МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 32936— 2014

ПРОДУКЦИЯ ПАРФЮМЕРНО-КОСМЕТИЧЕСКАЯ

Инверсионно-вольтамперометрический метод определения ртути

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2016

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Республиканским государственным предприятием «Казахстанский институт стандартизации и сертификации» Комитета технического регулирования и метрологии и Техническим комитетом по стандартизации № 71 «Экологическая безопасность сырья, материалов, веществ и сооружений»

2 ВНЕСЕН Комитетом технического регулирования и метрологии Министерства индустрии и новых технологий Республики Казахстан

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 5 декабря 2014 г. № 46-2014)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт
Украина	UA	Минэкономразвития Украины

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 11 мая 2016 г. № 298-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 32936—2014 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2017 г.

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (*gost.e-ecolog.ru

© Стандартинформ, 2016

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения . . . 1
2 Нормативные ссылки . . . 1
3 Сущность метода . . . 2
4 Отбор проб . . . 3
5 Требования безопасности, охраны окружающей среды при выполнении измерений . . . 3
5.1 Условия безопасного проведения работ . . . 3
5.2 Требования к квалификации исполнителя . . . 4
5.3 Условия выполнения измерений . . . 4
6 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы и материалы . . . 4
6.1 Средства измерений и вспомогательное оборудование . . . 4
6.2 Посуда . . . 4
6.3 Реактивы и материалы . . . 5
7 Подготовка к выполнению измерений . . . 5
7.1 Подготовка приборов к работе . . . 5
7.2 Подготовка лабораторной посуды . . . 6
7.3 Приготовление и проверка работы индикаторного электрода и электрода сравнения . . . 6
7.4 Приготовление растворов . . . 6
7.5 Подготовка проб . . . 7
8 Выполнение измерений . . . 8
8.1 Проверка стаканчиков, фонового раствора и электрода на чистоту . . . 8
8.2 Анализ пробы . . . 8
9 Обработка и оформление результатов . . . 9
10 Контроль качества результатов измерений при реализации метода в лаборатории . . . 11
11 Проверка приемлемости результатов измерений для двух лабораторий . . . 11
Приложение А (обязательное) Алгоритмы оперативного контроля процедуры анализа . . . 13
Приложение Б (справочное) Выполнение измерений с использованием вольтамперометрического анализатора СТА для определения массовых концентраций ртути (с программным обеспечением Windows) . . . 15
Библиография . . . 19

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

ПРОДУКЦИЯ ПАРФЮМЕРНО-КОСМЕТИЧЕСКАЯ

Инверсионно-вольтамперометрический метод определения ртути

Perfumery and cosmetic production.
Anodic stripping voltammetric method of definition of mercury

Дата введения — 2017—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает инверсионно-вольтамперометрический метод (далее — ИВ) определения массовой доли (содержания) ртути при анализе проб парфюмерно-косметической продукции (далее — ПКП) с содержанием железа не более 0,50 мг/кг.

Диапазон содержания ртути от 0,002 до 1,0 мг/кг. Если содержание элемента в пробе выходит за верхнюю границу диапазона определяемых содержаний, допускается разбавление подготовленной к измерению пробы.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

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

ГОСТ 12.1.019—79 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты[1)]

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

ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 2156—76 Реактивы. Натрий двууглекислый. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4233—77 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4234—77 Реактивы. Калий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ ИСО 5725-6—2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике[2)]

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

[1)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р 12.1.019—2009.

[2)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике.

Издание официальное

ГОСТ 9293—74 Азот газообразный и жидкий. Технические условия

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

ГОСТ 10929—76 Реактивы. Водорода пероксид. Технические условия

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

ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

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

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

ГОСТ 17237—93 Изделия парфюмерные жидкие. Общие технические условия[1)]

ГОСТ 20490—75 Реактивы. Калий марганцовокислый. Технические условия

ГОСТ 21400—75 Стекло химико-лабораторное. Технические требования. Методы испытаний

ГОСТ 24104—2001 Весы лабораторные. Общие технические условия[2)]

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

ГОСТ 28311—89 Дозаторы медицинские лабораторные. Общие технические требования и методы испытаний

ГОСТ 28767—90 Изделия декоративной косметики на жировой основе. Общие технические условия[3)]

ГОСТ 28768—90 Изделия декоративной косметики порошкообразные и компактные. Общие технические условия[4)]

ГОСТ 29169—91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 29188.0—2014 Продукция парфюмерно-косметическая. Правила приемки, отбор проб. Методы органолептических испытаний

ГОСТ 29189—91 Кремы косметические. Общие технические условия[5)]

ГОСТ 29227—91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя за текущий год. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Сущность метода

Метод основан на проведении ИВ-анализа раствора пробы после ее предварительной подготовки.

Предварительная подготовка проб ПКП для определения массовой доли ртути основана на переводе всех форм и соединений ртути в анализируемой пробе в раствор в виде ртути двухвалентной при действии азотной кислоты и перекиси водорода.

Метод ИВ-анализа основан на способности элементов, концентрированных на индикаторном электроде, электрохимически растворяться при определенном потенциале, характерном для каждого элемента. Регистрируемый максимальный анодный ток элемента прямо пропорционально зависит от массовой доли ртути.

[1)] В Российской Федерации действует ГОСТ 31678—2012 Продукция парфюмерная жидкая. Общие технические условия.

[2)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228—2008 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания.

[3)] В Российской Федерации действует ГОСТ 31649—2012 Продукция декоративной косметики на жировосковой основе. Общие технические условия.

[4)] В Российской Федерации действует ГОСТ 31698—2013 Продукция косметическая порошкообразная и компактная. Общие технические условия.

[5)] В Российской Федерации действует ГОСТ 31460—2012 Кремы косметические. Общие технические условия.

Процесс электроосаждения ртути из раствора подготовленной пробы на индикаторном золотографитовом электроде проходит при потенциале электролиза, равном 0,0 В относительно хлорсеребряного электрода (ХСЭ), в течение заданного времени электролиза от 2 до 10 мин. Процесс электрорастворения элементов с поверхности электрода и регистрация аналитического сигнала анодного пика на вольтамперной (ВА) кривой проводится при линейно-меняющемся (в сторону положительных значений) потенциале при заданной чувствительности прибора. Потенциал максимума анодного тока (пика) ртути равен (0,60 ± 0,05) В. Общая схема анализа методом ИВ представлена на рисунке 1.

Массовая доля ртути в пробе определяется методом добавок аттестованных смесей ртути.

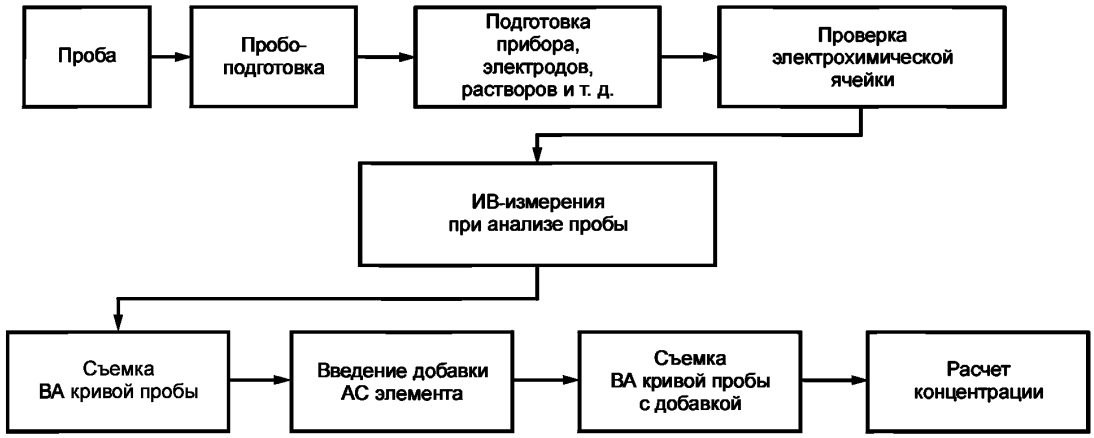


Рисунок 1 — Основные этапы анализа проб методом ИВ

4 Отбор проб

Отбор и хранение проб проводят по нормативной документации для данной группы анализируемой однородной продукции (по ГОСТ 29188.0, ГОСТ 17237[1)], ГОСТ 28767[1)], ГОСТ 28768[2)], ГОСТ 29189[3)] и др.).

Для анализа используют две параллельные пробы и одну холостую или две параллельные и одну резервную пробы.

5 Требования безопасности, охраны окружающей среды при выполнении измерений

5.1 Условия безопасного проведения работ

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

5.1.2 Прибор в процессе эксплуатации должен быть надежно заземлен.

5.1.3 При выполнении аналитических измерений необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами.

5.1.4 Электробезопасность при работе с электроустановками — по ГОСТ 12.1.019[4)].

[1)] В Российской Федерации действует ГОСТ 31678—2012 Продукция парфюмерная жидкая. Общие технические условия.

[2)] В Российской Федерации действует ГОСТ 31698—2013 Продукция косметическая порошкообразная и компактная. Общие технические условия.

[3)] В Российской Федерации действует ГОСТ 31460—2012 Кремы косметические. Общие технические условия.

[4)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р 12.1.019—2009.

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

5.2 Требования к квалификации исполнителя

К выполнению измерений и обработке результатов по данному методу допускают лиц, владеющих техникой ИВ-метода анализа и изучивших инструкцию по эксплуатации вольтамперометрического анализатора.

5.3 Условия выполнения измерений

Измерения проводятся в следующих условиях:
- температура окружающего воздуха (25 ± 5) °С;
- атмосферное давление (760 ± 30) мм рт. ст.;
- относительная влажность воздуха при 25 °С (55 ± 25) %;
- частота переменного тока (50 ± 5) Гц;
- напряжение питания в сети (220 ± 22) В.

6 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы и материалы

6.1 Средства измерений и вспомогательное оборудование

6.1.1 Серийный вольтамперометрический анализатор (типа СТА или др.) в комплекте с IBM-совместимым компьютером с системой сбора и обработки данных или полярограф (ПУ-1 или др., в котором есть дифференциальный режим).

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

6.1.2 Электрохимическая ячейка, в состав которой входят:

- индикаторный электрод — золотографитовый на основе графита, пропитанного смесью парафина и полиэтилена;
- электрод сравнения — хлорсеребряный в растворе калия или натрия хлорида концентрации 1,0 моль/дм^3 с сопротивлением не более 3,0 кОм;
- сменные стаканчики из кварцевого стекла вместимостью от 20 до 25 см^3;
- трубки для подвода инертного газа с целью удаления растворенного кислорода и перемешивания раствора.

6.1.3 Весы специального класса точности с наибольшим пределом допускаемой абсолютной погрешности ± 0,0001 г по ГОСТ 24104[1)].

6.1.4 Дозаторы типа П-1 емкостью от 0,01 до 1,00 см^3 с дискретностью установки доз от 10 до 1000 мкл и относительной погрешностью не более 5 % по ГОСТ 28311.

6.1.5 Шланги полиэтиленовые для подвода газа.

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

6.1.7 Аппарат для бидистилляции воды (стеклянный) АСД-4 по ГОСТ 28165.

6.1.8 Муфельная печь типа ПМ-8 или МР-64-0215 по ГОСТ 9736 или электропечь сопротивления камерная лабораторная, обеспечивающая поддержание заданного температурного режима от 150 до 600 °С с погрешностью ± 25 °С.

6.1.9 Щипцы тигельные.

6.1.10 Секундомер, 2-го класса точности, допустимая погрешность ± 1,8 с.

6.2 Посуда

6.2.1 Пипетки мерные лабораторные стеклянные 2-го класса точности вместимостью 0,5; 1,0; 2,0; 5,0; 10,0 см^3 по ГОСТ 29169 или ГОСТ 29227.

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

[1)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228—2008 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания.

6.2.3 Стаканчики из промышленного кварцевого стекла марок КИ, КВ объемом от 20 до 25 $см^3$.

6.2.4 Стаканчики из кварцевого стекла марок КУ-1, КУ-2 объемом от 20 до 25 $см^3$.

6.2.5 Эксикатор по ГОСТ 21400.

6.2.6 Крышки-дефлегматоры для стаканчиков из термостойкого стекла конусообразной формы диаметром от 25 до 35 мм, высотой от 20 до 25 мм.

6.2.7 Палочки стеклянные по ГОСТ 21400.

6.2.8 Емкость для слива растворов ионов золота и ртути.

6.2.9 Сменные наконечники к дозаторам от 0,01 до 1,0 $см^3$.

6.3 Реактивы и материалы

6.3.1 Межгосударственный стандартный образец состава растворов ионов ртути МСО 0028 с аттестованным значением массовой концентрации ионов ртути 1,0 $мг/см^3$ и относительной погрешностью аттестованного значения ± 1 % при P = 0,95.

6.3.2 Межгосударственный стандартный образец состава растворов ионов золота МСО 0347 с аттестованным значением массовой концентрации ионов золота 0,1 $мг/см^3$ и относительной погрешностью аттестованного значения ± 1 % при P = 0,95.

6.3.3 Кислота азотная концентрированная по ГОСТ 11125 ос. ч. или по ГОСТ 4461 х. ч.

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

6.3.5 Вода бидистиллированная или дистиллированная по ГОСТ 6709, перегнанная в присутствии серной кислоты (0,5 $см^3$ концентрированной серной кислоты и 3 $см^3$ 3 % раствора калия марганцовокислого на 1 $дм^3$ дистиллированной воды).

6.3.6 Водорода пероксид по ГОСТ 10929.

6.3.7 Натрий хлористый по ГОСТ 4233.

6.3.8 Калий хлористый по ГОСТ 4234.

6.3.9 Натрий двууглекислый по ГОСТ 2156.

6.3.10 Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490.

6.3.11 Азот газообразный по ГОСТ 9293 или другой инертный газ (аргон, гелий).

6.3.12 Бумага индикаторная универсальная.

6.3.13 Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026 или фильтры обеззоленные (синяя или зеленая лента).

Примечания

1 Допускается использовать другие средства измерений, оборудование, аппаратуру, материалы, реактивы и стандартные образцы, обеспечивающие метрологические характеристики, аналогичные вышеуказанным.

2 Все применяемые средства измерений подлежат испытаниям с целью утверждения типа или метрологической аттестации, поверке, испытательное оборудование должно быть аттестовано в соответствии с законодательством в области обеспечения единства измерений.

7 Подготовка к выполнению измерений

7.1 Подготовка приборов к работе

Подготовку и проверку вольтамперометрического анализатора производят в соответствии с инструкцией по эксплуатации и техническому описанию прибора. Задаваемый режим работы прибора указан в таблице 1.

Таблица 1 — Задаваемый режим работы прибора при определении массовой концентрации ртути

Режим работы прибора	Параметры
Система измерений	Двухэлектродная
Электроды: - рабочий - сравнения	 Графитовый электрод Хлорсеребряный электрод
Развертка	Анодная
Режим регистрации вольтамперограмм	Постоянно-токовый

Окончание таблицы 1

Режим работы прибора	Параметры
Поляризующее напряжение для электронакопления, В	0,0
Потенциал начала регистрации вольтамперной кривой, В	0,0
Конечное напряжение развертки, В	0,85
Потенциал очистки электрода, В	0,85
Время очистки электрода, с	20
Время электролиза (в зависимости от содержания элемента в пробе), с	60
Скорость линейного изменения потенциала, мВ/с	90
Потенциал аналитического пика, В (ориентировочное значение)	0,6
Фоновый электролит	0,1 моль/дм^3 раствор азотной кислоты + 0,04 см^3 раствора Au (III) концентрации 100 мг/дм^3

Выполнение измерений с использованием вольтамперометрического комплекса СТА проводят в соответствии с приложением Б.

7.2 Подготовка лабораторной посуды

7.2.1 Новую лабораторную стеклянную посуду, сменные наконечники дозаторов, пипетки промывают азотной кислотой и многократно бидистиллированной водой. Кварцевые стаканчики дополнительно кипятят в разбавленной серной кислоте от 5 до 10 мин. и прокаливают в муфельной печи при температуре от 400 до 500 °С от 5 до 10 мин.

После измерения на содержание ртути кварцевые стаканчики промывают питьевой содой, бидистиллированной водой и прокаливают.

Стаканчики прокаливают после каждого анализа пробы.

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

7.3 Приготовление и проверка работы индикаторного электрода и электрода сравнения

7.3.1 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 мм. Перед работой электрод шлифуют на фильтре. Нанесение пленки золота на торец ГЭ производится электролизом раствора ионов золота (III) по 6.3.2 непосредственно при измерении.

Поверхность ГЭ ополоснуть в спирте и промыть бидистиллированной водой. В бюкс с раствором иона золота опустить подготовленный ГЭ и ХСЭ, соединенные между собой проводником с контактами. Через 2 мин. электроды вынуть из раствора и промыть бидистиллированной водой.

7.3.2 Подготовка к работе электрода сравнения

В качестве электрода сравнения используют хлорсеребряный электрод, заполненный раствором хлорида калия концентрации 1,0 моль/дм^3.

При первом заполнении электрод сравнения выдерживают не менее 12 ч для установления равновесного значения потенциала. После проведения измерения электрод хранят, погрузив его в раствор хлорида калия концентрации 1,0 моль/дм^3.

7.3.3. Проверку работы индикаторного золотографитового электрода и электрода сравнения проводят в соответствии с 8.1 настоящего стандарта.

7.4 Приготовление растворов

7.4.1 Основной раствор, содержащий 100,0 мг/дм^3 ртути.

Приготовление из государственных стандартных образцов состава растворов с аттестованными концентрациями ртути 1,0 мг/см^3 или 1000,0 мг/дм^3.

В мерную колбу вместимостью 50,0 $см^3$ вводят 5,0 $см^3$ стандартного образца состава ртути концентрации 1000,0 $мг/дм^3$ и 0,50 $см^3$ концентрированной азотной кислоты и доводят объем до метки бидистиллированной водой.

Рекомендуется использовать инструкцию по применению МСО ионов металлов.

Срок хранения основного раствора составляет не более 6 мес.

7.4.2 Аттестованные смеси серий АС-1, АС-2, АС-3, АС-4 с содержанием по 10,0; 1,0; 0,5; 0,2 $мг/дм^3$ ртути готовят соответствующими разбавлениями растворов в мерных колбах бидистиллированной водой согласно таблице 2.

Таблица 2 — Приготовление аттестованных смесей (АС) ртути

Элемент	Концентрация исходного раствора для приготовления АС, $мг/дм^3$	Отбираемый объем, $см^3$	Объем мерной посуды, $см^3$	Концентрация приготовленного раствора АС, $мг/дм^3$	Код полученного (АС) раствора элемента
Hg	100,0	2,50	25,0	10,00	АС-1
	10,0	2,50	25,0	1,00	АС-2
	10,0	1,25	25,0	0,50	АС-3
	1,00	2,00	10,0	0,20	АС-4

Срок хранения АС-1 — в течение 30 дней; АС-2 и АС-3 — в течение 14 дней; АС-4 — в течение 5 дней.

7.4.3 Раствор хлорида калия концентрации 1,0 $моль/дм^3$.

Навеску хлорида калия массой (7,46 ± 0,01) г помещают в колбу вместимостью 100,0 $см^3$, растворяют в небольшом количестве бидистиллированной воды и доводят объем до метки бидистиллированной водой.

7.4.4 Азотную кислоту перегоняют при температуре 120 °С. Перегнанная азотная кислота должна иметь концентрацию не менее 9 $моль/дм^3$. Перегонке подвергается кислота, не имеющая классификацию ос. ч.

7.5 Подготовка проб

Мешающие влияния на результаты определения массовой доли ртути устраняются на этапах пробоподготовки.

Для анализа берут две параллельные пробы.

7.5.1 Подготовку проб ПКП для измерения на определение массовой доли ртути проводят следующим образом:

Навеску пробы анализируемого объекта массой от 0,15 до 0,20 г помещают в кварцевый стаканчик, добавляют 5,0 $см^3$ азотной кислоты, разбавленной бидистиллированной водой в соотношении (1 : 2), стаканчик накрывают крышкой-дефлегматором, в крышку наливают бидистиллированной воды, помещают на плитку или комплекс пробоподготовки «Темос-Экспресс» с температурой от 70 до 90 °С на период от 10 до 15 мин. Воду в крышке меняют через 5–7 мин. в течение всей химической обработки пробы.

После растворения пробы стаканчик снимают с плитки или вынимают из комплекса, помещают в холодильник от 20 до 30 мин. После охлаждения с поверхности раствора удаляют замерзшую жирную часть пробы стеклянной палочкой.

Из раствора пробы отбирают 1,0 $см^3$ аликвоты и помещают в чистый стаканчик.

Стаканчик накрывают крышкой и помещают на плитку или комплекс пробоподготовки при температуре от 110 до 120 °С. В стаканчик с отобранной аликвотой пробы добавляют 1,8 $см^3$ пероксида водорода порциями по 0,40 $см^3$ в течение от 90 до 120 мин. (воду в углублении крышки менять чаще).

После обработки пробы стаканчик снимают, крышку (ту ее часть, что была опущена в стаканчик) ополаскивают 9 $см^3$ бидистиллированной воды, сливая воду в стаканчик с пробой. Добавляют 0,04 $см^3$ раствора ионов золота (III) концентрацией 100,0 $мг/дм^3$.

Проба готова к измерению.

7.5.2 «Холостую» пробу (проверка на чистоту HNO_3, H_2O_2) проводят при каждой серии измерения и обязательно при смене партии реактивов.

Подготовку «холостой» пробы проводят аналогично по 7.5.1 настоящего стандарта, добавляя те же реактивы, в тех же количествах и последовательности, но без анализируемой пробы, используя вместо нее бидистиллированную воду.

8 Выполнение измерений

Комплекс аналитический вольтамперометрический должен быть предварительно подготовлен к работе в соответствии с инструкцией по эксплуатации прибора и на примере работы комплекса СТА в соответствии с приложением Б.

Выполнение вольтамперометрических измерений включает следующие основные операции:

Устанавливают параметры ИВ-измерений согласно таблице 1;

Проводят проверку электрохимической ячейки на чистоту;

Проводят регистрацию вольтамперограммы — аналитического сигнала (I_1) элемента в растворе подготовленной пробы;

Проводят регистрацию вольтамперограммы — аналитического сигнала (I_2) элемента в растворе подготовленной пробы с введенной добавкой АС элемента;

Измерения выполняют в соответствии с инструкцией по эксплуатации, паспортом на прибор или приложением Б.

Величина аналитического сигнала (пика) элемента пропорциональна массовой концентрации определяемого элемента.

8.1 Проверка стаканчиков, фонового раствора и электрода на чистоту

8.1.1 В прокаленный в муфельной печи кварцевый стаканчик вместимостью от 20 до 25 $см^3$ с помощью пипетки вносят 10,0 $см^3$ бидистиллированной воды, 0,1 $см^3$ раствора концентрированной азотной кислоты и 0,04 $см^3$ раствора иона золота концентрации 100,0 $мг/дм^3$. Стаканчик с полученным раствором фонового электролита помещают в электролитическую ячейку или датчик.

8.1.2 Опускают в раствор индикаторный электрод и электрод сравнения. Подключают к прибору индикаторный электрод и электрод сравнения, устанавливают потенциал 0,85 В.

8.1.3 Устанавливают чувствительность прибора $1 \cdot 10^{-8}$ А/мм и снимают вольтамперограмму от 0,0 до 0,85 В без электролитического накопления. При большой величине остаточного тока (наклон кривой I-E более 45°) электрод заново шлифуют или заменяют.

8.1.4 Включают газ и проводят процесс электролиза при потенциале 0,0 В от 2 до 10 мин. при перемешивании раствора.

8.1.5 По окончании электролиза начинают регистрацию вольтамперограммы в диапазоне потенциалов от 0,0 до 0,85 В. Потенциал максимума анодного тока ртути равен (0,60 ± 0,05) В.

8.1.6 Останавливают потенциал при 0,85 В и проводят дорастворение примесей с поверхности электрода при перемешивании раствора в течение 20 с.

8.1.7 Операции по 8.1.4—8.1.6 повторяют три раза.

8.1.8 При наличии на вольтамперограмме сигнала ртути менее 2 мм стаканчик, фоновый электролит и индикаторный электрод считают готовыми к проведению измерения. В противном случае следует провести очистку электрода или стаканчика и повторить операции по 8.1.1—8.1.7.

8.2 Анализ пробы

8.2.1 Стаканчик с раствором пробы, приготовленный по 7.5.1, помещают в электролитическую ячейку.

8.2.2 Повторяют последовательно операции по 8.1.4—8.1.6.

8.2.3 Если высота анодного пика ртути (потенциал пика 0,60 В) будет превышать 200 мм, то или изменяют чувствительность прибора, или уменьшают время электролиза в соответствии с содержанием элемента в пробе (согласно таблице 2). Если высота анодного пика ртути будет меньше 5 мм, то увеличивают или чувствительность прибора, или время электролиза.

8.2.4 Операции по 8.1.4—8.1.6 повторяют три раза.

8.2.5 Измеряют высоты анодных пиков определяемого элемента.

8.2.6 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 раствора.

Рекомендуемые добавки аттестованной смеси известной концентрации и чувствительности прибора приведены в таблице 3.

Таблица 3 — Рекомендуемые добавки аттестованных смесей при регистрации вольтамперограмм при анализе проб ПКП

Диапазон определяемых концентраций элемента, мг/кг	0,002—0,40	0,40—1,0	1,0—2,0
Навеска, г	0,2—0,1	0,1—0,01	0,01
Время электролиза, мин	15	5	1
Чувствительность прибора, А/мм	$1,10^{-8}$	$2,10^{-8}$	$4,10^{-8}$
Концентрация АС для добавок, $мг/дм^3$	0,2—1,0	1,0	1,0
Рекомендуемый объем добавки, $см^3$	0,02—0,04	0,04—0,01	0,01—0,02

8.2.7 Проводят электролиз и регистрацию вольтамперограмм анализируемой пробы с введенной добавкой АС ртути по 8.1.4—8.1.6 три раза.

8.2.8 Измеряют высоты анодных пиков элемента в пробе с добавкой АС.

8.2.9 Выливают содержимое стаканчика в специальные емкости для сбора растворов ионов золота и ртути.

8.2.10 Промывают стаканчик бидистиллированной водой, кварцевый стаканчик прокаливают.

8.2.11 Операции по 8.2.1—8.2.11 проводят для каждой из параллельных анализируемых проб и для «холостой» пробы в одинаковых условиях.

9 Обработка и оформление результатов

При использовании вольтамперометрического анализатора в комплекте с компьютером регистрацию и обработку результатов измерений аналитических сигналов и расчет массовых концентраций элементов в пробе (мг/кг) выполняет система сбора и обработки данных анализатора.

В случае использования оборудования, не имеющего системы сбора и обработки данных, обработку результатов измерений аналитических сигналов определяемых элементов, расчет массовых концентраций элементов в пробе (мг/кг) проводят следующим образом.

9.1 Расчет массовой концентрации содержания элемента в пробе

9.1.1 Для определяемого элемента рассчитывают среднее арифметическое значение (I_1) не менее чем из трех значений повторяемых аналитических сигналов, полученных при регистрации вольтамперограмм раствора пробы.

Такой же расчет проводят и для вольтамперограмм при регистрации раствора анализируемой пробы с добавкой АС элемента, получают значение I_2.

9.1.2 Содержание определяемого элемента (X_i), мг/кг, в пробе вычисляют по формуле:

$$X_i = \frac{I_1 \cdot C_{АС} \cdot V_{АС} \cdot V_{мин}}{(I_2 - I_1) \cdot V_{ал} \cdot m}, \quad (1)$$

где $C_{АС}$ — концентрация аттестованной смеси (АС) элемента, из которой делается добавка к анализируемой пробе, $мг/дм^3$;

$V_{АС}$ — объем добавки АС элемента, $см^3$;

I_1 — величина максимального анодного тока элемента в анализируемой пробе, А или мА;

I_2 — величина максимального анодного тока элемента в пробе с добавкой АС, А или мА;

m — масса анализируемой пробы, г;

$V_{мин}$ — объем минерализата, $см^3$;

$V_{ал}$ — объем аликвоты раствора пробы, взятой для ВА-измерения, $см^3$.

9.1.3 Вычисления проводят по 9.1.2. для каждой из двух параллельных анализируемых проб; получают соответственно значения X_1 и X_2.

9.1.4 Аналогичные вычисления проводят для «холостой» пробы.

9.1.5 Если в «холостой» пробе содержится некоторое количество определяемого элемента, то рассчитывают реальное содержание элемента в каждой из параллельных проб, вычитая из X_1 и X_2 результат «холостой» пробы.

9.1.6 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 4.

Таблица 4 — Диапазон измерений, значения пределов повторяемости и критической разности при доверительной вероятности $P = 0,95$

Наименование определяемого элемента	Диапазон измеряемых концентраций, мг/кг	Предел повторяемости (для двух результатов параллельных определений), *r*	Критическая разность (для трех результатов параллельных определений), $CR_{(3)}$
Ртуть	От 0,002 до 1,0 включ.	$0,34 \cdot \overline{X}$	$0,40 \cdot \overline{X}$
	Св. 1,0 до 5,0 включ.	$0,28 \cdot \overline{X}$	$0,33 \cdot \overline{X}$
$\overline{X}$ — среднее арифметическое значение результатов параллельных определений массовой концентрации элемента.			

Результаты считают приемлемыми при выполнении условия:

$$|X_1 - X_2| \le r. \quad (2)$$

Абсолютное значение предела повторяемости рассчитывается по выражению, приведенному в таблице 4 для среднего арифметического значения результатов двух параллельных определений, по формуле:

$$\overline{X} = \frac{X_1 + X_2}{2}. \quad (3)$$

При выполнении условия (2) значение $\overline{X}$ принимается за результат измерения массовой концентрации определяемого элемента в пробе.

9.1.7 При превышении предела повторяемости (*r*) необходимо дополнительно получить еще один результат параллельных определений.

Если при этом размах ($X_{max} - X_{min}$) результатов трех параллельных определений равен или меньше критической разности $CR_{(3)}$, то в качестве окончательного результата принимают среднее арифметическое значение результатов трех параллельных определений.

Значения критической разности для трех результатов параллельных определений приведены в таблице 4.

Если размах ($X_{max} - X_{min}$) больше CR_3, выясняют причины появления неприемлемых результатов параллельных определений.

9.1.8 Результат измерения (анализа) представляют в виде:

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

где $\overline{X}$ — результат измерения, полученный по формуле (3);

$\pm \Delta$ — значения характеристики погрешности выполнения измерений, которые рассчитываются по формуле:

$$\Delta_Л = 0,01 \cdot \delta X, \quad (4)$$

где δ — относительное значение показателя точности (характеристики погрешности) методики, приведенное в таблице 5.

Таблица 5 — Диапазоны измерений, относительные значения показателей повторяемости, воспроизводимости и точности при доверительной вероятности $P = 0,95$

Наименование определяемого элемента	Диапазон определяемых концентраций, мг/кг	Показатель повторяемости (среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r, %	Показатель воспроизводимости (среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R, %	Показатель точности (границы, в которых находится погрешность методики), δ,%
Ртуть	от 0,002 до 1,0 включ.	12	19	38
	Св. 1,0 до 5,0 включ.	10	17	35

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

10 Контроль качества результатов измерений при реализации метода в лаборатории

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

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

10.2 Оперативный контроль процедуры анализа (выполнения измерений) проводят:

- при внедрении метода выполнения измерений в лаборатории;
- при появлении факторов, которые могут повлиять на стабильность процесса измерения (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 испытания анализируемых проб.

Оперативный контроль процедуры анализа проводят в соответствии с приложением А.

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

- путем контроля и поддержания на требуемом уровне погрешности результатов измерений;
- путем контроля и поддержания на требуемом уровне промежуточной прецизионности;
- путем контроля и поддержания на требуемом уровне повторяемости результатов параллельных определений.

10.4 Процедуры и периодичность контроля точности (контроля стабильности) получаемых результатов измерений в пределах лаборатории проводят с учетом требований ГОСТ ИСО 5725-6[1)], раздел 6.

11 Проверка приемлемости результатов измерений для двух лабораторий

11.1 Проверку приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости (в двух лабораториях, m = 2), проводят с учетом требований ГОСТ ИСО 5725-6[1)], подпункт 5.3.2.1, по отношению к пределу воспроизводимости, приведенному в таблице 5, или к критической разности для двух средних арифметических результатов измерений в соответствии с ГОСТ ИСО 5725-6[1)], подпункт 5.3.2.2.

Расхождение между результатами измерений, полученных в двух лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости.

[1)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике.

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 6.

Таблица 6 — Диапазон измерений, значения пределов воспроизводимости при доверительной вероятности $P = 0,95$

Диапазон измеряемых концентраций, мг/кг	Предел воспроизводимости (для двух результатов измерений), R
От 0,002 до 1,0 включ.	$0,53 \cdot \overline{\overline{X}}$
Св.1,0 до 5,0 включ.	$0,48 \cdot \overline{\overline{X}}$
$\overline{\overline{X}}$ — среднее арифметическое значение результатов анализа, полученных в двух лабораториях.	

При превышении предела воспроизводимости могут быть использованы методы оценки приемлемости результатов измерений согласно ГОСТ ИСО 5725-6[1)], раздел 6.

[1)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике.

Приложение А
(обязательное)

Алгоритмы оперативного контроля процедуры анализа

А.1 Общие положения

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

А.1.2 Роль средств контроля выполняют:

- образцы для контроля (АС по [1]);
- анализируемые пробы с известной добавкой определяемого элемента;
- анализируемые пробы стабильного состава.

А.1.3 Схема оперативного контроля процедуры анализа предусматривает:

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

А.2 Алгоритм оперативного контроля повторяемости результатов контрольных измерений

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

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

$$r_K = |X_1 - X_2|. \quad (А.1)$$

Норматив контроля повторяемости равен пределу повторяемости r при $n = 2$, значение которого приведено в таблице 4.

Проверяют условие:

$$r_K \le r. \quad (А.2)$$

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

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

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

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

А.3.1 Образцами для выполнения данной процедуры являются средства контроля по А.1.2. Масса отобранной пробы для контроля должна соответствовать удвоенной массе, необходимой для проведения измерений. Отобранную массу делят на две части и анализируют в соответствии с требованиями настоящего стандарта в условиях промежуточной прецизионности (или различными операторами, или в различное время, или с использованием различных средств измерений и т. д.) при соблюдении условий и сроков хранения проб. Получают соответственно $\overline{X_1}$ и $\overline{X_2}$.

А.3.2 Рассчитывают результат контрольной процедуры:

$$R_K = \left|\overline{X_1} - \overline{X_2}\right|. \quad (А.3)$$

Для среднего арифметического значения результатов, полученных в условиях промежуточной прецизионности ($\overline{\overline{X}}$), рассчитывают или устанавливают норматив контроля промежуточной прецизионности:

$$R_Л = 0{,}84 \cdot R, \quad (А.4)$$

где R — значение предела воспроизводимости.

А.3.3 Результаты, полученные в условиях промежуточной прецизионности $\left(\overline{X_1}, \overline{X_2}\right)$, считают удовлетворительными при выполнении условия:

$$R_{ЛК} \le R. \quad (А.5)$$

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

При невыполнении условия (А.5) измерения повторяют.

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

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

А.4.1 Образцами для контроля являются анализируемые пробы и анализируемые пробы с точной добавкой АС определяемого элемента. Добавка АС элемента вводится до стадии пробоподготовки.

А.4.2 Контроль исполнителем процедуры выполнения измерений проводят путем сравнения результата отдельно взятой контрольной процедуры $K_к$ с нормативом контроля $K_д$.

А.4.3 Результат контрольной процедуры $K_к$ рассчитывают по формуле:

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

где $\overline{X'}$ — результат контрольного измерения массовой концентрации элемента в пробе с известной добавкой — среднее арифметическое значение двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми не превышает предела повторяемости r. Значение r приведено в таблице 4;

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

C — величина добавки АС элемента.

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

А.4.4 Норматив оперативного контроля $K_д$ рассчитывают по формуле:

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

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

А.4.5 Качество контрольной процедуры признают удовлетворительным при выполнении условия:

$$K_к \le K_д. \quad (А.8)$$

При невыполнении условия (А.8) эксперимент повторяют.

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

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

А.5.1 Образцами для контроля являются МСО анализируемых объектов с аттестованными концентрациями элементов. Образцами также могут служить анализируемые пробы с отсутствием данного элемента или с очень малой концентрацией элемента, в которые введена точная концентрация искомого элемента (аттестованная характеристика — C). Образец для контроля вводят в пробу до стадии пробоподготовки.

А.5.2 Алгоритм проведения контроля точности с применением образцов для контроля состоит в сравнении результата контрольной процедуры $К_к$, равного разности между результатом контрольного измерения аттестованной характеристики в образце для контроля — X и его аттестованным значением — C, с нормативом оперативного контроля точности — K.

Результат контрольной процедуры равен:

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

Норматив контроля точности K рассчитывают по формуле:

$$K = \Delta_Л = 0,84 \cdot \Delta = 0,0084 \cdot \delta \cdot \overline{X}, \quad (А.10)$$

где δ — значение приведено в таблице 5, %.

А.5.3 Точность контрольного измерения признают удовлетворительной, если:

$$K_к \le K. \quad (А.11)$$

При невыполнении условия (А.11) эксперимент повторяют.

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

Приложение Б
(справочное)

Выполнение измерений с использованием вольтамперометрического анализатора СТА для определения массовых концентраций ртути (с программным обеспечением Windows)

Анализатор СТА должен быть предварительно подготовлен к работе в соответствии с инструкцией по эксплуатации 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.

Б.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.

На рисунках Б.1—Б.6 приведен пример интерфейса программного обеспечения для выполнения измерений с использованием вольтамперометрического анализатора СТА для определения массовых концентраций ртути.

Вводят следующие параметры.

Методика						
Наименование [**Определение ртути]**						
Трасса		Развертка	Режим		Элемент	Контроль
		Время, с	Потенциал, В		УФО / Газ	Мешалка
	Подготовка раствора	0	0,000		-	✔
	Обработка раствора	0	0,000		-	✔
✔	Обработка электрода	20	0,000	0,000	-	✔
✔	Очистка электрода	20	0,850		-	✔
✔	Накопление	60	0,000		-	✔
✔	Успокоение	5	0,000			
✔	Развертка	90 мВ/с	0,850			

Рисунок Б.1

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

Рисунок Б.2

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

Рисунок Б.3

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

Рисунок Б.4

Трасса	Развертка	Режим	Элемент	**Контроль**
	Элемент	Относительный предел повторяемости, r, %		Характеристика погрешности, σ, %
1	**Hg**	**10**		**33**

Рисунок Б.5

Сохраняют методику в команде главного меню **«Сохранить методику»**.

Б.1.1 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 (III) концентрации 100,0 $мг/дм^3$. Стаканчики помещают в каждую из трех электрохимических ячеек анализатора СТА, опускают электроды и запускают команду **«ФОН»** (см. инструкцию по эксплуатации раздел «Запуск анализа фонового раствора»).

Снимают по 3—5 вольтамперограмм. Проводят их разметку (см. инструкцию по эксплуатации раздел «Разметка вольтамперных зависимостей»), удаление «выпадающих» кривых» (см. инструкцию по эксплуатации раздел «Обработка вольтамперных 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).

Б.1.2 Проверка работы индикаторного электрода по контрольной пробе (см. инструкцию по эксплуатации раздел «Запуск анализа 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 **«Получение вольтамперограмм пробы»**. Снимают по 3—5 вольтамперограмм. Проводят их разметку, удаление «выпадающих» кривых.

Б.1.3 Измерение контрольной пробы по добавке (см. инструкцию по эксплуатации раздел «Запуск анализа добавки»)

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 **«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.

Б.1.4 Расчет массовой концентрации ртути в контрольной пробе

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

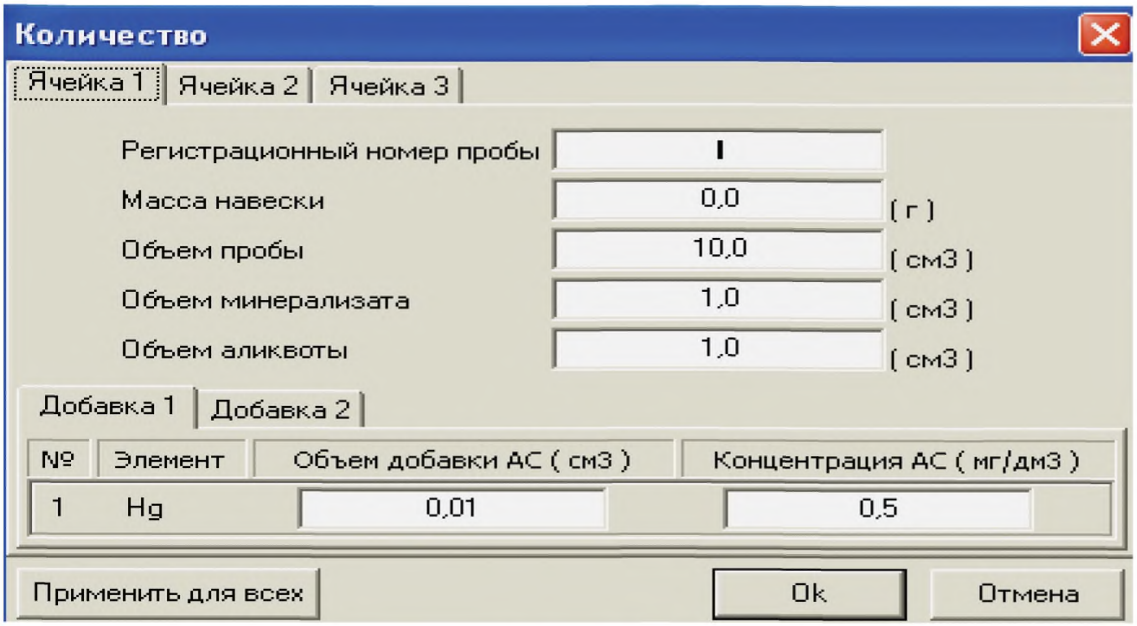


Рисунок Б.6

Для перехода в таблицу «**Концентрация**» в главном окне на панели управления нажимают кнопку **«Окно просмотра результаты анализа»** (см. инструкцию по эксплуатации раздел «Вычисление концентрации»).

Если расхождение между полученными и введенными концентрациями не превышает 30 %, золотографитовый 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.

Б.2 Измерения при анализе реальной пробы на содержание ртути

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

Стаканчики с пробой анализируемого объекта, подготовленные для измерения по разделу «Подготовка пробы», 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 реальной 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.

Б.2.1 Вычисление массовых концентраций определяемого элемента

В таблице «**Количество**» . для каждой активной ячейки указывают: массу навески, объем пробы и концентрацию добавки.

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.

Б.3 Сохранение документа

Для сохранения документа на панели управления нажимают кнопку  или в главном меню выбирают пункт **«Документ/Сохранить в архиве»** (см. инструкцию по эксплуатации раздел «Работа с документом»).

Для печати вольтамперных кривых на принтере нажимают кнопку  или в главном меню выбирают пункт **«Документ/Печать графиков»** (см. инструкцию по эксплуатации раздел «Печать»).

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.

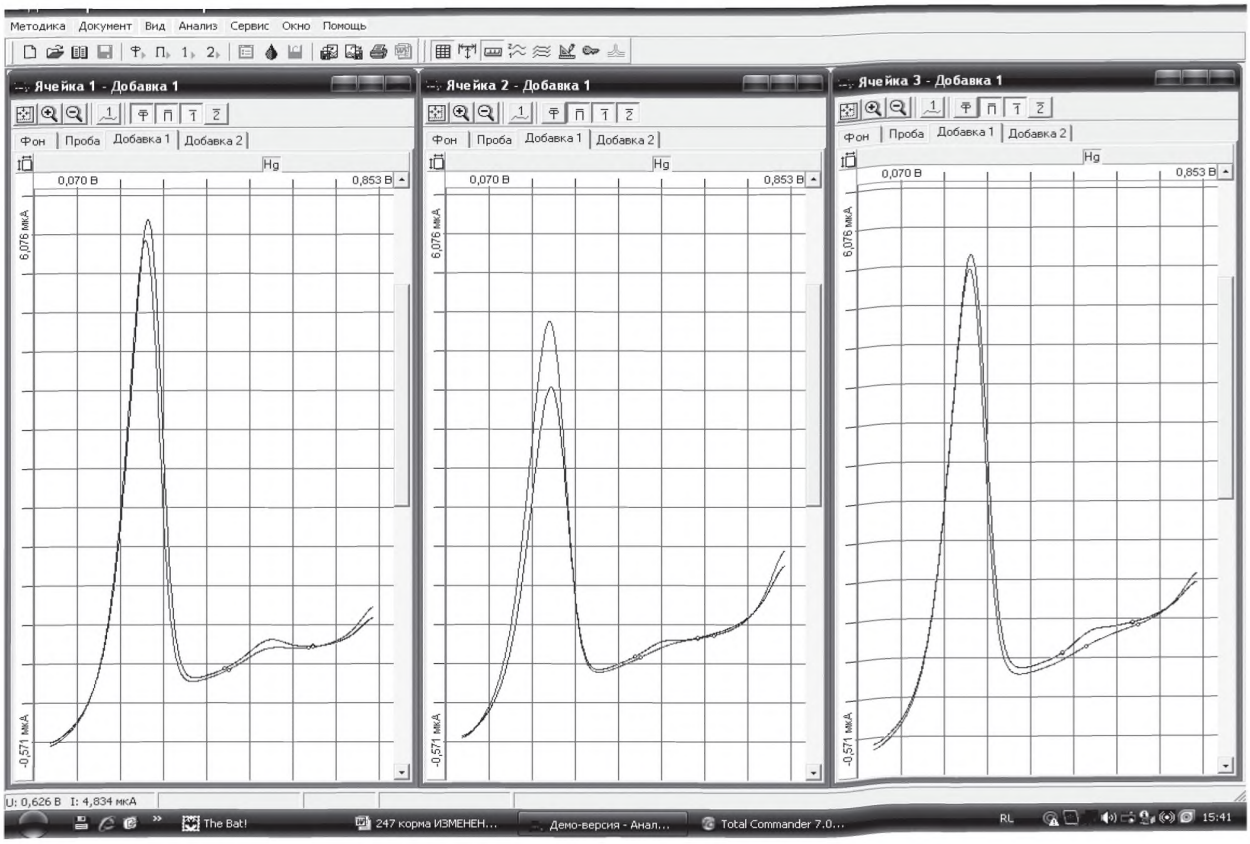


Рисунок Б.7 — Вольтамперограмма ртути в пробе и в пробе с добавкой стандартных растворов

Библиография

[1] Рекомендации по межгосударственной стандартизации РМГ 60—2003 ГСИ. Смеси аттестованные. Общие требования к разработке

УДК 665.5:543.272.81:006.35 МКС 71.100.70

Ключевые слова: парфюмерно-косметическая продукция, инверсионно-вольтамперометрический метод, массовая доля ртути

Редактор *Е.В. Костылева*
Корректор *Е.Р. Ароян*
Компьютерная верстка *Ю.В. Поповой*

Сдано в набор 16.05.2016. Подписано в печать 22.08.2016. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,79.

Набрано в ИД «Юриспруденция», 115419, Москва, ул. Орджоникидзе, 11.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

Издано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995, Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru