

ИЗВЕЩЕНИЕ ОБ ИЗМЕНЕНИИ

ООО «НПП «Томьяналит»		ИЗВЕЩЕНИЕ ДПТА.36.МП-1/14			ОБОЗНАЧЕНИЕ См. ниже						
ДАТА ВЫПУСКА		СРОК ИЗМ.			Лист	Листов					
28.11.2014						1.					
ПРИЧИНА		Внедрение и изменение стандартов и технических условий				КОД 4					
УКАЗАНИЕ О ЗАДЕЛЕ		На заделе не отражается									
УКАЗАНИЕ О ВНЕДРЕНИИ		Внедрить после согласования с органом по сертификации									
ПРИМЕНЯЕМОСТЬ		Анализатор вольтамперометрический ТА-Lab									
РАЗОСЛАТЬ		Дирекция, отдел маркетинга, аналитический отдел									
ПРИЛОЖЕНИЕ											
ИЗМ.		СОДЕРЖАНИЕ ИЗМЕНЕНИЯ									
1		<p>Документ "Анализатор вольтамперометрический ТА-Lab. Методика поверки" ДПТА.36.0035.000 МП аннулировать, заменить на "Анализатор вольтамперометрический ТА-Lab. Методика поверки" ДПТА.36.0035.000 МП изм. "1" Расположить файл Методика поверки ТА_Lab изм 1.pdf</p> <p>Примечания</p> <p>1. В раздел «6.2 Опробование» добавлена проверка под пунктом 6.2.2: «Подтверждение идентификации программного обеспечения утвержденному типу «Анализаторы вольтамперометрические ТА-Lab»».</p>									
Составил		Проверил		Согласовано		Гл. метролог		Н. контр		Утвердил	
Носкова		Чернов		Директор ФБУ «Томский ЦСМ» М.М. Чухланцева		Г.Н.Носкова		А.В.Зайченко		В.И.Чернов	
Изменение внес				02.12.2014г.							

ООО «Научно-производственное предприятие «Томьаналит»



УТВЕРЖДАЮ

**Руководитель ГЦИ СИ
ФГУ «Гомский ЦСМ», к.т.н.**

М.М. Чухланцева

» марта 2010 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

Анализатор вольтамперометрический ТА-Lab

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

ДПТА.36.0035.000 МП

к.р 44076-10

Настоящая методика поверки предназначена для проведения первичной и периодической поверки анализатора вольтамперометрического ТА-Lab (далее - анализатора).

Поверке подлежат все вновь выпускаемые, выходящие из ремонта и находящиеся в эксплуатации анализаторы.

Межповерочный интервал – 1 год.

1 Операции поверки

При проведении поверки осуществляют операции, указанные в таблице 1. Поверку прекращают при получении отрицательных результатов любой из операций, указанных в таблице 1.

Таблица 1

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Проведение операции при	
		первичной поверке	периодической поверке
1 Внешний осмотр	6.1	Да	Да
2 Опробование	6.2	Да	Да
3 Проверка диапазона и пределов допускаемой относительной погрешности измерений массовой концентрации ионов кадмия	6.3	Да	Да

2 Средства поверки

При проведении поверки применяют средства измерений, оборудование и материалы, указанные в таблице 2.

Таблица 2

Наименование	Метрологические характеристики	
	Диапазон	Погрешность, цена деления, класс точности, НД
1 Государственный стандартный образец состава водного раствора ионов кадмия	Аттестованное значение 1,0 г/дм ³	Относительная погрешность аттестованного значения не более 1,0 %
2 Вода бидистиллированная	ГОСТ 52501-2005	
3 Кислота муравьиная, х.ч.	ГОСТ 5848-73	
4 Кислота азотная, ос.ч.	ГОСТ 11125-84	
5 Калия хлорид, ос.ч	ТУ 6-09-3678-74	
6 Ртуть одновалентная азотнокислая двухводная	ГОСТ 4521-78	
7 Пипетки или дозатор пипеточный (2,0-10) см ³	вмест. 10; 5,0 см ³ дискретность установки доз 0,1 см ³	1 или 2 класса относительная погрешность дозирования не более 5 %

Наименование	Метрологические характеристики	
	Диапазон	Погрешность, цена деления, класс точности, НД
8 Дозатор пипеточный (0,10-1,0) см ³	Дискретность установки доз 0,05 см ³	Относительная погрешность дозирования не более 5 %
и дозатор пипеточный (0,0050-0,050) см ³	Дискретность установки доз 0,0005 см ³	
9 Колбы мерные	2-50-2, ГОСТ 1770-74	
Примечание - Допускается применение средств, не приведенных в таблице, но обеспечивающих определение (контроль) метрологических характеристик с требуемой точностью.		

3 Требования безопасности

3.1 При проведении поверки должны соблюдаться требования техники безопасности: при работе с химическими реактивами – по ГОСТ 12.1.007-76 и ГОСТ 12.4.021-75; при работе с электроустановками – по ГОСТ 12.1.019-79 и ГОСТ 12.2.007.-75.

3.2 Помещение, в котором осуществляется поверка, должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004-91 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009-83.

3.3 Исполнители должны быть проинструктированы о мерах безопасности, которые должны соблюдаться при работе с приборами, в соответствии с инструкциями, прилагаемыми к приборам. Обучение работающих лиц правилам безопасности труда проводят по ГОСТ 12.0.004-90.

4 Условия поверки

4.1 При проведении поверки должны соблюдаться следующие условия:

- температура окружающей среды: от 15 до 25 °С;
- относительная влажность воздуха: от 30 до 80 %;
- атмосферное давление: от 84,0 до 106,7 кПа;
- напряжение питающей сети: от 198 до 242 В;
- частота питающей сети: от 49 до 51 Гц.

5 Подготовка к поверке

5.1 Проверяют наличие средств поверки согласно таблице 2.

5.2 Выполняют подготовительные работы в соответствии с 2.2 руководства по эксплуатации ДПТА.36.0030.000 РЭ (РЭ).

Примечание – Рекомендуется при проведении поверки использовать новый комплект электродов.

6 Проведение поверки

6.1 Внешний осмотр

При проведении внешнего осмотра должно быть установлено:

- соответствие комплектности поверяемого анализатора указанной в РЭ;
- наличие эксплуатационной документации и сведений о предыдущей поверке;
- целостность корпуса, соединительных проводов, отсутствие механических повреждений, препятствующих нормальному функционированию прибора;
- четкость и правильность маркировки в соответствии с РЭ.

6.2 Опробование

6.2.1 Проверка функционирования анализатора.

Проверяют общее функционирование анализатора в соответствии с 2.2.3 РЭ.

6.2.2 Подтверждение идентификации программного обеспечения утвержденному типу «Анализаторы вольтамперометрические ТА-Lab».

Проверку проводят путем сличения идентификационного наименования, версии ПО и хэш-суммы метрологически значимой части ПО с указанными в Руководстве по эксплуатации анализатора вольтамперометрического ТА-Lab. Для этого открывают программу ТА-Lab и в меню «Справка» открывают диалоговое окно «О программе». Результаты проверки считают положительными, если в открывшемся окне будут указаны идентификационное наименование, версия ПО и хэш-сумма, совпадающие с приведенными в Руководстве по эксплуатации анализатора вольтамперометрического ТА-Lab: идентификационное наименование ПО - «ТА-Lab»; номер версии ПО – «3.6.11», хэш-сумма – «aed35dd190a2ac0a55a51c500242bf4a965a8bbb».

6.3 Проверка диапазона и пределов допускаемой относительной погрешности измерений массовой концентрации ионов кадмия

Проверку диапазона и пределов допускаемой погрешности измерений вольтамперометрическим методом выполняют одновременно путем анализа контрольных растворов (КР) с массовыми концентрациями ионов кадмия 0,00010 мг/дм³; 0,0010 мг/дм³; 0,010 мг/дм³ и 1,0 мг/дм³, соответствующими началу, середине и концу диапазона измерений вольтамперометрическим методом.

Коды и массовые концентрации КР приведены в таблице 3. КР готовят путем внесения добавок аттестованной смеси ионов кадмия в электрохимические ячейки анализатора непосредственно перед проведением измерений.

Таблица 3

Код КР	Концентрация ионов кадмия в КР, μ , мг/дм ³	Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений концентрации ионов кадмия в КР, $\pm\Delta$, мг/дм ³	Пределы допускаемой относительной погрешности измерений концентрации ионов кадмия в КР, $\pm\delta$, %
КР-0,0001	0,00010	0,000025	25
КР-0,001	0,0010	0,00025	25
КР-0,01	0,010	0,0020	20
КР-1	1,0	0,20	20

За абсолютную погрешность измерений анализатора в диапазоне измерений от 0,00010 до 0,0010 мг/дм³ включительно и в диапазоне свыше 0,0010 до 1,0 мг/дм³ принимают максимальную абсолютную погрешность единичных результатов анализа КР-0,0001; КР-0,001 и КР-0,01; КР-1 соответственно. Пределы допускаемой абсолютной и относительной погрешности измерений массовой концентрации ионов кадмия на анализаторе приведены в таблице 3.

6.3.1 Готовят вспомогательные растворы в соответствии с приложением А.

6.3.2 Готовят рабочие амальгамные (ртутные пленочные) электроды, вспомогательные хлорсеребряные электроды и хлорсеребряные электроды сравнения к выполнению измерений в соответствии с приложением Б.

6.3.3 Готовят аттестованные смеси ионов кадмия в соответствии с приложением В. Погрешность аттестованных смесей (при $P=0,95$) регламентирована в «Методике приготовления аттестованных смесей ионов кадмия», приведенной в приложении В.

6.3.4 В главном меню программного обеспечения анализатора выполняют команду Параметры измерений / Загрузить. В открывшемся окне выбирают параметры измерений «Поверка анализатора».

6.3.5 Поднимают крышку анализатора. Подготовленные хлорсеребряные и амальгамные (ртутные пленочные) электроды с помощью электродных колпачков вкручивают по часовой стрелке до упора в соответствующие гнезда анализатора (хлорсеребряные сравнения – в гнезда «С», вспомогательные хлорсеребряные – в гнезда «В», амальгамные (ртутные пленочные) – в гнезда «Р»).

6.3.6 Выполняют измерения концентрации ионов кадмия в каждом КР в соответствии с приложением Г и последовательно получают по три результата единичного измерения массовой концентраций ионов кадмия в растворах КР-0,0001; КР-0,001; КР-0,01; КР-1,0.

6.3.7 Сохраняют результаты измерений в памяти анализатора.

6.3.8 Рассчитывают абсолютную погрешность Δ_i каждого результата единичного измерения массовой концентрации ионов кадмия в КР-0,0001 (КР-0,001; КР-0,01; КР-1,0) по формуле (1):

$$\Delta_i = X_i - \mu, \text{ мг/дм}^3, \quad (1)$$

где X_i - результат единичного измерения массовой концентрации ионов кадмия в КР-0,0001 (КР-0,001; КР-0,01; КР-1,0);

μ - концентрация ионов кадмия в КР-0,0001 (КР-0,001; КР-0,01; КР-1,0), приведенная в таблице 3.

6.3.9 Рассчитывают относительную погрешность δ_i каждого результата единичного измерения массовой концентрации ионов кадмия в КР-0,0001 (КР-0,001; КР-0,01; КР-1,0) по формуле (2):

$$\delta_i = \frac{\Delta_i}{X_i} \cdot 100, \%. \quad (2)$$

6.3.10 Для каждого результата единичного измерения массовой концентрации ионов кадмия в КР-0,0001 (КР-0,001; КР-0,01; КР-1) проверяют условие (3):

$$\delta_i \leq \delta, \quad (3)$$

где δ - допускаемая относительная погрешность измерений массовой концентрации ионов кадмия в анализируемом КР, приведенная в таблице 3.

6.3.11 Если относительная погрешность измерений массовой концентрации ионов кадмия в КР-0,0001; КР-0,001; КР-0,01; КР-1 не превышает указанной в таблице 3, т.е. выполняется условие (3), то результат проверки погрешности измерений массовой концентрации ионов кадмия признают положительным.

В противном случае измерения повторяют.

Примечание – Повторные измерения рекомендуется проводить с новым комплектом электродов, если первоначально для поверки использован комплект электродов, ранее используемый для проведения анализов.

Если при повторных измерениях в соответствии с 6.3.1-6.3.10 результаты проверки отрицательные, результат проверки погрешности измерений массовой концентрации ионов кадмия считают отрицательным.

7 Оформление результатов поверки

7.1 Результаты поверки оформляют протоколом. Рекомендуемая форма протокола периодической поверки для внесения результатов измерений и расчетов приведена в приложении Д.

7.2 Положительные результаты поверки оформляют свидетельством о поверке или ставят поверительное клеймо в соответствии с ПР 50.2.006.

7.3 При отрицательных результатах поверки анализатор признают негодным к дальнейшей эксплуатации, аннулируют свидетельство или гасят клеймо и выдают извещение о непригодности прибора с указанием причин в соответствии с ПР 50.2.006.

Приложение А

(обязательное)

Приготовление вспомогательных растворов

А.1 Приготовление насыщенного раствора ртути одновалентной азотнокислой

В колбу вместимостью 50 см³ наливают (30-40) см³ бидистиллированной воды. Добавляют (3,5-4,0) г ртути одновалентной азотнокислой двухводной при перемешивании раствора. На дне колбы должны присутствовать кристаллы ртути азотнокислой.

А.2 Приготовление раствора калия хлорида 1 моль/дм³

7,46 г калия хлорида растворяют бидистиллированной водой в мерной колбе вместимостью 100 см³. Доводят объем раствора до метки бидистиллированной водой.

Приложение Б

(обязательное)

Подготовка электродов к измерениям вольтамперометрическим методом

Б.1 Подготовка хлорсеребряных электродов

Хлорсеребряный электрод (ХСЭ) применяют в качестве электрода сравнения и вспомогательного электрода. Отдельный ХСЭ используют для нанесения пленки ртути «электрохимическим» способом на рабочий электрод.

ХСЭ представляет собой спираль из серебряной проволоки, покрытой AgCl, помещенную в корпус с полупроницаемой пробкой, который заполнен одномолярным раствором хлорида калия. Конец серебряной проволоки имеет токовыводящий контакт для подключения к прибору.

Перед работой серебряную спираль выкручивают против часовой стрелки из корпуса электрода. Корпус заполняют с помощью шприца одномолярным раствором хлорида калия (при заполнении иглоку шприца опускают до дна корпуса), вкручивают по часовой стрелке серебряную спираль в корпус. Заполненные хлоридом калия ХСЭ хранят в бидистиллированной воде. ХСЭ, незаполненные хлоридом калия, хранят на воздухе в защитных колпачках.

Примечание – Электроды сравнения и вспомогательные электроды не путать! Для удобства использования электроды сравнения (С) и вспомогательные электроды (В) можно пометить маркером. Для подготовки рабочих ртутных пленочных электродов используют отдельный ХСЭ.

Б.2 Подготовка рабочих амальгамных (ртутных пленочных) электродов

Амальгамный электрод (АмЭ) и ртутный пленочный электрод (РПЭ) и представляют собой полимерный стержень с запрессованной серебряной проволокой диаметром 1,1 мм, длиной (7-8) мм, на которую нанесена амальгама серебра. В процессе производства рабочая поверхность амальгамных электродов подвергается дополнительной обработке для увеличения стабильности их работы. Для подготовки рабочего электрода к работе формируют новый

слой амальгамы на его поверхности. Для этого снимают защитный колпачок и наносят на поверхность серебра пленку ртути следующим способом.

С помощью команды «Параметры измерений/Загрузить» выбирают параметры измерений «Поверка анализатора». Поднимают крышку анализатора. Подготовленный хлорсеребряный (С) и незаамальгамированный рабочий (Р) электроды с помощью электродных колпачков вкрутить по часовой стрелке до упора в соответствующие гнезда ячейки «А».

Стаканчик с (9-10) мл бидистиллированной воды устанавливают в ячейку «А». Опускают крышку анализатора. Нажимают кнопку «Отмывка», через (3-5) секунд повторно нажимают кнопку «Отмывка». Поднимают крышку анализатора. Стаканчик с бидистиллированной водой заменяют на бюкс с насыщенным раствором $Hg_2(NO_3)_2$ (объемом (7-8) cm^3). Выполняют команду «Подготовка». В появившейся на экране таблице должен быть отмечен канал «А»; ток накопления с установленным значением 1,5 мА; установлено время 240 секунд; значение вибрации 0. Опускают крышку анализатора.

Выполняют команду «Начать подготовку». При этом в окне текущего состояния процесса подготовки появится текущее значение тока накопления и оставшееся время подготовки. После окончания процесса накопления выполняют команду «Закрыть». Поднимают крышку анализатора.

Бюкс с раствором $Hg_2(NO_3)_2$ заменяют на стаканчик с (9-10) cm^3 бидистиллированной воды. Опускают крышку анализатора. Нажимают кнопку «Отмывка», через (3-5) секунд повторно нажимают кнопку «Отмывка». Поднимают крышку анализатора.

Заамальгамированный амальгамный (ртутный пленочный) электрод с помощью электродного колпачка вынимают из анализатора. Заамальгамированный амальгамный (ртутный пленочный) электрод хранят в бидистиллированной воде.

Повторяют операции нанесения пленки ртути для второго и третьего амальгамного (ртутного пленочного) электрода.

Хлорсеребряный (С) электрод с помощью электродного колпачка выкручивают против часовой стрелки из соответствующего гнезда анализатора. Данный ХСЭ используют только для накопления пленки ртути.

Примечание – Рекомендуется при проведении поверки использовать новый комплект электродов.

Приложение В

(обязательное)

Методика приготовления аттестованных смесей ионов кадмия

В.1 Назначение и область применения методики

Методика регламентирует приготовление аттестованных смесей (АС) ионов кадмия с массовыми концентрациями 100; 10,0; 1,00; 0,100 и 0,0100 мг/дм³. АС предназначены для проведения проверки метрологических характеристик анализатора вольтамперометрического ТА-Lab.

В.2 Метрологические характеристики

Метрологические характеристики АС приведены в таблице В.1.

Таблица В.1

Код АС	Массовая концентрация ионов кадмия в АС, мг/дм ³	Погрешность АС, мг/дм ³ , не более (при P=0,95)
АС-100	100	±1
АС-10	10,0	±0,2
АС-1	1,00	±0,03
АС-0,1	0,100	±0,003
АС-0,01	0,0100	±0,0004

В.3 Средства измерений

Дозатор пипеточный (0,10-1,00) см³ ТУ 9452-002-33179998-2002

Дозатор пипеточный (2,00-10,0) см³ ТУ 9452-002-33169998-2002

Государственный стандартный образец состава водного раствора ионов кадмия с массовой концентрацией 1,0 мг/дм³ (ГСО) ГСО 7472-98

Колбы мерные 2-50-2 ГОСТ 1770-74

Примечание - Допускается применение других аналогичных средств измерений, обеспечивающих приготовление АС с погрешностью, не превышающей указанной в таблице В.1.

В.4 Процедура приготовления

Готовят АС путем последовательного разбавления растворов в мерных колбах вместимостью 50,0 см³ бидистиллированной водой или в мерных пробирках вместимостью 10 см³ или 5,0 см³ согласно таблице В.2. Для этого в мерную колбу (пробирку) вносят указанный в таблице В.2 объем АС кадмия и доводят раствор до метки бидистиллированной водой.

Таблица В.2

Исходный раствор для приготовления			Приготовленная АС		
Код	Концентрация, мг/дм ³	Отбираемый объем, см ³	Код	Концентрация, мг/дм ³	Срок хранения, не более
Приготовление в мерных колбах вместимостью 50,0 см ³					
ГСО	1000	5,0	АС-100	100	6 месяцев
АС-100	100	5,0	АС-10	10,0	30 дней
АС-10	10,0	5,0	АС-1	1,00	14 дней

Исходный раствор для приготовления			Приготовленная АС		
Код	Концентрация, мг/дм ³	Отбираемый объем, см ³	Код	Концентрация, мг/дм ³	Срок хранения, не более
АС-1	1,00	5,0	АС-0,1	0,100	1 день
АС-1	1,00	0,5	АС-0,01	0,0100	Готовят перед применением
Приготовление в мерных пробирках вместимостью 10,0 см ³					
ГСО	1000	1,0	АС-100	100	6 месяцев
АС-100	100	1,0	АС-10	10,0	30 дней
АС-10	10,0	1,0	АС-1	1,00	14 дней
АС-1	1,00	1,0	АС-0,1	0,100	1 день
АС-1	1,00	0,1	АС-0,01	0,0100	Готовят перед применением
Приготовление в мерных пробирках вместимостью 5,0 см ³					
ГСО	1000	0,50	АС-100	100	6 месяцев
АС-100	100	0,50	АС-10	10,0	30 дней
АС-10	10,0	0,50	АС-1	1,00	14 дней
АС-1	1,00	0,50	АС-0,1	0,100	1 день
АС-1	1,00	0,05	АС-0,01	0,0100	Готовят перед применением

В.5 Требования безопасности

Соблюдают требования безопасности, установленные для работы с токсичными веществами ГОСТ 12.1.005-88.

В.6 Требования к квалификации оператора

АС готовит инженер или лаборант со средним специальным образованием, имеющий навыки работы в химической лаборатории.

В.7 Требования к упаковке и маркировке

АС помещают в колбу (пробирку) с пришлифованной пробкой. На колбу наклеивают этикетку (наносят маркировку) с указанием кода аттестованной смеси, массовой концентрации ионов кадмия и датой приготовления.

В.8 Условия хранения

АС хранят при комнатной температуре не более срока, указанного в таблице В.2.

Приложение Г

(справочное)

Измерение вольтамперометрическим методом массовых концентраций ионов кадмия

Измерения концентрации ионов кадмия в КР проводят одновременно в следующей последовательности: сначала анализируют КР с более низкой концентрацией - КР-0,0001, потом последовательно анализируют КР-0,001; КР-0,01 и КР-1,0.

Измерения проводят путем выполнения следующих операций:

- отмывка электрохимических ячеек;
- проверка электрохимических ячеек на чистоту;
- приготовление КР;
- регистрация вольтамперограмм пробы с аналитическим сигналом (пиком) кадмия в КР;
- внесение добавки аттестованной смеси ионов кадмия в электрохимические ячейки;
- регистрация вольтамперограмм добавки с аналитическим сигналом (пиком) кадмия в КР с внесенной добавкой ионов кадмия;
- расчет результатов измерений.

Перед началом измерений с помощью команды «Параметры измерений/Загрузить» выбирают параметры измерений «Поверка анализатора».

Г.1 Отмывка электрохимических ячеек

Г.1.1 Кварцевые стаканчики с (9-11) см³ бидистиллированной воды устанавливают в анализатор. Опускают крышку анализатора. Нажимают кнопку «Отмывка». При этом на мониторе компьютера появится индикатор отмывки, показывающий время до окончания отмывки.

Г.1.2 Проводят отмывку электрохимических ячеек в течение 60 секунд. После окончания отмывки (исчезнет индикатор отмывки) поднимают крышку анализатора и выливают содержимое стаканчиков.

Г.1.3 Повторяют отмывку электрохимических ячеек по Г.1.1-Г.1.2 два раза, меняя бидистиллированную воду в стаканчиках.

Г.2 Проверка электрохимических ячеек на чистоту

Г.2.1 В главном меню программного обеспечения анализатора нажимают «Параметры измерений/Текущие...». В появившемся окне нажимают на «Подготовительные этапы».

Г.2.2 В открывшемся окне с параметрами регистрации вольтамперограмм устанавливают время этапа «Накопление» 200 с при анализе раствора КР-0,0001; 60 с - при анализе КР-0,001; 20 с - при анализе КР-0,01; 2 с - при анализе КР-1.

Г.2.3 В электрохимические ячейки анализатора, предназначенные для вольтамперометрических измерений, вносят: 9,70 см³ бидистиллированной воды и 0,20 см³ концентрированной муравьиной кислоты.

Г.2.4 Стаканчики с полученным фоновым раствором устанавливают в анализатор. Опускают крышку анализатора.

Г.2.5 Начинают регистрацию вольтамперограмм фона, нажав «Фон/Начать измерение». Устанавливают масштаб оси тока 20:1-50:1, нажав на правую часть кнопки масштаби-

рования, отмеченную треугольником и расположенную в правом верхнем углу каждого окна канала, и выбрав в появившемся меню нужный масштаб.

Г.2.6 После регистрации (2-3) воспроизводимых вольтамперограмм фона во время этапа «Растворение» нажимают на красный крестик на индикаторе выполнения измерений и прекращают процесс регистрации вольтамперограмм фона.

Г.2.7 После регистрации корректируют, если необходимо, результат автоматического исключения невоспроизводимых вольтамперограмм. Для этого щелкнуть правой кнопкой мыши по исключаемой (восстанавливаемой) вольтамперограмме фона или по соответствующей строке панели результатов, расположенной в левом нижнем углу окна каждого канала. Количество воспроизводимых вольтамперограмм в каждом окне должно быть не менее двух.

Г.2.8 Усредняют полученные вольтамперограммы. Для этого нажимают «Фон/«Средняя» вольтамперограмма». При этом в каждом окне появится усредненная вольтамперограмма фона. Если на вольтамперограмме зарегистрированы пики кадмия, свидетельствующие о их наличии в растворе ячейки, то под пиками будет проведена пунктирная линия - линия остаточного тока.

При необходимости с помощью маркеров, расположенных вверху окна каждого канала, поправляют автоматическую разметку пиков на вольтамперограммах фона.

Г.2.9 Стаканчики, фоновый раствор и электроды считаются чистыми, если на вольтамперограммах фона отсутствуют пики кадмия или их высота не превышает 40 нА.

Г.2.10 При наличии на вольтамперограммах фона пиков более 40 нА повторяют регистрацию вольтамперограмм фона по Г.2.1-Г.2.8.

Г.3 Регистрация аналитических сигналов кадмия

Г.3.1 Поднимают крышку анализатора. При анализе КР-0,0001 в ячейки анализатора добавляют 0,10 см³ АС-0,01; при анализе КР-0,001 в ячейки анализатора добавляют по 0,1 см³ АС-0,1; при анализе КР-0,01 – по 0,1 см³ АС-1 и при анализе КР-1,0 – по 0,1 см³ АС-100. Опускают крышку анализатора.

Г.3.2 В главном меню программного обеспечения анализатора нажимают на кнопку «Проба». В появившейся на экране таблице выбирают вид пробы - «без минерализации»; размерность – мг/л, указывают объем пробы – 10 мл; устанавливают время этапа Подготовка 30 с.

Г.3.3 Выполняют команду «ОК» и начинают процесс регистрации вольтамперограмм пробы.

Г.3.4 После регистрации 2-3 воспроизводимых вольтамперограмм пробы на этапе «Растворение» нажимают на красный крестик на индикаторе выполнения измерений и останавливают процесс регистрации вольтамперограмм пробы.

Г.3.5 Корректируют, если необходимо, результат автоматического исключения невоспроизводимых вольтамперограмм. Для этого щелкнуть правой кнопкой мыши по исключаемой (восстанавливаемой) вольтамперограмме пробы или по соответствующей строке панели результатов, расположенной в правом нижнем углу окна каждого канала. Количество воспроизводимых вольтамперограмм пробы в каждом окне должно быть не менее двух.

Г.3.6 Усредняют полученные вольтамперограммы. Для этого нажимают на кнопку «Проба». В появившемся меню нажимают на пункт «Средняя» вольтамперограмма». При этом в каждом окне появится усредненная вольтамперограмма пробы. При необходимости с помощью маркеров, расположенных вверху окна каждого канала, поправляют автоматическую разметку пиков на вольтамперограмме пробы в соответствии с руководством пользователя программного обеспечения анализатора.

Г.4 Регистрация аналитического сигнала кадмии в КР с внесенной добавкой АС кадмия

Г.4.1 Поднимают крышку анализатора. При анализе КР-0,0001 в ячейки анализатора добавляют $0,10 \text{ см}^3$ АС-0,01; при анализе КР-0,001 в ячейки анализатора добавляют по $0,1 \text{ см}^3$ АС-0,1; при анализе КР-0,01 – по $0,1 \text{ см}^3$ АС-1 и при анализе КР-1 – по $0,1 \text{ см}^3$ АС-100. Опускают крышку анализатора.

Г.4.2 В главном меню программного обеспечения анализатора нажимают на кнопку «Добавка/Начать измерение». В появившейся на экране таблице указывают:

- объем добавки: 0,1 мл;
- концентрацию добавки – 0,01 мг/л при анализе КР-0,0001 (0,1 мг/л при анализе КР-0,001; 1,0 – при анализе КР-0,01 и 100 – при анализе КР-1).

Г.4.3 Выполняют команду «ОК» и начинают процесс регистрации вольтамперограмм добавки.

Г.4.4 После регистрации 2-3 воспроизводимых вольтамперограмм добавки на этапе «Растворение» нажимают на красный крестик на индикаторе выполнения измерений и останавливают процесс регистрации вольтамперограмм добавки.

Г.4.5 Корректируют, если необходимо, результат автоматического исключения невозможных вольтамперограмм. Для этого щелкнуть правой кнопкой мыши по исключаемой (восстанавливаемой) вольтамперограмме добавки или по соответствующей строке панели результатов, расположенной в правом нижнем углу окна каждого канала. Количество воспроизводимых вольтамперограмм добавки в каждом окне должно быть не менее двух.

Г.4.6 Усредняют полученные вольтамперограммы добавки. Для этого нажимают на кнопку «Добавка». В появившемся меню нажимают на пункт «Средняя» вольтамперограмма». При этом в каждом окне появится усредненная вольтамперограмма добавки. При необходимости с помощью маркеров, расположенных вверху окна каждого канала, поправляют автоматическую разметку пиков на вольтамперограммах добавки в соответствии с руководством пользователя программного обеспечения анализатора.

Г.5 Расчет результатов измерений

Г.5.1 Расчет результатов измерений проводится в автоматическом режиме. Для этого выполняют в главном меню программного обеспечения анализатора нажимают кнопку «Расчет».

В появившемся окне должны быть отмечены галочками пункты «Расчет по «средним» и «Учет фона». В таблице концентраций будут высвечены три результата единичных измерений. Фиксируют их.

Г.5.2 Поднимают крышку анализатора. Выливают раствор из стаканчиков. Ополаскивают их бидистиллированной водой и проводят отмывку электрохимических ячеек по Г.1.

Приложение Д

(справочное)

Рекомендуемая форма протокола поверки

ПРОТОКОЛ

поверки периодической анализатора вольтамперометрического ТА-Lab № _____
принадлежащего _____

ИНН _____

Д.1 Условия проведения поверки

Температура окружающего воздуха: _____ °С;

Относительная влажность при 25 °С: _____ %;

Атмосферное давление: _____ кПа

Д.2 Средства поверки

Таблица Д.1

Наименование	Метрологические характеристики	
	Диапазон	Погрешность, цена деления, класс точности, НД

Примечание – Таблица Д.1 заполняется в соответствии с таблицей 2 и характеристиками применяемых при поверке средств измерений.

Д.3 Результаты поверки

Таблица Д.2

Определяемая техническая характеристика	Нормируемое значение	Максимальное значение, определенное в ходе поверки
Относительная погрешность измерений массовой концентрации ионов кадмия	±25 %	
	±20 %	


Д.4 Заключение:

Межповерочный интервал: 1 год.

Дата поверки: _____

Поверитель: _____

Лист регистрации изменений методики поверки ДПТА.36.0035.000 МП

Номер изме- нения	Номера страниц				Всего страниц после внесения изменения	Информация о поступлении изменения (номер сопроводительного письма)	Подпись лица, внесшего из- менение	Фамилия этого лица и дата внесе- ния изменения
	замене- нных	дополни- тельных	исключо- чных	изме- ненных				
1				3	14	ДПТА.36.МП-1/14		Г.Н.Носкова 28.11.2014