

УТВЕРЖДАЮ

Директор ФБУ «Томский ЦСМ»

М.М. Чухланцева М.М. Чухланцева



05 2020 г.

Государственная система обеспечения единства измерений  
**Комплексы аналитические вольтамперометрические СТА**  
Методика поверки  
(с изменением № 1)

#### 4 Общие положения

Настоящая методика поверки предназначена для проведения первичной и периодической поверки комплексов аналитических вольтамперометрических СТА (далее - комплексы).

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

Настоящая методика поверки распространяется на комплексы, находящиеся в эксплуатации и вновь изготавливаемые.

Не предусмотрена возможность проведения поверки отдельных измерительных каналов и (или) отдельных автономных блоков из состава комплексов для меньшего числа измеряемых величин или на меньшем числе поддиапазонов измерений.

Межповерочный интервал - 1 год.

**(Измененная редакция, Изм. №1)**

##### 4.1 Операции поверки

4.1.1 При проведении поверки комплекса осуществляют операции, указанные в таблице 3. Поверку прекращают при получении отрицательных результатов любой из операций, указанных в таблице 3.

Таблица 3 – Операции при поверке

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Проведение операций при поверке	
		первичной	периодической
Внешний осмотр	4.7.1	Да	Да
Подтверждение соответствия программного обеспечения	4.7.2	Да	Да
Опробование	4.7.3	Да	Да
Проверка метрологических характеристик	4.7.4	Да	Да

##### 4.2 Средства поверки

4.2.1 При проведении поверки применяют основные и вспомогательные средства поверки, перечень которых приведён в таблице 4. Допускается применение средств поверки, не указанных в таблице 4, но обеспечивающих определение метрологических характеристик комплексов с требуемой точностью.

**(Измененная редакция, Изм. №1)**

4.2.2 Средства измерений и стандартные образцы, применяемые при поверке, должны быть внесены в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений и иметь действующие свидетельства о поверке и (или) знаки поверки.

Таблица 4 – Основные и вспомогательные средства поверки

Наименование средства поверки	Основные метрологические характеристики	
	диапазон измерений, номинальное значение	погрешность, класс точности
Стандартный образец состава раствора ионов кадмия ГСО 7874-2000	аттестованное значение (массовая концентрация ионов кадмия) 1 мг/см <sup>3</sup>	$\delta = \pm 1,0 \%$

Таблица 4 – Основные и вспомогательные средства поверки

Наименование средства поверки	Основные метрологические характеристики	
	диапазон измерений, номинальное значение	погрешность, класс точности
Дозатор пипеточный одноканальный	диапазон объема дозирования от 10 до 100 мкл	пределы допускаемой систематической составляющей основной относительной погрешности $\pm 2,5\%$ ; пределы допускаемого СКО случайной составляющей относительной погрешности $\pm 3,0\%$
Дозатор пипеточный одноканальный	диапазон объема дозирования от 100 до 1000 мкл	пределы допускаемой систематической составляющей основной относительной погрешности $\pm 1,5\%$ ; пределы допускаемого СКО случайной составляющей относительной погрешности $\pm 2,0\%$
Наконечники для дозатора (пипетки)	номинальная вместимость 100 мкл, 1000 мкл	–
Колбы мерные по ГОСТ 1770-74	номинальная вместимость 25, 50, 100, 1000 см <sup>3</sup>	КТ 2 2-25-2, 2-50-2, 2-100-2, 2-1000-2
Термогигрометр ИВА-6А-Д	температуры от минус 20 до плюс 60 °С	$\Delta = \pm 0,3\text{ °С}$
	относительной влажности от 0 до 90 %	$\Delta = \pm 2\%$
	атмосферного давления от 70 до 110 кПа	$\Delta = \pm 2,5\text{ кПа}$
Вода для лабораторного анализа. Степень чистоты 2	ГОСТ Р 52501-2005	
Ртуть металлическая	ГОСТ 4658-73	
Кислота муравьиная	ГОСТ 5848-73	
Калий хлористый (хлорид калия)	ГОСТ 4234-77	
Кислота соляная	ГОСТ 3118-77	
IBM-совместимый персональный компьютер (далее – ПК)	операционная система Windows с предустановленным программным обеспечением «Анализатор СТА» версии не ниже 2.0.1.871	
Примечание – В таблице приняты следующие обозначения: $\Delta$ и $\delta$ – абсолютная и относительная погрешности соответственно, КТ - класс точности, СКО – стандартное отклонение		

(Измененная редакция, Изм. №1)

### 4.3 Требования к квалификации поверителей

4.3.1 Поверка комплекса должна выполняться специалистами, аттестованными в установленном порядке и освоившими работу с комплексом, изучившими настоящую



методику поверки, эксплуатационную документацию на комплекс, используемые средства измерений и вспомогательные устройства.

#### **4.4 Требования безопасности**

4.4.1 При проведении поверки комплекса необходимо соблюдать требования безопасности, установленные в разделе 3.2 настоящего руководства по эксплуатации и эксплуатационной документации на средства поверки.

#### **4.5 Условия поверки**

4.5.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С от плюс 15 до плюс 35;
- относительная влажность воздуха, % от 30 до 80;
- атмосферное давление, кПа от 84,0 до 106,7;
- напряжение питающей сети, В от 198 до 242;
- частота питающей сети, Гц от 49 до 51.

#### **4.6 Подготовка к поверке**

4.6.1 На поверку представляют следующие документы:

- Комплекс аналитический вольтамперометрический СТА. Руководство по эксплуатации. ИТММ 2.848.001 РЭ;
- Комплекс аналитический вольтамперометрический СТА. Паспорт. ИТММ 2.848.001 ПС;
- Программное обеспечение комплекса СТА «Анализатор СТА». Руководство пользователя (далее руководство пользователя);
- свидетельство о предыдущей поверке комплекса (при выполнении периодической поверки);
- эксплуатационную документацию на средства поверки.

4.6.2 Перед выполнением операций поверки комплекса необходимо изучить настоящую методику поверки, эксплуатационную документацию на поверяемый комплекс.

4.6.3 Непосредственно перед проведением поверки комплекса необходимо подготовить средства поверки к работе в соответствии с их эксплуатационной документацией.

4.6.4 Подключают комплекс к ПК при помощи интерфейсного кабеля USB-B М USB-A М. Включают ПК с установленным программным обеспечением (ПО) «Анализатор СТА» и запускают ПО «Анализатор СТА».

#### **4.7 Проведение поверки**

##### **4.7.1 Внешний осмотр**

При внешнем осмотре комплекса устанавливают:

- соответствие внешнего вида и комплектности комплекса эксплуатационной документации;
- наличие и четкость маркировки;
- отсутствие загрязнений, механических повреждений, дефектов, ухудшающих внешний вид и влияющих на работоспособность комплекса, приводящих к нарушению требований безопасности, производственной санитарии и охраны окружающей среды.

Результаты проверки положительные, если выполняются все вышеперечисленные требования. При оперативном устранении недостатков, замеченных при внешнем осмотре, поверка комплекса продолжается.

##### **4.7.2 Подтверждение соответствия программного обеспечения**

4.7.2.1 Программное обеспечение комплекса состоит из встроенного ПО и автономного ПО «Анализатор СТА», предназначенного для измерений аналитического

сигнала и вычисления массовой концентрации определяемых ионов и веществ, управления работой комплекса.

4.7.2.2 Метрологические характеристики комплекса нормированы с учетом влияния ПО. Всё программное обеспечение является метрологически значимым. К идентификационным данным автономного ПО комплекса относится идентификационное наименование (Анализатор СТА) и номер версии (не ниже 2.0.1.871).

4.7.2.3 Проверку соответствия идентификационных данных автономного ПО проводят после запуска ПО «Анализатор СТА» сравнением значений, отображаемых в окне «О программе» при выборе соответствующего пункта меню «Помощь» (рисунок 5), и приведенных в 4.7.2.2 настоящей методики поверки.

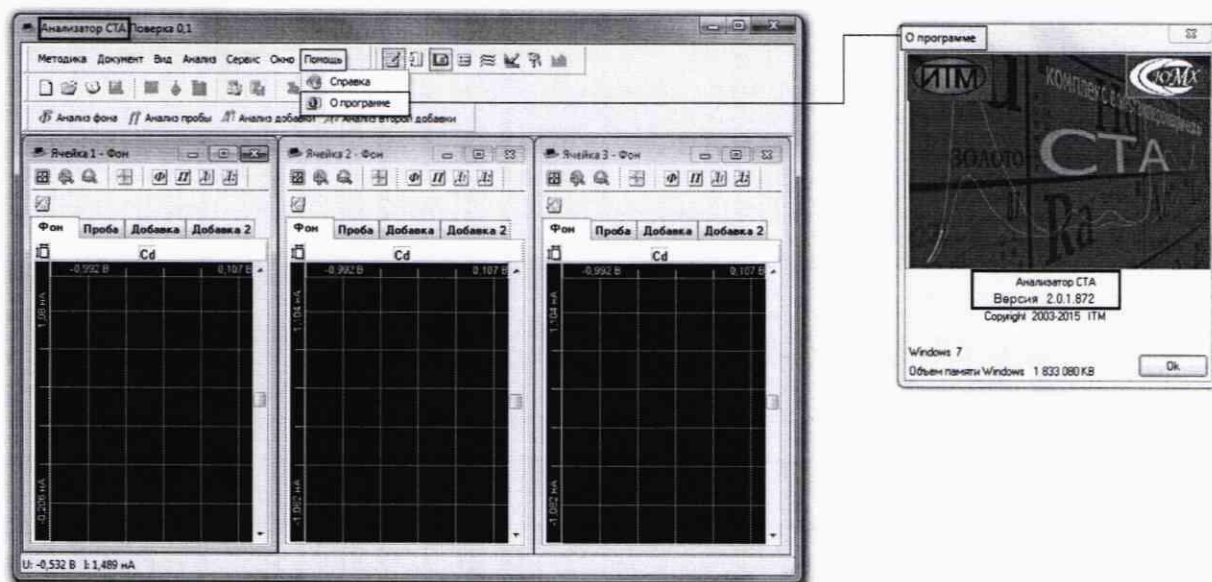


Рисунок 5 - Проверка соответствия идентификационных данных автономного ПО

Результаты проверки положительные, если идентификационные данные автономного ПО «Анализатор СТА» соответствуют описанию типа и 4.7.2.2 настоящей методики поверки.

4.7.2.4 Проверка защиты встроенного программного обеспечения от преднамеренных и непреднамеренных изменений

Встроенное ПО комплекса конструктивно защищено от преднамеренных и непреднамеренных изменений. Проверку защиты проводят визуально проверкой наличия и целостности наклейки предприятия-изготовителя на комплексе в зависимости от модификации:

– для модификации СТА-М: на правом винте задней панели единого блока комплекса;

– для модификаций СТА-1, СТА-1-УФ, СТА-3, СТА-3-УФ: на правом винте задней панели измерительного блока и на винте нижней панели электронного блока.

Результаты проверки положительные, если на корпусе комплекса имеется наклейка предприятия-изготовителя и её целостность не нарушена.



**4.7.3 Опробование**

4.7.3.1 При опробовании устанавливают работоспособность комплекса и наличие информационного обмена.

**(Измененная редакция, Изм. №1)**

**4.7.3.2 (Исключено, Изм. №1)**

4.7.3.3 Запускают ПО «Анализатор СТА». При необходимости, в пункте «Параметры» меню «Сервис», вкладка «Подключение прибора», устанавливают вид подключаемых к ПК устройств и параметры порта связи (в соответствии с документом «Программное обеспечение комплекса СТА «Анализатор СТА». Руководство пользователя»).

4.7.3.4 Нажимают клавишу F3 (редактировать методику): в разделе «Трасса» необходимо установить следующие параметры этапов, (рисунок 6):

- этап «Обработка электродов»: время 10 с, потенциал плюс 0,100 В, -1,000, включено УФО;
- этап «Очистка электрода»: время 10 с, потенциал плюс 0,100 В, включена подача газа;
- этап «Накопление»: время 10 с, потенциал плюс 1,000 В, включено перемешивание;
- этап «Успокоение»: время 10 с, потенциал минус 1,000 В;
- этап «Развертка»: скорость 100 мВ/с и потенциал от минус 1,000 до плюс 1,000 В.

	Время, с	Потенциал, В	УФО	ГАЗ	Мешалка	Скорость
<input type="checkbox"/> Подготовка раствора	300	0,100	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	
<input type="checkbox"/> Обработка раствора	10	0,100	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	
<input checked="" type="checkbox"/> Обработка электрода	10	0,100 ... -1,000	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	0
<input checked="" type="checkbox"/> Очистка электрода	10	0,100	<input type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	
<input checked="" type="checkbox"/> Накопление	10	1,000	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>	0
<input checked="" type="checkbox"/> Успокоение	10	-1,000				
<input checked="" type="checkbox"/> Развертка	100 мВ/с	-1,000 1,000				

Рисунок 6 – этапы раздела «Трасса»

Включить анализатор СТА. К электрохимической ячейке не подключать электроды и не устанавливать стаканчики.

**(Измененная редакция, Изм. №1)**

4.7.3.5 В ПО нажимают на кнопку «Анализ фона». При наличии информационного обмена комплекса с ПК в ПО «Анализатор СТА» должна появиться информация о прохождении этапов (название этапа и оставшееся время этапа). По окончании этапа «Развертка» на экране монитора ПК должны появиться вольтамперограммы.

**(Измененная редакция, Изм. №1)**

## 4.7.3.6 Результаты проверки положительные, если:

- осуществляется информационный обмен комплекса с ПК: в окнах ПО «Анализатор СТА» отображается выполнение всех этапов анализа;
- при выполнении этапов: «Обработка электродов» - включается лампа УФО (при наличии функции ультрафиолетового облучения); «Очистка электродов» - включается клапан подачи газа; «Накопление» - включается механизм перемешивания (в виде покачивания электродов).

**(Измененная редакция, Изм. №1)****4.7.4 Проверка метрологических характеристик**

Определение относительной погрешности измерений массовой концентрации ионов кадмия проводят в диапазоне от 0,001 до 1,000 мг/дм<sup>3</sup> путем анализа контрольных растворов методом инверсионной вольтамперометрии.

Контрольные растворы (далее - КР) готовят путем внесения добавок аттестованной смеси ионов кадмия в электрохимические ячейки комплекса непосредственно перед проведением измерений. Массовые концентрации КР приведены в таблице 5.

За относительную погрешность комплекса в диапазоне измерений от 0,001 до 1,000 мг/дм<sup>3</sup> принимают максимальную действительную относительную погрешность результатов измерений массовой концентрации ионов кадмия. Пределы допускаемой абсолютной и относительной погрешности измерений массовой концентрации ионов кадмия в КР приведены в таблице 5.

Таблица 5 – Концентрация ионов кадмия в контрольных растворах

Номер КР	Концентрация ионов кадмия, С, мг/дм <sup>3</sup>	Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений массовой концентрации ионов кадмия в КР, Δ <sub>и</sub> , мг/дм <sup>3</sup>	Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой концентрации ионов кадмия в КР, δ, %
КР-1	0,0010	±0,0003	±30
КР-2	0,010	±0,003	
КР-3	0,10	±0,03	
КР-4	1,0	±0,3	

Определение относительной погрешности измерений массовой концентрации ионов кадмия проводят выполнением следующих операций:

- 1) подготовка вспомогательных растворов и электродов;
- 2) приготовление аттестованных смесей ионов кадмия;
- 3) подготовка комплекса к проведению измерений;
- 4) анализ фонового раствора;
- 5) анализ контрольного раствора в режиме измерений «Проба»;
- 6) анализ контрольного раствора в режиме измерений «Добавка»;
- 7) получение результатов измерений массовой концентрации ионов кадмия;
- 8) определение относительной погрешности измерений массовой концентрации ионов кадмия.

## 4.7.4.1 Подготовка вспомогательных растворов и электродов

Вспомогательные и фоновые растворы готовят в соответствии 3.3.6.2 настоящего руководства по эксплуатации.

Рабочие электроды и хлорсеребряные электроды сравнения готовят в соответствии с 3.3.6.3 настоящего руководства по эксплуатации.

## 4.7.4.2 Приготовление аттестованных смесей ионов кадмия

Приготовление аттестованных смесей ионов кадмия проводят следующим образом:



- вносят аликвоту раствора ионов кадмия в соответствии с таблицей 6 при помощи пипетки мерной в колбу мерную вместимостью 50 см<sup>3</sup>;
- доводят объем раствора до метки водой для лабораторного анализа;
- помещают раствор аттестованной смеси в колбу с шлифованной пробкой;
- наносят на колбу маркировку с указанием кода аттестованной смеси, массовой концентрации ионов кадмия и даты приготовления;
- хранят аттестованную смесь при комнатной температуре не более срока, указанного в таблице 6.

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

При приготовлении АС соблюдают требования безопасности, установленные для работы с токсичными веществами ГОСТ 12.1.005-88.

Таблица 6

Раствор для приготовления АС, используемый в качестве исходного			Приготовленная АС		Срок хранения, не более
код АС	массовая концентрация ионов кадмия, мг/дм <sup>3</sup>	отбираемый объем (аликвота), см <sup>3</sup>	код АС	массовая концентрация ионов кадмия, мг/дм <sup>3</sup>	
ГС0	1000	5,0	АС-4	100,0	6 месяцев
ГС0	1000	0,5	АС-3	10,0	30 дней
АС-3	10,0	5,0	АС-2	1,0	14 дней
АС-2	1,0	5,0	АС-1	0,1	1 день

#### (Измененная редакция, Изм. №1)

##### 4.7.4.3 Подготовка комплекса к проведению измерений

При проверке комплекса модификаций СТА-М, СТА-3, СТА-3-УФ (с тремя электрохимическими ячейками) анализ каждого КР проводят параллельно в трех электрохимических ячейках одновременно, при проверке комплекса модификаций СТА-1, СТА-1-УФ (с одной электрохимической ячейкой) анализ каждого КР проводят последовательно не менее трех раз.

В меню «Методика» ПО «Анализатор СТА» выбирают «Открыть методику». В открывшемся окне последовательно выбирают папку «Проверка» и методику с обозначением, соответствующим массовой концентрации кадмия анализируемого КР, например для анализа КР-1 – «Проверка 0,001».

Рабочий электрод и электрод сравнения устанавливают в соответствующие гнезда комплекса (хлорсеребряные электроды сравнения – в гнезда «ХСЭ», рабочие ртутно-плёночные электроды – в гнезда «РЭ»).

В стаканчики кварцевые вводят фоновый раствор, в зависимости от модификации комплекса:

- для модификаций, оснащенных встроенным источником ультрафиолетового излучения, в каждый стаканчик при помощи пипетки мерной вводят свежеприготовленный фоновый раствор «1».

- для модификаций, не оснащенных встроенным источником ультрафиолетового излучения, в каждый стаканчик при помощи пипетки мерной вводят предварительно приготовленный фоновый раствор «2».

##### 4.7.4.4 Анализ фонового раствора

Анализ фонового раствора проводят с целью проверки электрохимических ячеек комплекса на чистоту в соответствии с руководством пользователя следующим образом:



- устанавливают стаканчики с фоновым раствором в ячейки комплекса;
- погружают электроды в фоновый раствор;
- опускают защитный светофильтр комплекса (при наличии встроенного источника ультрафиолетового излучения);
- на панели команд ПО «Анализатор СТА» нажимают кнопку «Анализ фона»;
- после регистрации трех воспроизводимых вольтамперных кривых (вольтамперограмм) фонового раствора останавливают процесс регистрации вольтамперограмм нажатием кнопки «Остановить опыт»;
- нажав кнопку «Средний по фону», усредняют полученные вольтамперограммы;
- визуально на усредненных вольтамперограммах фона проверяют отсутствие примесей определяемых ионов кадмия;
- фоновый раствор считают чистым и оставляют для проведения анализа КР, если отсутствуют «пики» кадмия на усредненных вольтамперограммах или их высота не превышает 0,1 мкА.

При наличии на усредненных вольтамперограммах фона «пиков» кадмия высотой более 0,1 мкА фоновый раствор считают непригодным для анализа КР, содержимое ячеек выливают, стаканчики и электроды промывают водой для лабораторного анализа, выполняют электрохимическую отмывку электрохимической ячейки (меню «Методика» → «Открыть методику» → «Поверка» → «Отмывка ТМ»).

Повторяют операции по 4.7.4.4 настоящей методики поверки до тех пор, пока фоновый раствора не будет признан пригодным для проведения анализа КР.

#### **(Измененная редакция, Изм. №1)**

##### **4.7.4.5 Анализ контрольного раствора в режиме измерений «Проба»**

Анализ контрольных растворов целесообразно проводить, начиная с анализа КР с меньшей концентрацией (КР-1).

В каждую электрохимическую ячейку с фоновым раствором, признанным пригодным по 4.7.4.4, добавляют при помощи дозатора 0,1 см<sup>3</sup> раствора АС, для получения требуемой концентрации КР в соответствии с таблицей 5. Для приготовления КР-1 в фоновый раствор добавляют 0,1 см<sup>3</sup> раствора АС-1; для получения КР-2, КР-3, КР-4 – 0,1 см<sup>3</sup> растворов АС-2, АС-3 и АС-4 соответственно.

Анализ контрольного раствора в режиме измерений «Проба» в соответствии с руководством пользователя проводят следующим образом:

- опускают защитный светофильтр комплекса (при наличии встроенного источника ультрафиолетового излучения);
- на панели команд ПО «Анализатор СТА» нажимают кнопку «Анализ пробы»;
- после регистрации трех воспроизводимых вольтамперных кривых (вольтамперограмм) фонового раствора останавливают процесс регистрации вольтамперограмм нажатием кнопки «Остановить опыт»;
- усредняют полученные вольтамперограммы нажатием на кнопку «Средний по пробе».

##### **4.7.4.6 Анализ контрольного раствора в режиме измерений «Добавка»**

В каждую электрохимическую ячейку с раствором пробы, добавляют при помощи дозатора 0,1 см<sup>3</sup> раствора АС (вводят добавку). Для получения пробы с добавкой в КР-1 добавляют 0,1 см<sup>3</sup> раствора АС-1; для получения проб с добавкой в КР-2, КР-3 и КР-4, добавляют 0,1 см<sup>3</sup> растворов АС-2, АС-3 и АС-4 соответственно.

Анализ контрольного раствора в режиме измерений «Добавка» в соответствии с руководством пользователя проводят следующим образом:

- опускают защитный светофильтр комплекса (при наличии встроенного источника ультрафиолетового излучения);
- на панели команд ПО «Анализатор СТА» нажимают кнопку «Анализ добавки»;

- после регистрации трех воспроизводимых вольтамперных кривых (вольтамперограмм) фоновый раствор останавливают процесс регистрации вольтамперограмм нажатием кнопки «Остановить опыт»;
- усредняют полученные вольтамперограммы нажатием на кнопку «Средний по 1-й добавке»;
- выливают содержимое стаканчиков.

#### 4.7.4.7 Получение результатов измерений массовой концентрации ионов кадмия

Результаты измерений массовой концентрации ионов кадмия получают в ПО «Анализатор СТА». Для получения результатов измерений массовой концентрации ионов кадмия в КР выполняют следующие операции:

- в ПО «Анализатор СТА» в соответствии с руководством пользователя вызывают окно «Количество»;
- вводят в одноименные поля для ввода значения параметров в зависимости от номера КР в соответствии с таблицей 7.

Таблица 7 - Параметры расчёта массовой концентрации ионов кадмия в КР

Контрольный раствор	КР-1	КР-2	КР-3	КР-4
Объем пробы, см <sup>3</sup>	10,0	10,0	10,0	10,0
Объем минерализата, см <sup>3</sup>	10,0	10,0	10,0	10,0
Объем аликвоты, см <sup>3</sup>	10,0	10,0	10,0	10,0
Объем добавки, см <sup>3</sup>	0,1	0,1	0,1	0,1
Концентрация добавки АС, мг/дм <sup>3</sup>	0,1	1,0	10,0	100,0

- нажатием кнопки «Применить для всех», распространяют введённые значения на все электрохимические ячейки;
- нажимают на кнопку «Ок»;
- вызывают окно «Результаты анализа» в соответствии с руководством пользователя;
- заносят в таблицу по форме таблицы 8 результаты измерений концентрации  $X_i$ , мг/дм<sup>3</sup>.

Примечание – при проведении измерений массовой концентрации ионов кадмия на комплексе модификаций СТА-М, СТА-3, СТА-3-УФ (с тремя электрохимическими ячейками),  $l$  – соответствует номеру электрохимической ячейки, при проведении измерений массовой концентрации ионов кадмия на комплексе модификаций СТА-1, СТА-1-УФ (с одной электрохимической ячейкой),  $l$  – соответствует номеру последовательного анализа.

Таблица 8

Определяемый ион	Напряжение электропитания сети, U, В	Введено С, мг/дм <sup>3</sup>	Найдено $X_i$ , мг/дм <sup>3</sup>				S, мг/дм <sup>3</sup>	$\Delta$ , мг/дм <sup>3</sup>	$ X_{\text{ср}} - C $ , мг/дм <sup>3</sup>	Действительная погрешность $\delta$ , %
			$X_1$	$X_2$	$X_3$	$X_{\text{ср}}$				
Кадмий		0,0010								
		0,010								
		0,10								
		1,0								

#### 4.7.4.8 Определение относительной погрешности измерений массовой концентрации ионов кадмия

Определение относительной погрешности измерений массовой концентрации ионов кадмия проводят следующим образом



– рассчитывают средние значения массовой концентрации ионов кадмия в КР по формуле

$$X_{cp} = \frac{\sum_{l=1}^L X_l}{L}, \quad (1)$$

где  $X_{cp}$  - среднее значение результатов измерений массовой концентрации ионов кадмия в КР, мг/дм<sup>3</sup>;

$L$  - число измерений.

– считают результаты поверки по концентрации ионов кадмия в КР удовлетворительными, если выполняется условие:

$$|X_{cp} - C| \leq \Delta_n, \quad (2)$$

где  $C$  – значение массовой концентрации ионов кадмия в КР согласно таблице 5, мг/дм<sup>3</sup>;  
 $\Delta_n$  – пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений массовой концентрации ионов кадмия в КР в соответствии с таблицей 5, мг/дм<sup>3</sup>.

При невыполнении условия (2) проверку останавливают, содержимое ячеек выливают, стаканчики и электроды промывают водой для лабораторного анализа, выполняют электрохимическую отмывку электрохимической ячейки (меню «Методика» → «Открыть методику» → «Поверка» → «Отмывка ТМ»). Повторяют операции 4.7.4.4 – 4.7.4.8.

– рассчитывают стандартное отклонение (СКО) случайной составляющей погрешности результатов измерений массовой концентрации ионов кадмия в КР для выборки из  $L$  измерений по формуле

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{l=1}^L (x_l - x_{cp})^2}{L-1}}, \quad (3)$$

– осуществляют переход к генеральной совокупности по всем результатам анализа и рассчитывают абсолютную погрешность измерений концентрации ионов кадмия по формуле

$$\Delta = \frac{t \cdot S}{\sqrt{L}}, \quad (4)$$

где  $t$  – коэффициент Стьюдента (при  $L = 3$  и доверительной вероятности 0,95  $t = 4,303$ ).

– рассчитывают действительное значение относительной погрешности измерений массовой концентрации ионов кадмия по формуле

$$\delta = \frac{\Delta}{X_{cp}} \cdot 100\%, \quad (5)$$

– результаты расчётов (1) – (5) заносят в таблицу по форме таблицы 8.

**(Измененная редакция, Изм. №1)**

4.7.4.8 Округление при обработке результатов измерений выполняют в соответствии с ПМГ 96-2009 «ГСИ. Результаты и характеристики качества измерений. Формы представления».

4.7.4.9 Сравнивают значения действительной относительной погрешности результатов измерений массовой концентрации ионов кадмия в диапазоне измерений от 0,001 до 1,000 мг/дм<sup>3</sup> с пределами допускаемой относительной погрешности измерений массовой концентрации ионов кадмия, указанной в таблице 5.

Результаты проверки положительные, если действительная относительная погрешность результатов измерений массовой концентрации ионов кадмия в каждом КР не превышает пределов допускаемой относительной погрешности измерений массовой концентрации ионов кадмия, указанной в таблице 5.

#### **4.8 Оформление результатов поверки**

4.8.1 Результаты поверки оформляют протоколом произвольной формы.

4.8.2 При положительных результатах поверки комплекса оформляют свидетельство о поверке установленной формы. Знак поверки наносят на свидетельство о поверке и на корпуса (единого или измерительного блока) комплекса. В паспорте на комплекс делают запись с указанием даты и подписи лица, проводившего поверку.

**(Измененная редакция, Изм. №1)**

#### **4.8.3 (Исключено, Изм. №1)**

4.8.4 При отрицательных результатах поверки комплекс к эксплуатации не допускается и выписывается извещение о непригодности.

**(Измененная редакция, Изм. №1)**