

# Вольтамперометрический анализатор Экотест-ВА

## Методика поверки

По вопросам продаж и поддержки обращайтесь:

Алматы (7273)495-231  
Ангарск (3955)60-70-56  
Архангельск (8182)63-90-72  
Астрахань (8512)99-46-04  
Барнаул (3852)73-04-60  
Белгород (4722)40-23-64  
Благовещенск (4162)22-76-07  
Брянск (4832)59-03-52  
Владивосток (423)249-28-31  
Владикавказ (8672)28-90-48  
Владимир (4922)49-43-18  
Волгоград (844)278-03-48  
Вологда (8172)26-41-59  
Воронеж (473)204-51-73  
Екатеринбург (343)384-55-89  
Иваново (4932)77-34-06  
Ижевск (3412)26-03-58  
Иркутск (395)279-98-46  
Казань (843)206-01-48

Калининград (4012)72-03-81  
Калуга (4842)92-23-67  
Кемерово (3842)65-04-62  
Киров (8332)68-02-04  
Коломна (4966)23-41-49  
Кострома (4942)77-07-48  
Краснодар (861)203-40-90  
Красноярск (391)204-63-61  
Курск (4712)77-13-04  
Курган (3522)50-90-47  
Липецк (4742)52-20-81  
Магнитогорск (3519)55-03-13  
Москва (495)268-04-70  
Мурманск (8152)59-64-93  
Набережные Челны (8552)20-53-41  
Нижний Новгород (831)429-08-12  
Новокузнецк (3843)20-46-81  
Новыйск (3496)41-32-12  
Новосибирск (383)227-86-73

Омск (3812)21-46-40  
Орел (4862)44-53-42  
Оренбург (3532)37-68-04  
Пенза (8412)22-31-16  
Петрозаводск (8142)55-98-37  
Псков (8112)59-10-37  
Пермь (342)205-81-47  
Ростов-на-Дону (863)308-18-15  
Рязань (4912)46-61-64  
Самара (846)206-03-16  
Саранск (8342)22-96-24  
Санкт-Петербург (812)309-46-40  
Саратов (845)249-38-78  
Севастополь (8692)22-31-93  
Симферополь (3652)67-13-56  
Смоленск (4812)29-41-54  
Сочи (862)225-72-31  
Ставрополь (8652)20-65-13  
Сургут (3462)77-98-35

Сыктывкар (8212)25-95-17  
Тамбов (4752)50-40-97  
Тверь (4822)63-31-35  
Тольятти (8482)63-91-07  
Томск (3822)98-41-53  
Тула (4872)33-79-87  
Тюмень (3452)66-21-18  
Ульяновск (8422)24-23-59  
Улан-Удэ (3012)59-97-51  
Уфа (347)229-48-12  
Хабаровск (4212)92-98-04  
Чебоксары (8352)28-53-07  
Челябинск (351)202-03-61  
Череповец (8202)49-02-64  
Чита (3022)38-34-83  
Якутск (4112)23-90-97  
Ярославль (4852)69-52-93

Россия +7(495)268-04-70

Казахстан +7(7172)727-132

Киргизия +996(312)96-26-47

exa@nt-rt.ru || <https://econix.nt-rt.ru/>

Настоящие методика поверки (далее - МП) устанавливает методы и средства первичной и периодической поверки анализаторов вольтамперометрических «ЭКОТЕСТ-ВА» ТУ 4215-005-52722949-03 (далее - анализаторы), состоящих из электрохимической ячейки, измерительного преобразователя и IBM совместимого персонального компьютера с установленным пакетом программного обеспечения и предназначенных для измерения массовой концентрации ионов химических элементов и веществ, в частности ионов кадмия ( $\text{Cd}^{2+}$ ), свинца ( $\text{Pb}^{2+}$ ), меди ( $\text{Cu}^{2+}$ ) и цинка ( $\text{Zn}^{2+}$ ), в пробах воды, пищевых продуктов, медицинских препаратов, химических реактивов и других материалов по утвержденным методикам количественного химического анализа, в том числе.

Поверке подвергают применяемые в сфере государственного метрологического контроля и надзора все вновь выпускаемые, выходящие из ремонта и находящиеся в эксплуатации анализаторы.

Настоящие рекомендации могут быть использованы для проведения периодической калибровки анализаторов, применяемых вне сферы государственного метрологического контроля и надзора, по ПР 50.2.016.

Межповерочный интервал - 1 год.

## 1 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

При поверке выполняются операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1

Наименование операции	Номер пункта МП	Обязательность проведения операции при	
		первичной поверке	периодической поверке
Внешний осмотр	6.1	да	да
Опробование	6.2	да	да
Определение диапазона изменения поляризующего напряжения и пределов допускаемой абсолютной погрешности установки поляризующего напряжения ИП	6.3	да	нет
Определение диапазонов измерения силы тока и пределов приведенной допускаемой погрешности измерения силы тока в цепи электрохимической ячейки	6.4	да	нет
Определение пределов допускаемой относительной погрешности измерения массовой концентрации ионов металла	6.5	нет	да

## 2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

При проведении поверки применяются средства поверки и реактивы, указанные в таблице 2.

Таблица 2

Наименование средства поверки	Нормативно-технический документ	Технические характеристики
Вольтметр В7-49	УШЯИ.411181.001 ТО	Диапазон измерения напряжения $\pm 2$ В Пределы допускаемой погрешности измерений $\pm 10$ %
Сетевой адаптер или аккумуляторная батарея		Выходное напряжение 12В $\pm 1$ В Выходной ток до 0.5А
IBM совместимый персональный компьютер с установленным пакетом программного обеспечения		
Имитатор электрохимической ячейки	КТЖГ.418425.001	Диапазон сопротивлений 100 Ом ... 10 МОм Класс точности 1.0
Государственные стандартные образцы состава водных растворов ионов свинца	ГСО 7778-2000	Аттестованное значение 1.0 г/дм <sup>3</sup> Погрешность 1.0 % при P=0.95
Вода бидистиллированная	ТУ 6-09-2502-77	
Ртуть (II) азотнокислая одноводная, ч.д.а.	ГОСТ 4520	
Кислота соляная, ос.ч.	ГОСТ 14261	
Калий хлористый, х.ч.	ГОСТ 4234	
Пипетки градуированные вместимостью 1, 2, 5 см <sup>3</sup>	ГОСТ 29227	Класс точности 2.0
Пипетки мерные	ГОСТ 29169	2-2-1, 2-2-2, 2-2-5, 2-2-10, 2-2-20, 2-2-25
Колбы мерные	ГОСТ 1770	2-25-2, 2-50-2, 2-100-2, 2-1000-2
Допускается использование других средств поверки и реактивов, не приведенных в табл. 2, но имеющих технические и метрологические характеристики не хуже указанных.		

### **3 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ**

- 3.1 При работе с анализаторами необходимо выполнять общие правила работы с электрическими установками до 1000 В и требования безопасности, предусмотренные “Основными правилами безопасной работы в химической лаборатории”, М; Химия, с.205, 1979 и ГОСТ 12.1.019-79, ГОСТ 12.3.002-75, ГОСТ 12.1.004-85, ГОСТ 12.1.007-76, ГОСТ 12.1.019-79, ГОСТ 22261-94.
- 3.2 Лица, допускаемые к работе, должны иметь соответствующую техническую квалификацию и подготовку, ежегодно проходить проверку знаний техники безопасности.
- 3.3 При работе с анализаторами необходимо тщательно заземлять корпус измерительного преобразователя и персонального компьютера.

#### 4 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

Поверка анализаторов должна проводиться в нормальных условиях применения:

<b>температура окружающего воздуха, °С</b>	20 ± 5
<b>относительная влажность воздуха, %</b>	30 ... 80
<b>атмосферное давление, кПа (мм рт. ст.)</b>	84...106.7 (630...800)
<b>напряжение питания источника постоянного тока, В</b>	12 ± 1
<b>выходной ток, А, не более</b>	0.5
<b>напряжение сети переменного тока с частотой 50 Гц ± 0,5 Гц, В</b>	220 ± 10%

## **5 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ**

- 5.1 Проверить выполнение мер безопасности в соответствии с разделом 3 МП.
- 5.2 Перед проведением поверки должны быть приготовлены контрольные растворы по методике, изложенной в Приложении А.

## 6 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

### 6.1 Внешний осмотр

При проведении внешнего осмотра проверяют:

- комплектность поверяемого анализатора в соответствии с разделом 3 РЭ;
- наличие маркировки в соответствии с разделом 11 РЭ;
- состояние защитных покрытий, отсутствие коррозии и загрязнения, дефектов, механических повреждений, влияющих на работу анализатора.

Анализаторы, имеющие дефекты, затрудняющие эксплуатацию, бракуют.

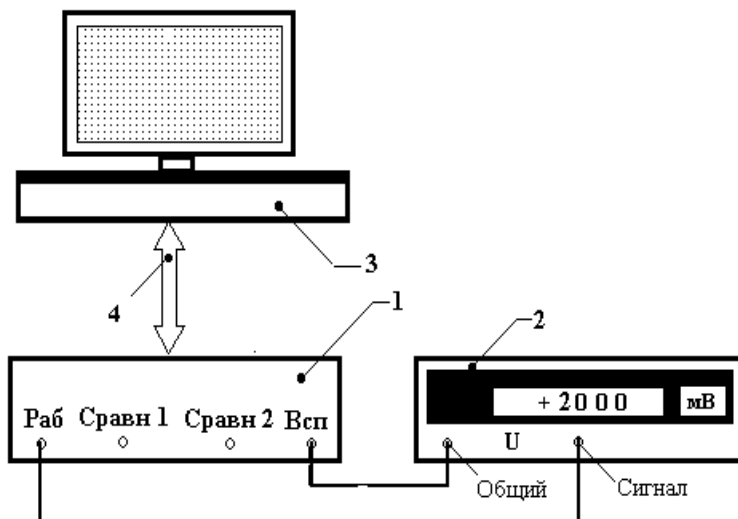
### 6.2 Опробование

При опробовании анализаторов должны быть проведены работы в соответствии с п.п.7.8, 7.9 РЭ. Анализаторы, у которых не удастся провести операции по п.п.7.8, 7.9 РЭ бракуются.

### 6.3 Определение диапазона изменения поляризующего напряжения и предела допускаемой абсолютной погрешности установки поляризующего напряжения

Для определения диапазона изменения поляризующего напряжения и предела допускаемой абсолютной погрешности установки поляризующего напряжения необходимо выполнить следующие операции.

#### 6.3.1 Собрать схему измерения поляризующего напряжения в соответствии с рис. 1.



- 1 - измерительный преобразователь,  
 2 - вольтметр постоянного тока,  
 3 - персональный компьютер,  
 4 – цифровой канал связи,  
 Раб. - соединитель цепи рабочего электрода,  
 Сравн.1 - соединитель первого канала цепи электрода сравнения,  
 Сравн.2 - соединитель второго канала цепи электрода сравнения,  
 Wsp. - соединитель вспомогательного электрода.

**Рисунок 1.** Схема измерения поляризующего напряжения (в случае модификации "ЭКОТЕСТ-ВА 4").

#### Примечание

В случае использования анализатора модификации "ЭКОТЕСТ-ВА" на рис.1 должен быть показан измерительный преобразователь 1 с одним каналом цепи электрода сравнения, а соединитель цепи обозначен как "Сравн."



6.3.2 В программе управления анализаторов установить:

- параметры графика:

2000 Макс. Y	2000 Макс. X мВ
-2000 Мин. Y	-2000 Мин. X мВ

- параметры измерения:

Накопление мВ	-1400 сек	1	Диапазоны тока	2 мА
Параметры развертки				
Скорость мВ/сек	100			
Начало мВ	-1000	Конец мВ	1300	Схема соединения
Очистка мВ	0	сек	1	«Двухэлектродная»
Потенциал покоя «Вкл» мВ	2000			Вид полярографии
Мешалка «Нет»	«Постоянноточковая»			
Цикл «Нет»				

Активизировать команду “Старт”. На экране монитора появится окно с осями координат и индикацией состояния ИП в правом верхнем углу. После окончания измерения (появление слова “Конец”) произвести измерение напряжения с помощью цифрового вольтметра. Полученное значение напряжения должно соответствовать  $2000 \pm 10$  мВ.

Предел допускаемой абсолютной погрешности  $\delta U$  (мВ) установки поляризирующего напряжения измерительного преобразователя анализатора рассчитывают по формуле

$$\delta U = U_0 - U_a \quad (1)$$

где:  $U_0$  - значение напряжения, мВ;

$U_a$  - показания цифрового вольтметра, мВ.

Предел допускаемой абсолютной погрешности установки поляризирующего напряжения ИП анализаторов не должен превышать  $\pm 10$  мВ.

6.3.3 Установить в параметрах измерения “Потенциал покоя” минус 2000 мВ и повторить операции по п.6.3.2. Полученное значение напряжения должно соответствовать  $-2000 \pm 10$  мВ. Результаты испытаний считаются положительными, если предел допускаемой погрешности установки поляризирующего напряжения ИП анализаторов не превышает  $\pm 10$  мВ. В противном случае анализаторы бракуются и дальнейшей поверке не подлежат. Активизировать команду “Очистить график”.

6.4 Определение диапазонов измерения силы тока и пределов приведенной допускаемой погрешности измерения силы тока в цепи электрохимической ячейки.

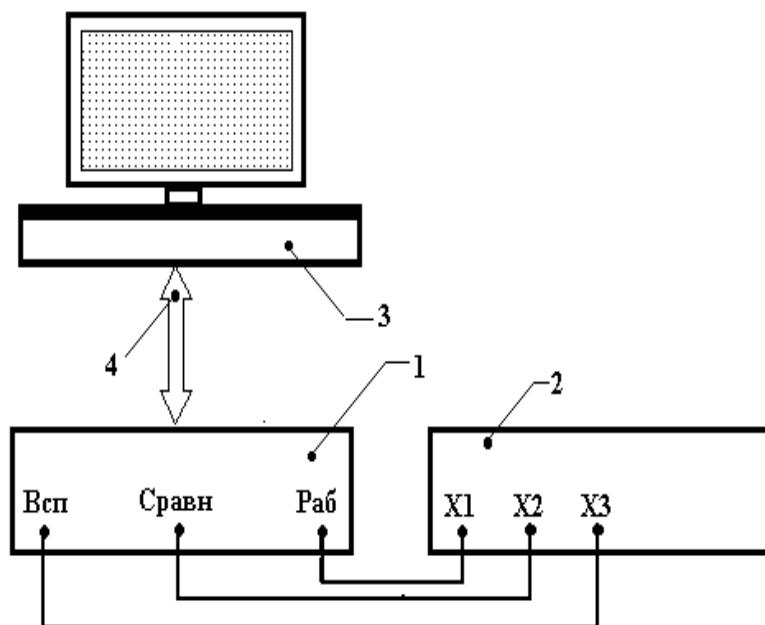
Определение диапазонов измерения силы тока и пределов приведенной допускаемой погрешности измерения силы тока в цепи электрохимической ячейки проводят в 3-х и 2-х электродных режимах работы измерительного преобразователя в соответствии с п.п. 6.4.1-6.4.3.

6.4.1 Определение диапазонов измерения силы тока и пределов приведенной допускаемой погрешности измерения силы тока в цепи электрохимической ячейки в 3-х электродном режиме работы измерительного преобразователя.

6.4.1.1 Собрать установку для измерения силы тока в соответствии с рис.2.

### Примечание

Значения сопротивления соответствующих диапазонов нанесены на корпусе имитатора ячейки.



**1** – измерительный преобразователь,  
**2** - имитатор электрохимической ячейки,  
**3** - персональный компьютер,  
**4** – цифровой канал связи,  
**Раб.** - соединитель цепи рабочего электрода,  
**Сравн.** - соединитель цепи электрода сравнения,  
**Всп.** - соединитель цепи вспомогательного электрода,  
**X1,X2,X3** - соединители имитатора электрохимической ячейки.

Рисунок 2. Схема установки для измерения тока в 3-х электродном режиме работы измерительного преобразователя (в случае модификации "ЭКОТЕСТ-ВА").

### Примечание

- В случае использования анализатора модификации "ЭКОТЕСТ-ВА 4" на рис.2 должен быть показан измерительный преобразователь 1 с двумя каналами цепи электрода сравнения, а соединители цепи обозначены как "Сравн.1" и "Сравн.2"
- В случае использования анализаторов модификации "ЭКОТЕСТ-ВА 4" операции по пп. 6.4.1.2. - 6.4.1.6. проводятся в 3-электродном режиме с электродом сравнения «Сравн.2».

6.4.1.2 Переключить имитатор ячейки в диапазон "1". Установить следующие параметры измерения в программе анализаторов:

Накопление	мВ	- 1400	сек.	1	Диапазоны тока
Параметры развертки					0,2 мкА
Скорость	мВ/сек	100			
Начало	мВ	- 2000	Конец мВ	2000	Схема соединения
Очистка	мВ	0	сек.	1	"Трехэлектродная"
Потенциал покоя	"Вкл."		мВ	0	Вид полярографии
Мешалка	"Нет"				"Постоянноточковая"
Цикл	"Нет"				

Активизировать команду “Старт”. На экране монитора ПК появится окно с графиком зависимости тока от напряжения и надписью состояния ИП в правом верхнем углу. После появления слова “Конец” установить указатель мыши на левый край графика и нажать левую кнопку мыши, после чего в правом верхнем углу окна появятся значения напряжения и тока, соответствующие выбранной точке. Произвести вычисления тока  $I_d$  по формуле

$$I_d = U/R, \quad (2)$$

где  $U$  - значение напряжения выбранной точки графика, мВ;  
 $R$  - значение сопротивления имитатора  $R_1$  (см. Приложение В).

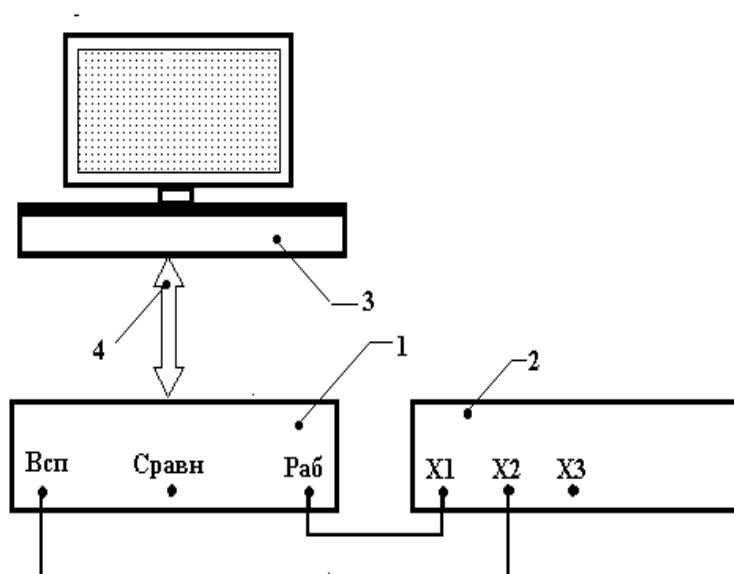
Рассчитать предел  $\delta_i$  приведенной допускаемой погрешности измерения силы тока в диапазоне “1” по формуле

$$\delta_i = \frac{I_d - I_0}{I_{\max}} \cdot 100\% \quad (3)$$

где  $I_0$  - измеренное значение силы тока в выбранной точке графика;  
 $I_d$  - вычисленное значение тока по формуле (2),  
 $I_{\max}$  - верхнее значение диапазона измерения тока.

Предел  $\delta_i$  приведенной допускаемой погрешности измерения силы тока не должен превышать  $\pm 5\%$ . В противном случае анализаторы бракуются и дальнейшей поверке не подлежат. Активизировать команду “Очистить график”.

- 6.4.1.3 Переключить имитатор ячейки в диапазон “2”. В параметрах измерения установить диапазон тока 2 мкА. Повторить операции по п.6.4.1.2., подставляя при вычислении тока  $I_d$  в формулу (2) значение сопротивления имитатора  $R_2$ .
- 6.4.1.4 Переключить имитатор ячейки в диапазон “3”. Установить диапазон тока 20мкА. Повторить операции по п. 6.4.1.2, подставляя при вычислении тока  $I_d$  в формулу (2) значение сопротивления имитатора  $R_3$ .
- 6.4.1.5 Переключить имитатор ячейки в диапазон “4”. Установить диапазон тока 200 мкА. Повторить операции по п. 6.4.1.2, подставляя при вычислении тока  $I_d$  в формулу (2) значение сопротивления имитатора  $R_4$ .
- 6.4.1.6 Переключить имитатор ячейки в диапазон “5”. Установить диапазон тока 2мА. Повторить операции по п. 6.4.1.2, подставляя при вычислении тока  $I_d$  в формулу (2) значение сопротивления имитатора  $R_5$ . Результаты испытаний считаются положительными, если приведенная погрешность измерения тока в каждом диапазоне не превышает  $\pm 5\%$  относительно верхнего предела измерения. В противном случае анализаторы бракуются.
- 6.4.2 Определение диапазонов измерения силы тока и пределов допускаемой приведенной погрешности измерения силы тока в 2-хэлектродном режиме работы измерительного преобразователя.
- 6.4.2.1 Собрать схему для измерения тока в 2-хэлектродном режиме измерения ИП в соответствии с рис. 3.



**1** – измерительный преобразователь,  
**2** - имитатор электрохимической ячейки,  
**3** - персональный компьютер,  
**4** – цифровой канал связи,  
**Раб.** - соединитель цепи рабочего электрода,  
**Сравн.** - соединитель цепи электрода сравнения,  
**Всп.** - соединитель вспомогательного электрода,  
**X1,X2,X3** - соединители имитатора электрохимической ячейки.

**Рисунок 3.** Схема измерения тока в 2-электродном режиме работы измерительного преобразователя (в случае модификации "ЭКОТЕСТ-ВА").

### Примечание

В случае использования анализаторов модификации "ЭКОТЕСТ-ВА 4" на рис.3 должен быть показан измерительный преобразователь 1 с двумя каналами цепи электрода сравнения, а соединители цепи обозначены как "Сравн.1" и "Сравн.2".

- 6.4.2.2 В параметрах измерения (п. 6.4.1.2) установить схему соединения «Двухэлектродная». Повторить операции по п.п. 6.4.1.2. - 6.4.5.1.6.

Результаты испытаний считаются положительными, если приведенная погрешность измерения тока в каждом диапазоне не превышает  $\pm 5\%$  относительно верхнего предела измерения. В противном случае анализаторы бракуется.

- 6.4.3 Выключить измерительный преобразователь, отключить имитатор ячейки от входных соединителей измерительного преобразователя.
- 6.5 Определение предела допускаемой относительной погрешности измерения массовой концентрации ионов металла (свинца).

Измерения проводят с использованием рабочего углеродного электрода, входящего в комплект поставки, в 3-х электродном режиме измерения.

### Примечание

В случае использования анализаторов модификации "ЭКОТЕСТ-ВА 4" операции по п. 6.5 проводятся в 3-электродном режиме с электродом сравнения «Сравн.2».

- 6.5.1 Подготовить фоновый раствор, контрольные растворы с концентрацией ионов свинца  $10 \text{ мкг/дм}^3$  (контрольный раствор №1) и  $100 \text{ мкг/дм}^3$  (контрольный раствор №2) согласно Приложению А. Подготовить к работе электроды в соответствии с Приложением А.
- 6.5.2 Собрать электрохимическую ячейку, подключив соединители электродов к входным соединителям измерительного преобразователя: соединитель рабочего электрода - ко входу соединителя прибора "Раб", соединитель электрода сравнения - ко входу

соединителя анализатора “Сравн”, а соединитель вспомогательного электрода - ко входу соединителя “Всп”.

6.5.3 Выбрать методику измерений “ Zn, Cd, Pb”, либо установить следующие параметры в программе анализаторов:

- параметры графика:

200 Макс. Y	200 Макс. X мВ
0 Мин. Y	-1500 Мин. X мВ

- параметры измерения:

Накопление мВ - 1400	сек.	300	Диапазон измерения
Параметры развертки			200 мкА
Скорость мВ/сек	50		
Начало мВ - 1400	Конец мВ	100	Схема соединения
Очистка мВ	400	сек.	300
Потенциал покоя “Откл.”	мВ	0	“Трехэлектродная”
Мешалка “Есть”	Успокоение	сек	10
Модуляция			“Переменнотоковая”
Амплитуда мВ	30	Частота гц	25
Цикл “Вкл”		Количество	3

Установить параметры раствора в соответствии с инструкцией по ПО:

Объем пробы	25 см <sup>3</sup>
Объем добавки	0.2 см <sup>3</sup>
Концентрация добавляемого стандартного раствора	1000 мкг/ дм <sup>3</sup>

6.5.4 Определение фоновой концентрации ионов свинца в растворе.

6.5.4.1 Внести в ячейку 25 см<sup>3</sup> разбавленного фонового раствора (п. 1.4 Приложения А). Установить тип раствора “Фон”, количество циклов измерения равное 3 и активизировать команду “Старт”. При этом будет произведено три измерения в режиме полуцикла.

6.5.4.2 Обработать вольтамперограмму в соответствии с инструкцией по программному обеспечению. Установить реперные точки сигнала свинца. Установить метод расчета концентраций «Метод одной добавки». Установить способ обсчета сигналов «По площади». После этого фоновое содержание свинца будет автоматически учитываться при расчете концентрации свинца в растворе.

6.5.5 Измерение массовой концентрации ионов свинца в контрольных растворах.

6.5.5.1 Измерение массовой концентрации ионов свинца в контрольном растворе № 1 (10 мкг/дм<sup>3</sup>).

Фоновый раствор удалить из ячейки. Ячейку промыть бидистиллированной водой и осушить фильтровальной бумагой. Внести в ячейку 25 см<sup>3</sup> контрольного раствора № 1 (п. 1.7.1 Приложения А).

Установить тип раствора “Проба”, количество циклов измерения равное 3 и активизировать команду “Старт”. При этом будет произведено три измерения в режиме полуцикла. Провести операцию обработки вольтамперограммы по п. 6.5.4.2. В результате в память ПК будут занесены величины пика свинца в контрольном растворе №1.

6.5.6 Измерение массовой концентрации ионов свинца в контрольном растворе № 1 с добавкой.

После выполнения п. 6.5.5.1 в ячейку с контрольным раствором №1 внести добавку стандартного раствора - 0,2 см<sup>3</sup> раствора свинца 1000 мкг/дм<sup>3</sup> (п.п. 1.7.2, 1.6.3 Приложения А). Установить тип раствора “Добавка 1”, количество циклов измерения равное 3 и активизировать команду “Старт”. Произвести операцию обработки вольтамперограммы по п. 6.5.4.2. В результате в память ПК будут занесены величины пиков свинца в контрольном растворе с добавкой при трех измерениях.

6.5.7 Измеренное значение массовой концентрации  $\bar{X}$  ионов свинца в контрольном растворе вычислить по формуле

$$\bar{X} = \frac{1}{N} \cdot \sum_{i=1}^N X_i \quad (4)$$

где –  $X_i$  - значение результата измерения,  
N=3 - число измерений.

6.5.8 Предел  $\Delta$  допускаемой погрешности измерения массовой концентрации ионов свинца рассчитать по формуле

$$\Delta = |\bar{X} - C| \quad (5)$$

где  $\bar{X}$  - измеренное значение массовой концентрации ионов свинца в контрольном растворе,  
C - номинальное содержание компонента в контрольном растворе.

6.5.9 Предел  $\sigma_{\text{конц}}$  допускаемой относительной погрешности измерения массовой концентрации ионов свинца рассчитать по формуле

$$\sigma_{\text{конц}} = \frac{\Delta}{C} \cdot 100\% \quad (6)$$

Результаты испытаний считаются положительными, если относительная погрешность измерения массовой концентрации свинца в контрольном растворе №1 не превышает  $\pm 25\%$ . В противном случае анализаторы бракуются и дальнейшей поверке не подлежат.

6.5.10 Измерение массовой концентрации ионов свинца в контрольном растворе № 2 (100 мкг/дм<sup>3</sup>). Внести изменения в параметры измерения (п. 6.5.3):

Диапазон измерений	2 мА
Накопление	сек 90
Очистка	сек 90

Внести изменения в параметры раствора (п.6.5.3):

Концентрация добавляемого стандартного раствора 10000 мкг/ дм<sup>3</sup>

Остальные параметры (п. 6.5.3) оставить без изменения.

Контрольный раствор №1 с добавкой удалить из ячейки. Ячейку промыть бидистиллированной водой и осушить фильтровальной бумагой. Провести измерения фонового раствора по п. 6.5.4. Обработать вольтамперограмму по п. 6.5.5. Провести измерения контрольного раствора №2 и контрольного раствора №2 с добавкой, последовательно выполняя операции по п.п. 6.5.5.- 6.5.6.

Рассчитать основную относительную погрешность измерения массовой концентрации ионов двухвалентного свинца по п.п. 6.5.7 - 6.5.9. Результаты испытаний считаются положительными, если относительная погрешность измерения массовой концентрации свинца в контрольном растворе №2 не превышает  $\pm 20\%$ . В противном случае анализаторы бракуются и дальнейшей поверке не подлежат.

## **7 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ**

- 7.1 Положительные результаты поверки оформляются путем выдачи “Свидетельство о поверке” или нанесением оттиска поверительного клейма на техническую документацию или анализатор в соответствии с ПР 50.2.006 и ПР 50.2.007.
- 7.2 При отрицательных результатах поверки анализатор к применению не допускается и на него выдается “Извещение о непригодности”. Запись об отрицательном результате поверки вносится также в руководство по эксплуатации анализатора. .1.2. - 6.4.1.6.
- 7.3 Результаты периодической поверки заносят в протокол. Форма протокола приведена в Приложении В.



## Приложение А

### (Обязательное)

#### ИНСТРУКЦИЯ по подготовке растворов и электродов к поверке

##### 1 Приготовление растворов:

###### 1.1 Кислота соляная, 1М раствор.

82.6 см<sup>3</sup> концентрированной соляной кислоты вносят в мерную колбу вместимостью 1 000 см<sup>3</sup>, доводят до метки бидистиллированной водой и перемешивают. Срок хранения 1 год.

###### 1.2 Ртуть азотнокислая, раствор 0.01 моль/дм<sup>3</sup>

Навеску одноводного нитрата ртути  $Hg(NO_3)_2 \cdot H_2O$  массой  $(0,343 \pm 0,001)$  г количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, растворяют в 1-2 см<sup>3</sup> концентрированной соляной кислоты. Доводят объем раствора до метки бидистиллированной водой и перемешивают. Раствор хранят в темноте. Срок хранения 6 месяцев.

###### 1.3 Концентрированный фоновый раствор

В мерную колбу вместимостью 200 см<sup>3</sup> вносят 50 см<sup>3</sup> 1 М раствора соляной кислоты (п.1.1) и 40-50 см<sup>3</sup> бидистиллированной воды. После перемешивания добавляют 10 см<sup>3</sup> раствора азотнокислой ртути (п.1.2), доводят раствор до метки бидистиллированной водой и снова тщательно перемешивают. Срок хранения 3 месяца.

###### 1.4 Разбавленный фоновый раствор

200 см<sup>3</sup> концентрированного фонового раствора (п. 1.3.) вносят в колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и доводят до метки бидистиллированной водой. Срок хранения 1 месяц.

###### 1.5 Калий хлористый, насыщенный раствор

Навеску калия хлористого массой 175 г, растворяют при нагревании в 500 см<sup>3</sup> бидистиллированной воды. Горячий раствор фильтруют. Хранят в контакте с небольшим количеством кристаллов калия хлористого. Срок хранения 6 месяцев.

###### 1.6 Приготовление градуировочных растворов ионов свинца

Растворы готовят путем последовательных разведений из ГСО (государственный стандартный образец) с аттестованной концентрацией ионов свинца 1000 мг/дм<sup>3</sup>.

###### 1.6.1 Раствор ионов свинца, 10000 мкг/дм<sup>3</sup>

В мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup> пипеткой вносят 5 см<sup>3</sup> стандартного раствора из ампул ГСО с аттестованной концентрацией 1000 мг/дм<sup>3</sup>, доводят объем до метки бидистиллированной водой и перемешивают. Срок хранения 6 месяцев.

###### 1.6.2 Раствор ионов свинца, 1000 мкг/дм<sup>3</sup>

В мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup> пипеткой вносят 5 см<sup>3</sup> раствора ионов свинца 10000 мкг/дм<sup>3</sup> (п. 1.6.1), 0,2 см<sup>3</sup> 1 м раствора соляной кислоты (п. 1.2), доводят объем до метки бидистиллированной водой и перемешивают. Срок хранения 1 месяц.

1.6.3 Раствор ионов свинца, 100 мкг/дм<sup>3</sup>

В мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup> пипеткой вносят 5 см<sup>3</sup> раствора ионов свинца 1000 мкг/дм<sup>3</sup> (п.1.6.2), 0,2 см<sup>3</sup> 1 м раствора соляной кислоты (п. 1.2), доводят объем до метки бидистиллированной водой и перемешивают. Срок хранения 1 неделя.

## 1.7 Контрольные растворы

## 1.7.1 Контрольные растворы № 1, № 2 без добавок

В мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> вносят 10 см<sup>3</sup> раствора ионов свинца в соответствии с таб. 1, затем 20 см<sup>3</sup> концентрированного фонового раствора (п. 1.3), доводят объем до метки бидистиллированной водой и тщательно перемешивают.

Таблица 1

Контрольный раствор	Номинальное содержание свинца в контрольном растворе, мкг/дм <sup>3</sup>	Объем градуировочного раствора ионов свинца 1000 мкг/дм <sup>3</sup> (п.1.6.2), см <sup>3</sup>	Объем градуировочного раствора ионов свинца 100 мкг/дм <sup>3</sup> (п.1.6.3), см <sup>3</sup>
1	10	-	10
2	100	10	-

Срок хранения 24 часа.

## 1.7.2 Контрольные растворы № 1, № 2, с добавками

Для получения контрольных растворов с добавками в ячейку, содержащую 25 см<sup>3</sup> контрольного раствора вводят добавку градуировочного раствора ионов свинца в соответствии с табл. 2.

Таблица 2

Контрольный раствор	Номинальное содержание ионов свинца в контрольном растворе, мкг/дм <sup>3</sup>	Объем добавляемого раствора, см <sup>3</sup>	Концентрация ионов свинца в добавляемом градуировочном растворе, мкг/дм <sup>3</sup>
1	10	0,2	1 000
2	100	0,2	10000

## 2 Подготовка электродов

## 2.1 Рабочий электрод

Перед измерениями и после проведения измерений электрод промывают 1М соляной кислотой, тщательно ополаскивают бидистиллированной водой и просушивают фильтровальной бумагой.

Между измерениями электрод хранят в сухом виде.

## 2.2 Электрод сравнения

Корпус электрода сравнения заполняют насыщенным раствором хлористого калия (п.1.5) таким образом, чтобы не было пузырьков воздуха. Перед первым измерением электрод выдерживают не менее 24 часов.

Между измерениями электрод хранят в насыщенном растворе хлористого калия.

Перед измерением три раза промывают бидистиллированной водой и просушивают фильтровальной бумагой.

## 2.3 Вспомогательный электрод

Вспомогательный электрод перед измерениями промывают раствором 1 М соляной кислоты, затем ополаскивают бидистиллированной водой и просушивают фильтровальной бумагой.

## Приложение Б

(Обязательное)

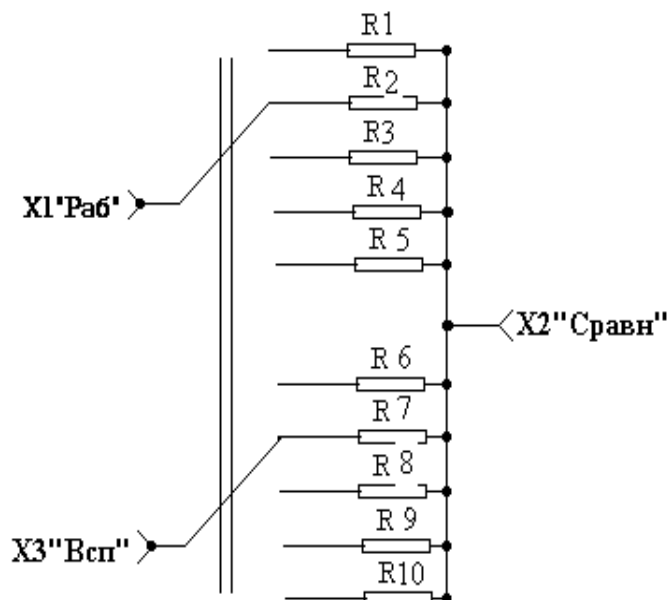


Рисунок Б1. Схема принципиальная электрическая имитатора электрохимической ячейки.

Тип и номинальные значения элементов схемы приведены в таблице В1.

Таблица В1

Позиция, обозначение	Тип и номинальное значение резистора		Кол-во
<b>Резисторы С2-29В ОЖО.467.009ТУ</b>			
R1	C2-29-0.125-4	10 МОм ± 0,1%	1
R2	C2-29-0.125-4	1 МОм ± 0,1%	1
R3	C2-29-0.125-4	100 КОм ± 0,1%	1
R4	C2-29-0.125-4	10 КОм ± 0,1%	1
R5	C2-29-0.125-4	1 КОм ± 0,1%	1
R6	C2-29-0.125-4	1 МОм ± 0,1%	1
R7	C2-29-0.125-4	100 КОм ± 0,1%	1
R8	C2-29-0.125-4	10 КОм ± 0,1%	1
R9	C2-29-0.125-4	1 КОм ± 0,1%	1
R10	C2-29-0.125-4	100 Ом ± 0,1%	1

По вопросам продаж и поддержки обращайтесь:

Алматы (7273)495-231  
Ангарск (3955)60-70-56  
Архангельск (8182)63-90-72  
Астрахань (8512)99-46-04  
Барнаул (3852)73-04-60  
Белгород (4722)40-23-64  
Благовещенск (4162)22-76-07  
Брянск (4832)59-03-52  
Владивосток (423)249-28-31  
Владикавказ (8672)28-90-48  
Владимир (4922)49-43-18  
Волгоград (844)278-03-48  
Вологда (8172)26-41-59  
Воронеж (473)204-51-73  
Екатеринбург (343)384-55-89  
Иваново (4932)77-34-06  
Ижевск (3412)26-03-58  
Иркутск (395)279-98-46  
Казань (843)206-01-48

Калининград (4012)72-03-81  
Калуга (4842)92-23-67  
Кемерово (3842)65-04-62  
Киров (8332)68-02-04  
Коломна (4966)23-41-49  
Кострома (4942)77-07-48  
Краснодар (861)203-40-90  
Красноярск (391)204-63-61  
Курск (4712)77-13-04  
Курган (3522)50-90-47  
Липецк (4742)52-20-81  
Магнитогорск (3519)55-03-13  
Москва (495)268-04-70  
Мурманск (8152)59-64-93  
Набережные Челны (8552)20-53-41  
Нижний Новгород (831)429-08-12  
Новокузнецк (3843)20-46-81  
Новыйск (3496)41-32-12  
Новосибирск (383)227-86-73

Омск (3812)21-46-40  
Орел (4862)44-53-42  
Оренбург (3532)37-68-04  
Пенза (8412)22-31-16  
Петрозаводск (8142)55-98-37  
Псков (8112)59-10-37  
Пермь (342)205-81-47  
Ростов-на-Дону (863)308-18-15  
Рязань (4912)46-61-64  
Самара (846)206-03-16  
Саранск (8342)22-96-24  
Санкт-Петербург (812)309-46-40  
Саратов (845)249-38-78  
Севастополь (8692)22-31-93  
Симферополь (3652)67-13-56  
Смоленск (4812)29-41-54  
Сочи (862)225-72-31  
Ставрополь (8652)20-65-13  
Сургут (3462)77-98-35

Сыктывкар (8212)25-95-17  
Тамбов (4752)50-40-97  
Тверь (4822)63-31-35  
Тольятти (8482)63-91-07  
Томск (3822)98-41-53  
Тула (4872)33-79-87  
Тюмень (3452)66-21-18  
Ульяновск (8422)24-23-59  
Улан-Удэ (3012)59-97-51  
Уфа (347)229-48-12  
Хабаровск (4212)92-98-04  
Чебоксары (8352)28-53-07  
Челябинск (351)202-03-61  
Череповец (8202)49-02-64  
Чита (3022)38-34-83  
Якутск (4112)23-90-97  
Ярославль (4852)69-52-93

Россия +7(495)268-04-70

Казахстан +7(7172)727-132

Киргизия +996(312)96-26-47

exa@nt-rt.ru || <https://econix.nt-rt.ru/>