Методика внесена в Государственный Реестр методик выполнения измерений, применяемых в сферах распространения государственного метрологического контроля и надзора

ФР.1.39.2001.00253

МУ 08-47/084

(по реестру аккредитованной метрологической службы)

МЕТОДИКА КОЛИЧЕСТВЕННОГО ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА ПРОБ СРЕДСТВ ГИГИЕНЫ ПОЛОСТИ РТА НА СОДЕРЖАНИЕ ЦИНКА, КАДМИЯ, СВИНЦА, МЕДИ И РТУТИ МЕТОДОМ ИНВЕРСИОННОЙ ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИИ

Издание второе. С изменением №1

Томск – 2004

gost.e-ecolog.ru

ГОСУДАРСТВЕННОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ПРОФЕССИОНАЛЬНОГО ОБРАЗОВАНИЯ

ТОМСКИЙ ПОЛИТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ

ООО «ВНЕДРЕНЧЕСКАЯ НАУЧНО-ПРОИЗВОДСТВЕННАЯ ФИРМА «ЮМХ»

АККРЕДИТОВАННАЯ МЕТРОЛОГИЧЕСКАЯ СЛУЖБА ТПУ

(аттестат об аккредитации № РОСС RU 01.00143-03 от 24.12.01)

СВИДЕТЕЛЬСТВО ОБ АТТЕСТАЦИИ МВИ

№ 08-47/084 А

(взамен 08-47/084)

Методика выполнения измерений массовой концентрации цинка, кадмия, свинца, меди и ртути методом инверсионной вольтамперометрии, разработанная в Томском политехническом университете и ООО «ВНП Ф «ЮМХ» и регламентированная в МУ 08-47/084 (по реестру аккредитованной метрологической службы Томского политехнического университета) с Изменением №1

МЕТОДИКА КОЛИЧЕСТВЕННОГО ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА ПРОБ СРЕДСТВ ГИГИЕНЫ ПОЛОСТИ РТА НА СОДЕРЖАНИЕ ЦИНКА, КАДМИЯ, СВИНЦА, МЕДИ И РТУТИ МЕТОДОМ ИНВЕРСИОННОЙ ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИИ

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 Значения характеристик относительной погрешности (и ее составляющих) результатов определения содержания цинка, кадмия, свинца, меди и ртути в пробах средств гигиены полости рта методом инверсионной вольтамперометрии при P=0,95

Наименование определяемого элемента	Диапазон определяемых концентраций мг/кг (зубные пасты); мг/дм^3 (зубные эликсиры)	Характеристика погрешности (границы интервала, в котором погрешность находится с заданной вероятностью), $\pm\delta$, %	Характеристика случайной составляющей погрешности (среднеквадратическое отклонение случайной составляющей) σ_R, %	Характеристика систематической составляющей погрешности (границы интервала, в котором систематическая составляющая погрешности находится с заданной вероятностью), $\pm\delta_c$, %
ЦИНК	от 0,03 до 1,0 включ.	33	13	19
КАДМИЙ	от 0,01 до 0,5 включ.	29	13	13
СВИНЕЦ	от 0,01 до 0,4 включ.	28	13	10
МЕДЬ	от 0,1 до 2,0 включ.	33	13	18
РТУТЬ	от 0,1 до 2,0 включ.	36	13	22

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

Наименование определяемого элемента	Диапазон определяемых концентраций мг/кг (зубные пасты); мг/дм^3 (зубные эликсиры)	Предел повторяемости (для двух результатов параллельных определений), r	Предел воспроизводимости (для двух результатов измерений), R
ЦИНК	от 0,03 до 1,0 включ.	$0,28 \cdot \overline{X}$	$0,36 \cdot \overline{\overline{X}}$
КАДМИЙ	от 0,01 до 0,5 включ.		
СВИНЕЦ	от 0,01 до 0,4 включ.		
МЕДЬ	от 0,1 до 2,0 включ.		
РТУТЬ	от 0,1 до 2,0 включ.		

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

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

3 Дата выдачи свидетельства 1 октября **2004 г**

Метролог метрологической
службы ТПУ

_____ Н.П.Пикула
« 1 » октября 2004 г.

«СОГЛАСОВАНО»
Главный метролог ТПУ

_____ Е.Н.Рузаев
"___" _____ 2004 г.

«СОГЛАСОВАНО»
Зам.директора по метрологии
ФГУ "Томский ЦСМ",
Руководитель органа ГМС

_____ М.М.Чухланцева
"___" _____ 2004 г.

«УТВЕРЖДАЮ»
Проректор по НР ТПУ

_____ В.А.Власов
"___" _____ 2004 г.

«УТВЕРЖДАЮ»
Директор ООО «ВНПФ «ЮМХ»

_____ Г.Б.Слепченко
"___" _____ 2004 г.

ГОСУДАРСТВЕННОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ПРОФЕССИОНАЛЬНОГО ОБРАЗОВАНИЯ

ТОМСКИЙ ПОЛИТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ

ООО «ВНЕДРЕНЧЕСКАЯ НАУЧНО-ПРОИЗВОДСТВЕННАЯ ФИРМА «ЮМХ»

АККРЕДИТОВАННАЯ МЕТРОЛОГИЧЕСКАЯ СЛУЖБА ТПУ

(аттестат об аккредитации № РОСС RU 01.00143-03 от 24.12.01)

«УТВЕРЖДАЮ»
Проректор по НР ТПУ

_____ В.А.Власов
"___" _____ 2004 г.

«УТВЕРЖДАЮ»
Директор ООО «ВНПФ «ЮМХ»

_____ Ю.Спиридонко
" 1 " октября 2004 г.

Методика внесена в Государственный Реестр методик выполнения измерений, применяемых в сферах распространения государственного метрологического контроля и надзора

ФР.1.39.2001.00253

МУ 08-47/084
(по реестру аккредитованной метрологической службы)

МЕТОДИКА КОЛИЧЕСТВЕННОГО ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА ПРОБ СРЕДСТВ ГИГИЕНЫ ПОЛОСТИ РТА НА СОДЕРЖАНИЕ ЦИНКА, КАДМИЯ, СВИНЦА, МЕДИ И РТУТИ МЕТОДОМ ИНВЕРСИОННОЙ ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИИ

Издание второе. С изменением №1

«СОГЛАСОВАНО»
Метролог метрологической службы ТПУ

_____ Н.П.Пикула
« 1 » октября 2004 г

Томск - 2004

1 НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Методика предназначена для анализа проб средств гигиены полости рта (зубных паст, эликсиров и др.) и устанавливает порядок определения массовых концентраций цинка, кадмия, свинца, меди и ртути методом инверсионной вольтамперометрии (ИВ).

Методика применяется для определения цинка, кадмия, свинца, меди и ртути в диапазонах содержаний определяемых элементов, указанных в таблице 1.

Если содержание элемента в пробе выходит за верхнюю границу диапазона определяемых содержаний, допускается уменьшение навески пробы или разбавление подготовленной к измерению пробы (до 10 раз). Если содержание элемента в пробе выходит за нижнюю границу диапазона определяемых содержаний, то допускается увеличение навески пробы (до 10 раз) или времени электронакопления.

Химические помехи, влияющие на результаты определения массовой концентрации ртути, устраняются путем обработки пробы азотной кислотой и пероксидом водорода.

Химические помехи, влияющие на результаты определения массовых концентраций цинка, кадмия, свинца и меди, устраняются с помощью минерализации путем сочетания “сухого” и “мокрого” озоления.

При использовании вольтамперометрических анализаторов типа СТА химические помехи, влияющие на результаты определения массовых концентраций цинка, кадмия, свинца и меди, устраняются за счет встроенной лампы ультрафиолетового облучения (УФ), при помощи которой проводится дополнительное устранение помех в присутствии муравьиной кислоты в сочетании с УФ-облучением.

(Измененная редакция, Изм. №1)

2 ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОГРЕШНОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

При соблюдении всех регламентируемых условий и проведении измерений в точном соответствии с методикой анализа пределы возможных значений характеристик относительной погрешности (и ее составляющих) результатов анализа проб средств гигиены полости рта для всего диапазона определяемых содержаний элементов при доверительной вероятности P=0,95 не превышают значений, приведенных в таблице 1.

Т а б л и ц а 1 - Значения характеристик относительной погрешности (и ее составляющих) результатов определения содержания цинка, кадмия, свинца, меди и ртути в пробах средств гигиены полости рта методом инверсионной вольтамперометрии при P=0,95

Наименование определяемого элемента и диапазон измеряемых содержаний, мг/кг (зубные пасты); мг/дм^3 (зубные эликсиры)	Характеристика погрешности (границы интервала, в котором погрешность находится с заданной вероятностью), $\pm\delta$, %	Характеристика случайной составляющей погрешности (среднеквадратическое отклонение случайной составляющей) $\sigma\left(\overset{0}{\delta}\right)$, %	Характеристика систематической составляющей погрешности (границы интервала, в котором систематическая составляющая погрешности находится с заданной вероятностью), $\pm\delta_c$, %
ЦИНК от 0,03 до 1,0 включ.	33	13	19
КАДМИЙ от 0,01 до 0,5 включ.	29	13	13
СВИНЕЦ от 0,01 до 0,4 включ.	28	13	10
МЕДЬ от 0,1 до 2,0 включ.	33	13	18
РТУТЬ от 0,1 до 2,0 включ.	36	13	22

3 СУЩНОСТЬ МЕТОДИКИ

Методика основана на проведении инверсионно-вольтамперометрического измерения раствора пробы после ее предварительной подготовки.

Предварительная подготовка проб средств гигиены полости рта для определения массовых концентраций цинка, кадмия, свинца и меди основана на полном разложении органических веществ путем сжигания пробы в электропечи при контролируемом температурном режиме с добавлением азотной кислоты и пероксида водорода перед “сухим” озолением с последующим растворением “сухого” минерализата в растворе фонового электролита.

Предварительная подготовка проб средств гигиены полости рта для определения массовой концентрации ртути основана на переводе всех форм и соединений ртути в анализируемой пробе в раствор в виде ртути двухвалентной при действии азотной кислоты и пероксида водорода.

Метод ИВ-измерений основан на способности элементов, сконцентрированных на индикаторном электроде, электрохимически растворяться при определенном потенциале, характерном для данного элемента. Регистрируемый максимальный анодный ток элемента прямо пропорционально зависит от концентрации определяемого элемента.

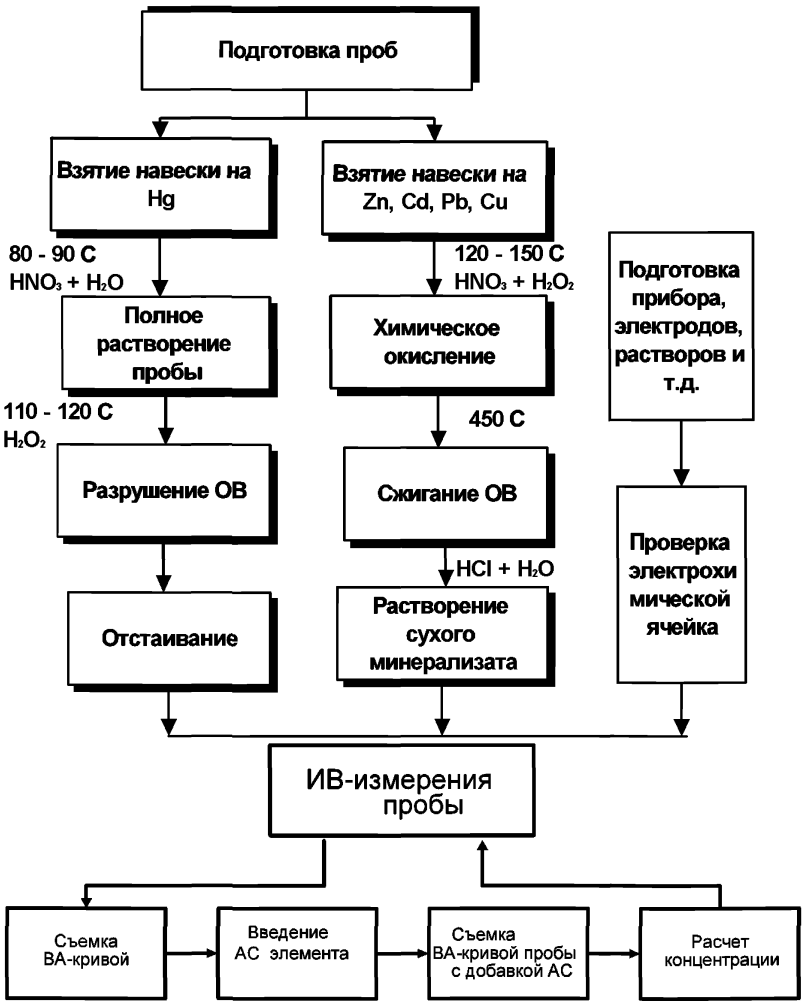
Процесс электроосаждения цинка, кадмия, свинца и меди из раствора подготовленной пробы на индикаторном ртутно-пленочном электроде проходит при потенциале электролиза, равном (-1,4 В) относительно хлорсеребряного электрода (ХСЭ), в течение заданного времени электролиза (10 - 120 с). Процесс электрорастворения элементов с поверхности электрода и регистрация аналитических сигналов на вольтамперограмме (ВА-кривой) проводится при линейно меняющемся потенциале от (-1,2) В до (+0,10) В относительно ХСЭ при заданной чувствительности прибора.

Потенциалы максимумов регистрируемых анодных пиков (аналитических сигналов) *Zn, Cd, Pb, Cu* на фоне муравьиной кислоты (с использованием комплекса вольтамперометрического СТА с УФ-облучением) или на фоне хлористоводородной кислоты (с использованием серийных полярографов без УФ-облучения) соответственно равны (-0,9 ± 0,1) В;
(-0,6 ± 0,1) В; (-0,4 ± 0,1) В; (-0,05 ± 0,10) В.

Процесс электроосаждения ртути из раствора подготовленной пробы на индикаторном золотографитовом электроде проходит при потенциале электролиза, равном 0,0 В относительно хлорсеребряного электрода, в течение заданного времени электролиза (2 – 10 мин.). Процесс электрорастворения ртути с поверхности электрода и регистрация аналитического сигнала анодного пика на вольтамперограмме проводится при линейно-меняющемся (в сторону положительных значений) потенциале при заданной чувствительности прибора. Потенциал максимума анодного тока (пика) ртути на фоне хлорной кислоты равен (+0,60 ± 0,05) В.

Массовые концентрации элементов в пробе определяют методом добавок аттестованных смесей (АС) элементов.

Схема анализа проб средств гигиены полости рта на содержание цинка, кадмия, свинца, меди и ртути состоит из следующих этапов:



Абзац 3, схема (Измененная редакция, Изм. №1)

4 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

4.1.1 При выполнении анализов необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами.

4.1.2 Электробезопасность при работе с электроустановками.

4.1.3 Аналитические лаборатории должны быть оснащены вентиляционными системами по ГОСТ 12.4.021.

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

4.1.5 При работе с установками ультрафиолетового облучения использовать вытяжной шкаф и защитные очки.

5 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ИСПОЛНИТЕЛЯ

Анализ по данной методике может проводить химик-аналитик, владеющий техникой ИВ-метода анализа и изучивший инструкцию по эксплуатации полярографа или вольтамперометрического анализатора.

6 ОТБОР И ХРАНЕНИЕ ПРОБ

Метод отбора и хранения проб должен быть указан в нормативно-технической документации для данной группы однородной продукции.

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

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

7.1 Средства измерений и вспомогательное оборудование

7.1.1 Полярограф (РА-2, ПУ-1 или другой) в комплекте с двухкоординатным самописцем и цифровым вольтметром типа Ф-203 по ТУ 25-04-1696-75;

или комплекс вольтамперометрический СТА по ТУ 4215-001-20694097-98 (приложение А);

или АМВ, ТА-1, СУЛЬФАТ-1-01, СВА-1ВМ, АВА-1 и др.

Допускается использовать другое оборудование и приборы, позволяющие воспроизводить метрологические характеристики, указанные в данной методике анализа.

7.1.2 Электролитическая ячейка, или датчик, в состав которых входят:
Электроды:

- индикаторный электрод:

1) золотографитовый на основе графита, стеклоуглерода или других материалов (для определения ртути);

2) ртутно-пленочный электрод на серебряной подложке с толщиной пленки ртути 10...20 мкм и рабочей поверхностью 0,03 - 0,2 $см^3$ и сопротивлением не более 0,5 кОм (для определения цинка, кадмия, свинца и меди).

- электрод сравнения – хлорсеребряный, заполненный раствором хлорида калия концентрации 1,0 моль/$дм^3$, с сопротивлением не более 3,0 кОм;
- сменные стаканчики из кварцевого стекла вместимостью 15,0 - 20,0 $см^3$;
- Приспособления для перемешивания раствора:

- магнитная мешалка или стеклянная трубка с оттянутым концом для подвода инертного газа или вибрирующий электрод.

7.1.3 Редуктор по ГОСТ 5381 с манометром (140 ± 1) атм. по ГОСТ 8625 (при использовании инертного газа).

7.1.4 Мешалка магнитная типа ММ (Польша) и стержень (мешалка), изготовленный из железной проволоки длиной 10 – 15 мм, толщиной 1 мм, герметично впаянный в термостойкую стеклянную трубку.

7.1.5 Весы лабораторные аналитические общего назначения с наибольшим пределом взвешивания 200 г, 2-го класса точности по ГОСТ 24104.

7.1.6 Шланги полиэтиленовые или резиновые для подвода газа к ячейке (при использовании инертного газа).

7.1.7 Плитка электрическая с закрытой спиралью по ГОСТ 14919 или других марок.

7.1.8 Муфельная печь типа ПМ-8 или МР-64-0215 по ГОСТ 9736;

или комплекс пробоподготовки “Темос-Экспресс” с диапазоном рабочих температур от 50 ^{0}С до 650 ^{0}С с погрешностью ±15 ^{0}С (изготовитель ООО “ИТМ”, г.Томск);

или электропечь сопротивления камерная лабораторная, обеспечивающая поддержание заданного температурного режима от 150 до 600^{0}С, с погрешностью ±25 ^{0}С.

7.1.10 Щипцы тигельные ЩТ по ТУ 64-1.973-76.

7.1.11 Линейка чертежная мерительная по ГОСТ 17435.

7.1.12 Фильтры обеззоленные по ТУ 6-09-1678-86.

7.1.13 Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

7.1.14 Бумага масштабно-координатная.

7.2 Посуда

7.2.1 Пипетки мерные лабораторные стеклянные 2-го класса точности вместимостью 0,1; 1,0; 2,0; 5,0; 10,0 $см^3$ по ГОСТ 29227.

7.2.2 Дозаторы пипеточные емкостью 0,01 - 1,00 $см^3$ (10-1000 мкл) типа П1 или другого типа.

7.2.3 Стаканчики из кварцевого стекла марок КУ-1, КУ-2, КУВИ, *Suprasil* объемом 15,0 - 20,0 $см^3$.

7.2.4 Крышки из термостойкого стекла конусообразной формы, диаметром 25 – 35 мм, высотой 20 - 25 мм.

7.2.5 Посуда мерная лабораторная стеклянная 2-го класса точности по ГОСТ 1770: колбы наливные вместимостью 25,0, 50,0 и 100,0 $см^3$; цилиндры вместимостью 10,0 $см^3$ или пробирки мерные вместимостью 10,0; 15,0 $см^3$.

7.2.6 Эксикатор по ГОСТ 21400.

7.2.7 Сборник (специальная емкость) для слива растворов ионов золота и ртути.

7.2.8 Крышки-дефлегматоры для стаканчиков из термостойкого стекла конусообразной формы диаметром 25 – 35 мм, высотой 20 – 25 мм.

7.2.9 Палочки стеклянные по ГОСТ 21400.

7.3 Реактивы и материалы

7.3.1 Государственные стандартные образцы состава растворов ионов цинка, кадмия, свинца, меди и ртути с погрешностью не более 1 % отн. при P = 0,95. Концентрация элемента в стандартном образце должна быть не менее 0,1 мг/$см^3$ и не более 10,0 мг/$см^3$.

Например, Государственные стандартные образцы состава растворов ионов:

- цинка ГСО 6085-91, ГСО 5237-90, ГСО 6084-91;
- кадмия ГСО 6690-93; ГСО 5222-90; ГСО 6070-91;
- свинца ГСО 6077-91; ГСО 5232-90; ГСО 6078-91;
- меди ГСО 2294-89П; ГСО 5227-90; ГСО 6073-91;
- ртути ГСО 3497-86; и др.

7.3.2 Ртуть (II) азотнокислая 1-водная по ГОСТ 4520.

7.3.3 Цинк сернокислый 7-водный по ГОСТ 4174.

7.3.4 Кадмий сернокислый 8/3-водный по ГОСТ 4456.

7.3.5 Свинец азотнокислый по ГОСТ 4236.

7.3.6 Медь сернокислая 5-водная по ГОСТ 4165.

7.3.7 Стандартный образец состава раствора иона золота (ГСОРМ-14) ГСО 3398-90П концентрации 0,1 мг/$см^3$.

7.3.8 Кислота азотная концентрированная по ГОСТ 11125-84 осч или по ГОСТ 4461- 77 хч.

7.3.9 Кислота серная концентрированная по ГОСТ 14262 ос.ч или по ГОСТ 4204 х.ч.

7.3.10 Кислота хлорная по ТУ 6-09-2878-84 х.ч.

7.3.11 Кислота муравьиная концентрированная по ГОСТ 5848-73 х.ч.

7.3.12 Кислота соляная (хлористоводородная) концентрированная по ГОСТ 14261 ос.ч или по ГОСТ 3118-77 х.ч.

7.3.13 Вода бидистиллированная по ТУ 6-09-2502-77, а также 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 $дм^3$ дистиллированной воды).

7.3.14 Пероксид водорода по ГОСТ 10929.

7.3.15 Калий хлористый по ТУ 6-09-3678-74 ос.ч.

7.3.16 Натрий двууглекислый по ГОСТ 2156.

7.3.17 Ртуть металлическая по ГОСТ 4658.

7.3.19 Азот газообразный по ГОСТ 9293 или другой инертный газ (аргон, гелий) - при использовании инертного газа.

7.3.20 Бумага индикаторная универсальная.

Все реактивы должны быть квалификации ОС.Ч или Х.Ч. Реактивы по 7.3.2 - 7.3.6 применяются при отсутствии стандартных образцов.

7.1.9, 7.3.18 (Удален, Изм.№1)
7.2.8 (Добавлено, Изм. №1)

8 УСЛОВИЯ ВЫПОЛНЕНИЯ АНАЛИЗА

8.1 Измерения проводятся в нормальных лабораторных условиях:

- Температура окружающего воздуха $(25 \pm 10)^{o}C$;
- Атмосферное давление (97 ± 10) кПа;
- Относительная влажность (65 ± 15) %;
- Частота переменного тока (50 ± 5) Гц;
- Напряжение в сети (220 ± 10) В.

8.2 Конкретные условия регистрации аналитических сигналов определяемого элемента приведены в разделах 9,10 настоящей методики.

9 ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

9.1 Подготовка приборов к работе

Подготовку и проверку полярографа или вольтамперометрического анализатора (СТА, АМВ, АВА-1, ТА-1 и др.), самописца и цифрового вольтметра или компьютера производят в соответствии с инструкцией по эксплуатации и техническому описанию соответствующих приборов.

9.1.1 Устанавливают следующий режим работы приборов для определения ртути:

- двухэлектродную систему измерений;
- постояннотоковый режим регистрации вольтамперограмм;
- поляризующее напряжение для электронакопления ртути и золота (0,00 ± 0,05) В;
- потенциал начала регистрации вольтамперной кривой: 0,00 В;
- конечное напряжение развертки: +0,90 В;
- скорость линейного изменения потенциала 30 - 40 мВ/с;
- чувствительность прибора при регистрации вольтамперограммы $2 \cdot 10^{-9} \div 2 \cdot 10^{-6}$ А/мм (в зависимости от содержания элемента в анализируемой пробе и поверхности электрода);
- время электролиза 2 - 10 мин (в зависимости от содержания элемента в пробе).

9.1.2 Устанавливают следующий режим работы приборов для определения цинка, кадмия, свинца и меди:

- двухэлектродную систему измерений;
- постояннотоковый режим регистрации вольтамперограмм;
- поляризующее напряжение для электронакопления элементов: -1,4 В;
- потенциал начала регистрации вольтамперной кривой -1,2 В;
- конечное напряжение развертки: +0,10 В;
- потенциал очистки электрода: +0,05 В;
- время растворения: 20 с;
- скорость линейного изменения потенциала 80÷100 мВ/с;
- чувствительность прибора при регистрации вольтамперограммы $4 \cdot 10^{-9} \div 4 \cdot 10^{-7}$ А/мм (в зависимости от содержания элемента в анализируемой пробе);
- время электролиза 10...120 с (в зависимости от диапазона определяемых концентраций).

9.2 Подготовка лабораторной посуды

9.2.1 Новую лабораторную стеклянную посуду, сменные наконечники дозаторов, пипетки промывают раствором соды (*NaHCO3*), а затем азотной кислотой и многократно - бидистиллированной водой. Кварцевые стаканчики дополнительно обрабатывают 0,1 - 0,3 $см^3$ концентрированной серной кислоты, нагревают на плитке до прекращения выделения паров кислоты и прокаливают в муфельной печи при температуре 500 °С – 600 °С в течение 20 - 25 мин.

Сменные кварцевые стаканчики хранят закрытыми калькой или в эксикаторе в сухом виде.

9.2.2 Проверку стаканчиков для анализа на чистоту проводят путем регистрации вольтамперограмм в растворе фонового электролита (по 10.1 или 10.2) после многократного ополаскивания их бидистиллированной водой и фоновым электролитом.

Оптимальными являются такие качества реактивов и чистота посуды, когда получают аналитические сигналы элементов в фоновом электролите, которые равны или менее 2 мм .

9.3 Приготовление и проверка работы индикаторного электрода и электрода сравнения

9.3.1 Подготовка индикаторного золотографитового электрода (ЗГЭ) (для определения ртути)

ЗГЭ представляет собой графитовый торцевой электрод с нанесенной на него пленкой золота. Графитовый торцевой электрод (ГЭ) изготавливают из пропитанного различными веществами графитового стержня с диаметром рабочей поверхности (3 – 5 мм). Перед работой электрод шлифуют на фильтре и ополаскивают бидистиллированной водой. Нанесение пленки золота на торец ГЭ производится электролизом раствора ионов золота (III) непосредственно при анализе.

9.3.2 Подготовка индикаторного ртутно-пленочного электрода (для определения цинка, кадмия, свинца и меди)

Индикаторный ртутно-пленочный электрод представляет собой полиэтиленовый или фторопластовый стержень с запрессованной серебряной проволокой диаметром 0,8 мм длиной 5...7 мм, площадь поверхности составляет около 0,2 $см^2$. Для подготовки электрода к работе на поверхность серебра наносят пленку ртути толщиной 10...20 мкм. Покрытие ртутью производят путем опускания рабочей части поверхности электрода (серебряной проволоки) в металлическую ртуть на 1 – 2 с, затем ртуть растирают фильтровальной бумагой для равномерного ее распределения по всей поверхности серебра. Электрод промывают бидистиллированной водой. Процедуру амальгамирования рабочей поверхности электрода по-

вторяют по мере необходимости, например, при появлении незаамальгамированных участков на поверхности электрода. При образовании серой пленки на поверхности электрода - пленку удаляют фильтровальной бумагой.

После проведения анализа электроды ополаскивают бидистиллированной водой. Хранят в стаканчике с бидистиллированной водой.

При подготовке индикаторного ртутно-пленочного электрода следует соблюдать технику безопасности при работе со ртутью.

9.3.3 Подготовка к работе электрода сравнения

В качестве электрода сравнения используют хлорсеребряный электрод, заполненный раствором хлорида калия концентрации 1,0 моль/дм^3. Новый электрод сравнения заполняют одномолярным раствором хлорида калия, закрывают пробкой отверстие и выдерживают не менее 2 часов для установления равновесного значения потенциала при первом заполнении. После проведения анализов электрод хранят, погрузив его в одномолярный раствор хлорида калия.

9.3.4 Проверку работы индикаторных электродов и электродов сравнения проводят в соответствии с 10.1 или 10.2 настоящей методики.

9.4 Приготовление растворов

ОСНОВНЫЕ РАСТВОРЫ И АТТЕСТОВАННЫЕ СМЕСИ, ИСПОЛЬЗУЕМЫЕ ДЛЯ ОЦЕНКИ СОДЕРЖАНИЯ ЭЛЕМЕНТОВ В ПРОБЕ

9.4.1 Основные растворы, содержащие по 100,0 мг/дм^3 цинка, кадмия, свинца, меди и ртути:

а) Основным раствором может служить ГСО этих элементов с содержанием 100,0 мг/дм^3;

б) Приготовление из государственных стандартных образцов состава растворов с аттестованными концентрациями элементов 1000,0 мг/дм^3

В мерные колбы вместимостью 50,0 см^3 вводят по 5,0 см^3 стандартных образцов состава цинка, кадмия, свинца, меди и ртути (каждого элемента в отдельную колбу), 0,5 см^3 концентрированной азотной кислоты (для ртути) или хлористоводородной кислоты (для остальных элементов) и доводят объем до метки бидистиллированной водой. Полученные растворы содержат по 100,0 мг/дм^3 ионов цинка, кадмия, свинца, меди и ртути.

Рекомендуется использовать инструкцию по применению государственных стандартных образцов.

в) Приготовление из солей элементов при отсутствии ГСО

Приготовление из солей цинка, кадмия, свинца, меди и ртути (по ГОСТ 4212):

На аналитических весах берут навески (таблица 2) соответствующих солей с точностью до 0,0002 г. В мерные колбы вместимостью 100,0 $см^3$ количественно переносят навески солей соответствующих металлов; добавляют с помощью мерной пипетки рекомендуемое в таблице 2 количество требуемой кислоты и примерно 30,0 $см^3$ бидистиллированной воды, растворяют навески солей металлов; растворы в колбах доводят до меток бидистиллированной водой.

Таким образом, получают растворы с содержанием 1000,0 $мг/дм^3$ ионов соответствующего элемента.

Для приготовления основного раствора с содержанием 100,0 $мг/дм^3$ из раствора с содержанием 1000,0 $мг/дм^3$ с помощью пипетки берут аликвоту объемом 5,0 $см^3$, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 50,0 $см^3$, вносят туда же 0,5 $см^3$ концентрированной азотной или серной кислоты (таблица 2) и доводят объем до метки бидистиллированной водой.

Основные растворы элементов устойчивы в течение 6 месяцев. Погрешность приготовления данных растворов не превышает 2%отн.

Т а б л и ц а 2 - Массы навесок реактивов для приготовления ОР

Реактив	Навеска, г	Предварительная подготовка реактива	Добавляемое количество кислоты
$ZnSO_4 \cdot 7H_2O$	0,4398	---	0,5см^3 H_2SO_4 конц.
$CdSO_4 \cdot 8/3H_2O$	0,2281	---	0,5см^3 H_2SO_4 конц.
$Pb(NO_3)_2$	0,1600	высушивают при 105°С	1,0 см^3 HNO_3 конц.
$CuSO_4 \cdot 5H_2O$	0,3929	---	1,0 см^3 H_2SO_4 конц.
$Hg(NO_3)_2 \cdot H_2O$	0,1708	----	1,0 см^3 HNO_3 конц.

9.4.2 Приготовление аттестованных смесей элементов.

Аттестованные смеси серий АС-1, АС-2, АС-3 с содержанием по 10,0; 1,0; 0,25 $мг/дм^3$ (для всех элементов) готовят соответствующими разбавлениями растворов в мерных колбах вместимостью 50,0; 25,0 $см^3$ и мерных пробирках емкостью 10,0 $см^3$ бидистиллированной водой (для ртути) или 0,1 $моль/дм^3$ хлористоводородной кислотой (для остальных элементов) согласно таблице 3.

Таблица 3 - Приготовление аттестованных смесей (АС) элементов

Концентрация исходного раствора для приготовления АС, мг/дм^3	Отбираемый объем для приготовления АС, см^3	Объем мерной посуды, см^3	Концентрация приготовленной АС, мг/дм^3	Код раствора
100,0	5,00	50,0	10,00	АС-1
10,0	2,50	25,0	1,00	АС-2
1,00	2,50	10,0	0,25	АС-3

АС-1 устойчив в течение 30 дней; АС-2 - в течение 14 дней; АС-3- в течение 5 дней.

ДОПОЛНИТЕЛЬНЫЕ И ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ РАСТВОРЫ

9.4.3 Приготовление хлорида калия концентрации 1,0 моль/дм^3

Навеску (7,46 $\pm$0,02) г хлорида калия переносят в мерную колбу вместимостью 100,0 см^3 и доводят объем раствора до метки бидистиллированной водой.

9.4.4 Приготовление раствора фонового электролита (хлорная кислота) для определения **ртути**

В стаканчик с помощью пипетки вносят 10,0 см^3 бидистиллированной воды, 0,04 см^3 хлорной кислоты (разбавленной 1:1), 0,04 см^3 раствора Au(III) концентрации 100,0 мг/дм^3.

9.4.5 Приготовление раствора фонового электролита (муравьиная кислота) для определения **цинка, кадмия, свинца и меди (**при анализе на комплексе СТА с УФ-облучением по приложению А).

В стаканчик вносят 10,0 см^3 бидистиллированной воды и 0,1-0,2 см^3 концентрированной муравьиной кислоты.

9.4.7 Приготовление азотной кислоты.

Азотную кислоту марки хч перегоняют при температуре 120°С. Перегнанная азотная кислота должна быть концентрации не менее 9 моль/дм^3. Перегнанную азотную кислоту хранят не более 6 месяцев в чистой кварцевой посуде.

9.4.8 Приготовление хлористоводородной кислоты.

Хлористоводородную кислоту марки хч перегоняют при температуре 120°С. Перегнанная хлористоводородная кислота должна быть концен-

трации не менее 6,0 моль/дм^3. Перегнанную хлористоводородную кислоту хранят не более 6 месяцев в чистой кварцевой посуде.

9.4.9 Приготовление раствора фонового электролита (хлористоводородной кислоты концентрации 0,10 моль/дм^3) для определения **цинка, кадмия, свинца и меди (**при анализе на серийном полярографе с использованием инертного газа, без УФ-облучения).

В мерную колбу вместимостью 100,0 см^3 вносят примерно 50,0 см^3 бидистиллированной воды, добавляют 1,7 см^3 хлористоводородной кислоты концентрации 6,0 моль/дм^3 и доводят объем раствора до метки бидистиллированной водой.

9.5 Подготовка проб

Для анализа берут две параллельные и одну холостую пробы.

9.5.1 Подготовку проб средств гигиены полости рта для анализа при определении концентрации **ртути** проводят следующим образом:

Пробу анализируемого препарата навеской 0,1000 - 0,2000 г, взятую с точностью до 0,0002 г (зубные пасты) или объемом 0,05 - 0,10 см^3 с точностью до 0,01 см^3 (зубные эликсиры) помещают в кварцевый стаканчик объемом 15,0 - 20,0 см^3 (откалиброванный с меткой на 10,0 см^3), добавляют 2,0 см^3 бидистиллированной воды, 2,0 см^3 перегнанной азотной кислоты по каплям, чтобы не было разбрызгивания. Стаканчик накрывают крышкой-дефлегматором, в крышку наливают бидистиллированной воды, помещают на плитку или комплекс пробоподготовки «Темос-Экспресс» с температурой 70 ^{0}С – 90 ^{0}С на 10 - 15 мин. Воду в крышке меняют через 5 - 7 мин в течение всей химической обработки пробы.

После этого поднимают температуру до 110 ^{0}С - 120^{0}С и добавляют в стаканчики 1,8 см^3 раствора пероксида водорода концентрации 30% порциями по 0,40 см^3 в течение 90 – 120 мин (воду в углублении крышки менять чаще).

После обработки пробы стаканчик снимают, крышку (ту её часть, что была опущена в стаканчик) ополаскивают бидистиллированной водой, сливая воду в стаканчик с пробой до метки 10 см^3. При наличии осадка (при анализе зубных паст) дают раствору отстояться. Для выполнения измерений берут аликвоту (2,0 см^3) подготовленной пробы.

Проба готова к измерению.

9.5.2 Подготовку проб средств гигиены полости рта для анализа при определении концентрации **цинка, кадмия, свинца и меди** проводят следующим образом:

В кварцевый стаканчик объемом 15,0 - 20,0 $см^3$, предварительно проверенный на чистоту по 10.2, помещают навеску пробы 0,1000 - 0,2000 г, взятую с точностью до 0,0002 г, (зубные пасты) или аликвоту объемом 0,10 - 1,00 $см^3$ с точностью до 0,01 $см^3$ (зубные эликсиры). К пробе добавляют 2,0 $см^3$ перегнанной азотной кислоты. Стаканчик с пробой помещают в комплекс пробоподготовки или нагревают на плитке при температуре 120 ^{0}С - 150 ^{0}С до влажного осадка. Повторно обрабатывают пробу, добавив 1,0 $см^3$ перегнанной азотной кислоты и 1,0 $см^3$ 30%-ного раствора пероксида водорода. Стаканчик с сухим осадком помещают в муфельную печь или в комплекс пробоподготовки "Темос-Экспресс" и выдерживают 30 мин при температуре 450 ^{0}С, после чего вынимают и охлаждают до комнатной температуры.

Если в осадке присутствуют угольные включения, повторяют обработку концентрированной азотной кислотой (0,5 $см^3$) с добавлением пероксида водорода (0,5 $см^3$) при нагревании. Повторно помещают стаканчик с пробой в муфельную печь или в комплекс пробоподготовки "Темос-Экспресс" и выдерживают при температуре 450 ^{0}С в течение 20- 25 мин.

В том случае, если зола однородна, белого, серого или рыжеватого цвета, стаканчик с золой охлаждают до комнатной температуры. Растворяют осадок в 1,0 $см^3$ хлористоводородной кислоты концентрации 6,0 моль/$дм^3$ при перемешивании и нагревании при температуре 60 ^{0}С - 80 ^{0}С. Пробу упаривают при температуре 100 ^{0}С -120 ^{0}С до влажных солей (не досуха!) и добавляют 10,0 $см^3$ бидистиллированной воды. Для анализа из полученного минерализата с помощью пипетки или дозатора берут аликвоту объемом 0,2 -1,0 $см^3$ (в зависимости от содержания элементов в пробе) с точностью до 0,01 $см^3$.

9.5.3 Подготовку "холостой" пробы проводят аналогично по 9.5.1, 9.5.2, добавляя те же реактивы, в тех же количествах и последовательности, но без анализируемой пробы, используя вместо нее бидистиллированную воду.

9.4.6 (Удален, Изм. №1)
9.5.1 (Измененная редакция)

10 ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

При проведении анализа проб средств гигиены полости рта для определения массовых концентраций цинка, кадмия, свинца, меди и ртути методом ИВ на серийных полярографах выполняют следующие операции:

Полярограф предварительно должен быть подготовлен по 9.1.1 или 9.1.2.

10.1 Проверка электродов, стаканчиков и раствора фонового электролита на чистоту для определения ртути

10.1.1 В кварцевый стаканчик, подготовленный по 9.2.1, вместимостью 15,0 - 20,0 $см^3$ с помощью пипетки вносят фоновый электролит: 5,0 $см^3$ бидистиллированной воды, 0,04 $см^3$ $HCLO_4$ (1:1) и 0,04 $см^3$ раствора иона золота (100,0 $мг/дм^3$) ;

Стаканчик помещают в электрохимическую ячейку.

10.1.2 Подключают к прибору индикаторный электрод и электрод сравнения, устанавливают потенциал +0,80 В для очистки поверхности электрода.

10.1.3 Устанавливают чувствительность прибора $1 \cdot 10^{-8}...5 \cdot 10^{-9}$ А/мм.

10.1.4 Включают газ (азот) или магнитную мешалку, задают потенциал, равный 0,00 В и проводят процесс электролиза в течение 5 – 10 мин при перемешивании раствора.

10.1.5 По окончании электролиза отключают газ или мешалку и через 15 – 20 с начинают регистрацию вольтамперограммы в диапазоне потенциалов от 0,0 В до +0,80 В. Потенциал максимума анодного тока ртути равен (+0,60 ± 0,05) В.

10.1.6 Останавливают потенциал при (+0,80 ± 0,05) В и проводят растворение примесей с поверхности электрода при перемешивании раствора в течение 20 с.

10.1.7 Если наклон ВА-кривой более 45 градусов, индикаторный электрод зачищают на фильтре или заменяют другим. При нарушении плавного вида кривой заменяют раствор.

10.1.8 Если на вольтамперограмме фиксируется острый пик в области потенциалов от +0,2 В до +0,3 В, это указывает на попадание ионов серебра из электрода сравнения. В этом случае принимают меры против проникновения серебра в раствор, или выливают раствор и отмывают электроды и стаканчик.

10.1.9 Если вольтамперограмма представляет собой плавную кривую, электрод считают готовым к выполнению анализа.

10.1.10 Операции по 10.1.4...10.1.6 повторяют 3 раза.

10.1.11 При наличии на вольтамперограмме сигнала ртути менее 2 мм стаканчик, фоновый электролит и индикаторный электрод считают

готовыми к проведению анализа. В противном случае проводят очистку электрода и стаканчика и повторяют операции по 10.1.4 ...10.1.10.

10.2 Проверка электродов, стаканчиков и фонового раствора на чистоту для определения цинка, кадмия, свинца и меди

10.2.1 В подготовленный по 9.2.1 кварцевый стаканчик вместимостью 15,0 - 20,0 $см^3$ с помощью пипетки вносят 10,0 $см^3$ бидистиллированной воды и 0,5 $см^3$ хлористоводородной кислоты концентрации 0,1 $моль/дм^3$. Стаканчик с полученным фоновым электролитом помещают в электрохимическую ячейку.

10.2.2 Опускают в раствор индикаторный электрод (катод) и электрод сравнения (анод). Подключают к прибору электроды.

10.2.3 Устанавливают чувствительность прибора, равную 4.10^{-9} А/мм и время электронакопления, равное 120 с.

10.2.4 Включают пропускание газа через испытуемый раствор и перемешивают раствор в течение 120 с.

10.2.5 Проводят процесс электронакопления элементов из фонового электролита в течение 120 с при заданной чувствительности полярографа при потенциале -1,4 В при перемешивании раствора.

10.2.6 По окончании электронакопления отключают газ и через 5 с начинают регистрацию вольтамперограммы в диапазоне потенциалов от -1,2 В до +0,10 В.

10.2.7 Останавливают потенциал при +0,05 В и проводят дорастворение примесей с поверхности электрода при перемешивании раствора азотом в течение 20 с.

10.2.8 Операции по 10.2.5...10.2.7 повторяют 3 раза.

10.2.9 При наличии на вольтамперограмме аналитических сигналов определяемых элементов высотой менее 2 мм, стаканчик, фоновый электролит и электроды считают готовыми к проведению анализа. В противном случае проводят очистку электродов или стаканчика и повторяют операции по 10.2.1...10.2.8.

10.2.10 Отключают электроды от прибора. Содержимое стаканчика не выливают.

10.3 Измерение концентрации элементов в анализируемой пробе

Для измерения берут две параллельные и "холостую" пробы, подготовленные по 9.5.1, 9.5.2.

10.3.1 В стаканчик, подготовленный к проведению измерений

- по 10.1.1...10.1.10 (**для определения ртути**) с чистым раствором фонового электролита вносят аликвоту анализируемой пробы, подготовленной к проведению измерений по 9.5.1.
- по 10.2.1...10.2.10 (**для определения цинка, кадмия, свинца и меди**) с чистым раствором фонового электролита вносят

аликвоту анализируемой пробы, подготовленной к проведению измерений по 9.5.2.

10.3.2 Помещают стаканчик с анализируемой пробой в электрохимическую ячейку или датчик.

10.3.3 Проводят последовательно операции по 10.1.2...10.1.6 для ртути и по 10.2.2...10.2.7 для остальных элементов.

10.3.4 Если высоты анодных пиков цинка, свинца, кадмия, меди и ртути будут превышать 200 мм, то изменяют чувствительность прибора (загрубляют) или уменьшают время электронакопления в соответствии с содержанием элемента в пробе (согласно таблицам 4,5). Если высоты анодных пиков элементов будут меньше 5 мм, то увеличивают или чувствительность прибора, или время электронакопления.

10.3.5 Операции по 10.1.4...10.1.6 или по 10.2.5...10.2.7 повторяют 3 раза в выбранных условиях анализа.

10.3.6 Измеряют линейкой высоты анодных пиков определяемых элементов.

10.3.7 В стаканчик с анализируемым раствором с помощью пипетки или дозатора вносят добавку аттестованной смеси элемента в таком объеме, чтобы высота анодного пика элемента на вольтамперной кривой увеличилась примерно в два раза по сравнению с первоначальной.

Добавку вносят в малом объеме (не более 0,2 $см^3$), чтобы предотвратить изменение концентрации фонового электролита.

Рекомендуемые добавки аттестованной смеси известной концентрации, чувствительность прибора приведены в таблицах 4, 5.

Таблица 4 - Рекомендуемые условия ВА измерений и величин добавок аттестованных смесей ***ртути*** при регистрации вольтамперограмм при анализе проб средств гигиены полости рта

Диапазон определяемых концентраций элемента, мг/кг ($мг/дм^3$)	0,100... 0,300	0,300... 0,400	0,400... 1,00	1,00... 2,0
Время электронакопления, мин	7...5	5...3	5...2	3...2
Чувствительность прибора, А/мм	5.10^{-9}... 2.10^{-8}	5.10^{-9}... 2.10^{-8}	2.10^{-8}... 4.10^{-8}	2.10^{-8}... 4.10^{-8}
Концентрация АС для добавок, $мг/дм^3$	1,0 или 0,25	1,0	1,0	10,0
Рекомендуемый объем добавки АС, $см^3$	0,02...0,04	0,02...0,04	0,04...0,10	0,02...0,06

Т а б л и ц а 5 - Рекомендуемые условия ВА измерений и величин добавок аттестованных смесей ***цинка, кадмия, свинца и меди*** при регистрации вольтамперограмм при анализе проб средств гигиены полости рта

Диапазон определяемых концентраций элемента, мг/кг ($мг/дм^3$)	0,01...0,05	0,05...0,10	0,10...1,0	1,0...2,0
Время электронакопления, с	120..90	90..60	60..30	30..20
Чувствительность прибора, А/мм	4.10^{-9} ... 1.10^{-8}	1.10^{-8} ... 4.10^{-8}	4.10^{-8} ... 1.10^{-7}	1.10^{-7} ... 4.10^{-7}
Концентрация АС для добавок, $мг/дм^3$	1,0 или 0,25	10,0 или 1,0	10,0	10,0
Рекомендуемый объем добавки АС, $см^3$	0,02...0,04	0,02...0,06	0,04..0,10	0,10..0,15

10.3.8 Проводят электролиз и регистрацию вольтамперограмм анализируемой пробы с введенной добавкой АС элементов по 10.1.4...10.1.6 или по 10.2.5...10.2.7 три раза.

10.3.9 Измеряют высоты анодных пиков элементов в пробе с добавкой АС.

10.3.10 При определении **ртути** выливают содержимое стаканчика в специальные емкости для слива растворов ионов золота и ртути.

10.3.11 Промывают стаканчик бидистиллированной водой, кварцевый стаканчик прокаливают.

10.3.12 Операции по 10.3.1…10.3.11 проводят для каждой из двух параллельных анализируемых проб и для "холостой" пробы в одинаковых условиях.

При выполнении анализа по настоящей методике рекомендуется ведение записей условий анализа в рабочем журнале и регистрация вольтамперограмм на ленте самописца с указанием пробы и условий анализа согласно таблице 6.

Т а б л и ц а 6 - Рекомендуемая форма записи результатов измерений при анализе проб

Анализируемая проба (характеристика, номер, дата...)	Определяемый элемент	Условия измерений (чувствительность; время электролиза, навеска, аликвота)	Высота пика элемента в пробе, мм, или ток, А	Добавка АС: Vд, $см^3$, $С_{доб}$, $мг/дм^3$	Высота пика элемента после добавки АС, мм, или ток, А

11 ВЫЧИСЛЕНИЕ И ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

При использовании ***серийных полярографов*** обработку результатов измерений аналитических сигналов определяемых элементов, а также расчет концентрации каждого элемента в анализируемой пробе проводят следующим образом:

11.1 Расчет величин максимальных анодных токов

11.1.1 Для определяемого элемента рассчитывают среднее из трех значений высот анодных пиков, полученных при регистрации вольтамперограмм пробы, не учитывая первую вольтамперограмму.

11.1.2 По средней высоте анодного пика для данного элемента вычисляют значение максимального анодного тока элемента по формуле (1):

$$I_i = h_i \cdot \alpha, \qquad (1)$$

где: I_i - величина максимального анодного тока данного элемента в данной пробе, А;

h_i - средняя высота пика элемента в пробе, мм;

α - чувствительность прибора при регистрации данного пика, А/мм.

Такой расчет проводят для вольтамперных кривых при регистрации анализируемой пробы (i =1) и пробы с добавкой (i =2) аттестованной смеси элемента.

11.1.3 Если регистрацию вольтамперограмм пробы и пробы с добавками АС проводят без изменения чувствительности прибора, то операции по п.11.1.2 можно не проводить, используя в дальнейших расчетах величины высот пиков вместо токов пиков.

11.2 Расчет содержания элемента в пробе

11.2.1 Вычисляют содержание элемента в анализируемой пробе по формулам (2) и (3):

для зубных паст - $$X_1 = \frac{I_1 \cdot C_Д \cdot V_Д \cdot V_{мин}}{(I_2 - I_1) \cdot m_{нав} \cdot V_{ал}}$$, мг/кг ; (2)

для зубных эликсиров - $$X_1 = \frac{I_1 \cdot C_Д \cdot V_Д \cdot V_{мин}}{(I_2 - I_1) \cdot V_{проб} \cdot V_{ал}}$$, мг/дм^3 ; (3)

где: X_1 - содержание данного элемента в анализируемой пробе, мг/кг или мг/дм^3;

$C_Д$ - концентрация аттестованной смеси элемента, из которой делается добавка к анализируемой пробе, мг/дм^3;

$V_Д$ - объем добавки АС элемента, см^3;

I_1 - величина максимального анодного тока элемента в анализируемой пробе, А;

I_2 - величина максимального анодного тока элемента в пробе с добавкой АС, А;

$m_{нав}$ - масса навески, взятой для анализа и подвергнутой пробоподготовке, г;

$V_{проб}$ - объем пробы, взятой для анализа, см^3;

$V_{мин}$ - объем минерализата, см^3;

$V_{ал}$ - объем аликвоты, см^3.

11.2.2 Аналогичные вычисления проводят по 11.1.1...11.2.1 для второй параллельной анализируемой пробы и "холостой" пробы.

Получают соответственно значения X_2 и $X_{хол}$.

11.2.3 Если в "холостой" пробе содержится соизмеримое количество определяемого элемента, то оценивают реальное содержание элемента в каждой из параллельных проб:

$$X` = X_1 - X_{хол}.$$

$$X`` = X_2 - X_{хол}.$$

11.2.4 При использовании **анализаторов типа СТА** (приложение А), ТА-1, АВА-1, АМВ и др. в комплекте с компьютером процедура обработки вольтамперограмм и вычисления результатов анализа предусмотрена программным обеспечением и проводится в автоматическом режиме без вмешательства оператора.

11.3 Проверка приемлемости результатов измерений

11.3.1 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 7 А.

Таблица 7 А - Диапазон измерений, значения пределов повторяемости при доверительной вероятности Р=0,95

Наименование определяемого элемента и диапазон измеряемых содержаний, мг/кг (зубные пасты); мг/дм^3 (зубные эликсиры)	Предел повторяемости (для двух результатов параллельных определений) r	Предел повторяемости (для трех результатов параллельных определений) r^*
ЦИНК от 0,03 до 1,0 включ.	$0{,}28 \cdot \overline{X}$	$0{,}31 \cdot \overline{X}$
КАДМИЙ от 0,01 до 0,5 включ.		
СВИНЕЦ от 0,01 до 0,4 включ.		
МЕДЬ от 0,1 до 2,0 включ.		
РТУТЬ от 0,1 до 2,0 включ.		
$\overline{X}$ - среднее арифметическое значение результатов параллельных определений массовой концентрации компонента		

Результаты считают приемлемыми при выполнении условия

$$|X_1 - X_2| \le r. \qquad (4)$$

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

$$\overline{X} = \frac{X_1 + X_2}{2}. \qquad (5)$$

При выполнении условия (4) значение $\overline{X}$ принимается за результат измерения массовой концентрации определяемого компонента в пробе.

10.3.2 При превышении предела повторяемости (*r*) необходимо дополнительно использовать результат третьего параллельного определе-

ния резервной пробы. Если при этом размах ($X_{max} - X_{min}$) результатов трех параллельных определений равен или меньше предела повторяемости r^*, то в качестве окончательного результата принимают среднее арифметическое значение результатов трех параллельных определений. Значения предела повторяемости (r^*) для трех результатов параллельных определений приведены в таблице 7 А

Если размах ($X_{max} - X_{min}$) больше r^*, выясняют причины появления неприемлемых результатов параллельных определений. При этом проводят оперативный контроль повторяемости по МИ 2335-2003 «Рекомендация. ГСИ. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа» или разделу А.2 приложения А настоящего документа на методику.

11.4 Оформление результатов измерений

11.4.1 Результаты измерений хранят в памяти компьютера (при использовании компьютеризированного вольтамперометрического анализатора) или оформляют записью в журнале. При этом приводят сведения об анализируемой пробе, условиях измерений, дате получения результата измерений. Запись в журнале удостоверяет лицо, проводившее измерения.

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

$\left(\overline{X} \pm \Delta\right)$, мг/дм^3 для эликсиров или мг/кг для паст , Р=0,95

или

$\left(\overline{X} \pm \Delta_{Л}\right)$, мг/дм^3 для эликсиров или мг/кг для паст, Р=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, установленные при реализации методики в лаборатории;

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

$$\Delta = 0{,}01 \cdot \delta \cdot \overline{X}, \qquad (6)$$

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

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

$$\Delta_{Л} = 0{,}84 \cdot \Delta, \qquad (7)$$

с последующим уточнением по мере накопления информации в процессе контроля стабильности результатов измерений по разделам 13.3 и 13.4 настоящего документа.

(Измененная редакция, Изм. №1).
Таблица 7 Исключена (Изм. №1).
Таблица 7 А Введена дополнительно (Изм. №1).
12 Исключен (Изм. №1).
Таблицы 8, 9, 10 Исключены

13 КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ ПРИ РЕАЛИЗАЦИИ МЕТОДИКИ В ЛАБОРАТОРИИ

13.1 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).

13.2 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 МИ 2335-2003 «Рекомендация. ГСИ. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа» или по приложению А настоящего документа на методику.

13.3 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.

13.4 Процедуры и периодичность контроля точности (контроля стабильности) получаемых результатов измерений в пределах лаборатории проводят с учетом требований раздела 6 ГОСТ Р ИСО 5725-6 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике» или по МИ 2335-2003 «Рекомендация. ГСИ. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа».

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

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

13 Введен дополнительно (Изм. №1).

14 ПРОВЕРКА ПРИЕМЛЕМОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ ДЛЯ ДВУХ ЛАБОРАТОРИЙ

14.1 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 8 А, 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.

При выполнении этого условия приемлемы оба результата измерений, и в качестве окончательного может быть использовано их общее среднее значение. Значения предела воспроизводимости приведены в таблице 8 А.

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

Таблица 8 А - Диапазон измерений, значения предела воспроизводимости при доверительной вероятности Р=0,95

Наименование определяемого элемента и диапазон измеряемых содержаний, мг/кг (зубные пасты); мг/дм^3 (зубные эликсиры)		Предел воспроизводимости (для двух результатов), R
ЦИНК	от 0,03 до 1,0 включ.	$0{,}36 \cdot \overline{\overline{X}}$
КАДМИЙ	от 0,01 до 0,5 включ.	
СВИНЕЦ	от 0,01 до 0,4 включ.	
МЕДЬ	от 0,1 до 2,0 включ.	
РТУТЬ	от 0,1 до 2,0 включ.	
$\overline{\overline{X}}$ - среднеарифметическое значение результатов анализа, полученных в двух лабораториях		

14.2 Разрешение противоречий между результатами двух лабораторий проводят в соответствии с 5.3.3 ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002.

14 Введен дополнительно (Изм. №1).

Таблица 8 А (Введена дополнительно, Изм. №1).

ПРИЛОЖЕНИЕ А

Выполнение измерений с использованием вольтамперометрического комплекса СТА для определения цинка, кадмия, свинца и меди

Анализатор СТА должен быть предварительно подготовлен к работе в соответствии с «Руководством пользователя» на данный прибор.

Для определения концентрации **цинка, кадмия, свинца и меди** из команды «Выбор» загружают файл «TMZ» со следующими параметрами трассы:

Ячейки	1 - Вкл.	2 – Вкл.	3 - Вкл.			Тип развертки
Этапы	Время	Потенциал	УФО	Газ	Меш.	Ступенчатая
1. Подготовка раствора	300 с	0,05	Вкл.	Выкл.	Вкл.	Шаг - 4 Амплитуда - 0
2. Обработка раствора	20 с	0,05	Вкл.	Выкл.	Вкл.	Задержка 1- 5 Задержка 2 - 0
3. Обработка электрода	10 с Цикл мс 1: -1,200 200 2 : +0,100		Вкл.	Выкл.	Вкл.	Заполнение - 0 Потенциал-0,0
4. Очистка электрода	20	0,100	Выкл.	Выкл.	Вкл.	Iрез = 11 - 12 График разв.
5. Накопление	10 – 120	-1,400	Вкл.	Выкл.	Вкл	
6. Успокоение	5 с	-1,200	Отключено			
7. Развертка	Скорость 100 мВ/с	0,150	Отключено			
Число циклов – 5 Множитель - 1· 10^{-10} Циклическая – Выкл. Производная – Выкл. Реверс – Выкл. Инверсия – Выкл. Фильтр – 20			Сплайн-разметка Выкл. Вычитание ФОНа 0%.			
Диапазоны поиска пиков элементов: Элемент Zn Cd Pb Cu Потенциал -0,900 -0,600 -0,400 -0,050 Зона [+/- мВ] 70 70 70 70						

А.1 Проверка стаканчиков, фонового электролита и электродов на чистоту при определении содержания цинка, кадмия, свинца и меди

А.1.1 В прокаленные в муфельной печи или комплексе пробоподготовки «Темос-Экспресс» кварцевые стаканчики вместимостью 15 - 20 $см^3$ с помощью пипетки добавляют (8 - 10) $см^3$ бидистиллированной воды и 0,1 – 0,2 $см^3$ муравьиной кислоты концентрированной.

А.1.2 Стаканчики с чистым фоновым электролитом помещают в ячейку, опускают электроды и запускают команду "ФОН", нажимают команду «ПУСК» (см. «Руководство пользователя»).

А.1.3 Снимают 3 – 5 вольтамперограмм, проводят их обработку («Удаление «выпадающих» кривых», «УСРЕДНЕНИЕ» согласно «Руководства пользователя».

А.1.4 При наличии на полученной усредненной вольтамперной кривой пиков определяемых элементов высотой более 0,1 мкА содержимое стаканчиков выливают, отмывают стаканчики и электроды, чтобы в чистом фоне отсутствовали пики определяемых элементов (или был менее 0,1 мкА).

А.2 Анализ пробы на содержание цинка, кадмия, свинца и меди

Одновременно рекомендуется проводить анализ двух параллельных и одной резервной пробы в трех стаканчиках.

А.2.1 В проверенные по А.1 на чистоту стаканчики с фоновым электролитом вносят аликвоту анализируемой пробы объемом 0,1 – 1,0 см3, подготовленной по 9.5 настоящей методики.

А.2.2 Запускают команду «ПРОБА» из колонки «Действия» (см. «Руководство пользователя»). Запускают команду «ПУСК».

В результате выполнения серии измерений на экране должно быть по 3 – 5 вольтамперограмм в каждом из окон вывода, соответствующим ячейкам 1, 2, 3. Невоспроизводимые вольтамперограммы следует исключить, оставшиеся усреднить.

А.2.3 Запускают команду «ДОБАВКА» из колонки «Действия» (см. «Руководство пользователя»)

А.2.4 Заполняют таблицу «КОЛИЧЕСТВО», например:

Масса навески	0,20 [г]
Объем пробы	0,00 [$см^3$]
Объем минерализата	10,00 [$см^3$]
Объем аликвоты	1,00 [$см^3$]

ДОБАВКА		
Элемент	Объем добавки АС, [$см^3$]	Концентрация АС, [$мг/дм^3$]
Zn	0,04	1,0
Cd	0,01	1,0
Pb	0,02	1,0
Cu	0,02	1,0

Вносят с помощью пипетки или дозатора добавку АС элементов с такими же параметрами в каждую ячейку и запускают измерение по добавке, нажав "ПУСК" в меню действия по «ДОБАВКЕ».

Полученные вольтамперограммы обрабатывают также, как при измерении пробы по А.2.2 и по «Руководству пользователя».

В результате будет получено по 3 значения концентрации цинка, кадмия, свинца и меди в исходной пробе (каждое значение для соответствующей параллельной пробы), которые можно просмотреть в таблице «СОДЕРЖАНИЕ» и занести в «АРХИВ» (см. «Руководство пользователя»).

А.2.5 После измерения концентрации в пробах электроды каждой ячейки промывают бидистиллированной водой, протирают фильтровальной бумагой. Стаканчики промывают по 9.2 методики.

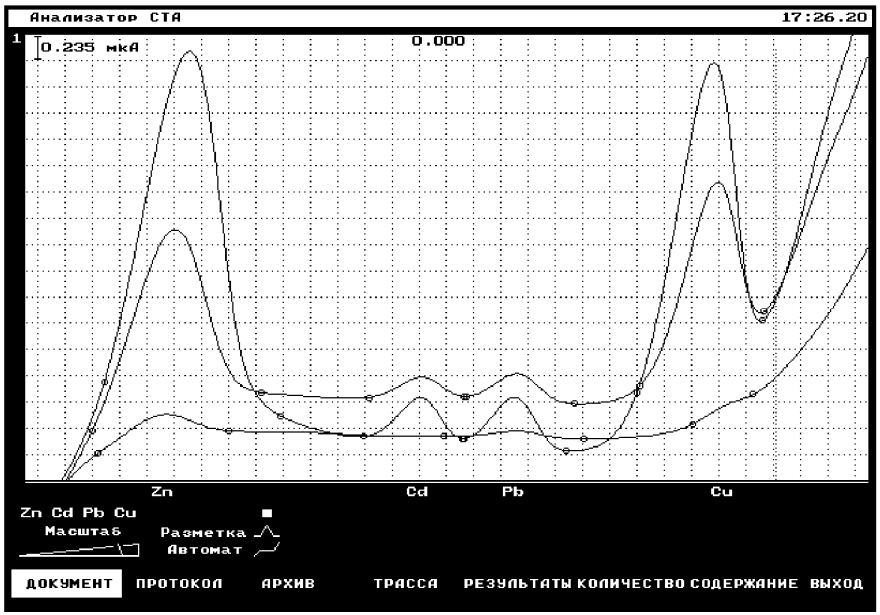


Рисунок 1. Вольтамперограмма цинка, кадмия, свинца и меди ртути в фоновом электролите (1), в пробе (2) и в пробе с добавкой стандартных растворов (3)

Выполнение измерений с использованием вольтамперометрического комплекса СТА для определения ртути

Анализатор СТА должен быть предварительно подготовлен к работе в соответствии с «Руководством пользователя» на данный прибор.

Для определения концентрации ртути из команды «ВЫБОР» загружают файл «HGZ» со следующими параметрами трассы:

<table>
<tr><td>Ячейки</td><td>1 - Вкл.</td><td colspan="2">2 – Вкл.</td><td colspan="2">3 - Вкл.</td><td>Тип развертки</td></tr>
<tr><td>Этапы</td><td>Время</td><td>Потенциал</td><td>УФО</td><td>Газ</td><td>Меш.</td><td rowspan="6">Накопительная

Шаг - 4
Амплитуда - 0
Задержка 1 - 10
Задержка 2 - 0
Заполнение - 0
Потенциал-0,0

Iрез = 11 - 12
График разв.</td></tr>
<tr><td>1. Подготовка раствора</td><td>0 с</td><td>0,000</td><td>Выкл.</td><td>Выкл.</td><td>Вкл.</td></tr>
<tr><td>2. Обработка раствора</td><td>0</td><td>0,000</td><td>Выкл.</td><td>Выкл.</td><td>Вкл.</td></tr>
<tr><td>3. Обработка электрода</td><td colspan="2">0 с
Цикл мс 1: 0,00
0 2: 0,00</td><td>Выкл.</td><td>Выкл.</td><td>Вкл.</td></tr>
<tr><td>4. Очистка электрода</td><td>20</td><td>+0,850</td><td>Выкл.</td><td>Выкл.</td><td>Вкл.</td></tr>
<tr><td>5. Накопление</td><td>60</td><td>0,00</td><td>Выкл.</td><td>Выкл.</td><td>Вкл</td></tr>
<tr><td>6. Успокоение</td><td>5 с</td><td>0,00</td><td colspan="3">Отключено</td><td rowspan="5"></td></tr>
<tr><td>7. Развертка</td><td>Скорость 100 мВ/с</td><td>+0,850</td><td colspan="3">Отключено</td></tr>
<tr><td colspan="3">Число циклов – 5
Множитель - 1· 10^{-10}
Циклическая – Выкл.
Производная – Выкл.
Реверс – Выкл.
Инверсия – Выкл.
Фильтр – 15</td><td colspan="3">Сплайн-разметка Выкл.
Вычитание ФОНа 0%.</td></tr>
<tr><td colspan="6">Диапазоны поиска пиков элементов:
Элемент Hg
Потенциал +0,600
Зона [+/- мВ] 70</td></tr>
</table>

А.3 Проверка стаканчиков, фонового электролита и электродов на чистоту при определении содержания ртути

А.3.1 Поверхность графитового электрода предварительно отшлифовывают на фильтре.

Устанавливают электроды:

Графитовый (катод) – в гнездо РЭ;

Хлорсеребряный (анод) – в гнездо ХСЭ;

А.3.2 В прокаленные в муфельной печи или комплексе пробоподготовки «Темос-Экспресс» кварцевые стаканчики вместимостью 15...20 $см^3$ с помощью пипетки добавляют 8 ÷ 10 $см^3$ бидистиллированной воды, добавляют 0,04 $см^3$ хлорной кислоты (1:1) и 0,04 $см^3$ раствора ионов золота (100,0 $мг/дм^3$).

А.3.3 Стаканчики с чистым фоновым электролитом помещают в ячейку, опускают электроды и запускают команду "ФОН", нажимают команду «ПУСК» (см. «Руководство пользователя»).

А.3.4 Снимают 3 – 5 вольтамперограмм, проводят их обработку («Удаление «выпадающих» кривых» и «УСРЕДНЕНИЕ» согласно «Руководства пользователя»).

А.3.5 При наличии на полученной усредненной вольтамперной кривой пика ртути высотой более 0,1 мкА содержимое стаканчиков выливают, отмывают стаканчики и электроды, чтобы в чистом фоне отсутствовали пики определяемого элемента (или были менее 0,1 мкА).

А.4 Анализ пробы на содержание ртути

Одновременно рекомендуется проводить анализ двух параллельных и одной резервной пробы в трех стаканчиках.

А.4.1 В проверенные по А.3 на чистоту стаканчики с фоновым электролитом вносят мерной пипеткой анализируемую пробу объемом 2,0 $см^3$, подготовленную по 9.5.1 настоящей методики.

А.4.2 Стаканчики помещают в ячейку, опускают электроды и запускают команду «ПРОБА» из колонки «Действия» (см. «Руководство пользователя»). Запускают команду «ПУСК».

В результате выполнения серии измерений на экране должно быть по 3 – 5 вольтамперограмм в каждом из окон вывода, соответствующим ячейкам 1, 2, 3. Невоспроизводимые вольтамперограммы исключают, оставшиеся усредняют.

А.4.3 Запускают команду «ДОБАВКА» из колонки «Действия» (см. «Руководство пользователя»)

А.4.4 Заполняют таблицу «КОЛИЧЕСТВО», например:

Масса навески	0,20 [г]	
Объем пробы	0,00 [$см^3$]	
Объем минерализата	10,00 [$см^3$]	
Объем аликвоты	2,00 [$см^3$]	
ДОБАВКА		
Элемент	Объем добавки АС, [$см^3$]	Концентрация АС, [$мг/дм^3$]
Hg	0,02	1,0

Вносят с помощью пипетки или дозатора добавку АС элемента с такими же параметрами в каждую ячейку и запускают измерение по добавке, нажав "ПУСК".

Если к этому моменту комплекс провел измерение и разметка кривых проведена, можно сразу посмотреть результаты анализа в таблице «СОДЕРЖАНИЕ».

А.4.5 После завершения всех измерений, исключения выпавших кривых и усреднения результатов анализ пробы на содержание ртути завершен.

Окончательный результат можно просмотреть и занести в «АРХИВ» (см. «Руководство пользователя»).

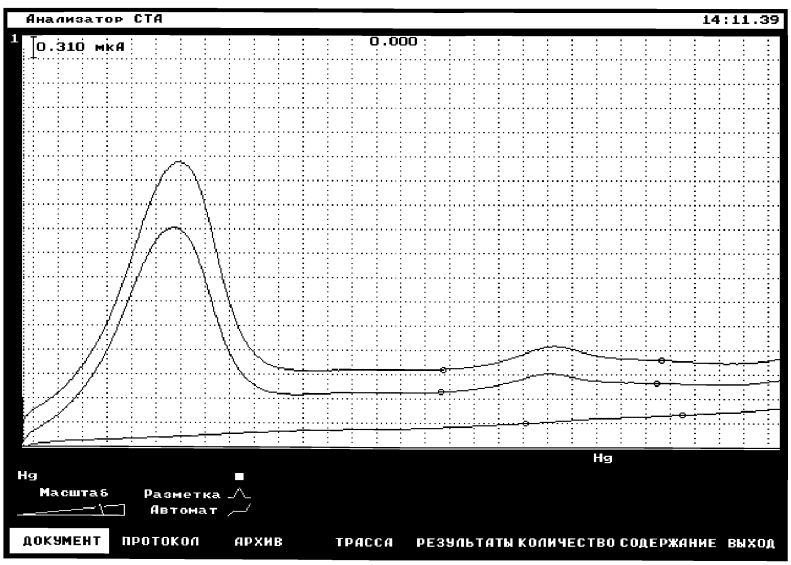


Рисунок 2. Вольтамперограмма ртути в присутствии меди в фоновом электролите (1), в пробе (2) и в пробе с добавкой стандартных растворов (3)

ИНСТРУКЦИЯ №1

выполнение измерений с использованием комплекса аналитического вольтамперометрического СТА (с программным обеспечением Windows)

Проведение измерений при определении массовой концентрации <u>цинка, кадмия, свинца и меди</u>

Комплекс СТА должен быть предварительно подготовлен к работе в соответствии с «Руководством пользователя» на данный вольтамперометрический комплекс.

1.1 Подготовка электродов и стаканчиков

Электроды:

- индикаторный электрод – *ртутно-пленочный на серебряной подложке* с толщиной пленки ртути 10 – 15 мкм и рабочей поверхностью 0,2 – 0,3 см^3;
- электрод сравнения – *хлорсеребряный,* заполненный хлоридом калия концентрации 1,0 моль/дм^3 с сопротивлением не более 3 кОм.

Сменные стаканчики из кварцевого стекла вместимостью 15 – 20 см^3.

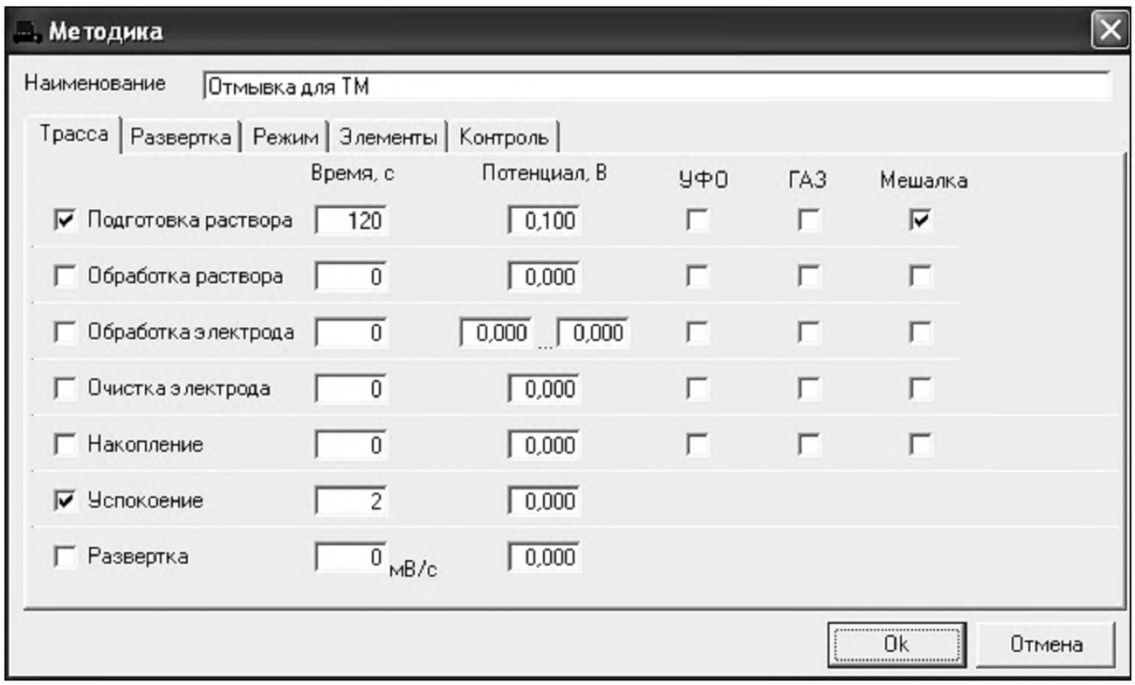
Перед анализом каждой пробы проводят «отмывку» электродов и стаканчиков. Для этого загружают файл созданной заранее методики или создают новую.

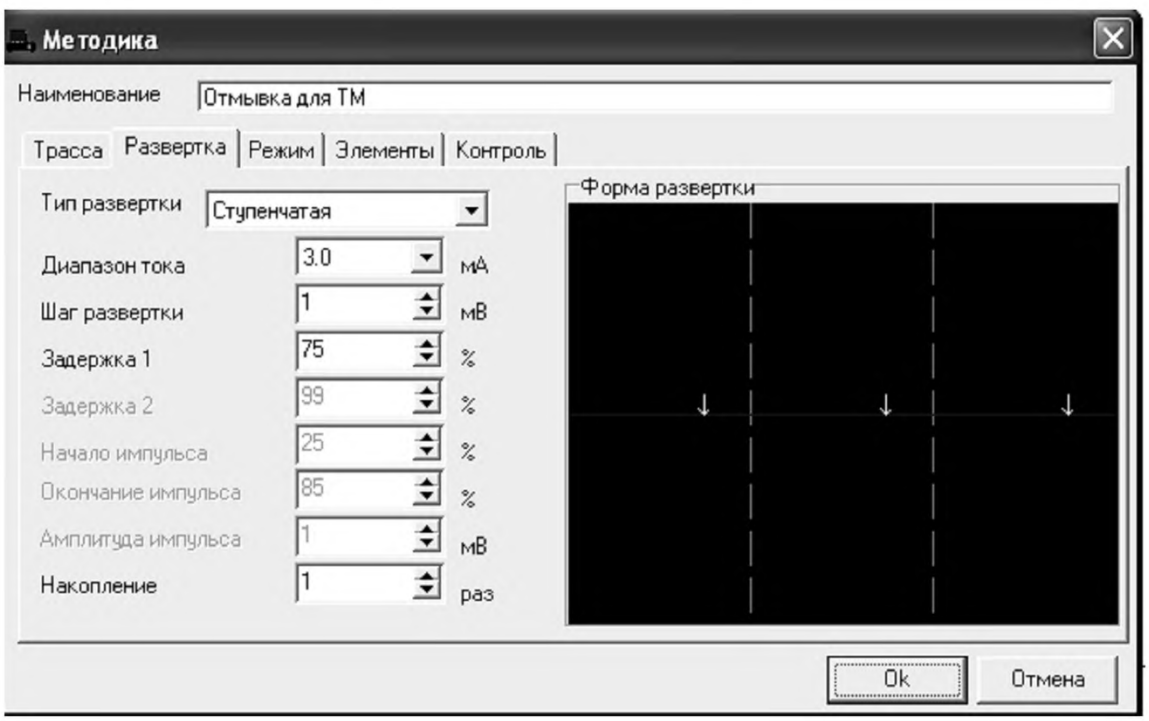
Для загрузки существующей методики выбирают на панели управления пункт **МЕТОДИКА / ОТКРЫТЬ.** В окне выбора файла выбирают необходимый файл методики и нажимают кнопку **ОТКРЫТЬ ФАЙЛ «Отмывка для ТМ»**

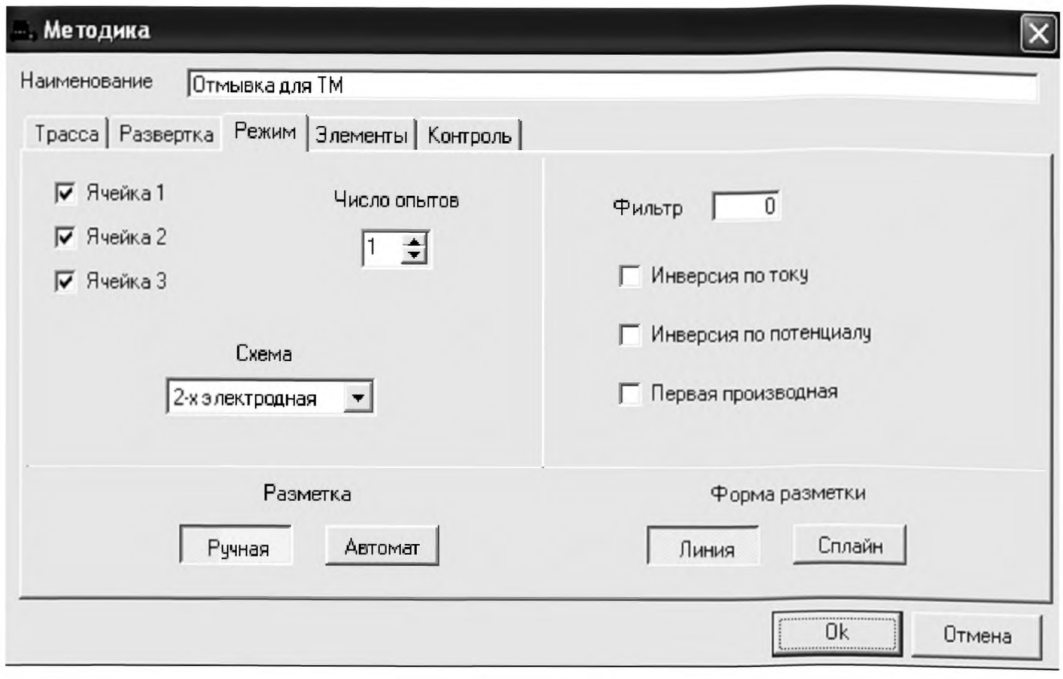
Создание новой методики (см. «Руководство пользователя» раздел «Создание новой методики»).

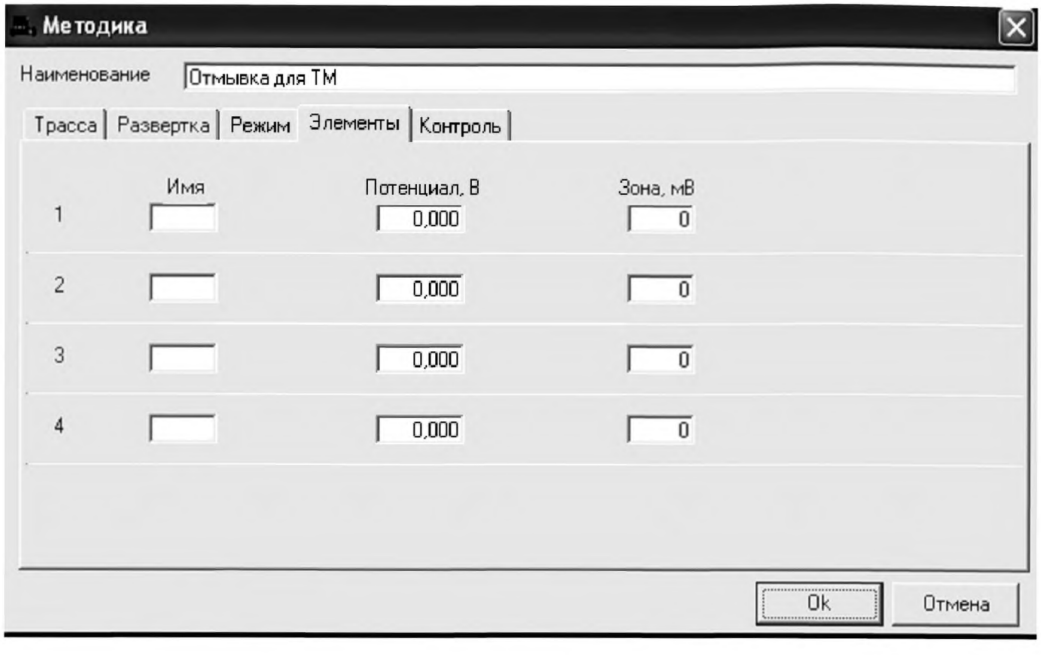
В главном меню выбирают пункт **Методика / Новая методика**

Вводят следующие параметры:


Методика
Наименование
Отмывка для ТМ
Трасса
Развертка
Режим
Элементы
Контроль
Время, с
Потенциал, В
УФО
ГАЗ
Мешалка
Подготовка раствора
120
0,100
Обработка раствора
0
0,000
Обработка электрода
0
0,000
0,000
Очистка электрода
0
0,000
Накопление
0
0,000
Успокоение
2
0,000
Развертка
0
мВ/с
0,000
Ok
Отмена


Методика
Наименование
Отмывка для ТМ
Трасса
Развертка
Режим
Элементы
Контроль
Тип развертки
Ступенчатая
Форма развертки
Диапазон тока
3.0
мА
Шаг развертки
1
мВ
Задержка 1
75
%
Задержка 2
99
%
Начало импульса
25
%
Окончание импульса
85
%
Амплитуда импульса
1
мВ
Накопление
1
раз
Ok
Отмена





Для сохранения текущей методики под новым именем выбирают в главном меню пункт **Методика / Сохранить** (См. «Руководство пользователя» раздел «Сохранение методики в виде нового файла»

В чистые кварцевые стаканчики с помощью пипетки или дозатора вносят по 10,0 – 12,0 см^3 бидистиллированной воды и 0,05 см^3 концентрированной муравьиной кислоты. Стаканчики с полученным раствором помещают в ячейку, опускают электроды: ртутно-пленочный электрод (гнездо РПЭ), хлорсеребряный электрод (гнездо ХСЭ). Запускают команду «**Запуск подготовки раствора»**.

После завершения одного цикла содержимое стаканчиков выливают. Стаканчики ополаскивают 2 – 3 раза бидистиллированной водой. Еще раз повторяют операции по 1.3.

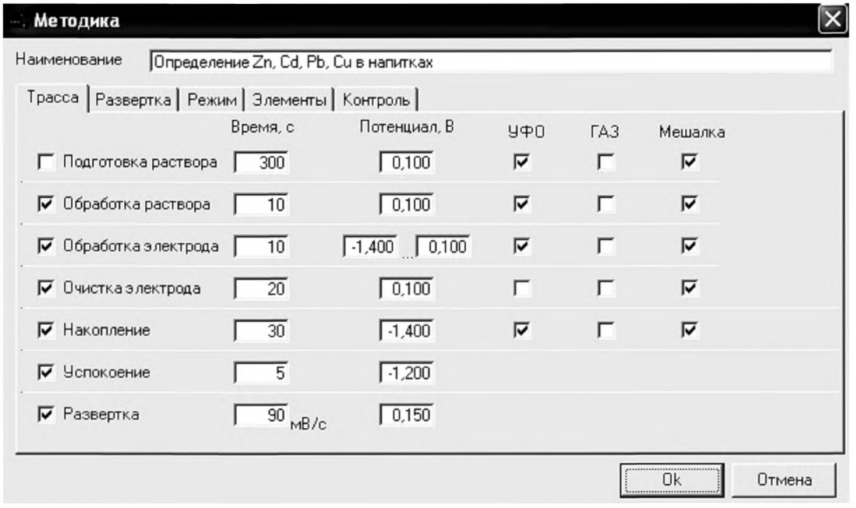
1.2 Проверка стаканчиков, раствора фонового электролита и электродов на чистоту при определении содержания цинка, кадмия, свинца, меди

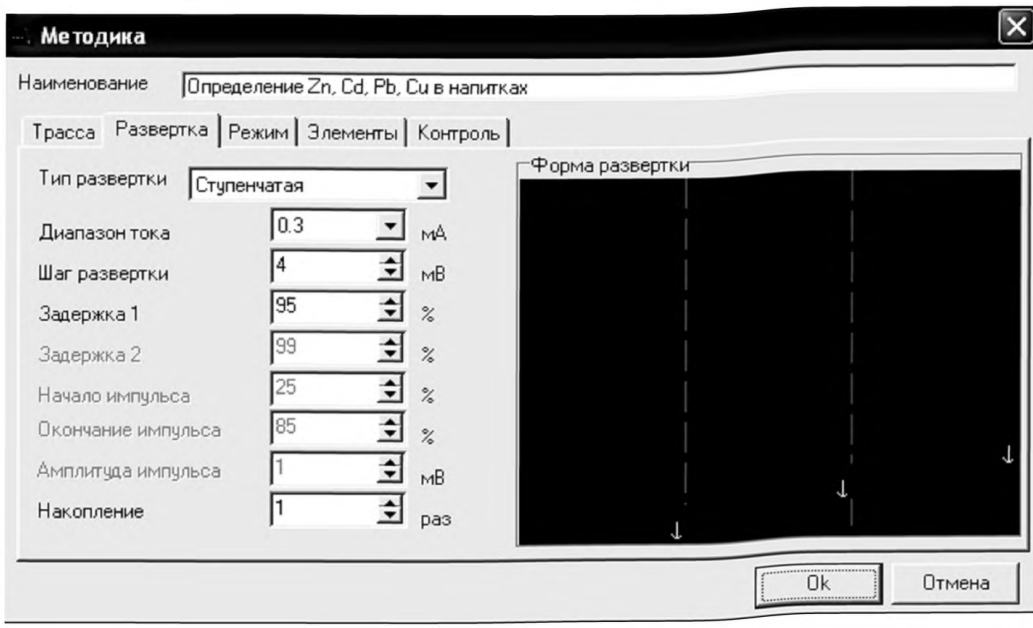
Для загрузки существующей методики в главном меню выбирают пункт **МЕТОДИКА / ОТКРЫТЬ.** В окне выбора файла выбирают необходимый файл методики и нажимают кнопку **ОТКРЫТЬ ФАЙЛ** (например, «ТМ напитки»).

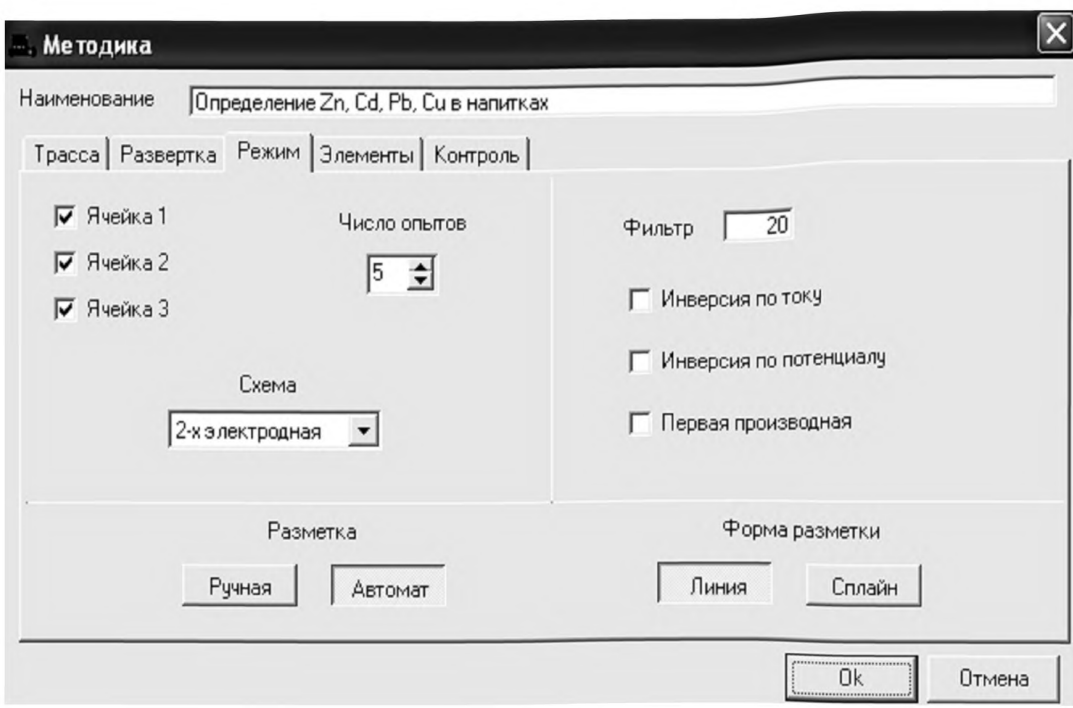
Создание новой методики

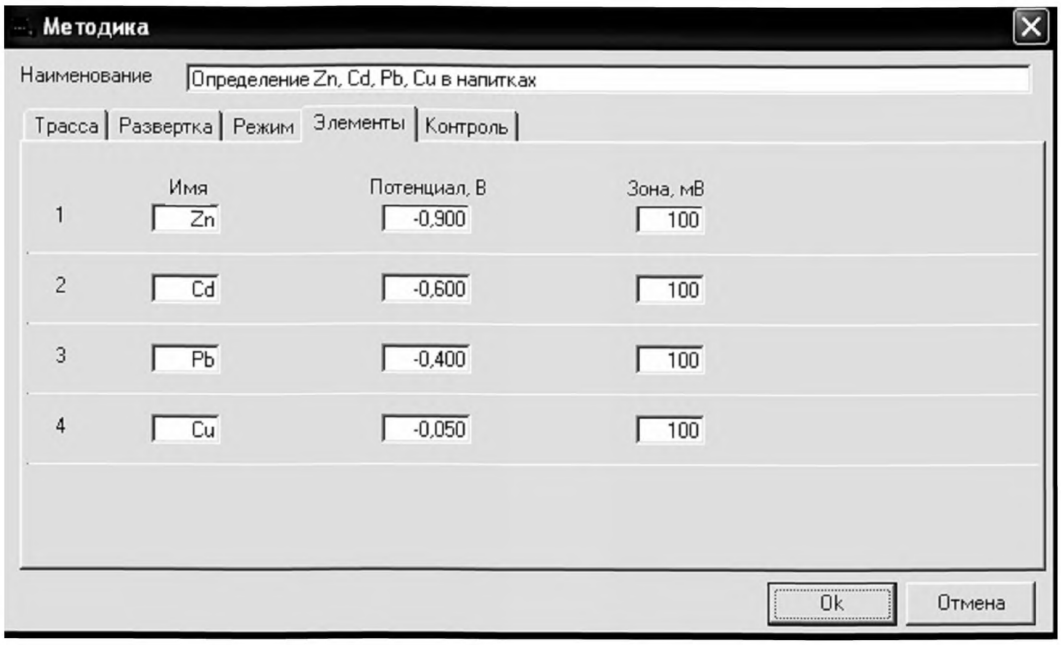
В главном меню выбирают пункт **Методика / Новая.** В окно редактирования вводят параметры согласно методике проведения количественного химического анализ

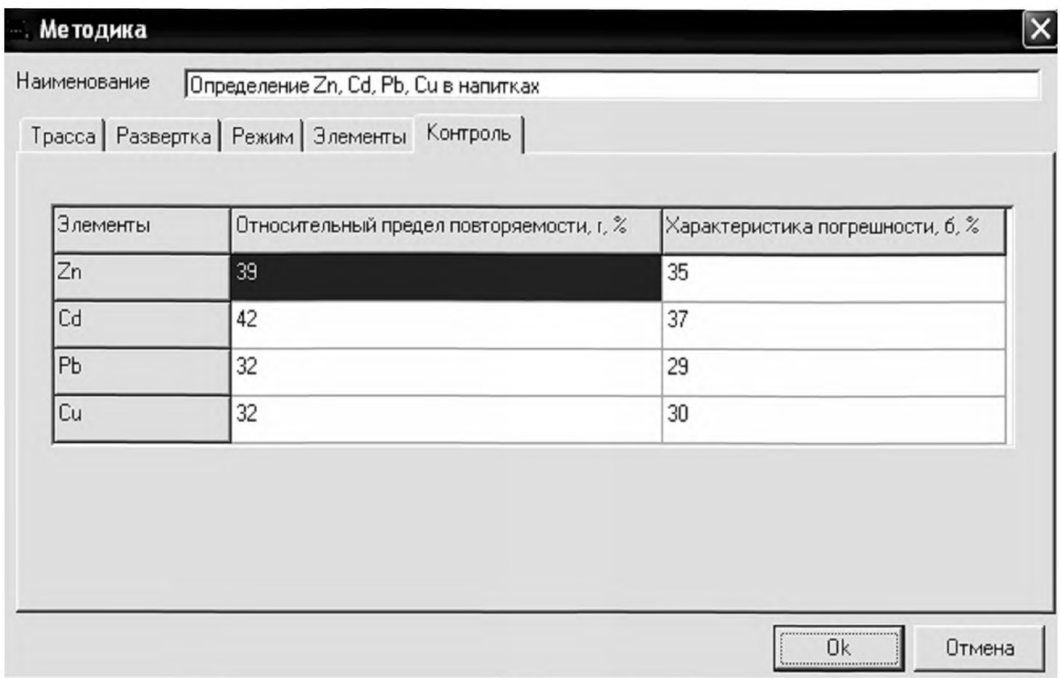
Например, вводят следующие параметры для определения цинка, кадмия, свинца и меди в напитках




Методика
Наименование
Определение Zn, Cd, Pb, Cu в напитках
Трасса
Развертка
Режим
Элементы
Контроль
Тип развертки
Ступенчатая
Диапазон тока
0.3
мА
Шаг развертки
4
мВ
Задержка 1
95
%
Задержка 2
99
%
Начало импульса
25
%
Окончание импульса
85
%
Амплитуда импульса
1
мВ
Накопление
1
раз
Форма развертки
Ok
Отмена


Методика
Наименование
Определение Zn, Cd, Pb, Cu в напитках
Трасса
Развертка
Режим
Элементы
Контроль
Ячейка 1
Ячейка 2
Ячейка 3
Число опытов
5
Фильтр
20
Инверсия по току
Инверсия по потенциалу
Первая производная
Схема
2-х электродная
Разметка
Ручная
Автомат
Форма разметки
Линия
Сплайн
Ok
Отмена





Сохраняют методику: в команде главного меню «**Сохранить методику**» или на панели управления (например «Определение Zn, Cd, Pb, Cu в напитках»).

Измерение фона. В чистые кварцевые стаканчики, подготовленные по 1 Инструкции, с помощью пипетки или дозатора вносят по 10,0 – 12,0 см^3 бидистиллированной воды и 0,1 - 0,2 см^3 концентрированной муравьиной кислоты. Стаканчики с полученным раствором помещают в ячейку, опускают электроды.

Запускают команду « **ФОН**» (см. «Руководство пользователя» раздел «Запуск анализа фонового раствора»). Снимают 5 вольтамперограмм. Проводят разметку полученных вольтамперограмм (см. «Руководство пользователя» «Разметка вольтамперных зависимостей»), удаление «выпадающих» кривых» (см. «Руководство пользователя», раздел «Обработка вольтамперных кривых»).

При наличии на вольтамперных кривых пиков определяемых элементов высотой более 0,1 мкА содержимое стаканчиков выливают, отмывают стаканчики и электроды по 1 так, чтобы в чистом фоне отсутствовали пики определяемых элементов (или были менее 0,1 мкА).

По окончании измерения фона содержимое стаканчиков не выливают.

1.3 Проверка работы ртутно-пленочных электродов по контрольной пробе

Проверку работы ртутно-пленочных электродов (РПЭ) проводят:

- после нанесения пленки ртути на поверхность РПЭ;
- при неудовлетворительной сходимости результатов анализа.

Проводят проверку стаканчиков, раствора фонового электролита и электродов на чистоту по разделу Инструкции, **установив в трассе время накопления 30 с.**

После проведения измерений фоновый электролит из стаканчиков не выливают.

В стаканчики с раствором фонового электролита с помощью пипетки или дозатора вносят по 0,02 см^3 аттестованных растворов: **кадмия, свинца** концентрации 1,0 мг/дм^3; **цинка и меди** концентрации 10,0 мг/дм^3. Полученный раствор будет являться контрольной пробой с содержанием кадмия, свинца – по 0,02 мг/дм^3; цинка, меди - по 0,2 мг/дм^3 при объеме пробы 1,0 см^3.

Измерение пробы

В трассе убирают «галочку» на этапе «Подготовка раствора». Запускают команду « **Получение вольтамперограмм пробы**». Снимают по 3 – 5 вольтамперограмм. Проводят их разметку (см. «Руководство пользователя», раздел «Разметка вольтамперных зависимостей»), удаление «выпадающих» кривых (см. раздел «Обработка вольтамперных кривых»).

Измерение пробы с добавкой

Программой предусмотрена возможность оценки концентрации по одной или двум добавкам АС элементов. Вносят в стаканчики с пробой такие же добавки АС элементов - по 0,02 см^3 аттестованных растворов **кадмия, свинца** концентрации 1,0 мг/дм^3; **цинка и меди** концентрации 10,0 мг/дм^3.

Запускают команду «1 **Получение вольтамперограмм пробы с добавкой**». Снимают по 3 – 5 вольтамперограмм. Проводят их обработку аналогично 3.3.

Измерение пробы со второй добавкой

Вносят в стаканчики с пробой такие же добавки АС элементов - по 0,02 см^3 аттестованных растворов **кадмия, свинца** концентрации 1,0 мг/дм^3; **цинка и меди** концентрации 10,0 мг/дм^3.

Запускают команду «2 **Получение вольтамперограмм пробы с двумя добавками»**.

Снимают по 3 – 5 вольтамперограмм, проводят их обработку.

В окне «Результаты измерения сигналов» отображаются результаты разметки для всех типов вольтамперограмм:

Результаты измерения сигналов

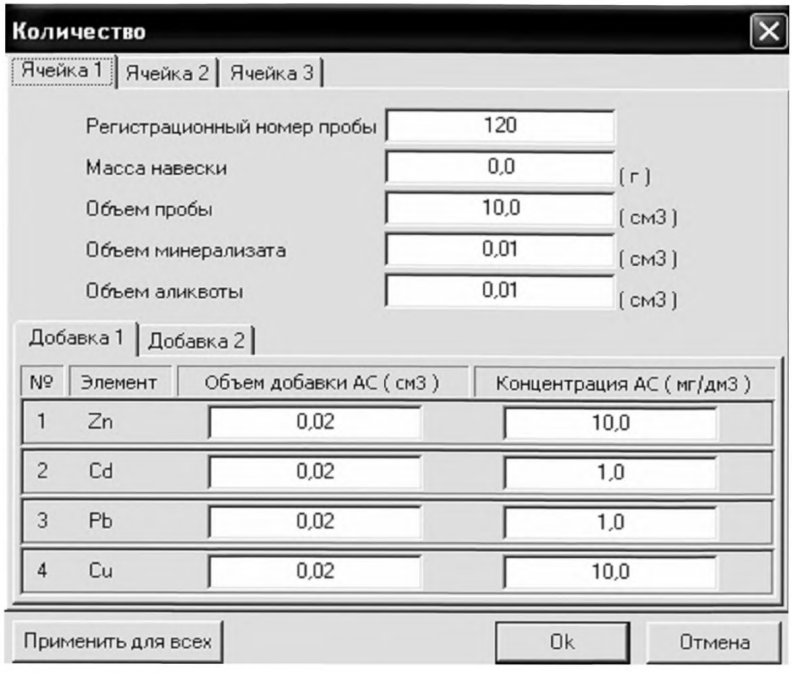
Ячейка 1 | Ячейка 2 | Ячейка 3

Добавка 2	Zn	Cd	Pb	Cu
График1	119,954	10,765	8,374	42,555
График2	115,53	10,983	8,455	41,759
График3	117,474	10,941	7,973	39,932
График4	115,526	11,022	8,488	38,189
Среднее значение	117,121	10,928	8,322	40,609
Средний по фону		0,063	0,101	
Средний по пробе	50,573	3,52	3,043	15,958
Средний по 1-й добавке	33,541	7,442	6,149	31,879
Средний по 2-й добавке	116,665	10,942	8,507	40,442

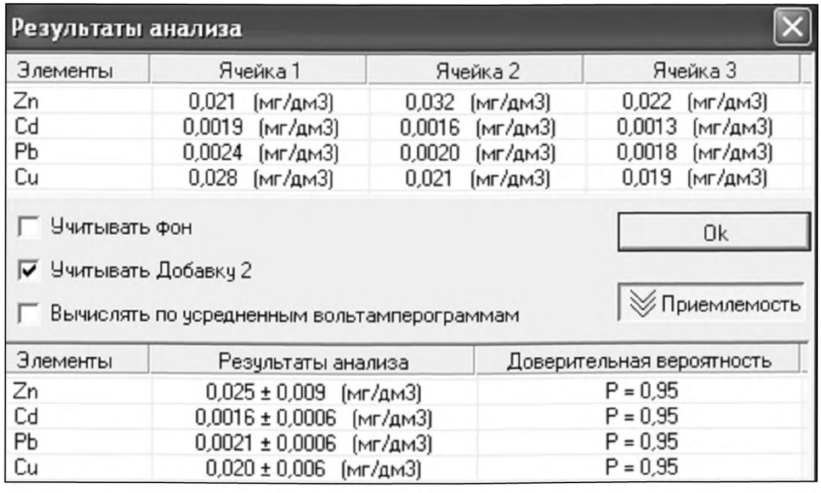
Все значения приведены к мкА

Ok

Расчет массовой концентрации элементов в контрольной пробе. Заполняют таблицу «**Количество**» ., например:



Для перехода в таблицу «Концентрация» в главном окне на панели управления нажимают кнопку – **Окно просмотра результаты анализа.** (См. «Руководство пользователя» раздел «Вычисление концентрации»



Если расхождения между полученными и введенными концентрациями не превышают 30 %, ртутно-пленочные электроды считают пригодными к работе. В противном случае проверку ртутно-пленочных электродов следует повторить еще раз.

1.4 Анализ пробы на содержание цинка, кадмия, свинца и меди

Одновременно рекомендуется проводить анализ двух параллельных и одной резервной пробы в трех стаканчиках.

В проверенные на чистоту стаканчики с раствором фонового электролита переносят аликвотную часть анализируемой пробы, подготовленной по разделу «Подготовка проб» методики количественного химического анализа».

Запускают команду «  **Получение вольтамперограмм пробы**». Снимают по 3 – 5 вольтамперограмм, проводят их разметку (см. «Руководство пользователя», раздел «Разметка вольтамперных зависимостей»), удаление «выпадающих» кривых» (см. «Руководство пользователя», раздел «Обработка вольтамперных кривых»,).
В стаканчики с пробой с помощью пипетки или дозатора вносят добавки АС элементов в таких объемах, чтобы высоты пиков на вольтамперограмме увеличились примерно в 2 раза. В трассе убирают «галочку» на этапе «Подготовка раствора». Запускают команду **«**  **Получение вольтамперограмм пробы с добавкой**». Снимают по 3 – 5 вольтамперограмм. Проводят их обработку так же, как и при измерении пробы.

При необходимости в стаканчики с пробой вводят вторую добавку АС элементов, запускают команду **«**  **Получение вольтамперограмм пробы с двумя добавками»**, снимают 3 – 5 вольтамперограмм, проводят их обработку.

В окне «Просмотр результатов измерения сигнала»  смотрят результаты разметки для всех типов вольтамперограмм во всех 3-х ячейках (после второй добавки).

Вычисление массовых концентраций определяемых элементов

В таблице «**Количество**»  . 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.

Нажимают кнопку –  **Окно просмотра результатов анализа** в главном окне на панели управления.

В таблице представлены значения массовых концентраций цинка, кадмия, свинца и меди для каждой из параллельных проб. Нажимают

кнопку [**Приемлемость**], в случае, когда результаты измерений параллельных проб приемлемы, вычисляется среднее арифметическое значение, которое принимают за результат анализа.

Создание документа. Для сохранения документа на панели управления нажимают кнопку  или в главном меню выбирают пункт **Документ/Сохранить в архиве.** (См. «Руководство пользователя», раздел «Работа с документом»).

Для печати вольтамперных кривых на принтере нажимают кнопку  или в главном меню выбирают пункт **Документ / Печать графиков** (См. «Руководство пользователя», раздел «Печать»).

Данные результата анализа могут быть распечатаны в виде протокола в формате Microsoft ® Word по существующему шаблону отчета (См. «Руководство пользователя»). Так же возможно создание шаблона по требуемому типу оформления отчета.

1.5 Выполнение измерений пробы при раздельном определении массовых концентраций Zn и Cd, Pb, Cu

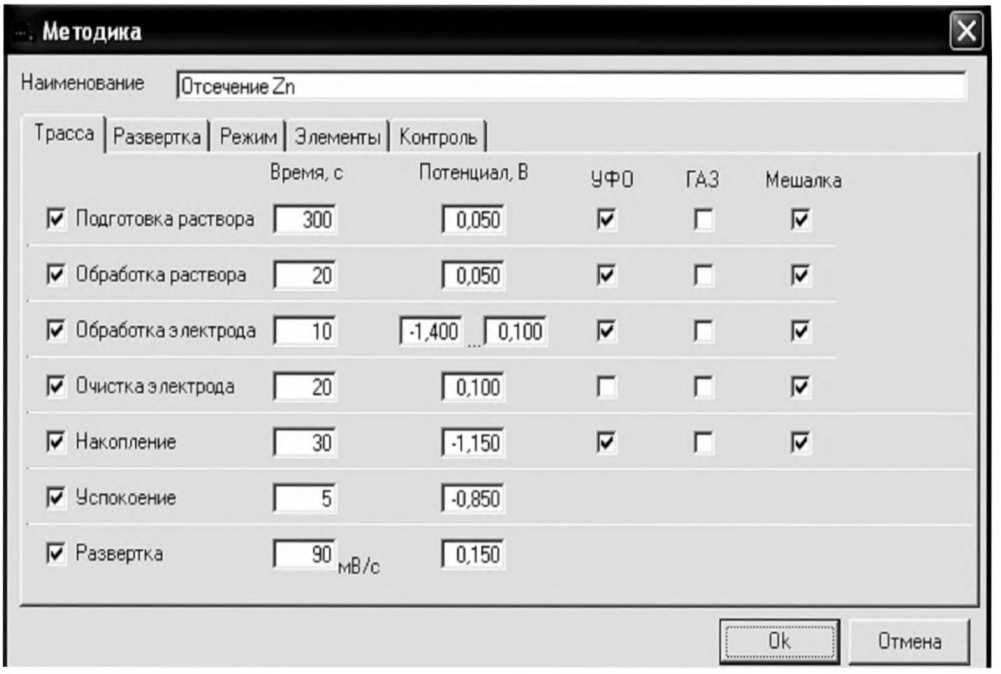
Если при съемке первой вольтамперограммы пробы окажется, что высота анодного пика *Zn* превышает высоты остальных элементов в 10 - 15 и более раз, то проводят в первую очередь определение *Cd, Pb, Cu*, а затем - *Zn* в той же пробе.

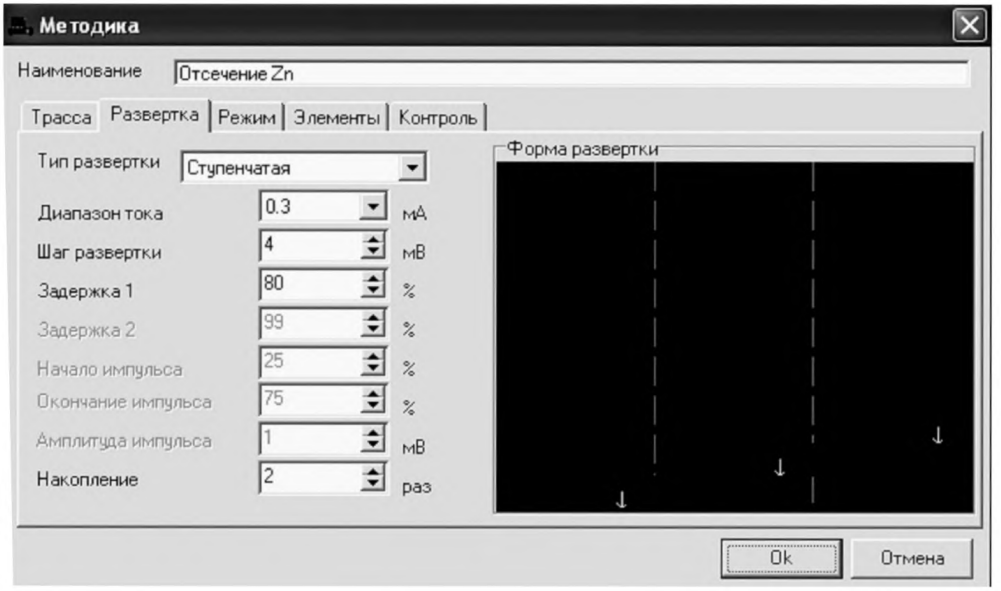
1.5.1 Определение Cd, Pb, Cu

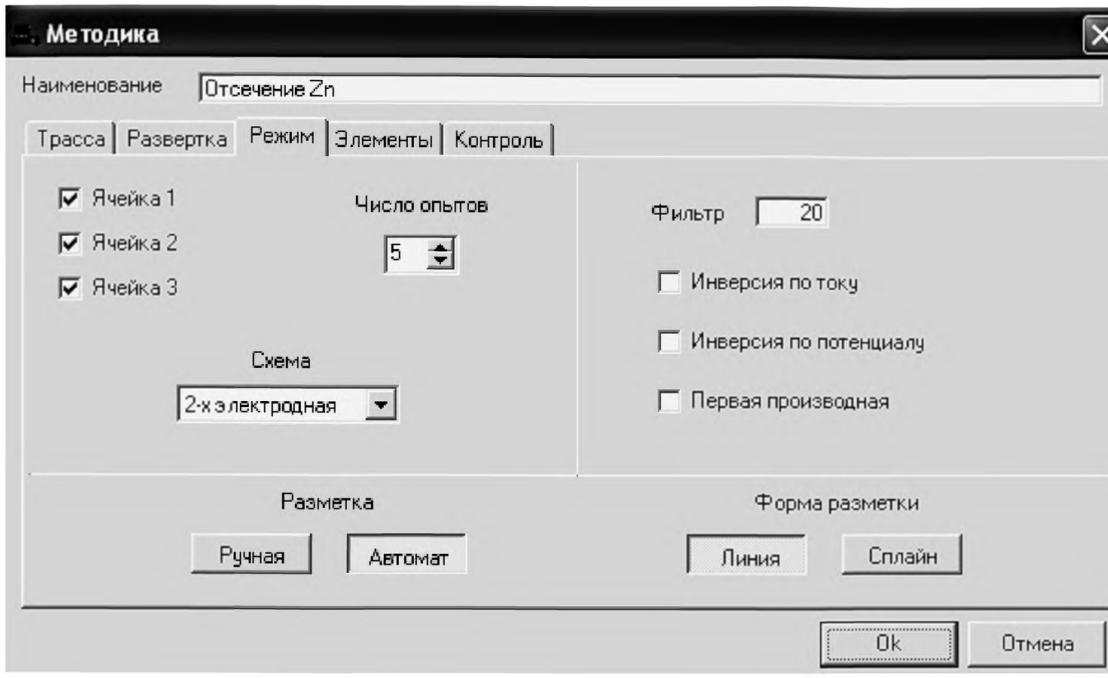
В главном меню выбирают пункт **Методика / Открыть.** В окне выбора файла выбирают файл методики «**Отсечение Zn**» и нажимают кнопку «**Открыть файл».**

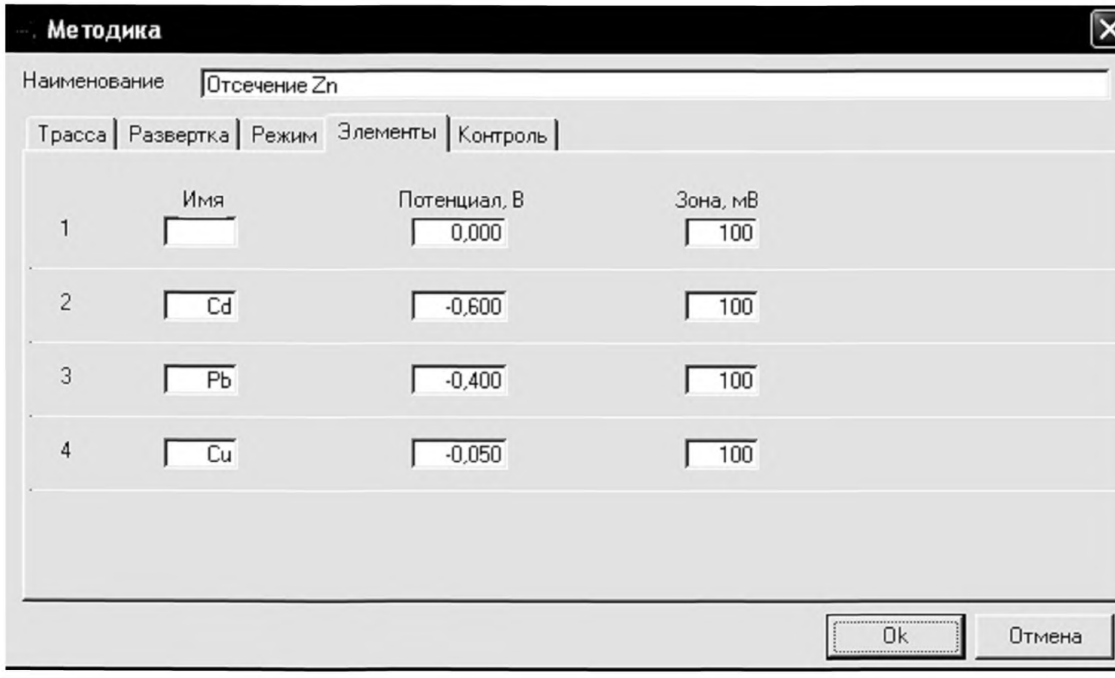
Или создают новую методику

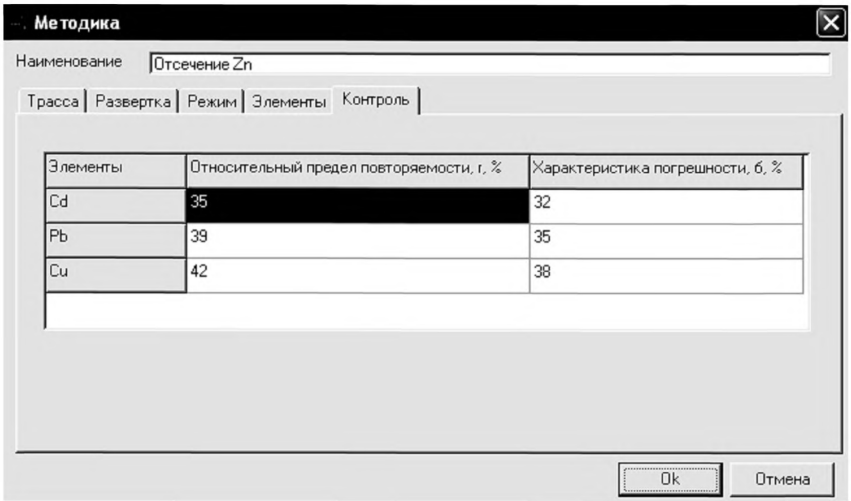
В главном меню выбирают пункт **Методика / Новая.** Вводят следующие параметры для определения ***кадмия, свинца и меди***


Методика
Наименование
Отсечение Zn
Трасса
Развертка
Режим
Элементы
Контроль
Время, с
Потенциал, В
УФО
ГАЗ
Мешалка
Подготовка раствора
300
0,050
Обработка раствора
20
0,050
Обработка электрода
10
-1,400
0,100
Очистка электрода
20
0,100
Накопление
30
-1,150
Успокоение
5
-0,850
Развертка
90
мВ/с
0,150
Ok
Отмена


Методика
Наименование
Отсечение Zn
Трасса
Развертка
Режим
Элементы
Контроль
Тип развертки
Ступенчатая
Диапазон тока
0.3
мА
Шаг развертки
4
мВ
Задержка 1
80
%
Задержка 2
99
%
Начало импульса
25
%
Окончание импульса
75
%
Амплитуда импульса
1
мВ
Накопление
2
раз
Форма развертки
Ok
Отмена


Методика
Наименование
Отсечение Zn
Трасса
Развертка
Режим
Элементы
Контроль
Ячейка 1
Ячейка 2
Ячейка 3
Число опытов
5
Фильтр
20
Инверсия по току
Инверсия по потенциалу
Первая производная
Схема
2-х электродная
Разметка
Ручная
Автомат
Форма разметки
Линия
Сплайн
Ok
Отмена


Методика
Наименование
Отсечение Zn
Трасса
Развертка
Режим
Элементы
Контроль
Имя
Потенциал, В
Зона, мВ
1
0,000
100
2
Cd
-0,600
100
3
Pb
-0,400
100
4
Cu
-0,050
100
Ok
Отмена



Сохраняют методику: в команде главного меню «**Сохранить методику**» или панели управления (например, «Отсечение Zn).

1.5.2 Выполнение измерения пробы

В проверенные на чистоту стаканчики по 1 с раствором фонового электролита переносят аликвотную часть анализируемой пробы, подготовленной по разделу «Подготовка проб» методики количественного химического анализа».

Запускают команду «**Получение вольтамперограмм пробы**». Снимают по 3 – 5 вольтамперограмм, проводят их разметку, удаление «выпадающих» кривых».

В стаканчики с пробой с помощью пипетки или дозатора вносят добавки АС кадмия, свинца и меди в таких объемах, чтобы высоты пиков элементов на вольтамперограмме увеличились примерно в 2 раза. В трассе убирают «галочку» на этапе «Подготовка раствора». Запускают команду «**Получение вольтамперограмм пробы с добавкой**». Снимают по 3 – 5 вольтамперограмм. Проводят их обработку так же, как и при измерении пробы.

При необходимости в стаканчики с пробой вводят вторую добавку АС элементов, запускают команду «**Получение вольтамперограмм пробы с двумя добавками»**, снимают 3 – 5 вольтамперограмм, проводят их обработку.

В окне «Просмотр результатов измерения сигнала»  смотрят результаты разметки для всех типов вольтамперограмм во всех 3-х ячейках (после второй добавки).

Вычисление массовых концентраций кадмия, свинца и меди

В таблице «**Количество**»  . для каждой активной ячейки указывают: массу навески или объем пробы, объем минерализата, пошедший на растворение озоленной пробы, и объем аликвотной части подготовленной к анализу пробы.

Нажимают кнопку –  **Окно просмотра результатов анализа** в главном окне на панели управления.

В таблице представлены значения массовых концентраций кадмия, свинца и меди для каждой из параллельных проб. Нажимают кнопку [**Приемлемость**]; в случае, когда результаты измерений параллельных проб приемлемы, вычисляется среднее арифметическое значение, которое принимают за результат анализа.

1.5.3 Определение концентрации Zn в той же пробе

После проведения анализа пробы на содержание кадмия, свинца и меди из главного меню выбирают пункт **Методика / Открыть.** В окне выбора файла выбирают файл методики, например, «ТМ напитки» и нажимают кнопку «**Открыть файл».**

Или создают новую методику

В главном меню выбирают пункт **Методика / Новая.** Вводят параметры для определения цинка по Инструкции.

В трассе убирают «галочку» на этапе «Подготовка раствора».

Запускают команду «  **Получение вольтамперограмм пробы**» Снимают по 3 – 5 вольтамперограмм, проводят их разметку, удаление «выпадающих» кривых».

В стаканчики с пробой с помощью пипетки или дозатора вносят добавки АС цинка в таком объеме, чтобы высота пика цинка на вольтамперограмме увеличилась примерно в 2 раза. Запускают команду

«  **Получение вольтамперограмм пробы с добавкой**». Снимают по 3 – 5 вольтамперограмм. Проводят их обработку так же, как и при измерении пробы.

При необходимости в стаканчики с пробой вводят вторую добавку АС цинка, запускают команду **«**  **Получение вольтамперограмм пробы с двумя добавками»**, снимают 3 – 5 вольтамперограмм, проводят их обработку.

В окне «Просмотр результатов измерения сигнала» смотрят результаты разметки для всех типов вольтамперограмм во всех 3-х ячейках (после второй добавки).

Вычисление массовой концентрации цинка

В таблице «**Количество**» . для каждой активной ячейки указывают: массу навески или объем пробы, объем минерализата, пошедший на растворение озоленной пробы, и объем аликвотной части подготовленной к анализу пробы.

Нажимают кнопку – **Окно просмотра результатов анализа** в главном окне на панели управления.

В таблице представлены значения массовой концентрации цинка для каждой из параллельных проб. Нажимают кнопку [**Приемлемость**]; в случае, когда результаты измерений параллельных проб приемлемы, вычисляется среднее арифметическое значение, которое принимают за результат анализа. Данные измерений сохраняют в виде архивного файла.

После проведения измерений содержимое стаканчиков выливают, стаканчики и электроды промывают бидистиллированной водой.

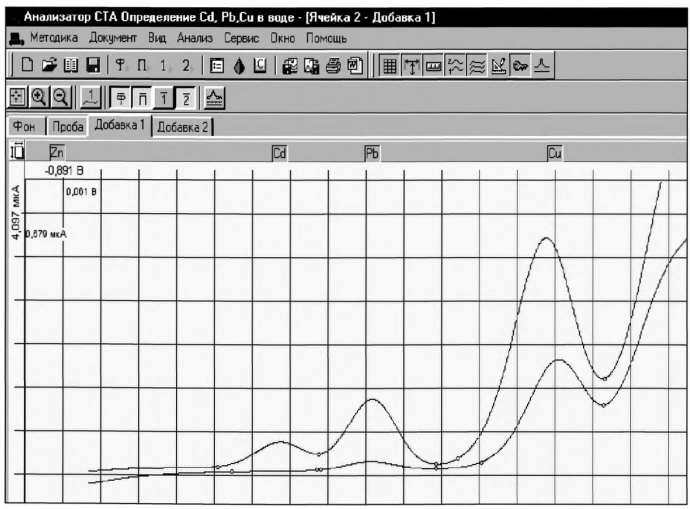


Рисунок. Вольтамперограммы пробы и пробы с добавками АС элементов при определении кадмия, свинца и меди (с отсечением цинка)

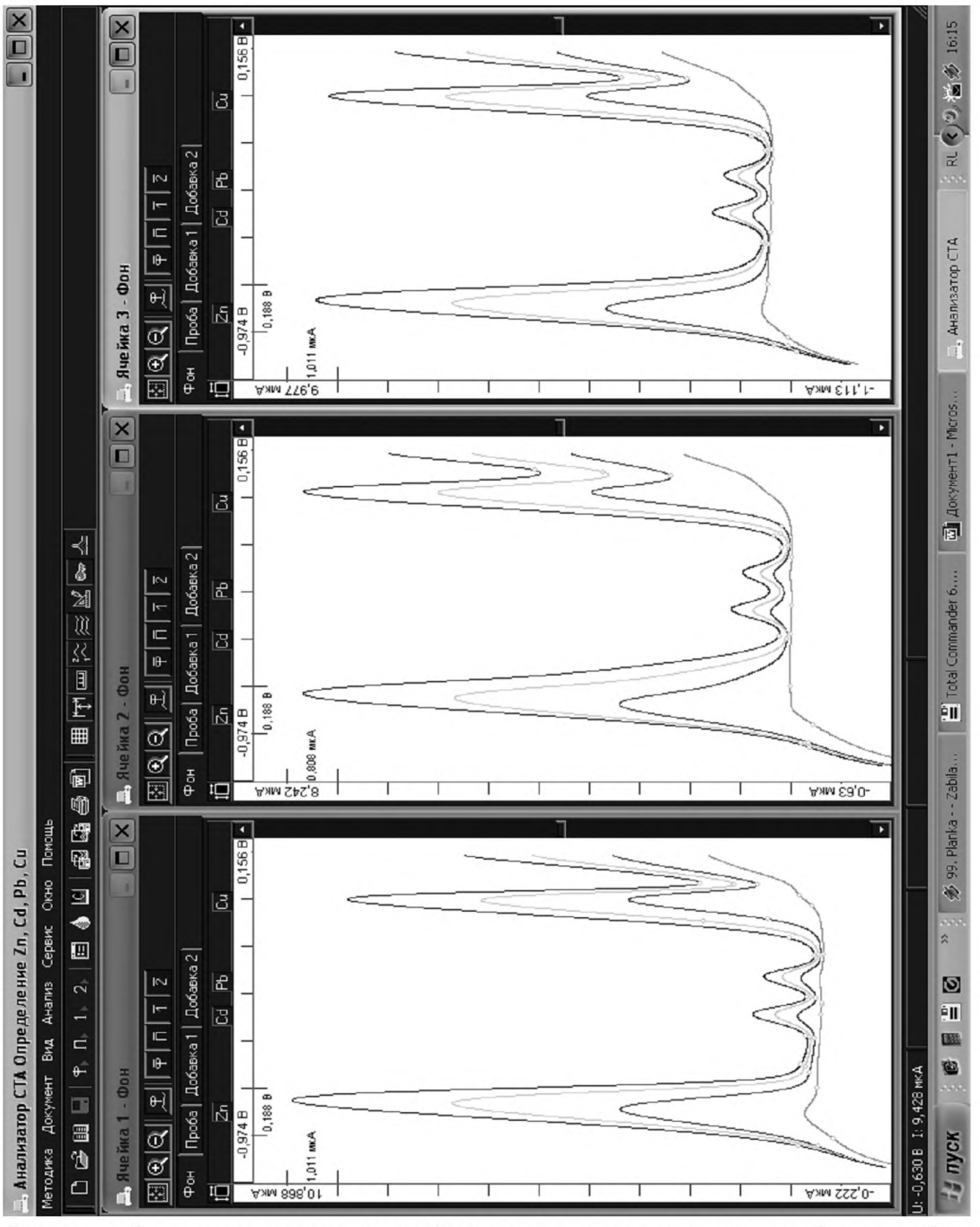


Рисунок. Вольтамперограммы фонового электролита, пробы и пробы с добавками АС элементов при одновременном определении цинка, кадмия, свинца и меди

ИНСТРУКЦИЯ № 2

выполнение измерений РТУТИ с использованием комплекса аналитического вольтамперометрического СТА (с программным обеспечением Windows)

Анализатор СТА должен быть предварительно подготовлен к работе в соответствии с «Руководством пользователя» на данный вольтамперометрический комплекс.

Состав электрохимической ячейки:

- электроды: индикаторный электрод – графитовый;
  электрод сравнения – хлорсеребряный, заполненный раствором хлорида калия концентрации 1 моль/дм^3 с сопротивлением не более 3,0 кОм.

2.1 Подготовка пробы

Для анализа берут две параллельные и одну холостую пробы.
Подготовку проб средств гигиены полости рта для анализа при определении концентрации ртути проводят следующим образом:

Пробу анализируемого препарата навеской 0,1000 - 0,2000 г, взятую с точностью до 0,0002 г (зубные пасты) или объемом 0,05 - 0,10 см^3 с точностью до 0,01 см^3 (зубные эликсиры) помещают в кварцевый стаканчик объемом 15,0 - 20,0 см^3 (откалиброванный с меткой на 10,0 см^3), добавляют 2,0 см^3 бидистиллированной воды, 2,0 см^3 перегнанной азотной кислоты по каплям, чтобы не было разбрызгивания. Стаканчик накрывают крышкой-дефлегматором, в крышку наливают бидистиллированной воды, помещают на плитку или комплекс пробоподготовки «Темос-Экспресс» с температурой 90 ^{0}C – 96 ^{0}C на 30 - 40 мин. Воду в крышке меняют через 5 - 7 мин в течение всей химической обработки пробы.

После охлаждения подготовленной пробы, берут по 0,5 см^3 полученного минерализата и помещают в 2 стаканчика. Добавляют в них по 0,5 см^3 концентрированной азотной кислоты, по 0,5 см^3 раствора пероксида водорода концентрации 30 %. Стаканчики накрывают крышками и помещают на плитку с температурой 110 – 120 ^{0}C на 30 мин.

Эту процедуру повторяют еще 3 раза (т.е. добавление по 0,5 см^3 раствора пероксида водорода концентрации 30 % и кипячение при 110 – 120 ^{0}C).

После обработки аликвоты пробы стаканчики снимают с плитки, охлаждают, крышки (ту её часть, что была опущена в стаканчик) ополаскивают бидистиллированной водой (10 см^3 бидистиллированной воды), сливая воду в стаканчики с пробой.
Добавляют в стаканчики по 0,02 см^3 раствора иона золота (3+) концентрации 100,0 мг/дм^3.

Проба готова к измерению.

Подготовку холостой пробы проводят аналогично подготовке пробы, добавляя те же реактивы, в тех же количествах и последовательности, но без анализируемой пробы, используя вместо неё бидистиллированную воду.

2.1 Подготовка графитового электрода, проверка стаканчиков, фонового раствора и электродов на чистоту

Загружают файл созданной заранее методики (например, **«Определение ртути»**), в главном меню выбирают пункт **МЕТОДИКА / ОТКРЫТЬ)** или создают новую.

Создание новой методики (см. «Руководство пользователя» «Создание новой методики»). В главном меню выбирают пункт **Методика / Новая методика.** Вводят следующие параметры.

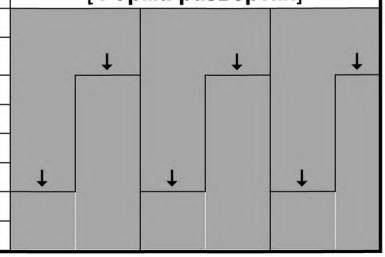
Трасса

Комплекс СТА.lnk Методика

Наименование [**Определение ртути**]

Трасса		Развертка	Режим		Элемент	Контроль	
		Время, с	Потенциал, В		УФО	Газ	Мешалка
	Подготовка раствора	0	0,000		-		Y
	Обработка раствора	0	0,000		-		Y
Y	Обработка электрода	20	0,000	0,000	-		Y
Y	Очистка электрода	20	0,850		-		Y
Y	Накопление	60	0,000		-		Y
Y	Успокоение	5	0,000				
Y	Развертка	90 мВ/с	0,850				

Развертка

Трасса	**Развертка**	Режим	Элемент	Контроль
Тип развертки	[**Ступенчатая**]	**[Форма развертки]**		
Диапазон тока	**0,03** мВ			
Шаг развертки	**4** мВ			
Задержка 1	**90** %			
Задержка 2				
Начало импульса				
Окончание импульса				
Амплитуда				
Накопление	**3 раз**			

Режим

Трасса	Развертка	**Режим**	Элемент	Контроль
Y	Ячейка 1	Число опытов **[5]**	Фильтр **5**0	
Y	Ячейка 2			
Y	Ячейка 3	Схема **[2-х электродная]**	Инверсия по току	
			Инверсия по потенциалу	
			Первая производная	
Разметка			**Форма разметки**	
[Ручная]	[Автомат]	**[Линия]**	Сплайн	

Элемент

Трасса	Развертка	Режим	**Элемент**	Контроль
	Имя	Потенциал, В	Зона, мВ	
1	**Hg**	**0,600**	**50**	
2		0,000	0,000	

Контроль

Трасса	Развертка	Режим	Элемент	**Контроль**
	Элемент	Относительный предел повторяемости, r, %		Характеристика погрешности, σ, %
1	**Hg**			

Сохраняют методику: в команде главного меню «Сохранить методику» или панели управления  ***(например «Определение ртути в зубной пасте»).***

2.2. Измерение фона В стаканчики наливают по 10,0 см^3 бидистиллированной воды, добавляют по 0,1 см^3 концентрированной азотной кислоты и по 0,04 см^3 раствора иона золота (3+) концентрации 100,0 мг/дм^3. Стаканчики помещают в каждую из трех электрохимических ячеек анализатора СТА, опускают электроды и запускают команду «Ф **ФОН**».
Снимают по 3 – 5 вольтамперограмм. Проводят их разметку, удаление «выпадающих» кривых».
При наличии на вольтамперных кривых пиков ртути высотой более 0,2 мкА содержимое стаканчиков выливают, отмывают стаканчики и электроды так, чтобы в чистом фоне отсутствовали пики определяемого элемента (или были менее 0,2 мкА).

2.3 Измерение пробы
В стаканчики с фоновым электролитом вносят пипеткой или дозатором по 0,01 см^3 АС ртути концентрации 0,50 мг/дм^3. Полученный раствор является контрольной пробой с содержанием ртути 0,0005 мг/дм^3 при объеме пробы 10,0 см^3.

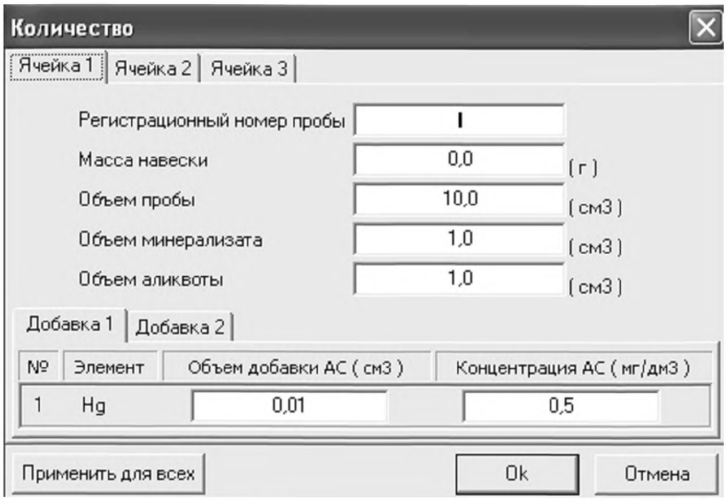
Запускают команду «П **Получение вольтамперограмм пробы**». Снимают по 3 – 5 вольтамперограмм. Проводят их разметку, удаление «выпадающих» кривых.

2.4 Измерение пробы с добавкой
Программой предусмотрена возможность оценки концентрации по одной или двум добавкам АС ртути.
Вносят в стаканчики с пробой добавки АС ртути объемом 0,01 см^3 концентрации 0,50 мг/дм^3. Запускают команду **«** 1 **Получение вольтамперограмм пробы с добавкой**». Снимают по 3 – 5 вольтамперограмм. Проводят их обработку.

В окне «Результаты измерения сигналов»  отображаются результаты разметки для всех типов вольтамперограмм.

2.5 Расчет массовой концентрации ртути в контрольной пробе

Заполняют таблицу «**Количество**»  ., например:



Для перехода в таблицу «**Концентрация**» в главном окне на панели управления нажимают кнопку – **Окно просмотра результаты анализа.** Если расхождение между полученными и введенными концентрациями не превышает 30 %, графитовый электрод считают пригодным к работе. После этого можно приступать к измерению проб в такой же последовательности. Электроды готовы к работе. В противном случае подготовку и проверку графитовых электродов следует повторить еще раз.

2.6 Измерения при анализе пробы на содержание ртути

Одновременно рекомендуется проводить анализ двух параллельных и одной резервной пробы в трех стаканчиках.

Стаканчики с пробой анализируемого объекта, подготовленные для измерения по разделу «Подготовка пробы» методики количественного химического анализа, добавляют в каждый стаканчик по 0,04 см^3 раствора иона золота (3+) концентрации 100,0 мг/дм^3, стаканчики помещают в электрохимическую ячейку, опускают электроды.

Запускают команду «**Получение вольтамперограмм пробы**». Снимают по 3 – 5 вольтамперограмм, проводят их разметку, удаление «выпадающих» кривых».

В стаканчики с пробой с помощью пипетки или дозатора вносят добавки АС ртути в таких объемах, чтобы высоты пиков на вольтамперограмме увеличились примерно в 2 раза (например, объемом 0,01 см^3 концентрации 0,50 мг/дм^3.).

Запускают команду «  **Получение вольтамперограмм пробы с добавкой**». Снимают по 3 – 5 вольтамперограмм. Проводят их обработку так же, как и при измерении пробы.

Вычисление массовых концентраций определяемого элемента

В таблице «**Количество**»  . 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.

Нажимают кнопку –  **Окно просмотра результатов анализа** в главном окне на панели управления.
В таблице представлены значения массовых концентраций ртути для каждой из параллельных проб. Нажимают кнопку [**Приемлемость**], в случае, когда результаты измерений параллельных проб приемлемы, вычисляется среднее арифметическое значение, которое принимают за результат анализа.

2.7 Создание документа Для сохранения документа на панели управления нажимают кнопку  или в главном меню выбирают пункт **Документ/Сохранить в архиве.**

Для печати вольтамперных кривых на принтере нажимают кнопку  или в главном меню выбирают пункт **Документ / Печать графиков.** Данные результата анализа могут быть распечатаны в виде протокола в формате Microsoft ® Word по существующему шаблону отчета. Так же возможно создание шаблона по требуемому типу оформления отчета.

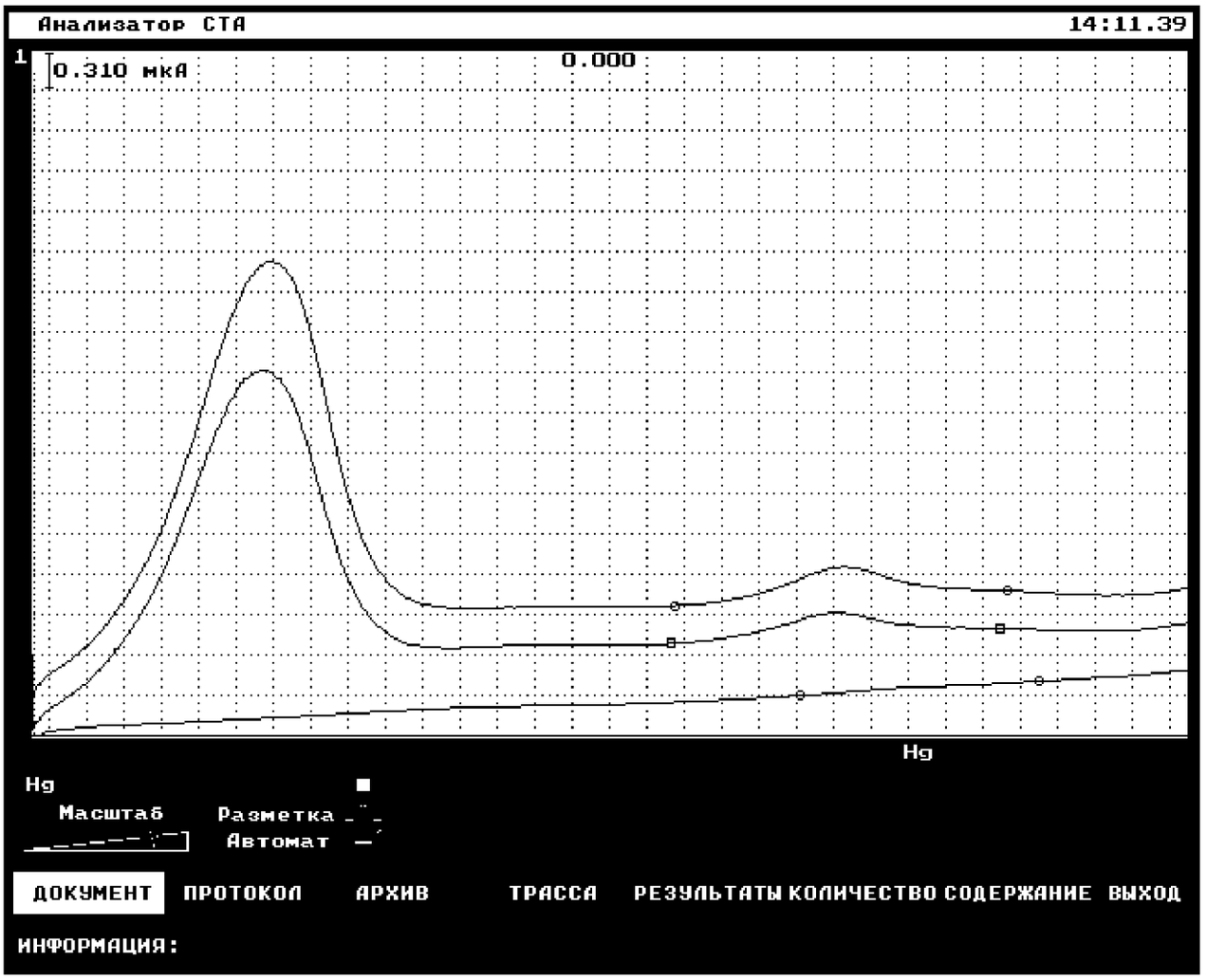


Рисунок. Вольтамперограмма ртути в фоновом электролите (1), в пробе (2) и в пробе с добавкой стандартных растворов (3)

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

РАЗРАБОТЧИКИ:

Черемпей Е.Г.- н.с. проблемной лаборатории НИЛ микропримесей Томского политехнического университета, ООО ВНПФ “ЮМХ”;

Федорчук В.А. – к.х.н., н.с. проблемной лаборатории НИЛ микропримесей Томского политехнического университета, ООО ВНПФ “ЮМХ” ;

Пикула Н.П. - к.х.н., доцент каф. Физической и аналитической химии ТПУ, эксперт-аудитор Системы аккредитации аналитических лабораторий (центров).

© ООО «Внедренческая научно-производственная фирма «ЮМХ»

(382-2) 563-860, *microlab@tpu.ru*,

gost.e-ecolog.ru