышке) при температуре (300 - 350) °С. После полного прекращения выделения паров серной кислоты со стенок стаканчиков их прокаливают при температуре (500 - 600) °С в течение 10 - 15 мин в муфельной печи или комплексе пробоподготовки «Темос-Экспресс» (при закрытой крышке).

Сменные кварцевые стаканчики хранят в эксикаторе.

7.2.2 Приготовление растворов

7.2.2.1 Азотную кислоту перегоняют при температуре 120 °С. Перегнанная азотная кислота должна быть концентрации не менее 9 $моль/дм^3$.

7.2.2.2 Приготовление раствора азотной кислоты концентрации 1 $моль/дм^3$

В мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, наполовину заполненную бидистиллированной водой с помощью пипетки вносят 11,1 $см^3$ раствора азотной кислоты концентрации 9 $моль/дм^3$, доводят до метки бидистиллированной водой и перемешивают.

7.2.2.3 Приготовление раствора азотной кислоты концентрации 0,1 $моль/дм^3$

В мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, наполовину заполненную бидистиллированной водой в помощью дозатора вносят 1,1 $см^3$ раствора азотной кислоты концентрации 9 $моль/дм^3$, доводят до метки бидистиллированной водой и перемешивают.

7.2.2.4 Соляную кислоту перегоняют при температуре 120 °С. Перегнанная соляная кислота должна быть концентрации не менее 6 $моль/дм^3$.

7.2.2.5 Приготовление раствора соляной кислоты концентрации 2 $моль/дм^3$

В мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, наполовину заполненную бидистиллированной водой, вносят с помощью пипетки 33,3 $см^3$ раствора соляной кислоты концентрации 6 $моль/дм^3$ и после перемешивания доводят объем до метки бидистиллированной водой и перемешивают.

7.2.2.6 Приготовление раствора соляной кислоты концентрации 1 моль/дм^3

в мерную колбу вместимостью 100 см^3, наполовину заполненную бидистиллированной водой вносят с помощью пипетки 16,7 см^3 раствора соляной кислоты концентрации 6 моль/дм^3, затем доводят объем раствора до метки бидистиллированной водой и перемешивают.

7.2.2.7 Приготовление насыщенного раствора хлорида калия (для заполнения электрода сравнения)

Хлористый калий растворяют в колбе объемом 25 см^3 в бидистиллированной воде до насыщения при комнатной температуре.

7.2.2.8 Приготовление раствора аммония уксуснокислого концентрации 0,01 моль/дм^3

Навеску аммония уксуснокислого массой 0,190 г, взятую с точностью до 0,001 г помещают в мерную колбу вместимостью 250 см^3 и доводят объем до метки бидистиллированной водой.

7.2.2.9 Приготовление основного раствора калия железистосинеродистого (титранта) концентрацией 0,1 моль/дм^3 .

Навеску калия железистосинеродистого массой 4,650 г, взятую на аналитических весах с точностью до 0,001 г, помещают в колбу вместимостью 100 см^3, добавляют бидистиллированной воды до полного растворения соли, доводят объем до метки бидистиллированной водой и перемешивают.

7.2.2.10 Приготовление рабочих растворов калия железистосинеродистого для титрования концентрацией 0,05, 0,005, 0,001 моль/дм^3.

Растворы готовят разбавлением бидистиллированной водой основного раствора, приготовленного по 7.2.2.9. Объем раствора по 7.2.2.9 и вместимости мерных колб, массовые концентрации и сроки хранения растворов приведены в таблице 2.

Таблица 2 - Приготовление рабочих растворов (аттестованных смесей) калия железистосинеродистого

Массовая концентрация исходного раствора, моль/дм^3	Объем, отбираемый для приготовления рабочего раствора, см^3	Вместимость мерной колбы, см^3	Массовая концентрация рабочего раствора (аттестованной смеси), моль/дм^3	Срок хранения, сут.
0,1	25,0	50	0,05	30
0,1	2,5	50	0,005	14
0,1	0,5	50	0,001	7

Погрешность аттестованный смесей не превышает 3 % отн.

7.2.2.11 Приготовление фонового электролита

Фоновый электролит готовится непосредственно перед регистрацией кривых титрования. Для этого в кварцевый стаканчик с помощью пипетки добавляют 3,5 $см^3$ раствора аммония уксусногокислого концентрации 0,01 моль/$дм^3$ и 6,5 $см^3$ 96 %-ого этилового спирта.

7.2.3 Подготовка прибора к выполнению измерений

Анализатор подготавливают к работе в соответствии с руководством по эксплуатации и паспортом. Подготовку измерительных, вспомогательных электродов и электродов сравнения проводят по паспорту к прибору или по 7. 4 настоящей методики.

Режимы выполнения измерений выбирают в соответствии с приложением к настоящей методики.

7.2.4 Отбор проб проводят по 6.

7.3 Подготовка проб

7.3.1 При анализе проб проводят кислотную минерализацию

Минерализацию двух параллельных проб волос проводят следующим образом:

В кварцевый стаканчик объемом 15 – 20 $см^3$, проверенный на чистоту, вносят пробу анализируемых волос массой 0,05 – 1,00 г, взятой с точностью до 0,001 г. Стаканчик помещают на плитку с выставленным температурным режимом в положение «2» (120 – 150) °С или в комплекс пробоподготовки «Темос - Экспресс». Пробу обрабатывают, добавляя с помощью дозатора 1,0 – 2,0 $см^3$ концентрированной азотной кислоты, раствор упаривают при температуре (120 – 150) °С до влажного осадка. Повторно обрабатывают пробу, добавляя с помощью дозатора 1,0 – 1,5 $см^3$ концентрированной азотной кислоты и 1,0 – 1,5 $см^3$ пероксида водорода порциями по 0,5 $см^3$, каждый раз упаривая раствор до влажных солей. Затем раствор упаривают досуха. Стаканчик с пробой помещают в муфельную печь или комплекс пробоподготовки «Темос - Экспресс» и выдерживают 20 мин при температуре (550 ± 15) °С. По истечении времени стаканчик с образовавшейся золой вынимают и охлаждают до комнатной температуры.

Если в золе присутствуют угольные включения, повторяют обработку пробы азотной кислотой (0,5 – 1,0 $см^3$) с добавлением пероксида водорода (0,5 – 1,0 $см^3$). Повторно помещают стаканчик с пробой в муфельную печь или комплекс пробоподготовки «Темос - Экспресс» и выдерживают при температуре (550±15) °С еще в течение 10 – 15 мин. Стаканчик вынимают из муфеля или из комплекса пробоподготовки.

В том случае, если зола однородна (белого, серого или рыжеватого цвета) стаканчик с золой охлаждают до комнатной температуры. Раство-

ряют осадок, добавляя с помощью дозатора 0,5 см^3 азотной кислоты концентрации 6,0 моль/дм^3. Пробу упаривают при температуре (120 – 140) °С до влажных солей (не досуха !). Полученную пробу разбавляют 10,0 см^3 фонового электролита приготовленного по 7.2.2.11.

Из полученного минерализата ($V_{мин.}$ = 10,0 см^3) для амперометрического титрования отбирают аликвоту соответствующего объема ($V_{ал.}$). Объем аликвоты зависит от содержания кальция в пробе.

При анализе проб волос для амперометрического титрования часто берут весь объем минерализата. В этом случае $V_{ал.} = V_{мин.}$.

7.4 Приготовление и хранение индикаторных электродов, электродов сравнения и вспомогательных электродов

7.4.1 Подготовка индикаторного графитового электрода (ГЭ)

ГЭ представляет собой графитовый торцевой электрод.

Для подготовки к работе ГЭ рабочую поверхность графитового электрода предварительно полируют на фильтре. Ополаскивают рабочую поверхность бидистиллированной водой.

После завершения анализа и перед работой (в последующие дни) рабочую поверхность электрода шлифуют на фильтровальной бумаге и ополаскивают бидистиллированной водой.

Электроды хранят в сухом виде.

7.4.2 Подготовка к работе электрода сравнения

Электрод сравнения заполняют насыщенным раствором хлорида калия. Хранят электрод в насыщенном растворе хлорида калия. Заполнение электрода производят не реже 1 раза в 2 недели.

7.4.3 Подготовка к работе вспомогательного электрода

Для подготовки к работе вспомогательного электрода, рабочую поверхность платинового электрода протирают фильтровальной бумагой и ополаскивают бидистиллированной водой.

Электроды хранят в сухом виде.

Проверку работы и приготовления электродов проводят методом «введено-найдено».

8 ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

При выполнении амперометрических измерений массовых концентраций кальция выполняют следующие операции:

- устанавливают параметры измерений по 8.1;
- проводят подготовку электродов и стаканчиков к работе по 8.2;

8.1 Установка параметров измерения

Режимы выполнения измерений выбирают в соответствии с приложением Б к данной методике.

8.2 Проверка работы электрохимической ячейки при определении концентрации кальция

Проверку работы стаканчиков, раствора фонового электролита и электродов проводят путем регистрации кривых амперометрического титрования в данной электрохимической ячейке .

Проверка работы графитового электрода по контрольной пробе (методом «введено-найдено»)

Проверку работы графитового электрода проводят перед каждой серией анализов.

В ячейку с фоновым электролитом, приготовленным по 7.2.2.11 помещают аликвоту раствора ионов кальция объемом 0,05 см^3 концентрации 0,1 г/дм^3 , взятую с помощью дозатора. И при постоянном вращении индикаторного электрода, титруют вручную, добавляя с помощью дозатора порции объемом 0,02 см^3 раствора калия железистосинеродистого, приготовленного по 7.2.2.9 -10 в соответствии с табл.3. Строят график в координатах регистрируемый ток (I) -объем титранта (f(V)).

Изменение наклона кривой титрования в точке эквивалентности соответствует началу образования феррицианада.

В таблицу 4 вносят значение объема калия железистосинеродистого пошедшего на титрование в точке эквивалента. Концентрацию кальция в растворе вычисляют по формуле:

$$X_1 = \frac{M_{Ca} \cdot C_T \cdot V_T \cdot V_{i\,èi}}{M_T \cdot m_i \cdot V_{àë}}, \text{ где} \qquad (1)$$

X_1 - содержание кальция в пробе, мг/кг;

M_{Ca} - молярная маска кальция, равная 40,08 г/моль;

M_T - молярная масса титранта калия железистосинеростого, равная 368,3 г/моль;

C_T - концентрация калия железистосинеростого, мг/дм^3;

$m_н$ - масса навески анализируемой пробы, г или (в случае проверки электродов) объем аттестованной смеси кальция, взятого для анализа, см^3;

$V_{i\,èi}$ - объем минерализата, см^3;

$V_{àë}$ - объем аликвоты, взятой для анализа. см^3

В данном случае, объем минерализата равен объему аликвоты.

Работа графитового электрода и электрохимической ячейки считается удовлетворительной при соответствии полученных результатов массовой концентрации кальция, введенного в пробу, т.е. расхождение между результатом измерения и введенной концентрацией кальция должно отличаться не более чем на 5%.

8.3 Измерения при анализе подготовленной пробы

8.3.1 В стаканчик с подготовленной по 7.3. анализируемой пробой помещают в электрохимическую ячейку. Добавляют фоновый электролит по 7.2.2.11 объемом 10 $см^3$

8.3.2 Устанавливают условия амперометрического титрования в соответствии с приложением Б 7асотящей методики

8.3.3 Проводят титрование пробы раствором калия железистосинеростого в соответствии с таблицей 3.

Таблица 3 - Рекомендуемые объемы калия железистосинеростого при выполнении измерений проб волос методом амперометрического титрования

Диапазон определяемых концентраций кальция, г/кг	Концентрации титранта, моль/$дм^3$	Объем добавки титранта, $см^3$
0,1... 1,0	0,001...0,005	0,05 ... 0,2
1,0 ... 10,0	0,05	0,05 ... 0,2
10,0 ...20,0	0,05	0,05 ... 0,2

8.3.4 При выполнении анализа по настоящей методике рекомендуется ведение записей условий анализа в рабочем журнале согласно таблице 4.

Таблица 4 - Рекомендуемая форма записи результатов измерений при анализе проб

Анализируемая проба (характеристика, номер, дата)	Условия измерений (масса навески, объем аликвоты пробы)	Определяемый элемент	Концентрация титранта моль/$дм^3$	Объем добавки титранта $V_д$, $см^3$,	Объем титранта в точке эквивалентности, $см^3$
		Кальций			

9 ВЫЧИСЛЕНИЕ И ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

9.1. Расчет содержания кальция в пробе

При использовании вольтамперометрического анализатора в комплекте с компьютером, а также анализаторов других типов регистрацию и обработку результатов измерений аналитических сигналов и расчет массовых концентраций кальция в пробе (г/кг) проводят следующим образом:

9.2 Расчет массовой концентрации кальция в пробе

9.2.1 Для определения кальция в пробах волос определяют на кривой титрования точку эквивалентности, которая характеризуется изменением наклона кривой титрования. Получают объем титранта пошедшего на титрование пробы.

9.2.2 Массовую концентрацию (г/кг) кальция (X_1) в пробе вычисляют по формуле (1).

9.2.3 Вычисления проводят по 9.2.2 для каждой из двух параллельных анализируемых проб; получают соответственно значения X_1 и X_2. Вычисление «холостой» пробы можно не проводить, т.к. кальций не является основным загрязнителем реактивов.

9.3 Проверка приемлемости результатов измерений

9.3.1 Проверяют приемлемость полученных результатов параллельных определений. Расхождение между полученными результатами двух параллельных анализируемых проб не должно превышать предела повторяемости *r*. Значение предела повторяемости для двух результатов параллельных определений приведено в таблице 5.

Таблица 5 – Диапазон измерений, значения предела повторяемости и критической разности при доверительной вероятности P=0,95

Определяемый компонент	Диапазон измеряемых концентраций, г/кг	Предел повторяемости (для двух результатов параллельных определений), ***r***	Критическая разность, ***CR(4)***
Кальций	От 0,1 до 20 включ.	$0{,}22 \cdot \overline{X}$	$0{,}29 \cdot \overline{X}$
$\overline{X}$ - среднее арифметическое значение результатов параллельных определений массовой концентрации компонента			

Результаты считают приемлемыми при выполнении условия

$$|X_1 - X_2| \le r. \qquad (3)$$

Абсолютное значение предела повторяемости рассчитывается для среднеарифметического значения результатов двух параллельных определений

$$\overline{X} = \frac{X_1 + X_2}{2} . \quad (4)$$

При выполнении условия (3) значение $\overline{X}$ принимается за результат измерения массовой концентрации определяемого компонента в пробе.

9.3.2 При превышении предела повторяемости (*r*) необходимо дополнительно получить еще два результата параллельных определений. Если при этом размах ($X_{max} – X_{min}$) результатов четырех параллельных определений равен или меньше критической разности (*CR(4)*), то в качестве окончательного результата принимают среднее арифметическое значение результатов четырех параллельных определений. Значения критической разности (*CR(4)*) для четырех результатов параллельных определений приведены в таблице 5.

Если размах ($X_{max} – X_{min}$) больше *CR(4)*, выясняют причины появления неприемлемых результатов параллельных определений. При этом проводят оперативный контроль повторяемости по РМГ 76-2004, МИ 2335-2003 [5] или разделу А.2 приложения А настоящего документа на методику.

9.3.3 Числовое значение результата измерения должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и значение предела повторяемости результатов параллельных определений, и содержать не более двух значащих цифр.

9.4 Оформление результатов измерений

9.4.1 Результаты измерений оформляют записью в журнале. При этом приводят сведения об анализируемой пробе, условиях измерений, дате получения результата измерений. Запись в журнале удостоверяет лицо, проводившее измерения.

9.4.2 Результат измерения (анализа) в документах, выдаваемых лабораторией представляют в следующих видах:

$\left(\overline{X} \pm \Delta\right)$, г/кг, P=0,95,

или $\left(\overline{X} \pm \Delta_Л\right)$, г/кг, P=0,95, при условии $\Delta_Л \leq \Delta$,

где: $\overline{X}$ – результат измерения, полученный в соответствии с настоящим документом на методику выполнения измерений;

$\pm \Delta_Л$ – значения характеристики погрешности результатов измерений, установленное при реализации методики в лаборатории;

$\pm \Delta$ – значения характеристики погрешности настоящей методики выполнения измерений, которые рассчитываются по формуле

$$\Delta = 0{,}01.\delta \cdot \overline{X}, \qquad (5)$$

где δ - относительное значение показателя точности (характеристики погрешности) методики, приведенное в таблице 1.

Примечание 1. Характеристику погрешности результатов измерений при реализации методики в лаборатории допускается устанавливать по формуле

$$\Delta_{Л} = 0{,}84 \cdot \Delta \qquad (6)$$

с последующим уточнением по мере накопления информации в процессе контроля стабильности результатов измерений по разделам 10.3 и 10.4 настоящего документа.

10 КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ ПРИ РЕАЛИЗАЦИИ МЕТОДИКИ В ЛАБОРАТОРИИ

10.1 Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории предусматривает:

- оперативный контроль процедуры анализа (на основе оценки погрешности результатов анализа при реализации отдельно взятой контрольной процедуры);
- контроль стабильности результатов анализа (на основе контроля стабильности среднеквадратического отклонения внутрилабораторной прецизионности, погрешности, среднеквадратического отклонения повторяемости).

10.2 Оперативный контроль процедуры анализа (выполнения измерений) *проводят:*

- при внедрении методики выполнения измерений в лаборатории;
- при появлении факторов, которые могут повлиять на стабильность процесса анализа (например, при смене партии реактивов, после ремонта прибора, при длительном промежутке времени между анализами и т.д.).

Оперативный контроль процедуры анализа проводит сам исполнитель с целью проверки его готовности к проведению анализа рабочих проб.

Оперативный контроль процедуры анализа проводят по РМГ 76-2004, МИ 2335-2003 [5] или по приложению А настоящего документа на методику.

10.3 Одной из форм ***контроля стабильности результатов анализа*** является контроль стабильности результатов анализа в пределах лаборатории с использованием контрольных карт, реализуемый

- путем контроля и поддержания на требуемом уровне погрешности результатов измерений;

- путем контроля и поддержания на требуемом уровне внутрилабораторной прецизионности;
- путем контроля и поддержания на требуемом уровне повторяемости результатов параллельных определений.

10.4 Процедуры и периодичность контроля точности (контроля стабильности) получаемых результатов измерений в пределах лаборатории проводят с учетом требований раздела 6 ГОСТ Р ИСО 5725-6 или по РМГ 76-2004, МИ 2335-2003.

Ответственность за организацию проведения контроля стабильности результатов анализа возглавляют на лицо, ответственное за систему качества в лаборатории.

10.5 Периодичность контроля исполнителем процедуры выполнения измерений, а также реализуемые процедуры контроля стабильности результатов выполняемых измерений регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории.

11 ПРОВЕРКА ПРИЕМЛЕМОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ ДЛЯ ДВУХ ЛАБОРАТОРИЙ

11.1 Проверку приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости (в двух лабораториях, m=2), проводят с учетом требований 5.3.2.1 ГОСТ Р ИСО 5725-6 по отношению к пределу воспроизводимости, приведенному в таблице 6, или к критической разности для двух среднеарифметических результатов измерений в соответствии с 5.3.2.2 ГОСТ Р ИСО 5725-6.

Расхождение между результатами измерений, полученных в двух лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости. Значения предела воспроизводимости приведены в таблице 6.

При выполнении этого условия приемлемы оба результата измерений, и в качестве окончательного может быть использовано их общее среднее значение.

При превышении предела воспроизводимости могут быть использованы методы оценки приемлемости результатов измерений согласно раздела 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6.

Таблица 6 - Диапазон измерений, значения предела воспроизводимости при доверительной вероятности P=0,95

Определяемый компонент	Диапазон измеряемых концентраций, г/кг	Предел воспроизводимости (для двух результатов измерений), ***R***
Кальций	От 0,1 до 20 включ.	$0{,}42 \cdot \overline{\overline{X}}$
$\overline{\overline{X}}$ - среднее арифметическое значение результатов анализа, полученных в двух лабораториях.		

11.2 Разрешение противоречий между результатами двух лабораторий проводят в соответствии с 5.3.3 ГОСТ Р ИСО 5725-6.

Приложение А

Алгоритмы оперативного контроля процедуры анализа

А.1 Общие положения

А.1.1 Оперативный контроль процедуры анализа осуществляет непосредственно исполнитель на основе информации, получаемой при реализации отдельно взятой контрольной процедуры с использованием средств контроля.

А.1.2 Роль средств контроля выполняют:

- образцы для контроля (АС по РМГ 60-2003, МИ 2334-2002 [6]);
- рабочие пробы с известной добавкой определяемого компонента;
- рабочие пробы стабильного состава.

А.1.3 Схема оперативного контроля процедуры анализа предусматривает:

- реализацию контрольной процедуры;
- расчет результата контрольной процедуры;
- расчет норматива контроля;
- сравнение результата контрольной процедуры с нормативом контроля;
- принятие решения по результатам контроля.

А.2 Алгоритм оперативного контроля повторяемости результатов контрольных измерений

А.2.1 Получают два результата параллельных определений любого средства контроля (по А.1.2).

А.2.2 Реализуют схему контроля повторяемости (по А.1.3), получая два результата параллельных определений. Результат контрольной процедуры равен

$$r_K = |X_1 - X_2|. \qquad (А.1)$$

Норматив контроля повторяемости равен пределу повторяемости r при n=2, значение которого приведено в таблице 5.

Проверяют условие

$$r_K \le r. \qquad (А.2)$$

А.2.3 Если условие (А.2) выполняется, то рассчитывают результат контрольной процедуры анализа как среднее арифметическое из результатов двух параллельных определений.

Если $r_K > r$, то делают повторную контрольную процедуру, получая заново два результата параллельных определений.

При повторном превышении предела повторяемости процедуру анализа прекращают и выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам.

А.3 Алгоритм оперативного контроля процедуры анализа в условиях внутрилабораторной прецизионности

А.3.1 Образцами для выполнения данной процедуры являются средства контроля по А.1.2. Объем отобранной пробы для контроля должен соответствовать удвоенному объему (массы), необходимому для проведения измерений. Отобранный объем (масса) делят на две части и анализируют в соответствии с требованиями настоящего стандарта в условиях внутрилабораторной прецизионности или различными операторами, или в различное время, или с использованием различных средств измерений и т.д., при соблюдении условий и сроков хранения проб.

А.3.2 Рассчитывают результат контрольной процедуры

$$R_{ЛК} = \left|\overline{X_1} - \overline{X_2}\right| \cdot \qquad (А.3)$$

Рассчитывают или устанавливают норматив контроля внутрилабораторной прецизионности

$$R_Л = 0{,}84 \cdot R\,, \qquad (А.4)$$

где R – значение предела воспроизводимости, приведенное в таблице 6,

$\overline{\overline{X}}$ – среднее арифметическое значение результатов, полученных в условиях внутрилабораторной (промежуточной) прецизионности.

А.3.3 Результаты, полученные в условиях внутрилабораторной прецизионности ($\overline{X_1}, \overline{X_2}$), считают удовлетворительными при условии

$$R_{ЛК} \le R_Л\,. \qquad (А.5)$$

А.3.4 При выполнении условия (А.5) общее среднее арифметическое $\overline{\overline{X}}$ представляют в качестве результата контрольной процедуры.

При невыполнении условия (А.5) измерения повторяют.

При повторном невыполнения условия (А.5) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и устраняют их.

А.4 Алгоритм контроля процедуры выполнения измерений с спользованием метода добавок

А.4.1 Контроль исполнителем процедуры выполнения измерений проводят путем сравнения результата отдельно взятой контрольной процедуры Кк с нормативом контроля Кд.

А.4.2 Результат контрольной процедуры Кк рассчитывают по формуле:

$$K_K = \left|\overline{X}' - \overline{X} - C\right|, \text{ где} \qquad (А.6)$$

$\overline{X}'$ - результат контрольного измерения массовой концентрации компонента в пробе с известной добавкой – среднее арифметическое двух

результатов параллельных определений, расхождение между которыми не превышает предела повторяемости *r*. Значение *r* приведено в таблице 5.

$\overline{X}$ - результат контрольного измерения массовой концентрации компонента в пробе без добавки - среднее арифметическое двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми не превышает предела повторяемости *r*;

С - величина добавки.

Примечание. Величина добавки должна составлять от 50 до 150 % от массовой концентрации компонента в пробе без добавки.

А.4.3 Норматив оперативного контроля Кд рассчитывают по формуле

$$K_Д = \sqrt{\left(\Delta_{л\overline{X}'}\right)^2 + \left(\Delta_{л\overline{X}}\right)^2}, \text{ где} \qquad (А.7)$$

$\Delta_{л\overline{X}'}$, $\Delta_{л\overline{X}}$ – значения характеристики погрешности результатов измерений, установленные в лаборатории при реализации методики, соответствующие массовой концентрации компонента в пробе без добавки и в пробе с добавкой соответственно.

При установлении $\Delta_П$ можно использовать примечание в разделе 10.3 настоящего документа.

А.4.4 Качество контрольной процедуры признают удовлетворительным, при выполнении условия:

$$Кк \le Кд . \qquad (А.8)$$

При невыполнении условия (А.8) эксперимент повторяют.

При повторном невыполнении условия (А.8) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам.

А.5 Алгоритм оперативного контроля процедуры выполнения измерений с использованием образцов для контроля

А.5.1 Образцами для контроля являются рабочие пробы с отсутствием данного компонента или малой концентрацией компонента, в которые введена точная концентрация искомого компонента (аттестованная характеристика – *С*). Компонент концентрации *С* вводят в пробу до стадии пробоподготовки.

А.5.2 Алгоритм проведения контроля точности с применением образцов для контроля состоит в сравнении результата контрольной процедуры $К_к$, равного разности между результатом контрольного измерения

аттестованной характеристики в образце для контроля – X и его аттестованным значением – C, с нормативом оперативного контроля точности – K.

Результат контрольной процедуры равен

$$K_K = \left|\overline{X} - C\right|. \qquad \text{(А.9)}$$

Норматив контроля точности К рассчитывают по формуле:

$$К = \Delta_П = 0{,}84 \cdot \Delta = 0{,}0084 \cdot \delta \cdot \overline{X}, \qquad \text{(А.10)}$$

где значение δ приведено в таблице 1.

А.5.3 Точность контрольного измерения признают удовлетворительной, если:

$$Кк \le К. \qquad \text{(А.11)}$$

При невыполнении условия (А.11) эксперимент повторяют.

При повторном невыполнении условия (А.11) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам.

ПРИЛОЖЕНИЕ Б

Выполнение измерений с использованием КОМПЛЕКСА ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИЧЕСКОГО СТА (с программным обеспечением AnCa) для определения массовой концентрации кальция

Анализатор СТА готовят к работе в соответствии с «Руководством пользователя» и паспортом на данный прибор, устанавливают электроды по трехэлектродной схеме подключения:

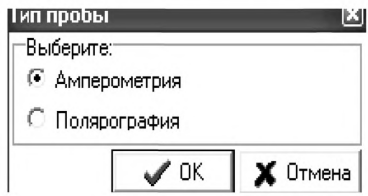
- графитовый (катод), подготовленный по 7.4.1 – в гнездо РЭ,
- хлорсеребряный (анод), подготовленный по 7.4.2. – в гнездо ХСЭ.
- платиновый (вспомогательный), подготовленный по 7.4.3 – в гнездо ВспЭ

Стаканчики с пробой анализируемого объекта, подготовленные для измерения по разделу «Подготовка пробы», помещают в электрохимическую ячейку, опускают электроды.

Для проведений измерений по 8 загружают файл «AnCa» в котором устанавливают следующие параметры измерения:

Загружают файл «AnCa».

Для установки параметров титрования в программе выбирают пункт «Амперометрия»

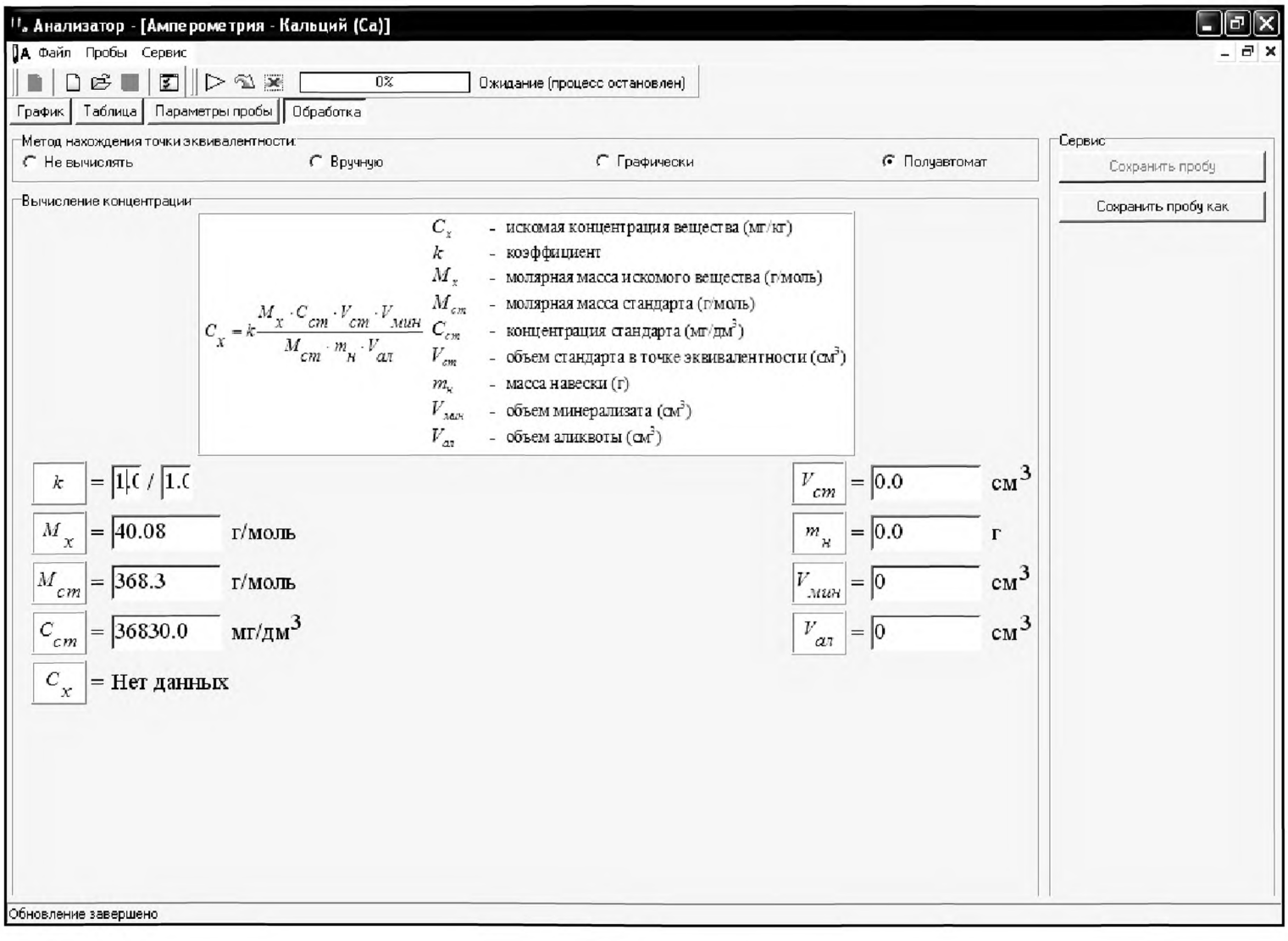


В окне 

выбирают либо работу с шаблоном «СОЗДАТЬ ПРОБУ, ИСПОЛЬЗУЯ ШАБЛОН» (для проверки графитового электрода), либо «СОЗДАТЬ НОВУЮ ЧИСТУЮ ПРОБУ» (для создания новых параметров для каждой отдельной пробы).

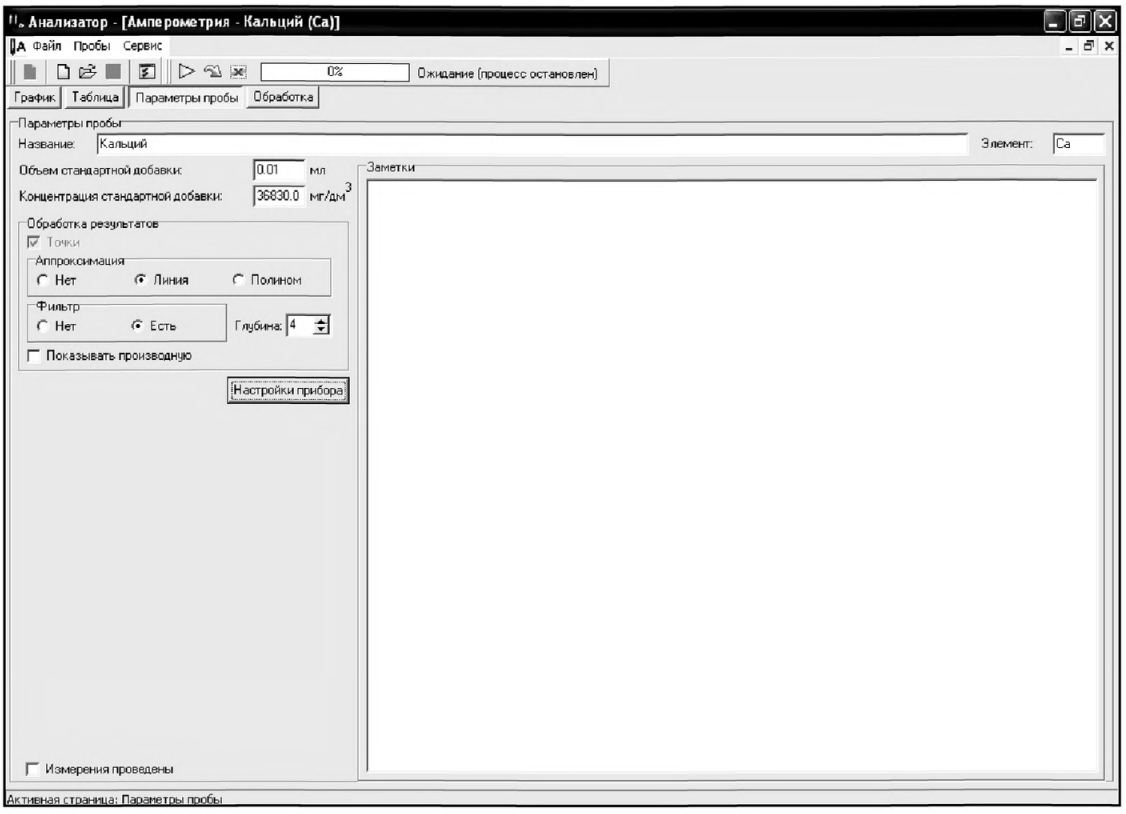
В открывшемся окне выбирают вкладку «Обработка» и заполняют форму.

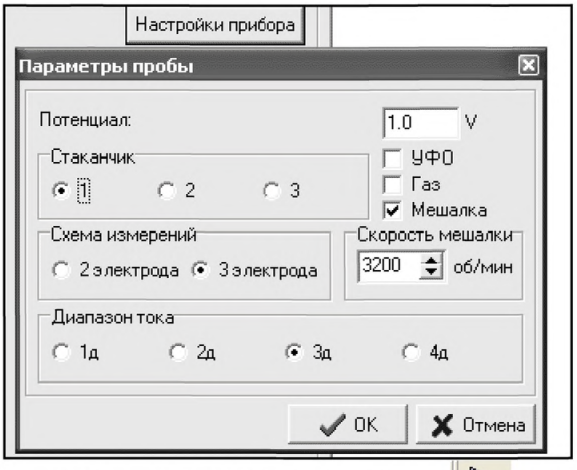
В таблице для каждой активной ячейки указывают: массу навески или объем пробы, объем минерализата, пошедший на растворение озолённой пробы, и объем аликвотной части подготовленной к анализу пробы. Так же указывают молярные массы самого кальция и титранта.



Далее переходят в поле «ПАРАМЕТРЫ ПРОБЫ» где заполняют окно «НАСТРОЙКИ ПРИБОРА»

Одновременно рекомендуется проводить измерения двух параллельных и одной холостой пробы в трех стаканчиках.

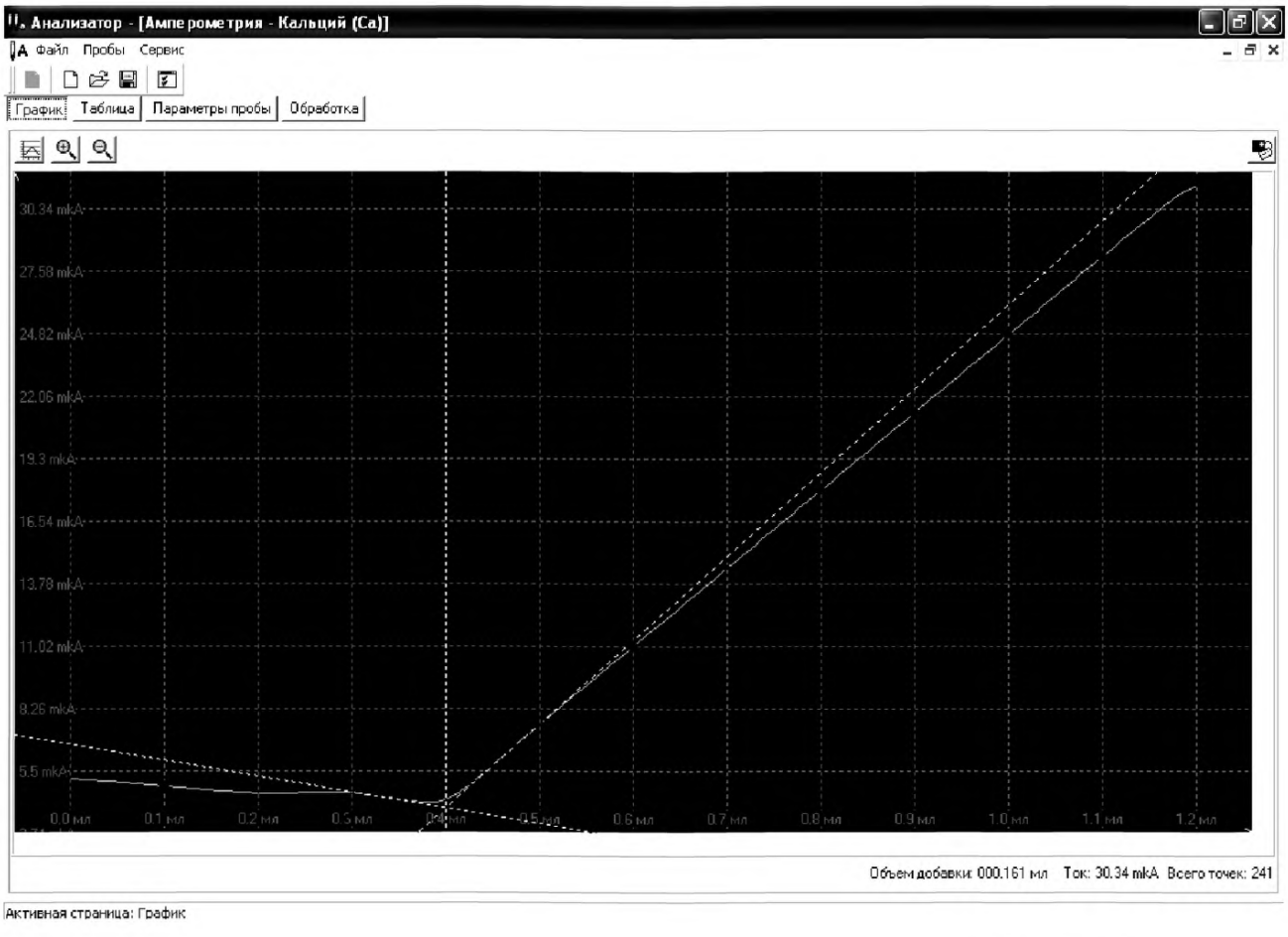




Для начала титрования запускают команду . После того как зафиксируется первая точка, с помощью дозатора делают добавку титранта и запускают команду .

Результаты титрования автоматически выводятся на графике во вложенном окне «ГРАФИК» и в таблице во вложенном окне «ТАБЛИЦА».

Титрование закачивают в случае, когда на графике наблюдается изменение наклона кривой.



По окончанию титрования, пользователь в окне «ОБРАБОТКА» выставляет метод нахождения точки эквивалентности.



После этого в окне «ОБРАБОТКА» в строке C_x автоматически считается концентрация кальция в пробе

ПРИЛОЖЕНИЕ В

(Информационное)

Библиография

[1] ТУ 4215-001-20694097-98 Комплекс аналитический вольтамперометрический СТА. Технические условия

[2] ТУ 64-1.873-76 Щипцы тигельные. Технические условия

[3] ТУ 6-09-1181-78 Бумага индикаторная универсальная

[4] ТУ 25-1173.103-84 Вода бидистиллированная. Технические условия

[5] РМГ 76-2004, МИ 2335 - 2003 Рекомендация. ГСИ. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа

[6] РМГ 60-2003, МИ 2334-2002 Рекомендация. ГСИ. Смеси аттестованные. Порядок разработки, аттестации и применения

[7] ТУ 6-09-1181-78 Бумага индикаторная универсальная

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

РАЗРАБОТЧИКИ:

1. Слепченко Г.Б. – д.х.н., с.н.с. НИЛ микропримесей Томского политехнического университета, директор ООО «ВНПФ «ЮМХ»;
2. Дубова Н.М. – к.х.н., доцент каф. ФАХ Томского политехнического университета.
3. Пикула Н.П. - к.х.н., доцент каф. ФАХ ТПУ, эксперт Госстандарта по аккредитации аналитических лабораторий.
4. Моисеева Е.С.- к.х.н., н.с. микропримесей Томского политехнического университета.

© ООО «Внедренческая научно-производственная фирма «ЮМХ»

(382-2) 563-860, 563-572,

microlab@tpu.ru, gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru