

ООО «Научно-производственное предприятие «Томьяналит»

АНАЛИЗАТОР ПАН-As
РУКОВОДСТВО ПО ЭКСПЛУАТАЦИИ

ДПТА.20.0030 РЭ





ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

СВИДЕТЕЛЬСТВО

об утверждении типа средств измерений

RU.C.31.007.A № 43456

Срок действия до **03 августа 2016 г.**

НАИМЕНОВАНИЕ ТИПА СРЕДСТВ ИЗМЕРЕНИЙ
Анализаторы ПАН-As

ИЗГОТОВИТЕЛЬ

Общество с ограниченной ответственностью "Научно-производственное предприятие "Томъаналит", г. Томск

РЕГИСТРАЦИОННЫЙ № **47442-11**

ДОКУМЕНТ НА ПОВЕРКУ

ДПТА.20.0035 МП

ИНТЕРВАЛ МЕЖДУ ПОВЕРКАМИ **1 год**

Тип средств измерений утвержден приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от **03 августа 2011 г. № 4082**

Описание типа средств измерений является обязательным приложением к настоящему свидетельству.

Заместитель Руководителя
Федерального агентства



В.Н.Крутиков

..... 2011 г.

Серия СИ

№ 001437

СОДЕРЖАНИЕ

1 ОПИСАНИЕ И РАБОТА АНАЛИЗАТОРА	3
1.1 Назначение и исполнение	3
1.2 Комплектность	3
1.3 Технические характеристики	4
1.4 Устройство и принцип работы	4
1.5 Маркировка	8
1.6 Упаковка	8
2 ИСПОЛЬЗОВАНИЕ АНАЛИЗАТОРА ПО НАЗНАЧЕНИЮ	9
2.1 Эксплуатационные ограничения	9
2.2 Подготовка к работе	9
2.3 Градуировка электродов	10
2.4 Порядок работы	11
3 ТЕКУЩИЙ РЕМОНТ	13
4 ХРАНЕНИЕ И ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ	14
4.1 Хранение	14
4.2 Транспортирование	14
5 ПОВЕРКА АНАЛИЗАТОРА	14
6 СВИДЕТЕЛЬСТВО О ПРИЁМКЕ	14
7 ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ	14
8 СВЕДЕНИЯ О РЕКЛАМАЦИЯХ	15
9 СВЕДЕНИЯ О ПЕРИОДИЧЕСКОЙ ПОВЕРКЕ	15
10 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ	15
Приложение А Подготовка проб к анализу	16
Приложение Б Подготовка лабораторной посуды	19
Приложение В Подготовка электродов к работе	19
Приложение Г Методика приготовления аттестованных смесей ионов мышьяка(III)	20
Приложение Д Приготовление вспомогательных растворов	21
Приложение Ж Перечень ссылочных нормативных документов	22

Настоящее руководство по эксплуатации (РЭ) предназначено для изучения устройства, принципа действия, правил использования, технического обслуживания, транспортирования и хранения анализатора ПАН-As (далее – анализатор).

РЭ является объединенным документом с паспортом изделия.

Прежде, чем приступить к работе с анализатором, необходимо подробно и внимательно изучить настоящее РЭ.

Изготовитель оставляет за собой право вносить в конструкцию и схему анализатора изменения, не влияющие на технические характеристики, без коррекции эксплуатационной документации.

1 ОПИСАНИЕ И РАБОТА АНАЛИЗАТОРА

1.1 Назначение и исполнение

1.1.1 Анализаторы ПАН-As предназначены для измерения массовой концентрации мышьяка при анализе проб различных объектов.

Объектами анализа могут быть:

- продукты питания (алкогольные и безалкогольные напитки, молоко и молочные продукты, жировые продукты, мясо, рыба, крупа, мука, сахар, овощи, фрукты и продукты их переработки);
- вода (природная, питьевая, сточная, технологичная);
- парфюмерия, косметика;
- воздух, аэрозоли;
- почва, торф, ил, донные отложения;
- руды, минералы, бытовые и промышленные отходы, а также другие материалы, которые могут быть переведены в раствор путем соответствующей пробоподготовки.

1.1.2 Анализатор относится к анализаторам жидкости ГОСТ 22729- 84.

1.1.3 Область применения анализатора: аналитические, экологические, инспекционные, сертификационные лаборатории и центры.

1.1.4 Рабочими условиями применения анализатора являются:

- температура окружающего воздуха, °Сот 10 до 35;
- относительная влажность при 25 °С, %от 30 до 80;
- атмосферное давление, кПаот 84 до 106,7.

1.2 Комплектность

Комплект поставки анализатора приведен в таблице 1.

Таблица 1

Наименование	Обозначение	Количество, шт.
1 Анализатор ПАН-As	ТУ 4215–014–59681863–2011	1
2 Электроды:		
углеродсодержащий с защитным колпачком;	ДПТА.07.0100 СБ	4
хлорсеребряный с защитным колпачком;	ДПТА.01.0100 СБ	4
корпус для хлорсеребряного электрода	ДПТА.01.0101 СБ	3
3 Устройство для обновления поверхности электродов	ДПТА.06.0000 СБ	1
4 Дозатор пипеточный (0,005-0,050) см ³	ТУ 9452-002-33189998-2002	1
5 Дозатор пипеточный (0,10-1,0) см ³	ТУ 9452-002-33179998-2002	1
6 Стакан градуированный объемом 25 см ³	ISO 6706	5
7 Государственный стандартный образец состава водного раствора ионов мышьяка (III)	ГСО 7143-95	5 см ³

Продолжение таблицы 1

Наименование	Обозначение	Количество, шт.
8 Раствор для модифицирования поверхности углеродсодержащих электродов	ДПТА.05.0000 ПС	5 см ³
9 Сетевой шнур питания трехпроводный, 1,5 м	H03VV-R GGG 0,75 мм ² или подобный	1
10 Руководство по эксплуатации	ДПТА.20.0030 РЭ	1
11 Методика поверки	ДПТА.20.0035 МП	1
12 Упаковочная коробка из картона	ГОСТ 7933	1

1.3 Технические характеристики

1.3.1 Диапазон измерений массовой концентрации ионов мышьяка (III) находится в пределах от 0,00050 до 0,050 мг/дм³ включительно.

1.3.2 Пределы допускаемой относительной погрешности измерения массовой концентрации ионов мышьяка (III):

- с массовой концентрацией ионов мышьяка (III) от 0,00050 до 0,0010 мг/дм³ включительно составляют ± 40 %;

- с массовой концентрацией ионов мышьяка (III) от 0,0010 до 0,050 мг/дм³ включительно составляют ± 30 %.

Примечание - Диапазоны измерений и пределы допускаемой относительной погрешности измерений концентрации мышьяка в различных объектах регламентируются в соответствующих аттестованных методиках выполнения измерений.

1.3.3 Габаритные размеры анализатора: не более 255×155×115 мм.

1.3.4 Масса анализатора: не более 2,0 кг.

1.3.5 Питание анализатора осуществляется от промышленной сети переменного тока напряжением (220 $\pm$ 22) В частотой (50 $\pm$ 1) Гц по ГОСТ 13109.

1.3.6 Потребляемая мощность анализатора: не более 20 В·А.

1.3.7 Средний срок службы анализатора: не менее пяти лет.

1.3.8 Анализатор допускает непрерывную работу в рабочих условиях в течение 8 часов при сохранении технических характеристик. После 8 часов работы повторное включение прибора производится с перерывом не менее 1 часа.

1.3.9 Идентификационные данные программного обеспечения (ПО) анализатора приведены в таблице 2.

Таблица 2

Наименование ПО	Идентификационное наименование ПО	Номер версии (идентификационный номер) ПО	Цифровой идентификатор ПО (контрольная сумма исполняемого кода)	Алгоритм вычисления цифрового идентификатора ПО
Встроенное программное обеспечение анализатора ПАН-As	Анализатор ПАН-As	Версия: 1,0	13942	2-байтовая контрольная сумма

Уровень защиты программного обеспечения от непреднамеренных и преднамеренных изменений в соответствии с МИ 3286-2010 – «А».

1.4 Устройство и принцип работы

1.4.1 Измерение концентрации мышьяка проводится методом инверсионной вольтамперометрии в растворе минерализованной пробы по аналитическому сигналу ионов мышьяка (III). Ми-

нерализацию осуществляют таким образом, чтобы не допустить потерь мышьяка и чтобы в минерализате пробы мышьяк присутствовал в виде мышьяка (III). Способы подготовки проб различных объектов к анализу приведены в приложении А.

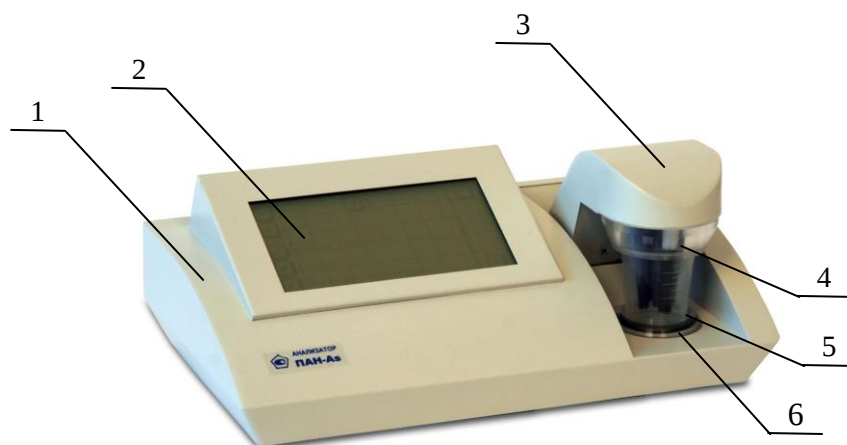
Определение ионов мышьяка (III) методом инверсионной вольтамперометрии основывается на двух основных стадиях:

- предварительное электронакопление мышьяка (III) из анализируемого раствора на поверхности рабочего электрода путем поляризации рабочего электрода потенциалом минус 1,6 В;
- регистрация тока растворения концентрата мышьяка (III) с поверхности рабочего электрода при линейном изменении поляризующего напряжения от минус 0,6 до 0,2 В.

Аналитическим сигналом является максимальное значение тока растворения концентрата мышьяка. Концентрация мышьяка автоматически рассчитывается по градуировочному графику и, по желанию оператора, методом добавки аттестованной смеси ионов мышьяка (III).

Анализатор содержит три измерительных канала, соответствующих трем рабочим электродам, что позволяет получать три результата анализа одновременно.

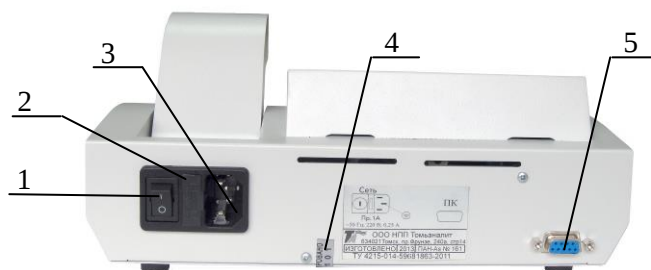
1.4.2 Анализатор конструктивно представляет собой прибор настольного исполнения (рис.1). Анализатор содержит корпус 1, дисплей с сенсорной панелью управления 2 (в дальнейшем – дисплей), кронштейн для установки электродов 3, электроды 4, стакан 5 и гнездо для установки стакана 6.



1 – корпус; 2 – дисплей с сенсорной панелью управления; 3 – кронштейн для установки электродов; 4 – электроды; 5 - стакан; 6 – гнездо для установки стакана.

Рисунок 1 - Анализатор мышьяка ПАН-As (вид спереди)

1.4.3 На задней панели анализатора (рис.2) расположены сетевой выключатель 1, держатель предохранителя 2, сетевая приборная вилка 3, пломба-наклейка 4, пломбирующая открытие корпуса анализатора и разъем для подключения анализатора к компьютеру 5.



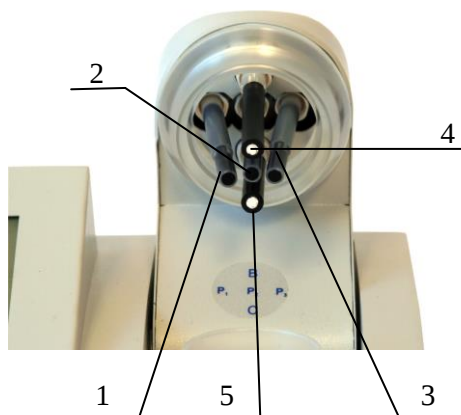
1 – сетевой выключатель; 2 - держатель предохранителя; 3 – сетевая приборная вилка; 4 – пломба, установленная предприятием-изготовителем; 5 – разъем для подключения компьютера.

Рисунок 2 - Анализатор мышьяка ПАН-As (вид сзади)

1.4.4 Электрохимическая ячейка анализатора содержит пять электродов: три рабочих электрода (P_1 , P_2 , P_3), вспомогательный электрод (В) и электрод сравнения (С). В качестве рабочих

электродов используют модифицированные углеродсодержащие электроды; в качестве вспомогательного электрода и электрода сравнения – хлорсеребряные электроды. Рабочие электроды являются взаимозаменяемыми.

Расположение электродов в анализаторе представлено на рис.3.



1, 2, 3 – рабочий электрод; 4 – вспомогательный электрод; 5 – электрод сравнения.

Рисунок 3 – Расположение электродов в анализаторе

1.4.5 Управление режимами работы анализатора, ввод параметров, подготовка электродов, градуировка анализатора и проведение измерений осуществляется с помощью нажатия управляющих кнопок системного меню. Системное меню с управляющими кнопками отображается на дисплее при включении анализатора.

Обозначение управляющих кнопок и их функции приведены в таблице 3.

Таблица 3

Управляющая кнопка	Выполняемые функции
	Выбор пункта меню, приводящий к выполнению действия, указанного справа от кнопки.
	Редактирование выделенного параметра.
 	Переход (в соответствии с направлением стрелки на кнопке) между параметрами или этапами измерения для их выделения с целью выбора или редактирования.
	Удаление (забой) введенного значения на табло редактирования.
	Выбор серии вольтамперограмм (фон, проба, добавка) при их просмотре.
	Отмена, прекращение выполняемого действия.
	Контекстная справка по элементам системного меню.
	Подъем, опускание кронштейна для установки электродов.

Продолжение таблицы 3

Управляющая кнопка	Выполняемые функции
	Переход к предыдущей, следующей странице списка объектов анализа или архивных результатов анализа; смена вида букв алфавита.
	Переход в режим просмотра зарегистрированных вольтамперограмм
	Уменьшение масштаба просмотра вольтамперограмм.
	Увеличение масштаба просмотра вольтамперограмм.
	Пробел между цифрами и/или буквами при вводе их на табло редактирования.

1.4.6 Операции по подготовке и проведению измерений реализованы в диалоговом режиме и осуществляются автоматически после выбора пунктов меню и редактирования (при необходимости) их параметров. Для выбора пункта меню необходимо нажать управляющую кнопку, расположенную рядом (слева) с наименованием пункта. Пункты меню и последовательность выполняемых действий при их выборе приведены в таблице 4.

Таблица 4

Пункт меню	Последовательность действий, осуществляемых при выборе пункта
Анализ	1 Отмывка электрохимической ячейки. 2 Регистрация аналитического сигнала мышьяка. 3 Расчет концентрации мышьяка в пробе по градуировочному графику. 4 По желанию оператора: определение концентрации мышьяка в пробе методом добавки.
Архив	Просмотр результатов анализа, сохраненных в архив.
Объект анализа	1 Выбор или задание нового вида анализируемой пробы (выбранный объект высвечивается справа от пункта меню «Объект анализа»); 2 Задание или редактирование параметров пробы и условий регистрации аналитического сигнала в автоматическом режиме в соответствии с выбранным объектом.
Подготовка электродов	1 Отмывка электрохимической ячейки. 2 Модифицирование поверхности рабочих электродов. 3 Отмывка электрохимической ячейки.
Просмотр ГГ	Вывод на сенсорную панель градуировочных графиков для просмотра.
Построение ГГ	1 Отмывка электрохимической ячейки. 2 Регистрация и линеаризация зависимости аналитического сигнала мышьяка от времени электронакопления.
Отмывка	Электрохимическая очистка поверхности рабочих электродов.
Справка	Вывод на сенсорную панель краткой информации по выполняемым операциям.
Пропуск	Пропуск отмывки электрохимической ячейки и переход к следующему этапу измерений.
Просмотр последних вольтамперограмм	Вывод на сенсорную панель вольтамперограмм последней анализируемой пробы

Продолжение таблицы 4

Пункт меню	Последовательность действий, осуществляемых при выборе пункта
Пропуск	Пропуск отмывки электрохимической ячейки и переход к следующему этапу измерений.
Пуск	Поляризация рабочих электродов в соответствии с предварительно выбранным пунктом меню.
Добавка	Дополнительное определение концентрации мышьяка методом добавки.

1.4.7 Редактирование параметров измерений и ввод имени сохраняемого результата анализа проводится путем набора соответствующих значений на табло редактирования. Табло редактирования высвечивается на дисплее после нажатия кнопки .

1.5 Маркировка

1.5.1 Основная маркировка анализатора нанесена на табличке, расположенной на его задней панели, и содержит:

- наименование, адрес предприятия – изготовителя;
- номер анализатора по системе нумерации предприятия – изготовителя;
- год выпуска;
- обозначение ТУ.

1.5.2 На лицевой панели анализатора с левой стороны нанесены знак утверждения типа и надпись «Анализатор ПАН-As».

1.5.3 На органах управления и приспособлениях (или вблизи них) нанесены надписи и обозначения, указывающие назначение этих органов.

Кронштейн для установки электродов:

- «Р₁», «Р₂», «Р₃» - расположение разъемов для рабочих электродов;
- «В» – расположение разъема для вспомогательного электрода;
- «С» – расположение разъема для электрода сравнения.

Задняя панель:

- «Сеть» - выключатель сети; состояние включено «I», состояние выключено «0»;
- «Пр. 1 А» - предохранитель 1 А;
- «~ 50 Гц; 220 В; 0,25 А» - ввод питания от сети;
- «» - зажим защитного заземления прибора;
- ПК – разъем для подключения к компьютеру.

1.5.4 На транспортную тару нанесены основные, дополнительные, информационные надписи и манипуляционные знаки «ВЕРХ», «ХРУПКОЕ», «ОСТОРОЖНО» в соответствии с ГОСТ 14192.

1.5.5 Знак утверждения типа средства измерений нанесён на титульные листы эксплуатационной документации.

1.6 Упаковка

1.6.1 Анализатор упаковывается в картонную коробку. В качестве упаковочного амортизирующего материала используется картон по ГОСТ 7933.

1.6.2 Документация упаковывается в полиэтиленовый пакет и помещается в картонную коробку вместе с анализатором.

1.6.3 Электроды, стаканы, государственный стандартный образец состава водного раствора ионов мышьяка (III) и раствор для модифицирования поверхности углеродсодержащих электродов в ампулах упаковываются в специальную картонную коробку и помещаются в упаковочную коробку вместе с анализатором.

1.6.4 Сетевой шнур питания, дозаторы пипеточные (в упаковке предприятия-изготовителя) и упаковочный лист вкладываются в картонную коробку вместе с анализатором.

1.6.5 Картонная коробка с упакованными изделиями оклеивается лентой на клеевой основе по ГОСТ 20477 и перевязывается шпагатом по ГОСТ 17308. На верхнюю сторону коробки наносится надпись «ВЕРХ».

2 ИСПОЛЬЗОВАНИЕ АНАЛИЗАТОРА ПО НАЗНАЧЕНИЮ

2.1 Эксплуатационные ограничения

2.1.1 К работе с анализатором допускаются лица, изучившие настоящее руководство и действующие правила эксплуатации электроустановок до 1000 В.

2.1.2 Вблизи места установки анализатора не должно быть пыли, паров кислот и щелочей, агрессивных газов и других вредных примесей, вызывающих коррозию.

2.1.3 Защитное заземление осуществлено через сетевой трехпроводный шнур питания.

2.1.4 При проведении анализов должны соблюдаться требования безопасности, предусмотренные основными правилами безопасной работы в химической лаборатории.

2.2 Подготовка к работе

2.2.1 Органы управления и индикации анализатора

2.2.1.1 Сетевой выключатель расположен на задней панели анализатора (рис.2). При включении анализатора загорается подсветка дисплея анализатора. На дисплее высвечиваются название программного обеспечения контроллера анализатора «Анализатор ПАН-As», номер версии программного обеспечения «1,0» и контрольная сумма исполняемого кода.

2.2.1.2 Управление работой анализатора осуществляют путем нажатия управляющих кнопок, отображенных на дисплее анализатора.

2.2.1.3 Подъем и опускание кронштейна для установки электродов и стакана производят нажатием управляющей кнопки , отображенной в правом нижнем углу дисплея.

2.2.2 Исходное положение органов управления перед включением анализатора

2.2.2.1 При первом включении анализатора сетевой шнур питания подключить к анализатору путем ввода сетевой приборной вилки (рис.2) в сетевую кабельную розетку сетевого шнура питания.

2.2.2.2 Перед подключением анализатора к сети питающего напряжения сетевой выключатель должен находиться в состоянии «выключено».

2.2.2.3 Ввести сетевую кабельную вилку сетевого шнура питания в сетевую розетку.

2.2.3 Включение анализатора

Перевести сетевой выключатель в положение «включено». Загорится подсветка дисплея анализатора и поднимется кронштейн для установки электродов. На дисплее высветятся идентификационные данные программного обеспечения анализатора:

«Анализатор ПАН-As» - название программного обеспечения;

«Версия: 1,0» - номер версии программного обеспечения;

«Контр. сумма: 13942 – цифровой идентификатор программного обеспечения в виде контрольной суммы исполняемого кода.

2.2.4 Подготовка к проведению измерений

2.2.4.1 Провести подготовку лабораторной посуды по приложению Б и в соответствии с используемой методикой анализа.

2.2.4.2 Провести подготовку электродов по приложению В.

2.2.4.3 Приготовить аттестованные смеси ионов мышьяка (III) по приложению Г.

2.2.4.4 Приготовить вспомогательные растворы по приложению Д.

2.2.4.5 При анализе проб объектов, перечисленных в 1.1.2 настоящего РЭ, а также при анализе растворов, содержащих мышьяк в виде ионов мышьяка (V) и/или мышьякорганических соединений, провести минерализацию пробы по приложению А и в соответствии с используемой методикой анализа.

При анализе растворов, содержащих мышьяк в виде ионов мышьяка (III) дополнительная обработка проб не проводится.

2.3 Градуировка электродов

Градуировка электродов проводится:

- ежедневно перед началом работы;
- после модифицирования поверхности углеродсодержащих электродов;
- после смены или повторной установки рабочих электродов;
- в случае прекращения работы на анализаторе более чем на два часа.

2.3.1 Перед проведением градуировки приготовить аттестованную смесь ионов мышьяка (III) АС-1 по приложению Г.

2.3.2 Включить анализатор по 2.2.3 РЭ. Подождать, пока кронштейн для установки электродов (рис.1) поднимется в крайнее верхнее положение.

2.3.3 Установить подготовленные электроды в разъемы кронштейна в соответствии со схемой расположения электродов, расположенной на кронштейне (рис.3): С – электрод сравнения: один хлорсеребряный электрод; Р₁, Р₂, Р₃ – рабочие электроды: модифицированные углеродсодержащие электроды. Рабочие электроды являются взаимозаменяемыми.

Установку и съем электродов производить с помощью защитных электродных колпачков. Для этого надеть колпачок на электрод, совместить конусное углубление хвостовика электрода с выступающим конусом держателя на кронштейне, прижать электрод к держателю и повернуть на 90° по часовой стрелке. Снять колпачок с электрода.

2.3.4 Выбрать пункт меню «Построение ГГ».

Примечание - Здесь и далее: выбор пунктов меню осуществляется путем нажатия управляющей кнопки , расположенной слева от наименования пункта.

2.3.5 Налить в стакан (14-15) см³ бидистиллированной воды и установить его в анализатор.

2.3.6 Выбрать пункт меню «Пуск». Начнется процесс отмывки.

2.3.7 По окончании процесса отмывки подождать, пока кронштейн для установки электродов поднимется в крайнее верхнее положение. При этом на дисплее отобразится таблица с концентрацией градуировочного раствора: 0,002 мг/дм³. Вылить воду из стакана.

2.3.8 Градуировочный раствор готовится непосредственно в стакане анализатора. Для этого в стакан налить:

- 3,0 см³ насыщенного раствора сульфита натрия;
- 12,0 см³ бидистиллированной воды;
- 0,03 см³ 0,1 М раствора Трилона Б;
- 0,03 см³ аттестованной смеси мышьяка (III) с массовой концентрацией 1,0 мг/дм³.

2.3.9 Выбрать пункт меню «Пуск». Опустится кронштейн, на дисплее будет отображаться выполняемый этап построения градуировочного графика и время до окончания этапа.

2.3.10 По окончании градуировки кронштейн поднимется в верхнее положение.

2.3.11 Выйти в системное меню, нажав кнопку . В дальнейшем просмотреть градуировочные графики можно, выбрав пункт системного меню «Просмотр ГГ». В системном меню обратить внимание на пункт системного меню «Построение ГГ». В случае мигания пункта системного меню «Построение ГГ» выбрать его и просмотреть надпись на дисплее. При необходимости повторить построение градуировочного графика.

Примечание - В случае трехкратной рекомендации необходимости повторения построения градуировочного графика провести модифицирование поверхности углеродсодержащих электродов по приложению В, предварительно удалив устройством для срезания электродов имеющуюся пленку срезанием тонкого слоя с торца электрода (толщиной примерно 0,3-0,5 мм).

2.3.12 Для просмотра градуировочных графиков в ходе выполнения измерений необходимо выбрать пункт «Меню» и в появившемся системном меню выбрать пункт «Просмотр ГГ».

2.4 Порядок работы

2.4.1 Выбрать пункт меню «Объект анализа».

2.4.2 В открывшемся списке выделить вид анализируемой пробы путем нажатия управляющих кнопок  ,  . Подтвердить установку объекта анализа выбором пункта меню «Выбор». При этом автоматически будут установлены параметры проведения измерений, значения предельно допустимых концентраций (ПДК), предела повторяемости и показателя точности в соответствии с методиками анализа.

2.4.3 Выбрать пункт меню «Анализ».

2.4.4 Налить в стакан (14-15) см³ бидистиллированной воды. Установить стакан в гнездо для установки стакана.

2.4.5 Выбрать пункт меню «Пуск». Опустится кронштейн, начнется процесс отмывки.

2.4.6 По окончании процесса отмывки подождать, пока кронштейн для установки электродов поднимется в крайнее верхнее положение. При этом на дисплее отобразится таблица со следующими параметрами пробы:

- «Масса (объем) пробы» – количество пробы в граммах (миллилитрах), взятой для анализа;
- «Минерализат» - объем раствора (в миллилитрах), в котором растворили обработанную (минерализованную) пробу;
- «Аликвота» - объем раствора (в миллилитрах) обработанной (минерализованной) пробы, добавленный в стакан анализатора;
- «Фон» - суммарный объем насыщенного раствора сульфита натрия и бидистиллированной воды (в миллилитрах), добавленный в стакан анализатора.

2.4.7 В стакан налить 3,0 см³ насыщенного раствора сульфита натрия, 12,0 см³ бидистиллированной воды, аликвоту раствора пробы, подготовленной по приложению А и в соответствии с используемой методикой анализа.

2.4.8 При необходимости изменить параметры пробы, высвеченные на дисплее, путем нажатия управляющей кнопки  и набором значений параметра на цифровом табло. Подтвердить ввод измененного значения нажатием управляющей кнопки  на табло.

Переход между параметрами и выделение редактируемого значения осуществляется путем нажатия кнопок  ,  .

2.4.9 Измерение концентрации мышьяка по градуировочному графику

2.4.9.1 Выбрать пункт меню «Пуск». Опустится кронштейн, на дисплее будет отображаться выполняемый этап измерения и время до окончания этапа.

2.4.9.2 По окончании измерения поднимется кронштейн и на дисплее отобразятся единичные результаты анализа и результат анализа, рассчитанные по градуировочному графику.

2.4.9.3 Результат анализа рассчитывается автоматически в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-6 и указывается в виде ($\bar{X} \pm \Delta$) мг/кг (мг/л),

где $\bar{X}$ - результат анализа, полученный как среднее арифметическое двух приемлемых единичных результатов анализа;

$\pm \Delta$ - абсолютное значение показателя точности результатов анализа (при P=0,95).

При обработке единичных результатов анализа используются предел повторяемости и показатель точности аттестованной методики анализа выбранного объекта.

2.4.10 Сохранение результата анализа в «Архив»

Если результат анализа не превышает половины ПДК мышьяка в анализируемой пробе, анализ считается законченным. Результат анализа может быть сохранен в «Архив» следующим образом.

2.4.10.1 Выбрать пункт меню «Сохранить».

2.4.10.2 Нажать управляющую кнопку .

2.4.10.3 Набрать имя сохраняемого в архив результата на табло редактирования.

2.4.10.4 Подтвердить ввод нажатием кнопки .

2.4.10.5 Для подтверждения сохранения выбрать пункт меню «Сохранить».

2.4.11 Если результат анализа превышает половину ПДК, рекомендуется дополнительно получить результаты анализа методом добавки.

Примечание - По желанию оператора получить дополнительный результат анализа методом добавки можно и в случае результата анализа менее половины ПДК. Для этого нажать управляющую кнопку .

2.4.12 Измерение концентрации мышьяка методом добавки

2.4.12.1 Выбрать пункт меню «Добавка». На дисплее отобразится таблица «Параметры добавки».

2.4.12.2 Внести в стакан анализатора дозатором указанный в таблице объем (V_d , см³) аттестованной смеси мышьяка (III) указанной концентрации (C_d , мг/л).

2.4.12.3 Выбрать пункт меню «Пуск». Опустится кронштейн, на дисплее будет отображаться выполняемый этап измерения и время до окончания этапа.

2.4.12.4 По окончании измерения поднимется кронштейн и на дисплее отобразятся единичные результаты анализа и результат анализа, полученные методом добавки и по градуировочному графику. Результат анализа представлен в виде, описанном в 2.4.9.3 настоящего РЭ.

2.4.12.5 Для сохранения одного из полученных результатов анализа указать метод получения сохраняемого результата анализа (по градуировке или по добавке) путем нажатия кнопки . Выбрать пункт меню «Сохранить». Нажать управляющую кнопку  и набрать имя сохраняемого в архив результата на табло редактирования. Подтвердить ввод нажатием кнопки . Для подтверждения сохранения выбрать пункт меню «Сохранить».

2.4.13 По окончании анализа нажать управляющую кнопку .

2.4.14 Просмотр зарегистрированных вольтамперограмм

2.4.14.1 Для просмотра вольтамперограмм в ходе выполнения измерений необходимо выбрать пункт «Меню» и в появившемся системном меню выбрать пункт «Просмотр последних вольтамперограмм». Вернуться к таблице, отображающей ход процесса измерений можно, последовательно нажав управляющую кнопку  и выбрав пункт меню «Анализ».

2.4.14.2 Для просмотра вольтамперограмм при выводе результатов анализа на дисплее выбрать управляющую кнопку . Вернуться к таблице, отображающей результаты анализа, нажав управляющую кнопку .

2.4.14.3 Для увеличения (уменьшения) просматриваемых вольтамперограмм нажать управляющую кнопку  (кнопку ).

2.4.14.4 Для перехода к следующей серии вольтамперограмм (фон, проба, добавка) нажать управляющую кнопку .

2.4.15 Выполнение анализа следующей пробы проводят по 2.4.1-2.4.13 РЭ.

2.4.16 Выключение анализатора

2.4.16.1 Выбрать пункт меню «Отмывка».

2.4.16.2 Налить в стакан анализатора (14-15) см³ бидистиллированной воды. Стакан установить в анализатор.

2.4.16.3 Выбрать пункт меню «Пуск». Опустится кронштейн, начнется процесс отмывки.

2.4.16.4 По окончании процесса отмывки подождать, пока кронштейн для установки электродов поднимется в крайнее верхнее положение.

2.4.16.5 Вынуть рабочие электроды из разъемов анализатора. Для этого надеть до упора защитный колпачок на электрод и повернуть электрод на 90° против часовой стрелки.

2.4.16.6 Налить в стакан анализатора (14-15) см³ бидистиллированной воды. Стакан установить в анализатор.

2.4.16.7 Опустить кронштейн с хлоридсеребряным электродом нажатием управляющей кнопки .

2.4.16.8 Перевести выключатель «сеть» анализатора в положение «выключено».

3 ТЕКУЩИЙ РЕМОНТ

3.1 Анализатор является сложным электронным прибором, поэтому к его ремонту допускается квалифицированный персонал предприятия-изготовителя или его официальные представители на условиях сервисного обслуживания. После ремонта обязательна поверка анализатора в соответствии с разделом 5 настоящего РЭ.

3.2 В анализаторе имеется пломба-наклейка, соединяющая днище анализатора с его задней панелью (корпусом). При снятии днища анализатора разрывается пломба-наклейка, установленная предприятием-изготовителем. При снятии пломбы на ней проявится надпись «вскрыто». Снимать или разрывать пломбу-наклейку разрешение предприятия-изготовителя не допускается.

3.3 При ремонте анализатора следует принимать меры безопасности в соответствии с действующими правилами эксплуатации электроустановок до 1000 В.

3.4 Перечень некоторых наиболее часто встречающихся или возможных неисправностей анализатора, их признаки и способы устранения приведены в таблице 5. Другие неисправности устраняются на предприятии-изготовителе или его представителями.

Таблица 5

Наименование неисправности, внешнее проявление и дополнительные признаки	Вероятные причины	Способ устранения
1 При включении не горит подсветка дисплея и не отображается системное меню	Перегорел предохранитель	Заменить предохранитель
2 Не поднимается кронштейн для установки электродов	Порвался или сорвался пассивик подъемного механизма кронштейна для установки электродов	Снять кронштейн для установки электродов и заменить пассивик

4 ХРАНЕНИЕ И ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ

4.1 Хранение

4.1.1 Анализатор до введения в эксплуатацию следует хранить на складах в упаковке предприятия-изготовителя при температуре окружающего воздуха от 5 до 40 °С и относительной влажности до 80 %.

4.1.2 В помещении для хранения содержание пыли, паров кислот и щелочей, агрессивных газов и других вредных примесей, вызывающих коррозию, не должно превышать содержание коррозионно-активных агентов для атмосферы типа I по ГОСТ 15150.

4.2 Транспортирование

4.2.1 Транспортирование анализатора можно производить всеми видами крытого транспорта по условиям хранения 3 ГОСТ 15150.

4.2.2 При транспортировании самолетом анализатор должен быть размещен в отапливаемых герметизированных отсеках.

4.2.3 Трюмы судов, кузова автомобилей, используемые для перевозки анализатора, не должны иметь следов цемента, угля, химикатов.

5 ПОВЕРКА АНАЛИЗАТОРА

Поверка осуществляется по документу «Анализаторы ПАН-As. Методика поверки» ДПТА.20.0035 МП, утвержденному ГЦИ СИ ФГУП «СНИИМ» 4 апреля 2011 г.

Межповерочный интервал – 1 год.

6 СВИДЕТЕЛЬСТВО О ПРИЁМКЕ

6.1 Анализатор ПАН-As заводской № _____ соответствует техническим условиям ТУ 4215–014–59681863–2011, поверен и признан годным для эксплуатации.

Дата выпуска _____ 20__ г

Представитель ОТК _____
(подпись)

М.П.

Дата первичной поверки _____ 20__ г

Госповеритель _____
(подпись)

(оттиск поверительного клейма)

7 ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

7.1 Предприятие-изготовитель гарантирует соответствие анализатора требованиям ТУ при соблюдении потребителем правил и условий эксплуатации, транспортирования и хранения, установленных ТУ и РЭ.

7.2 Гарантийный срок хранения устанавливается 6 месяцев с момента изготовления анализатора, гарантийный срок эксплуатации – 12 месяцев со дня ввода анализатора в эксплуатацию.

7.3 Гарантия предприятия-изготовителя действует только в случае наличия на анализаторе неповрежденной пломбы-наклейки, установленной предприятием изготовителем. Или при предъявлении письма предприятия изготовителя, разрешающего нарушить пломбу.

8 СВЕДЕНИЯ О РЕКЛАМАЦИЯХ

При неисправности анализатора в период гарантийного срока потребителем должен быть составлен акт с указанием признаков неисправностей.

Акт с указанием точного адреса потребителя высылается предприятию-изготовителю по адресу:

634021, Россия, г.Томск, пр.Фрунзе, 240а, стр.14, ООО «НПП «Томьаналит».

Тел./факс: (3822) 241-955; 241-795.

E-mail: tan@mail.tomsknet.ru.

9 СВЕДЕНИЯ О ПЕРИОДИЧЕСКОЙ ПОВЕРКЕ

«Анализатор ПАН-As» заводской № _____

Дата поверки	Наименование поверочного органа	Заключение о поверке	Подпись поверителя. Оттиск поверительного клейма

10 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

Перечень нормативных документов, на которые приведены ссылки в настоящем РЭ, приведен в приложении Ж.

Приложение А

(обязательное)

Подготовка проб к анализу

А.1 Подготовка проб пищевых продуктов и продовольственного сырья

В кварцевый стаканчик (фарфоровый тигель) помещают навеску анализируемой пробы. Масса навески зависит от объекта анализа и приведена в таблице А.1.

Таблица А.1

Объект анализа	Масса навески, г
Мука, мучные и кондитерские изделия, крупа, зерно, конфеты, овощи, фрукты	0,8 ÷ 1,2
Кофе, какао, чай, сублиматы, концентраты, БАДы	0,3 ÷ 0,7
Мясо, рыба, продукты их переработки	1,0 ÷ 1,5
Напитки алкогольные и безалкогольные	1,0 ÷ 2,0
Молоко и молочные продукты	1,5 ÷ 2,0

В стаканчик с навеской пробы добавляют 0,5 см³ раствора нитрата магния концентрации 0,2 моль/дм³ и 4,0 см³ концентрированной азотной кислоты. При анализе спиртных напитков крепостью 40° и выше к пробе предварительно добавляют (1-2) см³ бидистиллированной воды.

Если есть возможность, стаканчик закрывают крышечкой (стеклянной или из фильтровальной бумаги) и оставляют на ночь, если нет, то дают постоять не менее 30 минут при комнатной температуре. Упаривают раствор до трети первоначального объема при температуре (130-170) °С. Если проба полностью не растворилась, добавляют (2,5-3,0) см³ концентрированной азотной кислоты и упаривают раствор до трети первоначального объема при температуре (150-170) °С.

Стаканчик снимают с печи, через (3-5) минуты добавляют 3 см³ концентрированной HNO₃ и по каплям – (1,0-1,5) см³ 30 % перекиси водорода. Раствор упаривают до прекращения выделения дымов, медленно (в течение (60-80) минут) поднимая температуру от 90 до 350 °С.

Стаканчик устанавливают в камеру муфельного типа (муфель), предварительно разогретую до 500 °С, и выдерживают 10 минут при 500 °С.

Если после первого прокаливания в осадке будут присутствовать несгоревшие частицы черного цвета, то к осадку добавляют 2 см³ концентрированной HNO₃ и по каплям – (1,0-1,5) см³ 30 % перекиси водорода. Раствор упаривают до прекращения выделения дымов, постепенно поднимая температуру от 90 до 350 °С. После чего стаканчик устанавливают в муфель, предварительно разогретый до 500 °С, и выдерживают 10 минут при 500 °С. Операции добавления азотной кислоты с перекисью водорода и прокаливания в муфеле повторяют до получения золы белого, серого, розоватого или рыжевато-розоватого цвета (без угольных включений).

К слегка охлажденному осадку добавляют 0,2 см³ концентрированной серной кислоты и 0,2 см³ насыщенного раствора сернокислого гидразина. Полученным раствором омывают стенки стаканчика. Раствор упаривают до прекращения выделения дымов при температуре (220-280) °С. Стаканчик устанавливают в муфель, предварительно разогретый до 280 °С, и выдерживают 20 минут при 280 °С.

Перед проведением анализа к золе добавляют 2,0 см³ раствора Трилона Б концентрации 0,01 моль/дм³, омывая стенки стаканчика. Тщательно перемешивают стеклянной палочкой до полного растворения осадка. Дают раствору отстояться (3-5) минут. Для анализа используют аликвоту раствора 0,5 см³.

А.2 Подготовка проб жировых продуктов, маргаринов, масел и БАДов на основе растительных масел

В кварцевый стаканчик (фарфоровый тигель) помещают 0,5 г анализируемого жира, маргарина или масла, добавляют 3 см³ 10 % спиртового раствора нитрата магния.

Пробу медленно нагревают (80-100) минут, постепенно поднимая температуру от 100 °С до максимально возможной (300-400) °С, не допуская разбрызгивания пробы. Выдерживают при максимальной температуре (20-30) минут. Затем стаканчик помещают в муфель при температуре 300 °С и выдерживают 10 минут, после чего стаканчик вынимают и дают остыть. Добавляют (2,0-2,5) см³ концентрированной азотной кислоты и (0,5-1,0) см³ 30 %-ого раствора перекиси водорода, выпаривают, постепенно поднимая температуру от 100 °С до максимально возможной (300-400) °С, не допуская разбрызгивания пробы. Затем стаканчик помещают в муфель при температуре 500 °С и выдерживают 180 минут, после чего стаканчик вынимают.

В том случае, если зола имеет угольные включения, обработку азотной кислотой (1-1,5) см³ повторяют с добавлением 0,5 см³ 30 %-ого раствора перекиси водорода. Выпаривают до прекращения выделения дымов, затем повторно помещают в муфельную печь на 1-1,5 часа при температуре 500 °С.

Обработку пробы азотной кислотой с добавлением перекиси водорода повторяют до получения однородной золы (белого, серого или рыжевато-белого цвета).

К слегка охлажденному осадку добавляют 0,2 см³ концентрированной серной кислоты и 0,2 см³ насыщенного раствора сернокислого гидразина. Полученным раствором омывают стенки стаканчика. Раствор упаривают до прекращения выделения дымов при температуре (220-280) °С.

Стаканчик устанавливают в муфель, предварительно разогретый до 280 °С, и выдерживают 20 минут при 280 °С.

Перед проведением анализа к золе добавляют 2,0 см³ раствора Трилона Б концентрации 0,01 моль/дм³, омывая стенки стакана. Тщательно перемешивают стеклянной палочкой до полного растворения осадка. Дают раствору отстояться (3-5) минут.

Для анализа используют аликвоту раствора 0,5 см³.

А.3 Минерализация проб природных, питьевых, сточных, технологических вод и растворов

С помощью мерной пипетки наливают 10,0 см³ анализируемой воды (раствора) в чистый кварцевый стаканчик или фарфоровый тигель объемом (20-25) см³. Добавляют 0,2 см³ концентрированной серной кислоты и 0,2 см³ насыщенного раствора гидразина сернокислого.

Полученный раствор осторожно выпаривают (избегая разбрызгивания), постепенно повышая температуру от 180 до 280 °С. Выдерживают при 280 °С до прекращения выделения паров серной кислоты. Для полного удаления серной кислоты и разложения избытка гидразина стаканчики прокалывают в муфеле при температуре 280 °С в течение 20 минут.

Растворение полученного однородного остатка проводят непосредственно перед выполнением анализа пробы: к охлажденному остатку добавляют 2,0 см³ раствора Трилона Б концентрации 0,01 моль/дм³. Раствор перемешивают стеклянной палочкой. Дают раствору отстояться (3-5) минут.

Для анализа используют аликвоту раствора 0,5 см³.

А.4 Подготовка проб почв, тепличных грунтов, илов, донных отложений, сапропелей, твердых отходов

Измерения массовых концентраций мышьяка в почвах, тепличных грунтах, илах, сапропелях, промышленных и бытовых отходах выполняют после предварительного извлечения определяемых элементов из анализируемых объектов путем приготовления их вытяжек. Химические помехи, влияющие на результаты анализа, устраняют в процессе минерализации вытяжек.

А.4.1 Приготовление вытяжек

А.4.1.1 Приготовление вытяжки для определения валового содержания мышьяка

($2,0 \pm 0,1$) г воздушно-сухой пробы заливают $5,0 \text{ см}^3$ концентрированной азотной кислоты и $5,0 \text{ см}^3$ концентрированной серной кислоты в конической колбе (или химическом стакане) вместимостью $50,0 \text{ см}^3$ и нагревают на электроплитке при температуре (150-180) °С до выделения белых паров. Затем добавляют еще $5,0 \text{ см}^3$ концентрированной азотной кислоты и нагревают на электроплитке еще (20-30) минут. Еще раз проводят обработку пробы $5,0 \text{ см}^3$ концентрированной азотной кислотой с последующим нагреванием. В результате данных операций происходит обесцвечивание пробы.

Полученную вытяжку фильтруют в мерную колбу вместимостью $50,0 \text{ см}^3$ через промытый 1 моль/дм³ азотной кислотой бумажный фильтр. Перед фильтрованием пробу перемешивают и переносят на фильтр по возможности полностью. Доводят объем фильтрата до метки бидистиллированной водой.

А.4.1.2 Приготовление водной вытяжки из промышленных и бытовых отходов для определения мышьяка

Проводят из расчета 1000 см^3 бидистиллированной воды на 1 кг отходов.

1 кг измельченных отходов помещают в коническую колбу на 3000 см^3 , добавляют мерным цилиндром $1000,0 \text{ см}^3$ бидистиллированной воды. Перемешивают пробу с водой, встряхивая вращательными движениями колбу. Переносят пробу для фильтрования на воронку со складчатым фильтром «белая лента», предварительно промытым бидистиллированной водой. Отфильтровывают.

А.4.2 Подготовка вытяжек к анализу при определении содержания мышьяка

В кварцевые стаканчики (или фарфоровые тигли), вносят $1,0 \text{ см}^3$ вытяжки, приготовленной по п.А.4.1.1 (при анализе почв, тепличных грунтов, сапропелей, илов, донных отложений) или $10,0 \text{ см}^3$ вытяжки, приготовленной по п. А.4.1.2 (при анализе твердых отходов).

Добавляют $0,2 \text{ см}^3$ концентрированной серной кислоты и $0,2 \text{ см}^3$ насыщенного раствора гидразина сернокислого. Полученным раствором омывают стенки стаканчика. Раствор упаривают до прекращения выделения дыма на электроплитке при температуре (220-280) °С. Стаканчики устанавливают в муфель, предварительно разогретый до 280 °С, и выдерживают 20 минут при температуре 280 °С.

Перед проведением анализа к золе добавляют $4,0 \text{ см}^3$ раствора Трилона Б концентрации $0,025 \text{ моль/дм}^3$, омывая стенки стаканчика. Тщательно перемешивают стеклянной палочкой до полного растворения осадка. Дают раствору отстояться (3-5) минут и перемешивают раствор стеклянной палочкой.

Для анализа используют аликвоту подготовленной пробы объемом $0,2 \text{ см}^3$ при определении валового содержания мышьяка в почвах, тепличных грунтах, сапропелях, илах, донных отложениях; $0,5 \text{ см}^3$ – при анализе бытовых и промышленных отходов.

Приложение Б

(обязательное)

Подготовка лабораторной посуды

Б.1 Новую лабораторную стеклянную посуду и сменные наконечники дозаторов промывают раствором соды (NaHCO_3), затем многократно бидистиллированной водой.

Б.2 Стакан анализатора протирают фильтром с пищевой содой, ополаскивают водопроводной водой и бидистиллированной водой.

Б.3 Кварцевые стаканчики (фарфоровые тигли), используемые для минерализации проб протирают фильтром с пищевой содой, ополаскивают водопроводной водой и бидистиллированной водой. Обрабатывают концентрированной серной кислотой ($0,1-0,2$ см³ или 4-6 капель), нагревают на плитке при температуре $(300-350)^\circ\text{C}$ до прекращения выделения паров кислоты. Прокаливают в муфельной печи при температуре $(500-600)^\circ\text{C}$ в течение 20-30 минут. Затем снова ополаскивают бидистиллированной водой. Обработку стаканчиков серной кислотой проводят после использования для минерализации не более 10 проб.

Приложение В

(обязательное)

Подготовка электродов к работе

В.1 Подготовка хлорсеребряных электродов

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

Перед работой корпус электрода заполняют с помощью дозатора или шприца одномолярным раствором калия хлорида. Электрод перезаполняют новым раствором калия хлорида ежедневно. Заполненный хлорсеребряный электрод хранят в бидистиллированной воде. Незаполненный хлорсеребряный электрод хранят на воздухе.

В.2 Подготовка углеродсодержащих (рабочих) электродов

В.2.1 Готовят поверхность углеродсодержащих электродов, срезав устройством для среза электродов торец электрода толщиной $(0,3-0,5)$ мм и промыв бидистиллированной водой.

В.2.2 Включают анализатор по 2.2.3 РЭ.

В.2.3 Вставляют в прибор три углеродсодержащих и два хлоридсеребряных электрода (данные хлоридсеребряные электроды используют только для подготовки электродов к работе). Хлоридсеребряные электроды заполняют хлоридом калия непосредственно перед использованием.

В.2.4 Выбирают пункт меню «Подготовка электродов».

В.2.5 Наливают в стаканчик $(14-15)$ см³ бидистиллированной воды. Устанавливают стаканчик в анализатор.

В.2.6 Выбирают пункт меню «Пуск». Начнется процесс отмывки.

В.2.7 По окончании процесса отмывки ждут, пока кронштейн для установки электродов поднимется в крайнее верхнее положение.

В.2.8 В отдельный стаканчик наливают 13,5 см³ бидистиллированной воды, добавляют 1,5 см³ раствора для модифицирования поверхности углеродсодержащих электродов. Стаканчик устанавливают в анализатор.

В.2.9 Выбирают пункт меню «Пуск». На дисплее высвечивается время до окончания процесса подготовки электродов.

В.2.10 По окончании процесса модифицирования поверхности углеродсодержащих электродов поднимется кронштейн. Вынимают стаканчик с модифицирующим раствором. Раствор из стаканчика не выливают, его хранят в этом же стаканчике, закрытом крышечкой, используют для последующих накоплений пленки золота (до 50 накоплений из одного раствора). В случае истощения раствора на дисплее анализатора появится соответствующая надпись.

В.2.11 Наливают в стаканчик (14-15) см³ бидистиллированной воды. Устанавливают стаканчик в анализатор.

В.2.12 Выбирают пункт меню «Пуск». Начнется процесс отмывки.

В.2.13 По окончании процесса отмывки ждут, пока кронштейн для установки электродов поднимется в крайнее верхнее положение.

В.2.14 Готовые электроды хранят на воздухе в защитных колпачках.

В.2.15 Хлоридсеребряные электроды вынимают из анализатора. В дальнейшем используют только для проведения модифицирования поверхности рабочих электродов.

Приложение Г

(обязательное)

Методика приготовления аттестованных смесей ионов мышьяка (III)

Г.1 Назначение и область применения методики

Методика регламентирует приготовление аттестованных смесей (АС) ионов мышьяка с массовыми концентрациями 10; 5,0; 1,0; 0,50 мг/дм³. АС предназначены для проведения измерения массовых концентраций мышьяка с использованием анализатора ПАН-As.

Г.2 Метрологические характеристики

Метрологические характеристики АС приведены в таблице Г.1.

Таблица Г.1

Код АС	Массовая концентрация ионов мышьяка (III), мг/дм ³	Погрешность АС, мг/дм ³ (при P=0,95)
АС-10	10,0	±0,1
АС-5	5,0	±0,06
АС-1	1,0	±0,02
АС-0,5	0,50	±0,02

Г.3 Средства измерений

Дозатор пипеточный (0,0050-0,050) см³

ТУ 9452-002-33189998-2002

Дозатор пипеточный (100-1000) см³

ТУ 9452-002-33179998-2002

Государственный стандартный образец состава водного раствора ионов мышьяка (III) с массовой концентрацией 0,10 г/дм³ (ГСО)

ГСО 7143-95

Пробирки мерные П-1-10-0,1 ХС

ГОСТ 1770-74

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

Г.4 Процедура приготовления

АС готовят разбавлениями растворов ионов мышьяка (III) соответственно в мерных пробирках вместимостью 10,0 см³ бидистиллированной водой согласно таблице Г.2.

Таблица Г.2

Исходный раствор для приготовления		Отбираемый объем, см ³	Приготовленная АС		
Код	Концентрация, мг/дм ³		Код	Концентрация, мг/дм ³	Срок хранения, не более
ГСО	100	1,0	АС-10	10,0	7 дней
ГСО	100	0,5	АС-5	5,0	2 дня
АС-10	10,0	1,0	АС-1	1,0	1 день
АС-10	10,0	0,5	АС-0,5	0,50	1 день

Г.5 Требования безопасности

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

Г.6 Требования к квалификации оператора

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

Г.7 Требования к упаковке и маркировке

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

Г.8 Условия хранения

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

Приложение Д

(обязательное)

Приготовление вспомогательных растворов

Д.1 Приготовление раствора Трилона Б 0,1 моль/дм³

1) Фиксанал 0,1 моль-эквивалент (18,6 г) разводят бидистиллированной водой в колбе объемом 500 см³;

2) 9,3 г Трилона Б, растворяют в колбе вместимостью 500 см³ теплой бидистиллированной водой, охлаждают и доводят объем раствора до метки бидистиллированной водой.

Раствор хранят не более 6 месяцев.

Д.2 Приготовление раствора Трилона Б 0,01 моль/дм³

5,0 см³ раствора Трилона Б 0,1 моль/дм³ вносят в мерную колбу вместимостью 50 см³, наполовину заполненную бидистиллированной водой, доводят объем раствора до метки бидистиллированной водой. Раствор хранят не более 3 месяцев.

Д.3 Приготовление раствора Трилона Б 0,025 моль/дм³

12,5 см³ раствора Трилона Б 0,1 моль/дм³ вносят в мерную колбу вместимостью 50,0 см³, доводят объем раствора до метки бидистиллированной водой. Раствор хранят не более 3 месяцев.

Д.4 Приготовление насыщенного раствора натрия сульфита

В колбе вместимостью 500 см³ нагревают до кипения 300 см³ бидистиллированной воды. Снимают колбу с плитки и постепенно добавляют (200-230) г натрия сульфита при перемешивании раствора. Раствор охлаждают. На дне колбы должны присутствовать кристаллы натрия сульфита. Раствор хранят не более 3 месяцев.

Д.5 Приготовление насыщенного раствора гидразина сернокислого

В колбу вместимостью 50 см³ наливают (30-40) см³ бидистиллированной воды. Добавляют (2,5-3,0) г гидразина сернокислого при перемешивании раствора. На дне колбы должны присутствовать кристаллы гидразина сернокислого. Раствор хранят не более 6 месяцев.

Д.6 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. Раствор хранят не более 6 месяцев.

Д.7 Приготовление раствора магния нитрата 0,2 моль/дм³

1) 2,96 г магния нитрата растворяют в колбе объемом 100 см³ бидистиллированной водой с добавлением 1-2 капель концентрированной азотной кислоты;

2) 0,80 г MgO растворяют в мерной колбе объемом 100 см³ в 5 см³ концентрированной азотной кислоты, доводят объем раствора до метки бидистиллированной водой.

Раствор хранят не более 6 месяцев.

Д.8 Приготовление спиртового раствора магния нитрата 10 %

10,0 г магния нитрата, растворяют этиловым спиртом в мерной колбе вместимостью 100,0 см³ и доводят объем раствора до метки этиловым спиртом. Раствор хранят не более 6 месяцев.

Д.9 Приготовление азотной кислоты концентрации 1 моль/дм³

62,0 см³ азотной кислоты плотностью 1,42 г/см³ приливают в мерную колбу из термостойкого стекла вместимостью 1000 см³ с бидистиллированной водой (200-400) см³, перемешивая раствор стеклянной палочкой. Доводят объем раствора до метки бидистиллированной водой. Раствор хранят не более 6 месяцев.

Приложение Ж

(справочное)

Перечень ссылочных нормативных документов

Перечень нормативных документов, на которых приведены ссылки в настоящем РЭ, указан в таблице Ж.1

Таблица Ж.1

Обозначение	Наименование	Номер пункта, в котором дана ссылка
ГОСТ 1770-74	Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия	Г.3
ГОСТ 7933-89	Картон для потребительской тары. Общие технические условия.	1.2, 1.6.1
ГОСТ 12.1.005-88	Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны	Г.5
ГОСТ 13109-97	Электрическая энергия. Совместимость технических средств электромагнитная. Нормы качества электрической энергии в системах электроснабжения общего назначения.	1.3.6
ГОСТ 14192-96	Маркировка грузов.	1.5.4
ГОСТ 15150-69	Машины, приборы и другие технические изделия. Исполнения для различных климатических районов. Категории, условия эксплуатации, хранения и транспортирования в части воздействия климатических факторов внешней среды.	4.1.2, 4.2.1
ГОСТ 17308-88	Шпагаты. Технические условия.	1.6.5
ГОСТ 20477-86	Лента полиэтиленовая с липким слоем. Технические условия.	1.6.5
ГОСТ 22729-84	Анализаторы жидкости ГСП. Общие технические условия.	1.1.4