



ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

ФЕДЕРАЛЬНОЕ БЮДЖЕТНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ
«НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ЦЕНТР ПРИКЛАДНОЙ МЕТРОЛОГИИ – РОСТЕСТ»
(ФБУ «НИЦ ПМ – РОСТЕСТ»)

СОГЛАСОВАНО

Заместитель генерального директора

С.А. Денисенко

М.п.



2025 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

Анализаторы вольтамперометрические АВА-5

Методика поверки

РТ-МП-1461-205-2025

г. Москва
2025 г.

1 ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы вольтамперометрические АВА-5 (далее – анализаторы) и устанавливает методы и средства их первичной и периодической поверок.

Прослеживаемость поверяемого СИ реализуется посредством применения ГСО к единице массовой (молярной) доли и массовой концентрации неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах в соответствии с государственной поверочной схемой, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 19 февраля 2021 г. № 148, подтверждающей прослеживаемость к государственному первичному эталону ГЭТ 176-2019.

Метод, обеспечивающий реализацию методики поверки – прямой.

В результате поверки должны быть подтверждены следующие метрологические характеристики, представленные в таблице 1.

Таблица 1 - Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение
Диапазон измерений массовой концентрации ионов свинца (II) в водных средах, мкг/дм ³	от 0,5 до 500
Пределы допускаемой относительной погрешности, %	±15

2 ПЕРЕЧЕНЬ ОПЕРАЦИЙ ПОВЕРКИ

2.1 При проведении поверки анализаторов выполняют операции, указанные в таблице 2.

Таблица 2

Наименование операции поверки	Обязательность выполнения операций поверки при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Внешний осмотр средства измерений	Да	Да	7
Подготовка к поверке и опробование средства измерений	Да	Да	8
Проверка программного обеспечения	Да	Да	9
Определение метрологических характеристик:	Да	Да	10
- определение относительной погрешности измерений массовой концентрации ионов свинца	Да	Да	10.1
Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	Да	Да	11
Оформление результатов поверки	Да	Да	12

2.2 Если при проведении той или иной операции поверки получен отрицательный результат, дальнейшее выполнение поверки прекращают.

2.3 Проведение поверки в сокращенном объеме не предусмотрено.

3 ТРЕБОВАНИЯ К УСЛОВИЯМ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

3.1 При проведении поверки соблюдаются следующие условия:

- температура окружающей среды, °C от +15 до +35;
- относительная влажность воздуха при температуре 25 °C, % до 80;
- атмосферное давление, кПа от 84,0 до 106,7.

4 ТРЕБОВАНИЯ К СПЕЦИАЛИСТАМ, ОСУЩЕСТВЛЯЮЩИМ ПОВЕРКУ

4.1 К проведению поверки допускаются поверители средств измерений в соответствии с областью аккредитации организации, аккредитованной в национальной системе аккредитации на проведение поверки средств измерений согласно законодательству Российской Федерации об аккредитации, прошедшие инструктаж по технике безопасности и ознакомленные с эксплуатационными документами.

4.2 Для получения экспериментальных данных допускается участие сервис-инженера или оператора, обслуживающего средство измерений.

5 МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ И ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ К СРЕДСТВАМ ПОВЕРКИ

5.1 При проведении поверки применяют средства поверки, указанные в таблице 3.

Таблица 3

Номер раздела (пункта) методики	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
8, 10	Средства измерений температуры в диапазоне измерений от +15 °C до +35 °C, пределы допускаемой абсолютной погрешности ± 1 °C. Средства измерений относительной влажности воздуха при температуре 25 °C до 80 % с абсолютной погрешностью не более ± 3 %. Средства измерений атмосферного давления в диапазоне от 84,0 до 106,7 кПа с абсолютной погрешностью не более ± 3 кПа.	Прибор комбинированный TESTO мод. 622, рег. № 53505-13 Барометр-анероид метеорологический БАММ-1, рег. № 5738-76
10	Стандартный образец состава раствора ионов свинца, интервал допускаемых аттестованных значений массовой концентрации ионов свинца от 0,95 до 1,05 г/дм ³ , границы относительной погрешности аттестованного значения $\pm 1,0$ % при $P=0,95$	ГСО 7877-2000

Вспомогательные средства измерений, вспомогательное оборудование, материалы и реактивы:

Дозаторы пипеточные одноканальные переменной вместимости. Диапазон объемов дозирования от 100 до 1000 мкл, дискретность установки объема дозы – 5 мкл, пределы допускаемой систематической составляющей основной относительной погрешности для объемов дозирования: 100 мкл $\pm 1,5$ % 500 мкл $\pm 2,0$ % 1000 мкл $\pm 1,0$ %	Дозаторы пипеточные одноканальные и многоканальные «ЭКРОСХИМ» рег. № 86493-22
Дозаторы пипеточные одноканальные переменной вместимости. Диапазон объемов дозирования от 1000 до 10000 мкл, дискретность установки объема дозы – 100 мкл, пределы допускаемой	Дозаторы пипеточные одноканальные и многоканальные «ЭКРОСХИМ»

Номер раздела (пункта) методики	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
	систематической составляющей основной относительной погрешности для объемов дозирования: 1000 мкл ±1,0 % 5000 мкл ±1,0 % 10000 мкл ±1,0 %	рег. № 86493-22
	Весы аналитические высокого класса точности с наибольшим пределом взвешивания 210 г по ГОСТ OIML R 76-1-2011	Весы электронные неавтоматического действия Pioneer, PR224 рег. № 73104-18
	Пипетки градуированные или с одной отметкой вместимостью 0,5 см ³ , 5 см ³ , 10 см ³ , 2 класса точности по ГОСТ 29227-91 или по ГОСТ 29169-91	
	Колбы мерные 2-50-2; 2-100-2; 2-500-2, 2-1000-2 по ГОСТ 1770-74	
	Воронки стеклянные тип 1 по ГОСТ 25336-82	
	Капельница стеклянная лабораторная вместимостью 25 см ³ по ГОСТ 25336-82	
	Стаканы химические стеклянные высокие с носиком ВН вместимостью 25 см ³ , 50 см ³ , 100 см ³ по ГОСТ 25336-82	
	Колбы конические со шлифом вместимостью 25 см ³ , 100 см ³ , 250 см ³ , 500 см ³ по ГОСТ 25336-82	
	Аквадистиллятор одноступенчатый или двухступенчатый по ГОСТ 28165-89	
	Электроплитка с закрытой спиралью по ГОСТ 14919-83	
	Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026-76	
	Груши резиновые вместимостью 30 см ³	
	Бумага шлифовальная 5/0	
	Кислота азотная, квалификации «осч 27-5» по ГОСТ 11125-84	
	Кислота серная, квалификации «хч» по ГОСТ 4204-77	
	Ртуть азотная окисная, 1-водная, квалификации «хч» по ГОСТ 4520-78	
	Спирт этиловый ректифицированный по ГОСТ 5962-2013	
	Кислота соляная, квалификации «осч» по ГОСТ 14261-77	
	Перекись водорода, квалификации «хч» по ГОСТ 10929-76	
	Натрия гидрооксид, квалификации «хч» по ГОСТ 4328-77	
	Калий марганцовокислый, квалификации «хч» по ГОСТ 20490-75	
	Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144-2018	

5.2 Допускается применение других средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемых СИ с требуемой точностью.

5.3 Все средства измерений, применяемые при поверке, должны быть утвержденного типа, поверены и соответствовать требованиям методики поверки. Стандартные образцы, используемые при поверке, должны быть утвержденного типа, соответствовать требованиям методики поверки и иметь действующие паспорта.

6 ТРЕБОВАНИЯ (УСЛОВИЯ) ПО ОБЕСПЕЧЕНИЮ БЕЗОПАСНОСТИ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

6.1 При проведении поверки соблюдаются следующие требования безопасности.

6.1.1 Правила безопасности при работе с анализаторами и средствами поверки в соответствии с соответствующими разделами эксплуатационной документации.

6.1.2 Правила безопасности, действующие на месте поверки: на территории промышленного объекта (при поверке на месте эксплуатации или в лаборатории).

6.1.3 При проведении поверки должны быть соблюдены требования Приказа Министерства труда и Социальной защиты РФ от 15.12.2020 № 903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок».

6.1.4 Общие требования безопасности труда в соответствии с требованиями ГОСТ 12.2.007.0-75 «Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности».

7 ВНЕШНИЙ ОСМОТР СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

7.1 При проведении внешнего осмотра устанавливают:

- соответствие внешнего вида изображениям, приведенным в описании типа;
- соответствие внешнего вида и комплектности анализатора требованиям эксплуатационной документации;
- отсутствие механических повреждений и видимых дефектов, способных повлиять на результаты поверки анализатора;
- наличие и четкость маркировки, включая однозначную идентификацию наименования анализатора и заводского номера анализатора.

7.2 Результат внешнего осмотра считают положительным, если анализатор соответствует требованиям, перечисленным в п.7.1.

8 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ И ОПРОБОВАНИЕ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

8.1 Контроль условий поверки

8.1.1 В помещении, где будет проходить поверка средства измерений, проводят контроль условий окружающей среды: определяют температуру, атмосферное давление и влажность окружающей среды.

8.1.2 Результаты контроля окружающей среды фиксируют в протоколе поверки.

8.2 Подготовка к поверке средства измерений

8.2.1 Анализатор, стакан-ячейку и электроды подготавливают к работе в соответствии с руководством по эксплуатации (РЭ).

8.2.2 Проверяют наличие действующих сведений о результатах поверки средств измерений, применяемых при поверке, в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений, устанавливают и подготавливают к работе средства поверки в соответствии с их эксплуатационной документацией.

8.2.3 Приготовление растворов

В соответствии с Приложением А готовят следующие растворы:

- фоновый раствор;
- контрольные растворы с массовой концентрацией ионов свинца (II) $0,5 \text{ мкг/дм}^3$, 20 мкг/дм^3 , 500 мкг/дм^3 ;
- раствор нитрата ртути $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$ с массовой концентрацией ионов ртути 1 г/дм^3 ;
- исходные растворы с массовой концентрацией ионов свинца (II) $0,1 \text{ мг/дм}^3$, 1 мг/дм^3 , 10 мг/дм^3 .

8.3 Опробование

8.3.1 Включают анализатор в соответствии с руководством по эксплуатации.

8.3.2 Результат опробования считается положительным, если на верхней панели стойки измерительной анализатора светит зеленый светодиод.

9 ПРОВЕРКА ПРОГРАММНОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ

9.1 Запускают подпрограмму «Сбор данных» программного обеспечения «AVA5-Analyzer» (далее – ПО).

В главном меню подпрограммы «Сбор данных» ПО выбирают вкладку «Справка», при нажатии на нее в открывшемся подменю выбирают вкладку «О программе», на экране

высвечивается наименование ПО и номер версии. Идентификационные данные ПО должны соответствовать приведенным в таблице 4.

Таблица 4 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные (признаки)	Значение	
	Встроенное ПО	Автономное ПО
Идентификационное наименование ПО	AVA-Analyzer	AVA5-Analyzer
Номер версии (идентификационный номер ПО), не ниже	1.5.49	1.5.49

9.2 Результаты операции поверки считают положительными, если идентификационные данные ПО соответствуют приведенным в таблице 4.

10 ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

10.1 Определение относительной погрешности измерений массовой концентрации ионов свинца

10.1.1 Подключение анализатора

- при выключенном питании ноутбука (персонального компьютера) подключают анализатор к нему с использованием USB-кабеля: разъем кабеля подключают к гнезду «USB» на задней панели анализатора, второй разъем кабеля подключают к USB – порту ноутбука (персонального компьютера);

- подключают разъем внешнего источника питания к гнезду «ПИТАНИЕ» на задней панели анализатора;

- подключают вилку внешнего источника питания к розетке электрической сети напряжением 220 В.

10.1.2 При проведении первичной поверки анализатора используют контрольные растворы - C_{3T} с массовой концентрацией ионов свинца (II) 0,5; 20 и 500 $\mu\text{г}/\text{дм}^3$.

Регистрируют не менее 3-х результатов измерений массовой концентрации ионов свинца (II) для каждого контрольного раствора, рассчитывают среднее значение по 3-м результатам в каждом контрольном растворе - $C_{изм}$, $\mu\text{г}/\text{дм}^3$. Измерения проводят в соответствии с Приложением Б.

10.1.3 При проведении периодической поверки анализатора используют контрольный раствор – C_{3T} с массовой концентрацией ионов свинца (II) 20 $\mu\text{г}/\text{дм}^3$.

Регистрируют не менее 3-х результатов измерений массовой концентрации ионов свинца (II) для контрольного раствора, рассчитывают среднее значение по 3-м результатам - $C_{изм}$, $\mu\text{г}/\text{дм}^3$. Измерения проводят в соответствии с Приложением Б.

Примечания

1. Допускается готовить контрольные растворы ионов свинца (II) непосредственно в стакане-ячейке в соответствии с Приложением Б.

2. На регистрируемой вольтамперной кривой фонового раствора не должно быть пика ионов свинца либо высота регистрируемого пика должна быть не выше 5 $\mu\text{А}$, при этом она не должна изменяться в течение нескольких измерительных циклов.

3. При наличии пика ионов свинца выше указанной нормы на вольтамперной кривой фонового раствора необходимо провести повторную подготовку стакана - ячейки и электродов в соответствии с п.2.2.2 РЭ, а затем повторить регистрацию фонового раствора.

11 ПОДТВЕРЖДЕНИЕ СООТВЕТСТВИЯ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ МЕТРОЛОГИЧЕСКИМ ТРЕБОВАНИЯМ

11.1 Значение относительной погрешности измерений массовой концентрации ионов свинца в каждом контрольном растворе (δ), %, рассчитывают по формуле

$$\delta = \frac{C_{изм} - C_{эт}}{C_{эт}} \cdot 100\%, \quad (1)$$

где $C_{изм}$ – измеренное значение массовой концентрации ионов свинца, мкг/дм³ (по п.10.1.2 или п.10.1.3);

$C_{эт}$ – значение массовой концентрации ионов свинца в контрольном растворе, мкг/дм³ (по п.10.1.2 или п.10.1.3).

11.2 Результаты операции поверки считают положительными, если значение относительной погрешности измерений массовой концентрации ионов свинца (Π) в контрольных растворах, рассчитанное по формуле (1), соответствует значению, приведенному в таблице 1.

12 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

12.1 Результаты поверки анализатора заносят в протокол произвольной формы.

12.2 Результаты поверки передаются в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений. При положительных результатах поверки оформляют свидетельство о поверке в соответствии с действующим законодательством в области обеспечения единства измерений по письменному заявлению владельца или лица, представившего средство измерений на поверку.

12.3 На анализатор, не удовлетворяющий требованиям настоящей методики поверки, в соответствии с действующим законодательством в области обеспечения единства измерений оформляется извещение о непригодности с указанием причин.

12.4 Знак поверки наносится на свидетельство о поверке (при его оформлении).

Начальник отдела ФБУ «НИЦ ПМ - Ростест»



С.В. Вихрова

Начальник сектора ФБУ «НИЦ ПМ - Ростест», к.х.н.



О.Л. Рутенберг

Приложение А (обязательное)

Методика приготовления растворов

A.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование и химические реагенты, используемые для приготовления растворов, необходимых для поверки средства измерений:

- весы аналитические высокого класса точности с наибольшим пределом взвешивания 210 г, по ГОСТ OIML R 76-1-2011;
- пипетки градуированные или пипетки с одной отметкой, вместимостью 0,5 см³, 5 см³, 10 см³, 2 класса точности, по ГОСТ 29227-91 или ГОСТ 29169-91;
- дозаторы пипеточные одноканальные переменного объема, диапазон объемов дозирования 1000-10000 мкл по ТУ 9452-046-23050963-2007;
- дозаторы пипеточные одноканальные переменной вместимости, диапазон объемов дозирования 100-1000 мкл по ТУ 9452-046-23050963-2007;
- колбы мерные 2-50-2; 2-100-2; 2-500-2, 2-1000-2, по ГОСТ 1770-74;
- государственные стандартные образцы состава водных растворов ионов свинца (ГСО 7877-2000);
- воронки стеклянные тип 1 по ГОСТ 25336-82;
- аквадистиллятор одноступенчатый или двухступенчатый по ГОСТ 28165-89;
- электроплитка с закрытой спиралью по ГОСТ 14919-83;
- капельница стеклянная лабораторная вместимостью 25 см³ по ГОСТ 25336-82;
- стаканы химические стеклянные высокие с носиком ВН вместимостью 25 см³, 50 см³ и 100 см³ по ГОСТ 25336-82;
- колбы конические со шлифом вместимостью 25, 100, 250, 500 см³ по ГОСТ 25336-82;
- груши резиновые вместимостью 30 см³;
- бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026-76;
- кислота азотная, квалификации «осч 27-5» по ГОСТ 11125-84;
- кислота серная, квалификации «хч» по ГОСТ 4204-77;
- ртуть азотная окисная, 1-водная, квалификации «хч» по ГОСТ 4520-78;
- спирт этиловый ректифицированный по ГОСТ 5962-2013;
- кислота соляная, квалификации « осч» по ГОСТ 14261-77;
- натрия гидрооксид, квалификации «хч» по ГОСТ 4328-77;
- калий марганцовокислый, квалификации «хч» по ГОСТ 20490-75;
- перекись водорода, квалификации «хч» по ГОСТ 10929-76;
- вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144-2018.

A.2 Подготовка бидистиллированной воды, вспомогательных растворов, стеклянной химической посуды, исходных и контрольных растворов к выполнению измерений

A.2.1 Подготовка бидистиллированной воды и вспомогательных растворов

A.2.1.1 Приготовление бидистиллированной воды

Дистиллированную воду дополнительно перегоняют со щелочным раствором калия марганцовокислого, периодически помещая в перегонную колбу 2-3 см³ раствора марганцовокислого калия до появления розового окрашивания.

Раствор марганцовокислого калия готовят растворением 10 г калия марганцовокислого (результат взвешивания регистрируют с точностью до второго десятичного знака) в 100 см³ раствора гидроксида натрия с молярной концентрацией 1 моль/дм³.

Приготовление раствора гидроксида натрия с молярной концентрацией 1 моль/дм³: в мерную колбу вместимостью 1 дм³ вносят навеску гидроксида натрия массой 40 г (результат взвешивания регистрируют с точностью до второго десятичного знака), добавляют 200 см³ бидистиллированной воды, растворяют навеску. Доводят объем раствора до метки бидистиллированной водой.

A.2.1.2 Приготовление раствора HNO_3 (2:3)

В мерную колбу вместимостью 500 см³ вносят 300 см³ бидистиллированной воды, затем осторожно добавляют 200 см³ концентрированной азотной кислоты.

A.2.1.3 Приготовление раствора нитрата ртути $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$ с массовой концентрацией ионов ртути 10 г/дм³ (0,05 моль/дм³)

В мерную колбу вместимостью 500 см³ добавляют 10 см³ раствора HNO_3 (2:3), количественно переносят и растворяют в этом объеме 8,35 г нитрата ртути $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$ (результат взвешивания регистрируют с точностью до второго десятичного знака). После растворения нитрата ртути доводят объем раствора в колбе до 500 см³ бидистиллированной водой.

A.2.1.4 Приготовление раствора нитрата ртути $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$ с массовой концентрацией ионов ртути 1 г/дм³ (0,005 моль/дм³)

В мерную колбу вместимостью 100 см³ добавляют 10 см³ раствора нитрата ртути $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$ с массовой концентрацией ионов Hg (II) 10 г/дм³, доводят объем до метки бидистиллированной водой. Часть полученного раствора помещают в капельницу.

Полученный раствор вводят в фоновый раствор при его приготовлении из расчета 0,4 см³ раствора нитрата ртути с массовой концентрацией 1 г/дм³ на 100 см³ фонового раствора, либо непосредственно перед измерениями на анализаторе в стакан-ячейку по 3-5 капель на 5-15 см³ анализируемого раствора.

A.2.1.5 Приготовление раствора соляной кислоты с молярной концентрацией 1 моль/дм³

В мерную колбу вместимостью 500 см³, содержащую небольшое количество бидистиллированной воды, осторожно приливают 40 см³ концентрированной соляной кислоты. Доводят объем в колбе до метки бидистиллированной водой.

A.2.1.6 Приготовление фонового раствора соляной кислоты с молярной концентрацией 0,05 моль/дм³

В мерную колбу вместимостью 200 см³ добавляют 100 см³ бидистиллированной воды, а затем вносят 10 см³ раствора соляной кислоты с молярной концентрацией 1 моль/дм³, доводят объем в колбе до 200 см³ бидистиллированной водой.

A.2.2 Подготовка стеклянной химической посуды

A.2.2.1 Новую стеклянную химическую посуду промывают смесью H_2SO_4 (конц.): H_2O_2 (30 %), разбавленных в соотношении 10:1. Затем ополаскивают несколько раз бидистиллированной водой.

После этого посуду промывают заранее подготовленным разбавленным раствором азотной кислоты HNO_3 (конц.): H_2O в соотношении 1:10. Затем несколько раз ополаскивают бидистиллированной водой.

A.2.2.2 При последующем использовании стеклянную посуду обязательно обрабатывают раствором HNO_3 (конц.): H_2O , затем несколько раз промывают бидистиллированной водой.

A.2.3 Подготовка градуировочных растворов ионов свинца

Градуировочные растворы приготавливают методом объемного разбавления стандартных образцов - ГСО. Для приготовления растворов обмывают снаружи ампулу со стандартным образцом бидистиллированной водой и высушивают фильтровальной бумагой. Вскрывают ампулу и переливают содержимое в чистую сухую колбу. Отбирают из колбы сухой пипеткой необходимый в соответствии с таблицей А.1 объем стандартного образца и количественно переносят в соответствующую мерную колбу. Доводят объем раствора в мерной колбе до метки бидистиллированной водой. Раствор в колбе тщательно перемешивают.

Таблица А.1 - Приготовление градуировочных растворов

Массовая концентрация приготавливаемых градуировочных растворов, г/дм ³ (мг/дм ³)	Массовая концентрация используемого стандартного образца или градуировочного раствора, г/дм ³ (мг/дм ³)	Отбираемый объем стандартного образца или градуировочного раствора, см ³	Вместимость мерной колбы, используемой для приготовления растворов, см ³
0,1 (100)	1 (1000)	5	50
0,01 (10)	0,1 (100)	5	50
0,001 (1)	0,01 (10)	5	50
0,0001 (0,1)	0,01 (10)	0,5	50

A.2.4 Приготовление контрольного раствора с массовой концентрацией ионов свинца (II) 0,5 мкг/дм³.

В мерную колбу вместимостью 50 см³ вносят 0,25 см³ градуировочного раствора ионов свинца (II) с массовой концентрацией 0,1 мг/дм³. Доводят объем раствора в колбе до 50 см³ фоновым раствором.

A.2.5 Приготовление контрольного раствора с массовой концентрацией ионов свинца (II) 20 мкг/дм³.

В мерную колбу вместимостью 50 см³ вносят 1,0 см³ градуировочного раствора ионов свинца (II) с массовой концентрацией 1 мг/дм³. Доводят объем раствора в колбе до 50 см³ фоновым раствором.

A.2.6 Приготовление контрольного раствора с массовой концентрацией ионов свинца (II) 500 мкг/дм³.

В мерную колбу вместимостью 50 см³ вносят 2,5 см³ градуировочного раствора ионов свинца (II) с массовой концентрацией 10 мг/дм³. Доводят объем раствора в колбе до 50 см³ фоновым раствором.

A.3 Сроки хранения растворов

Раствор соляной кислоты с молярной концентрацией 1 моль/дм³ хранят в колбе с притертой пробкой не более 6 месяцев.

Фоновый раствор соляной кислоты с молярной концентрацией 0,05 моль/дм³ хранят в колбе с притертой пробкой не более 1 месяца.

Раствор HNO₃ (2:3) хранят в колбе с притертой пробкой не более 3 лет.

Щелочной раствор калия марганцевокислого хранят в посуде из темного стекла не более 1 месяца.

Растворы для подготовки стеклянной посуды хранят в колбах с притертыми пробками, растворы могут использоваться многократно в течение 6-8 месяцев.

Раствор нитрата ртути Hg(NO₃)₂ с массовой концентрацией ионов ртути 10 г/дм³ хранят в колбе с притертой пробкой не более 3 лет в темном месте.

Раствор нитрата ртути Hg(NO₃)₂ с массовой концентрацией ионов ртути 1 г/дм³ хранят в колбе с притертой пробкой не более 1 года в темном месте.

Градуировочные растворы с массовой концентрацией ионов Pb (II) 0,1 г/дм³ (100 мг/дм³) хранят в стеклянных колбах с притертой пробкой не более 1 месяца

Градуировочные растворы с массовой концентрацией ионов Pb (II) 0,01 г/дм³ (10 мг/дм³) хранят в стеклянных колбах с притертой пробкой не более 1 недели.

Градуировочные растворы с массовыми концентрациями ионов Pb (II) 0,001 г/дм³ (1 мг/дм³) и 0,0001 г/дм³ (0,1 мг/дм³) готовят ежедневно.

Контрольные растворы с массовой концентрацией ионов Pb (II) 0,5; 20 и 500 мкг/дм³ готовят непосредственно перед измерениями.

Бидистиллированная вода используется свежеприготовленная.

Приложение Б (рекомендуемое)

Проведение измерений контрольных растворов ионов свинца (II) на анализаторе

Б.1 Измерения массовой концентрации ионов свинца (II) в контрольных растворах проводят в следующей последовательности:

а) подготовка электродов и стакан-ячейки в соответствии с п. 2.2.2, п.п. 2.2.4.3 – 2.2.4.8 Руководства по эксплуатации (далее – РЭ);

б) подготовка необходимых растворов в соответствии с Приложением А;

в) задание параметров измерительного цикла в соответствии с п. 2.2.4.1 РЭ;

г) установка электродов, проверка на чистоту фонового раствора по п. 2.2.4.3 – 2.2.4.9 РЭ;

д) определение массовой концентрации ионов Pb (II) в каждом контрольном растворе проводят измерением следующих 3-х растворов (при одинаковых параметрах измерительного цикла):

- фоновый раствор (подготовлен по п. А.2.1.6 Приложения А) и регистрация усредненной вольтамперной кривой фонового раствора, идентификация пика ионов Pb (II) при его наличии на зарегистрированной вольтамперной кривой;

- контрольный раствор с массовой концентрацией ионов Pb (II) (подготовлен по п.п. А.2.4 – А.2.6 Приложения А) и регистрация усредненной вольтамперной кривой контрольного раствора, идентификация пика ионов Pb (II) на зарегистрированной вольтамперной кривой;

- контрольный раствор с добавкой из градуировочного раствора ионов Pb (II) (подготовлен по п.А.2.3 Приложения А) и регистрация усредненной вольтамперной кривой контрольного раствора с добавкой из градуировочного раствора, идентификация пика ионов Pb (II) на зарегистрированной вольтамперной кривой;

е) расчет массовой концентрации ионов Pb (II) в измеренном контрольном растворе.

При работе на анализаторе задание параметров измерительного цикла, регистрация и усреднение вольтамперных кривых, идентификация пиков ионов Pb (II), расчет массовой концентрации ионов Pb (II) проводят с использованием программного обеспечения (далее – ПО) «AVA5-Analyzer» в автоматическом режиме в соответствии с Приложением Б РЭ.

Б.2 Пример последовательности действий в случае подготовки контрольных растворов ионов Pb (II) непосредственно в стакане-ячейке вольтамперометрического анализатора.

Для получения количественного результата проводят измерения следующих растворов при одинаковых параметрах измерительного цикла:

- фоновый раствор – «Фоновый раствор»;

- контрольный раствор с массовой концентрацией ионов Pb (II) 0,5 мкг/дм³ или 20 мкг/дм³, или 500 мкг/дм³ – «Проба»;

- контрольный раствор с добавкой из градуировочного раствора ионов свинца (II) – «Добавка».

Операции проводят в следующей последовательности (на примере контрольного раствора с массовой концентрацией ионов Pb (II) 20 мкг/дм³):

1. подготавливают анализатор, стакан-ячейку, электроды согласно п. 2.2.1, п. 2.2.2 РЭ;

2. включают ПК (ноутбук) и запускают подпрограмму «Сбор данных» программного обеспечения «AVA5-Analyzer».

3. выбирают методику измерений «Cd, Pb, Cu – Фон хлоридный» и задают параметры измерительного цикла:

- a. потенциал регенерации – 100 мВ, длительность – 10 секунд

- b. потенциал накопления – (-1150) мВ, длительность – 30 секунд

- c. потенциал успокоения – (-1100) мВ, длительность – 10 секунд

- d. скорость развертки – 500 мВ/с
- e. количество циклов - 2;
- 4. включают питание анализатора: вставляют вилку внешнего источника питания в розетку электрической сети (сетевого фильтра).
- 5. вставляют электроды (ВЭ, ЭС и ИЭ) и подключают их;
- 6. в стакан-ячейку вводят 10 см³ фонового раствора, добавляют 2-4 капли раствора $Hg(NO_3)_2$ с массовой концентрацией 1 г/дм³;
- 7. устанавливают стакан-ячейку с фоновым раствором так, чтобы все электроды (ВЭ, ЭС и ИЭ) были погружены в раствор и не касались дна и стенок стакана; опускают экран;
- 8. *измерение фонового раствора*: используя соответствующие команды подпрограммы «Сбор данных», вызывают окно «Фоновый раствор», начинают измерение фонового раствора; получают усредненную вольтамперную кривую фонового раствора;
- 9. подготавливают *контрольный раствор* с массовой концентрацией ионов свинца (II) 20 мкг/дм³ – $C_{\text{эт}}(1)$: в фоновый раствор в стакан-ячейке (объемом 10 см³) добавляют 0,2 см³ из градиуровочного раствора с массовой концентрацией ионов свинца (II) 1 мг/дм³;
- 10. *измерение пробы (контрольного раствора)*: используя соответствующие команды подпрограммы «Сбор данных», вызывают окно «Проба», начинают измерение пробы (контрольного раствора); получают усредненную вольтамперную кривую пробы (контрольного раствора);
- 11. идентифицируют пик ионов свинца (II) на усредненной вольтамперной кривой пробы (контрольного раствора);
- 12. делают добавку из градиуровочного раствора в пробу (контрольный раствор): в стакан-ячейку с пробой (контрольным раствором) добавляют 0,2 см³ из градиуровочного раствора с массовой концентрацией ионов свинца (II) 1 мг/дм³;
- 13. *измерение добавки (контрольный раствор с добавкой из исходного раствора)*: используя соответствующие команды подпрограммы «Сбор данных», вызывают окно «Добавка», начинают измерение добавки; получают усредненную вольтамперную кривую добавки;
- 14. идентифицируют пик ионов свинца (II) на усредненной вольтамперной кривой добавки (контрольный раствор с добавкой из градиуровочного раствора);
- 15. используя соответствующие команды подпрограммы «Сбор данных», выводят на экран окно с рассчитанной массовой концентрацией ионов свинца (II) в пробе (контрольном растворе) – $C_{\text{изм}}(1)$, мкг/дм³.
- 16. выливают раствор из стакан-ячейки, промывают стакан-ячейку и электроды бидистиллированной водой, осушают фильтровальной бумагой.

Операции по пунктам 6-16 проводят еще два раза, получают результаты в контрольных растворах – $C_{\text{изм}}(2)$ и $C_{\text{изм}}(3)$, мкг/дм³.

Рассчитывают среднее значение массовой концентрации ионов свинца (II) по трем результатам, получают результат – $C_{\text{изм}}(\text{ср})$, мкг/дм³.

Рассчитывают относительную погрешность измерений по п. 11, где $C_{\text{эт}}$ – заданная массовая концентрация ионов свинца (II) ($C_{\text{эт}}(1)=0,5$ мкг/дм³), $C_{\text{изм}}$ – среднее значение массовой концентрации ионов свинца (II) по трем результатам ($C_{\text{изм}} = C_{\text{изм}}(\text{ср})$, мкг/дм³).