



**ИНМАРКОН**  
**КОРПОРАЦИЯ**

454020, г. Челябинск,  
ул. Верхнеуральская, д.18, пом.2

[catalog-inmarkon.ru](http://catalog-inmarkon.ru)

[zakaz@inmarkon.ru](mailto:zakaz@inmarkon.ru)

ОГРН 1027403864960  
ИНН 7453057600

Тел.: +7 (351) 72-994-72  
Whatsapp/Viber/Tg: +7-908-583-25-96

**ПОСОБИЕ ПО ОСВОЕНИЮ**

**МЕТОДА ИНВЕРСИОННОЙ ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИИ**

**И РАБОТЫ**

**НА ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИЧЕСКОМ АНАЛИЗАТОРЕ TA-Lab**



## СОДЕРЖАНИЕ

КАК ОРГАНИЗОВАТЬ САМООБУЧЕНИЕ РАБОТЕ НА АНАЛИЗАТОРЕ TA-Lab.....	3
1 ОСНОВЫ МЕТОДА ИНВЕРСИОННОЙ ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИИ.....	3
1.1 Метод инверсионной вольтамперометрии.....	3
1.2 Вольтамперометрические анализаторы .....	5
1.3 Рабочие электроды .....	6
1.4 Расчет концентрации определяемого элемента .....	9
1.5 Факторы, влияющие на результат анализа.....	12
1.6 Факторы, влияющие на аналитический сигнал.....	13
1.7 Чистота электрохимической ячейки и реактивов .....	19
1.8 Литература по вольтамперометрическому методу анализа .....	20
2 ПОДГОТОВКА РЕАКТИВОВ, МАТЕРИАЛОВ, ПОСУДЫ .....	21
3 ПОДКЛЮЧЕНИЕ АНАЛИЗАТОРА И УСТАНОВКА ПРОГРАММНОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ .....	24
3.2 Органы управления и индикации анализатора.....	24
3.3 Включение анализатора .....	25
3.4 Установка и запуск программного обеспечения .....	25
4 ПОДГОТОВКА ЭЛЕКТРОДОВ.....	25
4.1 Подготовка хлорсеребряных электродов (ХСЭ).....	25
4.2 Подготовка амальгамных электродов .....	27
5 ПРОВЕРКА РАБОТЫ ЭЛЕКТРОДОВ МЕТОДОМ «ВВЕДЕНО-НАЙДЕНО» ПРИ ОПРЕДЕЛЕНИИ КАДМИЯ И СВИНЦА.....	31
5.5 Подготовка анализатора к выполнению измерений .....	32
5.6 Отмывка электрохимических ячеек .....	33
5.7 Регистрация вольтамперограмм фона (проверка на чистоту) .....	34
5.8 Разметка вольтамперограмм фона .....	36
5.9 Анализ вольтамперограмм фона .....	41
5.10 Регистрация вольтамперограмм пробы .....	42
5.11 Разметка вольтамперограмм пробы.....	43
5.12 Анализ вольтамперограмм пробы .....	47
5.13 Регистрация вольтамперограмм добавки .....	48
5.14 Анализ результатов проверки работы электродов .....	51
6 ПРОВЕРКА РАБОТЫ ЭЛЕКТРОДОВ МЕТОДОМ «ВВЕДЕНО-НАЙДЕНО» ПРИ ОПРЕДЕЛЕНИИ ЦИНКА, КАДМИЯ, СВИНЦА И МЕДИ .....	53
6.3 Подготовка к выполнению измерений .....	53
6.4 Отмывка электрохимических ячеек .....	55
6.5 Регистрация вольтамперограмм фона (проверка на чистоту) .....	55
6.6 Разметка вольтамперограмм фона .....	58
6.7 Анализ результатов проверки фонового раствора на чистоту .....	63
6.8 Регистрация вольтамперограмм пробы .....	65
6.9 Разметка вольтамперограмм пробы.....	67
6.10 Анализ вольтамперограмм пробы .....	74
6.11 Регистрация вольтамперограмм добавки .....	75
6.12 Анализ отрицательных результатов проверки работы электродов .....	79
ПРИЛОЖЕНИЕ А. ОСНОВНЫЕ ОПЕРАЦИИ ПРОГРАММЫ TALAB.....	81
ПРИЛОЖЕНИЕ Б. АНАЛИЗ РЕЗУЛЬТАТОВ ПРОВЕРКИ ФОНОВОГО РАСТВОРА НА ЧИСТОТУ .....	86
ПРИЛОЖЕНИЕ В. АНАЛИЗ НЕУДОВЛЕТВОРИТЕЛЬНЫХ РЕЗУЛЬТАТОВ РЕГИСТРАЦИИ ВОЛЬТАМПЕРОГРАММ ПРОБЫ ПРИ ПРОВЕРКЕ РАБОТЫ ЭЛЕКТРОДОВ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ КАДМИЯ И СВИНЦА.....	87
ПРИЛОЖЕНИЕ Г. ВОЗМОЖНЫЕ ПРИЧИНЫ ОТРИЦАТЕЛЬНЫХ РЕЗУЛЬТАТОВ ПРОВЕРКИ РАБОТЫ ЭЛЕКТРОДОВ ПРИ ОПРЕДЕЛЕНИИ КАДМИЯ И СВИНЦА.....	91
ПРИЛОЖЕНИЕ Д. АНАЛИЗ РЕЗУЛЬТАТОВ НЕУДОВЛЕТВОРИТЕЛЬНОЙ РЕГИСТРАЦИИ ПИКОВ ЦИНКА, КАДМИЯ, СВИНЦА И МЕДИ.....	94
ПРИЛОЖЕНИЕ Е. ВОЗМОЖНЫЕ НЕИСПРАВНОСТИ И ИХ ПРИЧИНЫ ПРИ ОПРЕДЕЛЕНИИ КАДМИЯ, СВИНЦА, МЕДИ И ЦИНКА .....	96

## Как организовать самообучение работе на анализаторе TA-Lab

Начинать освоение анализатора лучше всего с освоения методики определения кадмия и свинца в пищевых продуктах или с методики определения цинка, кадмия, свинца и меди в воде. Для этого на первом этапе предлагаем Вам освоить процедуру проверки работы электродов методом «введено-найдено» при определении кадмия и свинца, используя методику МУ № 31-03/04 «Методика выполнения измерений массовой концентрации цинка, кадмия, свинца и меди в водах питьевых, природных и сточных методом инверсионной вольтамперометрии на анализаторах типа ТА» (или, если анализ воды в Вашей лаборатории не проводится, МУ № 31-04/04 «Методика выполнения измерений массовой концентрации цинка, кадмия, свинца и меди в пищевых продуктах, продовольственном сырье, кормах и продуктах их переработки методом инверсионной вольтамперометрии на анализаторах типа ТА»), а также приложение к данной методике, в котором более подробно описана процедура анализа.

Обучение работе на анализаторе TA-Lab предлагаем Вам проходить поэтапно в соответствии с таблицей 1. Переходить к следующему этапу рекомендуем только после выполнения и полного освоения операций предыдущего этапа. К анализу проб приступайте после полного освоения процедуры проверки работы электродов методом «введено-найдено».

Таблица 1

№ п/п	Этап обучения	Прочитать
1	Знакомство с основами метода инверсионной вольтамперометрии.	П.1 настоящего пособия.
2	Организация рабочего места, подготовка реактивов, материалов, посуды.	Пункты 2, 7.1, 7.2 прописи методики анализа; п.2 настоящего пособия.
3	Подключение анализатора.	Руководство по эксплуатации вольтамперометрического анализатора TA- Lab; п.3 настоящего пособия.
4	Установка программного обеспечения.	П.3 настоящего пособия.
5	Изучение основных функций программы TALab.	П.4 настоящего пособия.
6	Освоение процедуры разметки вольтамперограмм (выделения аналитического сигнала).	П.5 настоящего пособия
7	Подготовка электродов.	П.6 настоящего пособия.
8	Освоение процедуры «Проверка работы электродов».	Пропись методики анализа (п.7.9); приложение к прописи методики анализа (п.5); п.п.7, 8 настоящего пособия
9	Проверка стаканчиков на чистоту.	Пропись методики анализа (п.7.8); приложение к прописи методики анализа (п.4).
10	Освоение процедуры анализа проб.	Пропись методики анализа (п. 8); приложение к прописи методики анализа (п.7)

## 1 Основы метода инверсионной вольтамперометрии

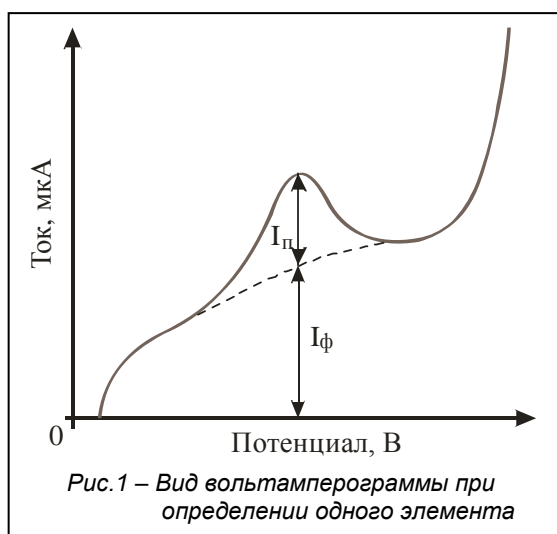
### 1.1 Метод инверсионной вольтамперометрии

Метод инверсионной вольтамперометрии (ИВ) относится к электрохимическим методам анализа. В их основе лежит процесс электролиза - химической реакции, протекающей под действием электрического тока на электродах, помещенных в анализируемый раствор. Электролиз, по сравнению с обычными химическими процессами, позволяет проводить окислительно-восстановительные реакции с более высоким выходом и более высокой селективностью. Благодаря этому электрохимические методы позволяют проводить определение элементов, присутствующих в растворе на уровне мкг/л и ниже. Аналитическим сигналом в электрохимических методах может служить любой электрический параметр, зависящий от концентрации анализируемого раствора и поддающийся правильному измерению.

Измеряемым параметром в методе ИВ является ток. При этом ток измеряют в зависимости от напряжения (потенциала), приложенного к электродам электрохимической ячейки. Для проведения анализа методом ИВ в электрохимическую ячейку наливают раствор, содержащий определяемое вещество или несколько определяемых веществ. Для уменьшения сопротивления раствора в него добавляют индифферентный электролит, называемый фоновым электролитом. Опускают в раствор электроды – рабочий электрод и электрод сравнения - и проводят регистрацию аналитического сигнала, которую условно можно разделить на четыре стадии:

- подготовка электродов и раствора к регистрации вольтамперограмм;
- концентрирование (накопление) определяемого вещества на поверхности рабочего электрода при заданном потенциале электрода;
- регистрация тока растворения концентрата определяемого вещества при изменении потенциала рабочего электрода;
- расшифровка полученной зависимости тока от потенциала.

*Регистрируемая зависимость тока от потенциала, приложенного к электродам электрохимической ячейки, называется вольтамперограммой или вольтамперной кривой (рис.1).*



Ток, вызванный электрорастворением концентрата определяемого элемента с поверхности электрода, на вольтамперограмме имеет вид пика. Положение пика на оси потенциалов, т.е. потенциал пика, характеризует природу определяемого вещества, а высота и площадь зависят от его концентрации в растворе. Таким образом, вольтамперограмма позволяет одновременно получить качественную и количественную информацию о веществах, присутствующих в анализируемом растворе.

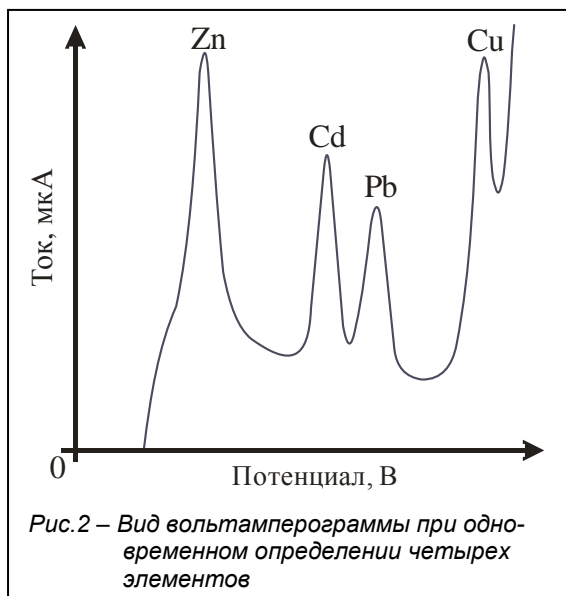
Расшифровать вольтамперограмму или разметить вольтамперограмму – значит выделить на вольтамперограмме пик тока, который может служить аналитическим сигналом, т.е. может охарактеризовать природу определяемого элемента и его концентрацию в растворе электрохимической ячейки.

Ток на вольтамперограмме (рис.1) складывается из фонового тока  $I_{\text{ф}}$  и тока электрорастворения концентрата определяемого элемента с поверхности электрода – тока пика  $I_{\text{п}}$ . Если в анализируемом растворе отсутствует определяемый элемент, то на вольтамперограмме пик регистрироваться не будет и вольтамперограмма будет представлять собой зависимость фонового тока от приложенного к электродам потенциала. Фоновый ток называют остаточным током. Он определяется электрохимическими процессами, не связанными с растворением концентрата определяемого элемента. Поэтому остаточный ток можно представить как вольтамперограмму анализируемого раствора при отсутствии в нем определяемого элемента или как вольтамперограмму фонового раствора.

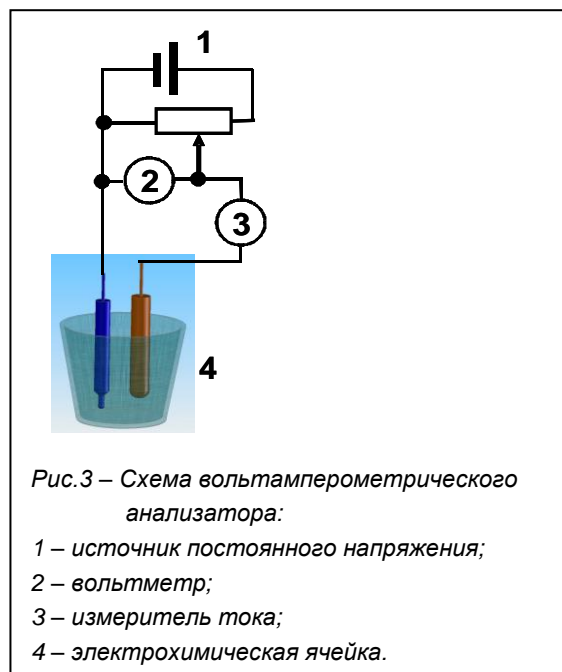
*Фоновым раствором считают раствор фонового электролита определенной концентрации, не содержащий определяемого элемента.*

Концентрацию фонового электролита в фоновом растворе и в растворе анализируемой пробы поддерживают примерно одинаковой. Фоновый раствор называют фоном, вольтамперограмму фонового раствора – вольтамперограммой фона.

Для измерения тока пика (высоты пика) вольтамперограмму размечают: под пиком проводят линию остаточного тока, которая должна в идеальном случае воспроизводить вольтамперограмму фона. На рис.1 остаточный ток выделен пунктирной линией. Именно ток пика, измеренный от линии остаточного тока, пропорционален концентрации определяемого элемента и является аналитическим сигналом в методе ИВ. Так как концентрация определяемых элементов очень мала, то и ток пика электрорастворения маленький и измеряется в микроамперах (мкА) или наноамперах (нА).



вольтамперометрическими анализаторами. Достоинства и недостатки вольтамперометрических методик анализа сильно зависят от качества и возможностей используемого анализатора. Это и чувствительность, и погрешность, и простота выполнения анализа.



изготовителей, проспектах и буклетах различных выставочных мероприятий, в международной компьютерной сети Интернет. Большинство анализаторов управляется программным способом с помощью персонального компьютера. Это позволяет автоматизировать настройку приборов и анализ, гибко и оперативно расширять функциональные возможности приборов и улучшать параметры как уже находящихся в эксплуатации, так и новых приборов. Вольтамперометрический анализатор может иметь одну электрохимическую ячейку или несколько, как анализаторы, представленные на рис.4 и рис.5. Также в состав анализаторов могут входить дополнительные устройства для обработки анализируемого раствора: источник ультрафиолетового излучения (УФ-лампа), система для подачи инертного газа в ячейку, система для подачи озона в ячейку.

Основным элементом вольтамперометрического анализатора является электрохимическая ячейка, состоящая из стаканчика с раствором анализируемой пробы и системы электродов. В систему электродов обязательно входят электрод сравнения и рабочий электрод. Рабочий электрод иногда называют индикаторным электродом и именно на его поверхности концентрируют определяемый элемент. Электрод сравнения может выполнять две функции: служить для подачи потенциала на рабочий

Вольтамперограмма содержит один пик, если на рабочем электроде концентрируют один элемент (рис.1). Если подобраны условия одновременного накопления на рабочем электроде нескольких элементов, то вольтамперограмма может содержать два, три, четыре пика, соответствующие последовательному электрорастворению концентратов определяемых элементов (рис.2). При этом возможно одновременное определение концентрации всех элементов, пики которых регистрируются на вольтамперограмме. Наиболее распространенным примером совместного определения элементов является одновременное определение концентрации цинка, кадмия, свинца и меди.

## 1.2 Вольтамперометрические анализаторы

Метод ИВ является инструментальным методом. Приборы для проведения анализа вольтамперометрическими методами называются полярографами или вольтамперометрическими анализаторами.

На рис.3 представлена простейшая схема вольтамперометрического анализатора. Важной частью анализатора является электрохимическая ячейка. В состав ячейки входят стаканчик, в который наливается раствор анализируемой пробы, рабочий электрод, на котором происходит концентрирование определяемого элемента, и электрод сравнения, относительно потенциала которого задается потенциал рабочего электрода.

Подача потенциала на электрод осуществляется с помощью источника постоянного напряжения; для измерения тока и потенциала служат вольтметр и измеритель тока. Схема достаточно проста, но требования к чувствительности измерения, необходимость компенсации помех, автоматизация и компьютеризация анализа значительно усложняют вольтамперометрические анализаторы.

На российском рынке аналитического оборудования представлено порядка десяти видов вольтамперометрических анализаторов, как правило, со своими электродами, программным и методическим обеспечением. Информацию о них можно найти в каталогах фирм-

электрод и служить точкой отсчета потенциала рабочего электрода (величина подаваемого на рабочий электрод потенциала задается относительно потенциала электрода сравнения). Так как потенциал рабочего электрода при этом сравнивается с потенциалом электрода сравнения, отсюда и его название – электрод сравнения. Если в состав электрохимической ячейки входят два электрода, ячейка считается двухэлектродной.



Рис.4 – Вольтамперометрический анализатор ABC-1.1 с одной электрохимической ячейкой (НТФ «Вольта», г.Санкт-Петербург)



Рис.5 – Вольтамперометрический анализатор TA-Lab с тремя электрохимическими ячейками (НПП «Томьаналит», г.Томск)

Иногда функцию подачи потенциала на рабочий электрод выполняет дополнительно вводимый в ячейку вспомогательный электрод. В этом случае электродная система состоит из трех электродов, и ячейка называется трехэлектродной. Трехэлектродная ячейка чаще всего используется при определении элементов, пики которых регистрируются при достаточно отрицательных потенциалах: марганца, цинка, кадмия, когда через электроды протекает относительно большой ток.



Рис.6 – Хлорсеребряный электрод (ХСЭ): а) схема электрода; б) вид электрода и электродного колпачка

В качестве электрода сравнения наиболее часто применяют хлорсеребряный электрод (ХСЭ). Схема ХСЭ, изготавливаемого НПП «Томьаналит» (г.Томск), представлена на рис.6. Хлорсеребряный электрод представляет собой спираль из серебряной проволоки, покрытой хлоридом серебра и вставленной в корпус с полупроницаемой

пробкой, заполненный раствором хлорида калия. ХСЭ является электродом второго рода и его потенциал зависит от концентрации раствора хлорида калия, которым он заполнен. В методиках, прилагаемых к анализатору TA-Lab, рекомендуется заполнять корпус ХСЭ одномолярным раствором хлорида калия. Для установки электродов в анализатор TA-Lab и хранения незаполненных электродов используют специальные электродные колпачки.

В качестве вспомогательного электрода применяют платиновый, стеклоуглеродный, графитовый и хлорсеребряный электроды. В анализаторах производства НПП «Томьаналит» (г.Томск) в качестве вспомогательного электрода также используют ХСЭ. Так как электрод сравнения и вспомогательный электрод в трехэлектродной ячейке выполняют разные функции, при установке в анализатор их надо вкручивать в соответствующие им гнезда («С» - сравнения; «В» - вспомогательный) и не путать местами.

### 1.3 Рабочие электроды

Чувствительность и точность вольтамперометрической методики напрямую зависит от рабочего или, как его иногда называют, индикаторного электрода, от его природы и состояния его поверхности. Для получения воспроизводимых сигналов поверхность рабочего электрода должна периодически обновляться. В качестве рабочих электродов наиболее часто используют ртутные, графитовые и золотые электроды, а также их модификации.



### 1.3.1 Ртутные пленочные и амальгамные электроды

Ртутные пленочные электроды представляют собой тонкую пленку ртути (1-100 мкм), нанесенную электрохимическим или химическим способом на токопроводящую подложку. В качестве подложки наиболее часто используют различные виды углеродных электродов (углеситалловые, стеклоуглеродные, пирографитовые) и серебряные электроды. При использовании углеродной подложки в анализируемый раствор вводят нитрат двухвалентной ртути (1-20 мг/л) и электроконцентрирование определяемых ионов и электроосаждение пленки ртути проводят из одного раствора одновременно (*in situ*). Пленка ртути обновляется перед каждым измерением.

При использовании серебряной подложки на нее предварительно наносят тонкий слой ртути механическим способом (окунанием в металлическую ртуть) или путем электролиза ртути из раствора нитрата одновалентной на серебряную поверхность электрода. Вследствии взаимного растворения серебра и ртути на поверхности электрода происходит образование пленки жидкой амальгамы серебра. Ранее было принято называть такие электроды ртутными пленочными электродами (РПЭ), но более правильно было бы называть их амальгамными электродами. Далее мы будем придерживаться данной терминологии и называть электроды, поверхность которых сформирована путем нанесения тонкого слоя ртути на серебряный стержень, амальгамными электродами, сокращенно: АмЭ. Пленки амальгамы хватает для анализа порядка 15-60 проб в зависимости от срока работы электрода. Обновление поверхности амальгамных электродов проводят путем нанесения нового слоя ртути. Чем дольше работает электрод, тем реже возникает необходимость нанесения слоя ртути на его поверхность, что связано со степенью насыщения серебряного стержня ртутью. При проведении измерений АмЭ используют для определения Zn, Cd, Pb, Cu, Ni, Co, Mn, Bi, Sb, I, Se, Sn. Схема и вид АмЭ, применяемых для работы анализатора ТА-Lab приведен на рис.7. Хранение АмЭ и их установку в анализатор проводят в электродных колпачках.

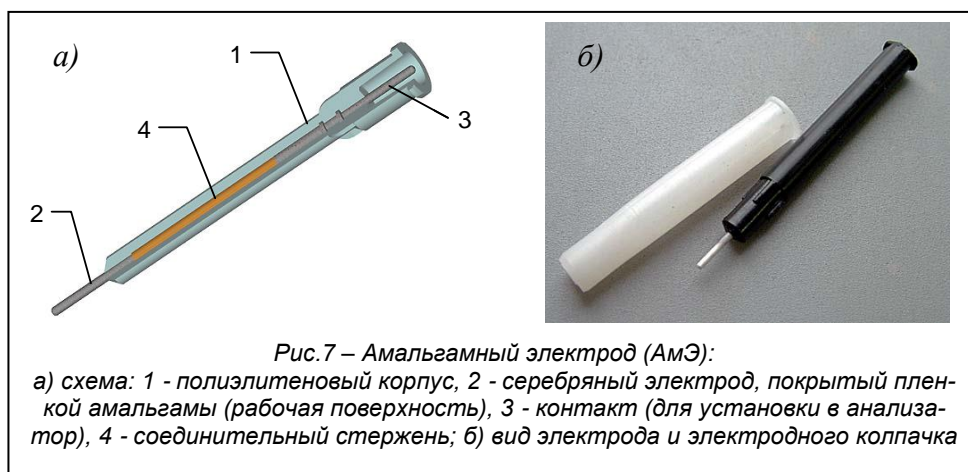


Рис.7 – Амальгамный электрод (АмЭ):

а) схема: 1 - полиэтиленовый корпус, 2 - серебряный электрод, покрытый пленкой амальгамы (рабочая поверхность), 3 - контакт (для установки в анализатор), 4 - соединительный стержень; б) вид электрода и электродного колпачка

Причиной предпочтения ртутных и амальгамных электродов электродам из других материалов служит высокое перенапряжение водорода (более отрицательный потенциал выделения водорода), что позволяет проводить определение таких элементов как марганец, цинк, кадмий и др., а также хорошая воспроизводимость и легкость обновления поверхности.

Ртутные пленочные и амальгамные электроды имеют два существенных недостатка:

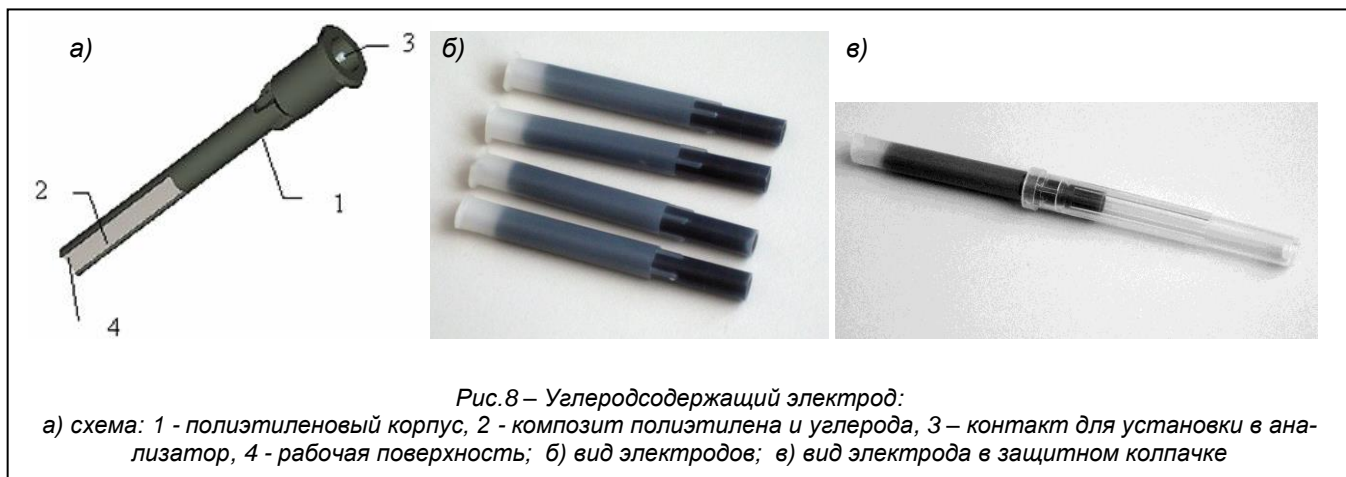
- 1) необходимость использования металлической ртути или солей ртути при формировании поверхности электрода;
- 2) низкий потенциал анодного растворения, не позволяющий проводить определение элементов, находящихся в ряду напряжения металлов положительнее ртути, таких как мышьяк, серебро, и, конечно же, саму ртуть.

### 1.3.2 Электроды на основе углерода

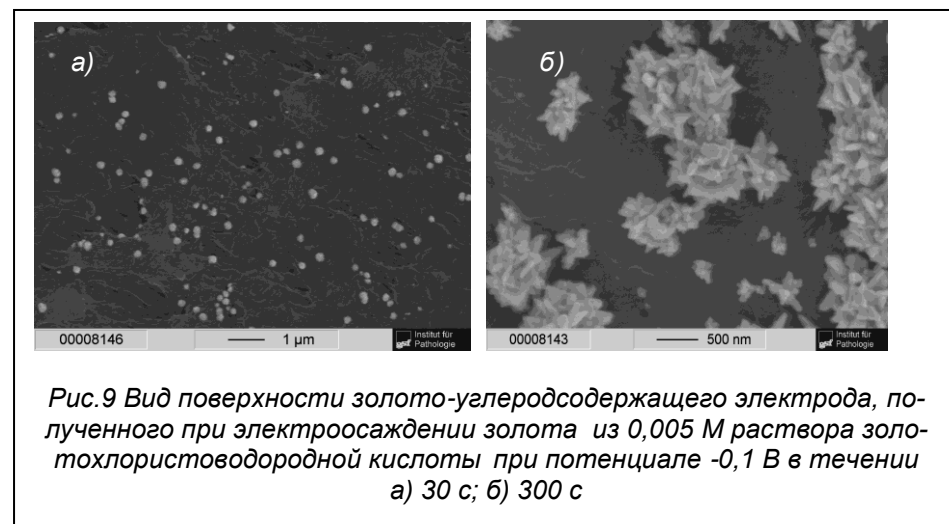
Поиск электродов, лишенных недостатков ртутных электродов, привел к использованию в качестве материала для электродов графитовых стержней, используемых в спектроскопии. Преимуществом графитовых электродов является инертность поверхности и широкий диапазон рабочих потенциалов. Недостаток – плохая воспроизводимость результатов из-за высокой пористости. Пористость графитовых электродов устраняют путем их пропитки (импрегнирования) горячим парафином, воском, смесью парафина с полиэтиленом или полистиролом, эпоксидными смолами. Обновление поверхности графитовых электродов осуществляют путем стирания верхнего слоя. Позднее в качестве рабочих электродов стали использовать различные модификации углерода, а также смеси графитового порошка с нерастворимым в воде органическим связующим наполнителем (угольно-пастовые, композитные электроды). Большинство современных полярографов комплектуется электродами из стеклоуглерода или углеситала. К более новым видам углеродных электродов, который пока не получил широкого распространения, но обладает

хорошими аналитическими характеристиками, следует отнести допированный бором алмаз. Электроды из данных углеродных материалов имеют высокую механическую прочность, химически устойчивы, малопористы и относительно хорошо проводят электрический ток. Для обновления поверхности такие электроды периодически полируют с помощью специальных порошков на основе оксида алюминия и алмазной пыли.

Композитные электроды получают отверждением или прессованием смеси графитового порошка с полимерным связующим. В качестве последнего находят применение различные смолы и полимеры. Поверхность таких электродов легко обновляется при срезании острым скальпелем или специальным резакком. Примером такого электрода служит углеродсодержащий электрод производства НПП «Томьяналит». Углеродсодержащий электрод является твердым углеродным композитным электродом. Его готовят по технологии «литье под давлением» из полиэтиленового концентрата технического углерода, с содержанием углерода 30 %. Обновление поверхности углеродсодержащих электродов проводят путем срезания верхнего слоя специальным резакком – устройством для обновления поверхности электродов.



Для увеличения чувствительности поверхность углеродных электродов модифицируют в момент анализа или предварительно. В качестве модификаторов используют как органические, так и неорганические реагенты. Например, для увеличения чувствительности определения мышьяка и ртути на поверхность электродов наносят пленку золота. Графитовые электроды с нанесенной пленкой золота называют золотографитовыми электродами (ЗГЭ), углеродсодержащие электроды с покрытой золотом поверхностью – золото-углеродсодержащими электродами (ЗУЭ).



Углеродсодержащие электроды для анализатора TA-Lab содержат только 30 % углерода, который равномерно распределен в объеме электрода, поэтому при осаждении золота на его поверхность равномерной золотой пленки не образуется. Золото осаждается в виде микро/наночастиц, которые формируют ансамбль золотых микроэлектродов. На поверхности электрода может быть расположено

до  $10^5$  золотых микроэлектродов размером от 100 до 2000 нм. Размер и количество золотых микроэлектродов, образующихся на поверхности углеродсодержащего электрода, зависят от условий электроосаждения золота (рис.9). Золотые микроэлектродные ансамбли обладают более высокими чувствительностью, стабильностью и временем работы по сравнению с золотыми и золото-пленочными электродами. Золото-углеродсодержащие электроды применяют для определения мышьяка, ртути и железа на анализаторе TA-Lab.



### 1.3.3 Обновление рабочей поверхности электродов

Воспроизводимость показаний электродов и стабильность их работы связаны с обновлением электродной поверхности. Существуют различные способы предварительной подготовки и регенерации поверхности рабочих электродов. Более простые из них заключаются в механической обработке электродов. Обновление поверхности при этом проводят путем срезания тонкого слоя с торца электрода или полировкой его абразивными материалами.

Часто для обновления и подготовки электродной поверхности применяют электрохимические методы. Как правило, электрохимическая обработка поверхности электрода заключается в его многократной поляризации импульсами специальной формы. В современных анализаторах электрохимическая обработка электродов программируется и осуществляется автоматически. Электрохимическую обработку поверхности (ЭХО) проводят перед регистрацией каждой вольтамперограммы или периодически с целью полного обновления электродной поверхности. В некоторых приборах электрохимическую подготовку электрода совмещают с пробоподготовкой исследуемого образца.

### 1.4 Расчет концентрации определяемого элемента

Для расчета концентрации определяемого элемента в методе ИВ может быть применено несколько методов: расчет концентрации по градуировочному графику, по стандарту и расчет концентрации методом стандартных добавок. Метод добавок позволяет получить более точные результаты анализа, так как позволяет учитывать влияние компонентов пробы на аналитический сигнал, поэтому его используют наиболее часто.

Метод добавок основан на прямолинейной зависимости тока пика от концентрации элемента в растворе электрохимической ячейки (рис.10). Это значит, что если, не меняя условий измерения, в несколько раз увеличить концентрацию элемента в растворе ячейки, то во столько же раз увеличится ток его пика и наоборот, если ток пика элемента на вольтамперограмме увеличился в несколько раз, то это значит, что и концентрация элемента в растворе увеличилась во столько же раз. На рис.10 концентрация определяемого элемента в ячейке анализатора увеличивается в два раза, а значит и высота пика элемента увеличивается в два раза. Обратите внимание, что высотой пика считается ток пика, измеренный от линии остаточного тока вольтамперограммы до вершины пика.

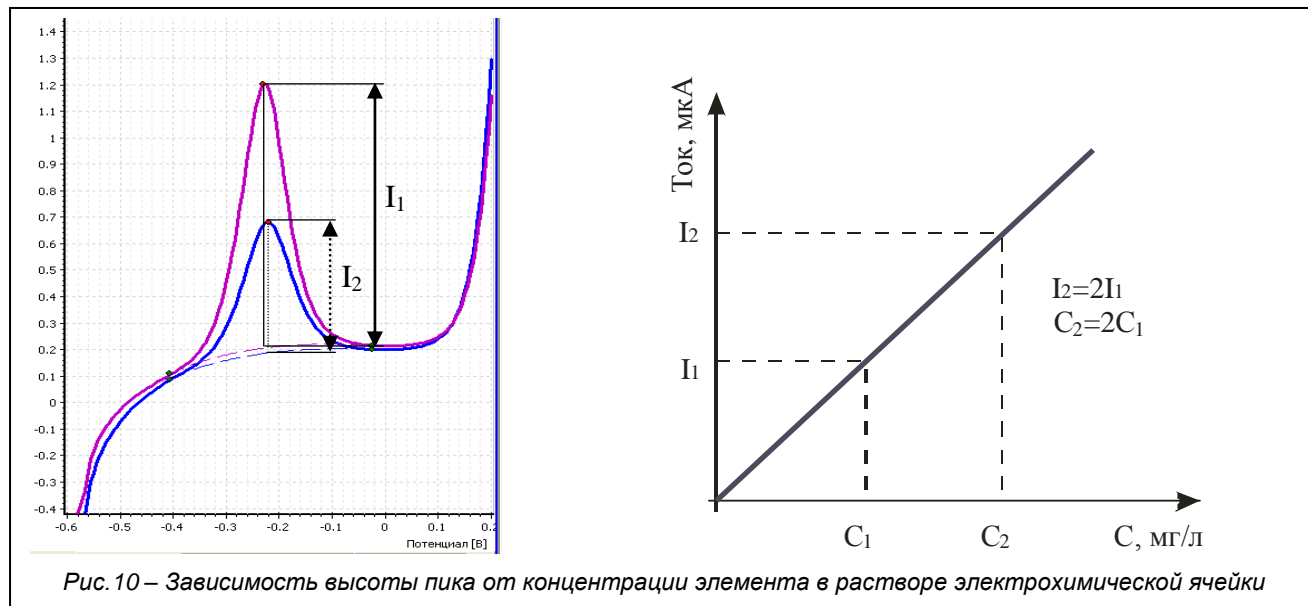


Рис. 10 – Зависимость высоты пика от концентрации элемента в растворе электрохимической ячейки

При проведении проверки работы электродов методом «введено-найдено» готовят фоновый раствор и вносят в него добавку определяемого элемента. Регистрируют вольтамперограммы в этом растворе. Измеряют высоту (ток) пика на вольтамперограмме, после чего в раствор повторно вносят такую же добавку элемента и вновь при тех же условиях регистрируют вольтамперограммы и измеряют ток пика. Концентрация элемента в растворе после добавки увеличилась в два раза, значит и ток пика элемента должен вырасти примерно в два раза (рис.10). Аналогично, если в раствор, уже содержащий элемент, делают добавку его аттестованной смеси, и ток пика увеличивается в два раза, то можно сделать вывод, что первоначально раствор содержал примерно столько же элемента, сколько ввели в раствор при добавке.

При определении концентрации элемента в пробе с применением метода стандартных добавок проводят анализ по следующему алгоритму.

1 Пробу подвергают предварительной обработке и раствор подготовленной пробы вносят в электрохимическую ячейку, заполненную фоновым раствором.

2 Регистрируют вольтамперограммы пробы. Для увеличения точности анализа регистрируют две-три вольтамперограммы – исходные вольтамперограммы пробы. *Вольтамперограммы, на которых пик элемента имеет примерно одинаковый вид и примерно равную высоту, считаются воспроизводимыми.* Путем их усреднения получают «среднюю» вольтамперограмму. Вольтамперограмма, отличающаяся по внешнему виду от других, считается невоспроизводимой (чаще всего это первая из зарегистрированных вольтамперограмм). Ее из дальнейших расчетов исключают.

Для измерения тока пика элемента в пробе проводят разметку «средней» вольтамперограммы – проводят линию остаточного тока под пиком элемента. От линии остаточного тока измеряют высоту пика.

3 В анализируемый раствор вносят добавку аттестованной смеси определяемого элемента. Не меняя условий измерений, проводят регистрацию двух-трех вольтамперограмм пробы с добавкой (вольтамперограмм добавки). Сравнивают внешний вид пика элемента на зарегистрированных вольтамперограммах. Вольтамперограммы с примерно одинаковым по высоте и внешнему виду пиком усредняют. Если среди вольтамперограмм есть невоспроизводимая – ее исключают.

Для измерения тока пика элемента в пробе с добавкой проводят разметку «средней» вольтамперограммы пробы с добавкой – проводят линию остаточного тока под пиком элемента. От линии остаточного тока измеряют высоту пика.

4 Концентрация аттестованной смеси и объем добавки известны, поэтому можно посчитать, какое количество определяемого элемента было добавлено в раствор и привело к увеличению высоты пика (рис.11). Сравнивая ток пика в растворе пробы с приростом тока пика от добавки, рассчитывают концентрацию элемента *в растворе пробы, помещенном в электрохимическую ячейку*, по формуле (1).

$$X_{p-pa} = \frac{I_n \cdot C_d \cdot V_d}{(I_d - I_n) \cdot V_{p-pa}}, \text{ мг/л} \quad (1)$$

где:  $X_{p-pa}$  - содержание определяемого элемента в растворе электрохимической ячейки, мг/л;

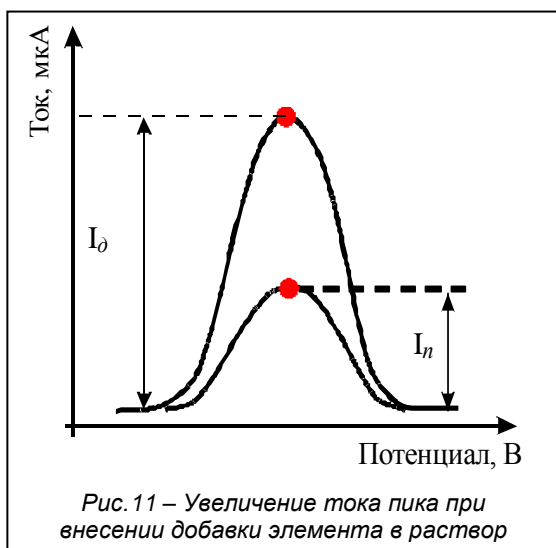
$C_d$  - концентрация аттестованной смеси элемента, из которой делается добавка в ячейку, мг/л;

$V_d$  - объем добавки аттестованной смеси элемента в ячейку, мл;

$I_n$  - ток (высота) пика элемента на вольтамперограмме пробы, мкА;

$I_d$  - ток (высота) пика элемента на вольтамперограмме пробы с добавкой, мкА;

$V_{p-pa}$  - объем раствора электрохимической ячейки, мл.



Если в ячейку поместить 10 мл анализируемой воды и проанализировать ее по описанному выше алгоритму, то мы по формуле (1) получим концентрацию элемента в пробе, так как содержание элемента в ячейке совпадает с содержанием элемента в пробе, т.е.  $X_{p-pa} = X_n$ .

Чаще всего, перед проведением измерением проводят подготовку пробы с целью устранения мешающего влияния. Пробоподготовка заключается в полной или частичной минерализации пробы. После чего минерализованную пробу (минерализат) растворяют в бидистиллированной воде или растворе фонового электролита. Часть (аликвоту) полученного раствора добавляют в ячейку анализатора. Формула (1) позволяет рассчитать концентрацию элемента в растворе ячейки анализатора. Для расчета концентрации элемента непосредственно в пробе к формуле добавляют дополнительные члены, учитывающие разбавление пробы в процессе ее подготовки к измерениям:

$$X_n = \frac{I_n \cdot C_d \cdot V_d}{(I_d - I_n) \cdot V_{p-pa}} \cdot \frac{V_{p-pa} \cdot V_{мин}}{m \cdot V_{ал}}, \text{ мг/кг}, \quad (2)$$

где:  $X_n$  - содержание определяемого элемента в анализируемой пробе, мг/кг;

$V_{мин}$  - объем минерализата - объем раствора, в котором растворили минерализат пробы, мл;

$V_{ал}$  - объем аликвоты - объем, отобранный из раствора минерализата пробы и добавленный в ячейку анализатора для проведения измерений, мл;

$m$  - масса пробы, взятой для одного анализа, г.

В формуле (2) член  $V_{p-pa}$  может быть сокращен и формула для расчета концентрации элемента в твердой пробе примет вид (3).

$$X_n = \frac{I_n \cdot C_d \cdot V_d}{(I_d - I_n)} \cdot \frac{V_{мин}}{m \cdot V_{ал}}, \text{ мг/кг}. \quad (3)$$

Если анализируемая проба – жидкая, в формуле вместо массы пробы будет присутствовать объем пробы  $V_n$  и результат анализа рассчитывается по формуле (4).

$$X_n = \frac{I_n \cdot C_d \cdot V_d}{(I_d - I_n)} \cdot \frac{V_{мин}}{V_n \cdot V_{ал}}, \text{ мг/л}. \quad (4)$$

Определение некоторых элементов в воде проводится без предварительной подготовки пробы и известный объем пробы сразу добавляется в ячейку анализатора. В этом случае концентрация элемента в пробе воды рассчитывается по формуле (5).

$$X_n = \frac{I_n \cdot C_d \cdot V_d}{(I_d - I_n) \cdot V_n}, \text{ мг/л}, \quad (5)$$

где:  $V_n$  - объем пробы, добавленной в ячейку анализатора, мл.

В приведенных формулах расчета концентрации присутствуют параметры, значения которых должны быть известны с минимальной погрешностью для получения достоверного результата анализа. Это:

- масса (объем) пробы, взятой для проведения измерений;
- концентрация аттестованной смеси элемента, добавленной в ячейку;
- объем аттестованной смеси элемента, добавленной в ячейку;
- ток пика элемента на «средней» вольтамперограмме пробы;
- ток пика на «средней» вольтамперограмме пробы с добавкой.

Для получения результата анализа с приписанной методике погрешностью необходимо точно отмерять массу (объем) пробы, объем раствора для растворения минерализата и объем аликвоты, объем добавки аттестованной смеси, строго по методике готовить аттестованную смесь, чтобы быть уверенным в ее концентрации. Также достаточно важным является проведение линии остаточного тока, так как именно от нее измеряется высота (ток) пика.

Для регистрации пика элемента в ячейку помимо пробы добавляют фоновый раствор, т.е. фоновый электролит и бидистиллированную воду. В формулах (3-5) не присутствует объем раствора электрохимической ячейки. Поэтому при анализе в ячейки добавляют примерный объем (9-11 мл) бидистиллированной воды.

Фоновый раствор может содержать примеси определяемого элемента, что будет вносить систематическую погрешность в результат анализа. Для предотвращения этого перед регистрацией вольтамперограмм пробы регистрируют вольтамперограммы фонового раствора – вольтамперограммы фона. Регистрацию проводят при тех же условиях, при которых планируют регистрировать вольтамперограммы пробы. Идеальным случаем является вариант, когда на вольтамперограммах фона отсутствует пик определяемого элемента. К сожалению, из-за большой чувствительности метода, достаточно часто на вольтамперограммах фона присутствует пик определяемого элемента. В этом случае измеряют ток (высоту) пика элемента на вольтамперограммах фона. Для учета примеси определяемого элемента в фоновом растворе при расчете концентрации из тока пика элемента в пробе вычитают ток пика в фоне. В анализаторах TA-Lab эта операция осуществляется автоматически, если при расчете включают параметр «Учет фона».

## 1.5 Факторы, влияющие на результат анализа

Процедуру измерений с использованием метода добавок можно разбить на три серии:

1) серия «Фон»: регистрация и разметка вольтамперограмм фонового раствора для выяснения чистоты электрохимической ячейки;

2) серия «Проба»: регистрация и разметка вольтамперограмм раствора пробы для измерения аналитического сигнала определяемого элемента;

3) серия «Добавка»: регистрация и разметка вольтамперограмм раствора пробы с добавкой для расчета концентрации определяемого элемента в пробе методом добавок.

### 1.5.1 Разметка вольтамперограмм

Процедура выделения остаточного тока под пиком на вольтамперограмме называется разметкой вольтамперограммы. Для проведения остаточного тока необходимо установить границы пика и соединить их плавной или прямой линией. Для измерения тока (высоты) пика необходимо определить максимум пика.

Программа анализатора автоматически проводит линию остаточного тока (определяет границы пика и проводит остаточный ток, соединяя границы пика линией заданного вида: прямой или плавной), определяет потенциал максимума пика и измеряет высоту пика в единицах измерения тока - амперах).

В силу ряда мешающих факторов пики могут иметь искаженную форму (наложение пиков, несимметричность и т.д.). В этом случае автоматическая разметка остаточного тока может быть выполнена некорректно. Аналитик должен оценить, правильно ли проведена линия остаточного тока и, при необходимости, провести ее корректировку.

При оценке правильности проведения линии остаточного тока учитывают следующее: внешний вид линии остаточного тока должен повторить вольтамперограмму при отсутствии на ней пиков определяемых элементов, т.е. линия остаточного тока должна воспроизводить вид вольтамперограммы без пиков определяемых элементов.

Исходя из высоты пика, рассчитывают концентрацию элемента в пробе. Поэтому очень важно правильно провести линию остаточного тока. Ваша задача: оценить правильность проведения линии остаточного тока в автоматическом режиме и, при необходимости, поправить разметку вольтамперограмм. Как это сделать будет подробно описано в главе, посвященной программному обеспечению анализатора TA-Lab.

### 1.5.2 Воспроизводимость вольтамперограмм

Для получения более точного результата анализа в каждой серии регистрируют вольтамперограммы, пока не будут регистрироваться одинаковые (воспроизводимые) вольтамперограммы. Двух воспроизводимых вольтамперограмм достаточно для получения результатов анализа с удовлетворительной точностью. Как правило, при регистрации трех вольтамперограмм вторая и третья воспроизводятся, а первая несколько отличается от них. Отличную (невоспроизводимую) вольтамперограмму исключают, т.е. выполняют операции, чтобы высота пика на данной вольтамперограмме не учитывалась при расчете концентрации определяемого элемента (исключение вольтамперограмм в анализаторе TA-Lab автоматизировано). Воспроизводимые вольтамперограммы усредняют. Проводят разметку «средней» вольтамперограмм: выделяют для нее линию остаточного тока и измеряют от нее высоту (ток) пика.

### 1.5.3 Одинаковые условия регистрации вольтамперограмм фона, пробы и добавки

Регистрация вольтамперограмм фона, пробы и добавки обязательно должна проводиться при одинаковых условиях измерений: при одних и тех же потенциале и времени накопления, уровне перемешивания раствора и одинаковых параметрах изменения потенциала (развертки потенциала).

### 1.5.4 Чистота реактивов и посуды

Содержание микроэлементов в анализируемых объектах, как правило, менее 1 мг/кг (или 1 мг/л.) Их концентрация в ячейке при проведении анализа еще меньше и находится на уровне  $10^{-3}$  –  $10^{-5}$  мг/л. Чувствительность метода ИВ позволяет проводить измерения на таком уровне концентраций. Однако, используемые при анализе реактивы и бидистиллированная вода также могут содержать примеси определяемых элементов. Необходимо для анализа использовать реактивы особой чистоты и бидистиллированную воду (в некоторых случаях при анализе вод – трижды перегнанную с добавлением серной кислоты и перманганата калия).

Определяемые элементы могут адсорбироваться на поверхности кварцевых стаканчиков и поверхности электродов. Поэтому перед регистрацией вольтамперограмм обязательно проводят отмывку стаканчиков и электродов (электрохимической ячейки) непосредственно в анализаторе.

Для определения допустимости применения используемых реактивов и ячейки для анализа проводят проверку на чистоту. Проверка осуществляется в анализаторе и заключается в регистрации вольтамперограмм фонового раствора и оценивании наличия на них и величины пика определяемого элемента.

#### **1.5.5 Правильность задания параметров пробы и добавки**

При измерениях в серии «Проба» важно точно измерить и правильно внести в программу параметры пробы: массу или объем пробы, взятые для анализа, в случае подготовки пробы к анализу: объем минерализата – объем раствора, в котором растворили золу пробы и объем аликвоты - объем раствора золы пробы, внесенный в ячейку.

В ячейку может быть внесено различное количество пробы. Чем больше пробы вносят в ячейку, тем больше в растворе ячейки концентрация элемента и тем выше пик элемента. Объем аликвоты пробы должен быть таким, чтобы пик элемента на вольтамперограмме пробы можно было легко разметить. Если на вольтамперограммах фонах предварительно был зарегистрирован фоновый пик элемента, то объем аликвоты пробы должен быть таким, чтобы пик на вольтамперограмме пробы превышал пик на вольтамперограмме фона более чем на 50 %. Обычно начинают с внесения небольшой аликвоты раствора пробы в ячейку. Если пик на вольтамперограмме пробы не проявляется или не превышает пика на вольтамперограмме фона, вносят дополнительную аликвоту пробы. В этом случае в параметрах пробы указывают суммарное значение объема двух аликвот, внесенных в ячейку.

Перед серией измерений «Добавка» в ячейку вносят добавку аттестованной смеси определяемого элемента. Объем и концентрация добавки зависят от содержания элемента в растворе ячейки. Они должны быть такими, чтобы пик на вольтамперограмме пробы с добавкой был более чем в 1,5 раза выше пика на вольтамперограмме пробы. Оптимальным считается увеличение высоты пика от добавки в 2 раза.

В программе анализатора указывается рекомендуемое значение концентрации и объема аттестованной смеси. Если после добавки пик мало вырос (т.е. увеличился менее чем на 50 %), делают дополнительную добавку аттестованной смеси. Значение объема и концентрации аттестованной смеси должны быть правильно указаны в параметрах добавки, так как от этого зависит точность результатов анализа. Аттестованные смеси должны готовиться и храниться в соответствии с прописью методики анализа. Объем аттестованной смеси, вносимый в ячейку, очень мал, поэтому он отбирается с помощью дозатора. При этом необходимо правильно пользоваться дозатором: отбор смеси осуществляют путем нажатия кнопки дозатора до первого упора; внесение в ячейку – нажатием до второго упора.

#### **1.6 Факторы, влияющие на аналитический сигнал**

Основными стадиями измерений методом ИВ являются электроконцентрирование (накопление) определяемого вещества на поверхности рабочего электрода при заданном потенциале и регистрация тока электрорастворения концентрата с поверхности электрода при изменении потенциала рабочего электрода. Так как аналитическим сигналом служит максимальный ток электрорастворения концентрата, регистрируемый на вольтамперограмме в виде пика, то чувствительность и точность метода будут зависеть от высоты пика и правильности измерения тока пика. Высота пика будет тем больше, чем больше вещества будет накоплено на поверхности электрода на стадии электроконцентрирования. Без предварительного концентрирования возможно определение веществ при их концентрации в растворе только свыше 0,002 мг/л.

Для достижения высокой чувствительности метода ИВ необходимо не только провести накопление вещества, но и создать такие условия, при которых выделение вещества на поверхности электрода будет протекать наиболее полно. Чтобы понять, какие факторы влияют на величину и воспроизводимость аналитического сигнала в методе ИВ, еще раз рассмотрим процесс его получения.

Анализируемую пробу путем специальной подготовки переводят в раствор. На стадии подготовки пробы к анализу выполняют две задачи:

- удаляют, разрушают или маскируют компоненты пробы, которые могут оказать мешающее влияние на аналитический сигнал, например, мешающее влияние органических веществ устраняют путем минерализации пробы;



– переводят определяемый элемент в электрохимически активное состояние, т.е. в такую его форму, которая будет электронакапливаться на поверхности электрода, например, электроактивной формой селена является селен четырехвалентный, тогда как селен шестивалентный не накапливается на серебряном электроде модифицированном.

Раствор подготовленной пробы весь целиком или только его часть – аликвоту - помещают в ячейку анализатора. Электроды опускают в раствор и после подготовительных операций проводят накопление определяемого элемента на поверхности электрода. Для концентрирования на поверхности электрода ионы определяемого элемента должны к ней приблизиться. Для облегчения этого сопротивление раствора уменьшают путем добавления *фонового электролита*.

Чем больше ионов приблизится к электроду, тем большее их число примет участие в электронакоплении и тем выше будет ток, регистрируемый при электрорастворении концентрата. Поэтому на стадии концентрирования необходимо *перемешивание раствора*.

Ионы определяемого элемента примут участие в электрохимической реакции только при определенном *потенциале рабочего электрода*. Так ионы цинка будут восстанавливаться на АмЭ, если на него подан потенциал минус 1,4 В, но не будут восстанавливаться при потенциале электрода минус 0,8 В (на фоне муравьиной кислоты).

Очевидно, что количество элемента, сконцентрированного на поверхности электрода, будет зависеть от *времени накопления*. Чем больше время накопления, тем больше будет ток растворения и тем выше аналитический сигнал.

В растворе анализируемой пробы могут присутствовать вещества, которые будут восстанавливаться или окисляться на поверхности электрода и тем самым оказывать *мешающее влияние* на процесс накопления определяемого элемента или на процесс его растворения с поверхности электрода. При накоплении или перед ним необходимо создать такие условия, при которых мешающее влияние таких веществ будет устранено.

Таким образом, важными условиями получения аналитического сигнала в методе ИВ являются:

- наличие в анализируемом растворе фонового электролита, его природа и концентрация;
- перемешивание анализируемого раствора;
- потенциал рабочего электрода на этапе накопления (потенциал накопления);
- время накопления;
- устранение мешающего влияния.

Оптимальные значения перечисленных факторов устанавливают при разработке методики анализа. Поэтому при работе необходимо четко выполнять процедуры анализа, описанные в прописи методики.

### **1.6.1 Фоновый электролит**

Фоновый электролит, кроме уменьшения сопротивления раствора, может выполнять ряд дополнительных функций:

- образовывать комплексы с определяемыми элементами и тем самым способствовать их концентрированию на электроде в виде этих комплексов, например, определение кобальта и никеля на фоне диметилглиоксима натрия;

- устранять отрицательное влияние компонентов раствора пробы на процесс накопления или процесс регистрации пика, например, трилон Б при определении мышьяка связывает в комплексы цинк и медь; сульфит-ионы при определении марганца реагируют с растворенным кислородом;

- выполнять роль буфера для постоянства рН раствора, например, при определении хрома на фоне аммиачно-аммонийного буферного раствора;

- предотвращать гидролиз многовалентных ионов.

В некоторых случаях в качестве фонового электролита может быть использован не один, а несколько электролитов одновременно. В этом случае используемые электролиты выполняют различные дополнительные функции. Например, при определении мышьяка в качестве фонового электролита используют сульфит натрия и трилон Б. При этом сульфит-ионы устраняют мешающее влияние кислорода, а трилон связывает в комплексы тяжелые металлы.

Концентрация фонового электролита в анализируемом растворе зависит от выполняемой им функции и, как правило, более чем в сто раз превышает концентрацию определяемого элемента.

### 1.6.2 Потенциал накопления

Большую роль в процессе накопления играет потенциал, подаваемый на рабочий электрод и называемый потенциалом накопления. Он должен поляризовать рабочий электрод таким образом, чтобы, во-первых, протекал процесс накопления определяемого элемента на поверхности электрода. Это позволит получить аналитический сигнал в виде пика тока растворения концентрата. Во-вторых, накопление должно протекать наиболее полно, чтобы получить более высокий ток пика.

Потенциал накопления выбирают при разработке методики анализа. Для этого исследуют зависимость высоты пика (тока пика) от потенциала рабочего электрода на стадии накопления и строят график зависимости. Наиболее часто график имеет вид, представленный на рис.12. Потенциал накопления выбирают в области предельного тока таким образом, чтобы незначительное изменение потенциала не приводило к резкому изменению высоты пика.

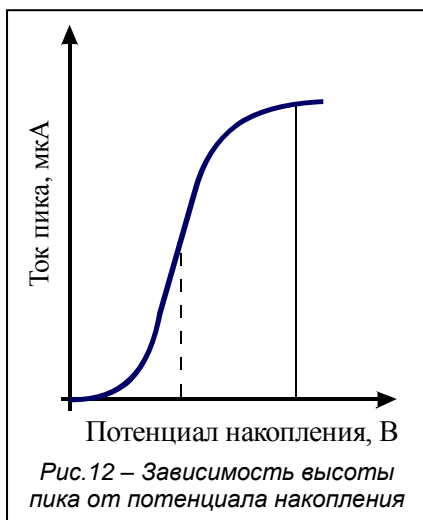


Рис.12 – Зависимость высоты пика от потенциала накопления

При выборе потенциала накопления также учитывают возможность выделения на электроде помимо определяемого элемента других веществ, присутствующих в растворе пробы. Потенциал должен обеспечивать оптимальное протекание процесса электронакопления таким образом, чтобы выделение определяемого элемента на поверхности электрода проходило максимально полно, а выделение других компонентов раствора было минимальным.

Например, при определении меди на амальгамном электроде на фоне муравьиной кислоты область предельного тока приходится на потенциалы, отрицательнее минус 0,7 В. При этом высота пика меди при потенциале накопления минус 1,5 В примерно такая же, что и высота пика меди при потенциале накопления минус 0,8 В. Но при потенциале накопления минус 1,5 В на электроде, помимо меди, будут накапливаться цинк, кадмий и свинец. Поэтому оптимальным при определении только одной меди является потенциал минус 0,8 В,

так как при этом потенциале практически не происходит накопление цинка, кадмия и свинца.

При одновременном определении нескольких элементов выбирают потенциал накопления самого электроотрицательного элемента. Смещением потенциала накопления в положительную сторону можно исключить накопление одного или нескольких элементов. Например, определение цинка, кадмия, свинца и меди на фоне муравьиной кислоты проводят при потенциале накопления минус 1,5 В; определение кадмия, свинца и меди – при потенциале минус 1,15 В; определении только меди - при потенциале минус 0,8 В.

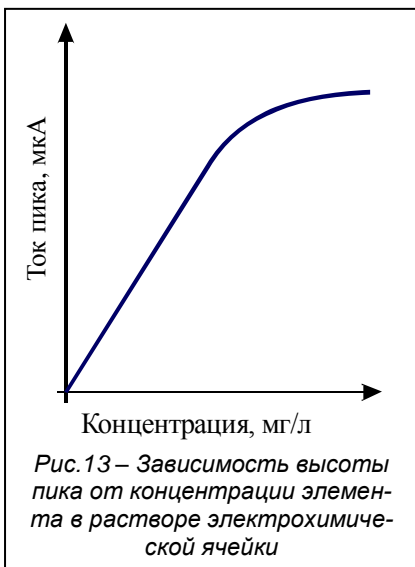


Рис.13 – Зависимость высоты пика от концентрации элемента в растворе электрохимической ячейки

### 1.6.3 Концентрация определяемого элемента

Высота (ток) пика находится в прямолинейной зависимости от концентрации определяемого элемента в растворе. Чем больше концентрация – тем выше высота (ток) пика. Однако, прямолинейная зависимость соблюдается в ограниченном диапазоне концентраций (рис.13).

При высоких содержаниях определяемого элемента наблюдается загиб графика, что связано с насыщением поверхности электрода. Поэтому для измерений в ячейку анализатора достаточно добавить небольшое количество пробы, но такое, которое позволит получить пик, под которым без затруднений



Рис.14 – Зависимость высоты пика от времени накопления

можно провести линию остаточного тока. Оптимальной является концентрация определяемого элемента в ячейке анализатора –  $10^{-3}$ - $10^{-4}$  мг/л. Именно для получения такого содержания элемента рекомендуются параметры пробы (масса (объем) пробы, объем минерализата, объем аликвоты) в методиках анализа.

#### 1.6.4 Время накопления

Время накопления зависит от содержания определяемого элемента в ячейке анализатора, а значит, и от его содержания в пробе. Время накопления является параметром, который устанавливает в ходе измерений аналитик, работающий на анализаторе. Чем больше содержание определяемого элемента, тем меньше должно быть время накопления для получения воспроизводимого аналитического сигнала. Из рис.14 видно, что также как и зависимость высоты (тока) пика от концентрации, зависимость высоты пика от времени накопления имеет линейный характер на ограниченном участке из-за насыщения поверхности электрода. Поэтому не надо стремиться устанавливать большое время накопления для получения максимально высокого пика. Время накопления должно быть таким, чтобы на вольтамперограмме регистрировался хорошо измеряемый пик элемента. Чаще всего время накопления не превышает 120 с. При содержании определяемого элемента в ячейке на уровне сотых мкг/л, т.е. сотысячных мг/л, время накопления может быть увеличено до 300 с.

В методиках анализа указано рекомендуемое время накопления. Но из-за большого разнообразия анализируемых объектов указанное время может приводить к регистрации маленького, плохо обрабатываемого пика или наоборот, пик может быть достаточно большим или даже зашкаливать (не вмещаться полностью в окно регистрации вольтамперограмм). После регистрации первой вольтамперограммы пробы с рекомендуемым временем накопления по величине пика аналитик должен сделать вывод: продолжать измерения с таким же временем накопления или его необходимо изменить.

Если пик на вольтамперограмме пробы отчетливо проявляется, то продолжают процесс измерений без изменения времени накопления. Как правило, если высота пика превышает 3-3,5 мкА, регистрацию вольтамперограмм прекращают, время накопления уменьшают и повторно регистрируют вольтамперограммы пробы с измененным временем накопления.

В случае отсутствия пика на вольтамперограмме пробы, или если границы пика плохо выражены и пик неудобно размечать, измерения прерывают. В зависимости от количества анализируемой пробы действуют по одному из двух вариантов:

- при проведении анализа с добавлением в ячейки аликвоты раствора пробы время накопления не изменяют, а дополнительно вносят аликвоту анализируемой пробы, тем самым увеличивая содержание определяемого элемента в ячейке;

- в случае, когда вся проба целиком помещается в электрохимическую ячейку – увеличивают время накопления.

После выполненных операций с целью увеличения высоты пика проводят повторную регистрацию вольтамперограмм пробы с измененными параметрами пробы или временем накопления.

#### 1.6.5 Перемешивание раствора

Перемешивание раствора на стадии накопления увеличивает аналитический сигнал, так как способствует тому, что к поверхности электрода подходит большее количество ионов определяемого элемента, а значит и большее их число примет участие в электроконцентрировании. На рис.15 представлена зависимость высоты пика от интенсивности перемешивания.



Видно, что усиление перемешивания приводит к увеличению пика только до определенного значения. Дальнейшее усиление интенсивности перемешивания будет приводить к незначительному увеличению сигнала, к тому же при сильном перемешивании возможно разбрызгивание раствора из ячейки и уменьшение сигнала. В вольтамперометрических анализаторах используют различные способы перемешивания: магнитную мешалку; вращение рабочего электрода; перемешивание потоком инертного газа. В анализаторах типа ТА перемешивание анализируемого раствора осуществляют путем вибрации рабочего электрода. Уровень вибрации указан в методике анализа. Если раствор перемешивается недостаточно, то уровень вибрации может быть увеличен, однако, если это не приведет к увеличению регистрируемого пика, лучше вернуть исходное значение вибрации. И

наоборот, если раствор сильно перемешивается и при этом происходит его разбрызгивание, уровень вибрации уменьшают.

### **1.6.6 Развертка потенциала**

Для получения аналитического сигнала концентрат элемента с поверхности электрода необходимо растворить. Это осуществляют путем изменения потенциала рабочего электрода. При этом измеряют ток в зависимости от потенциала электрода, т.е. регистрируют вольтамперную кривую - вольтамперограмму.

В зависимости от способа изменения потенциала во времени различают формы развертки потенциала: ступенчатую, дифференциальную импульсную, квадратно-волновую и наиболее часто используемую в анализаторах типа ТА – постояннотоковую. Значения параметров используемой формы развертки приведены в методике анализа. От формы развертки и ее параметров зависят вид и характеристики регистрируемых пиков. Поэтому параметры развертки потенциала рекомендуется устанавливать в строгом соответствии с прописью методики анализа.

Исключение составляют потенциалы начала и конца развертки. Эти параметры могут быть изменены в ходе проведения анализа. Первоначально потенциалы развертки устанавливают исходя из следующего. Пик или пики (если проводится определение нескольких элементов) должны полностью регистрироваться при развертке потенциала. Нежелательна регистрация на вольтамперограмме пиков элементов, содержание которых не определяется. Также нежелательно проводить развертку потенциала в области растворения материала электрода, так как это может привести к порче электрода. Например, при определении мышьяка нежелательно проводить развертку потенциала положительнее 0,3 В, так как это приведет к растворению золотой пленки с поверхности электрода; при работе с амальгамными электродами потенциал развертки не должен быть положительнее 0,2 В во избежание растворения серебра и ртути из пленки амальгамы. Если не выполняется одно из перечисленных условий, потенциалы развертки изменяют. Если при регистрации вольтамперограммы пик элемента полностью не прорисовывается (например, при регистрации пика меди не видно правое плечо пика), необходимо изменить потенциал конца развертки.

Изменение потенциалов развертки может понадобиться при одновременном определении нескольких элементов, если из-за различия их содержаний время накопления элементов сильно различается. Например, при определении тяжелых металлов на фоне муравьиной кислоты можно регистрировать сразу пики четырех элементов: цинка, кадмия, свинца и меди. Для этого проводят развертку потенциала от минус 1,3 В до 0,15 В. Если содержание цинка и меди намного превышает содержание кадмия и свинца (что часто встречается в пищевых продуктах), то для регистрации хорошо измеряемых пиков время накопления цинка и меди должно быть не более 20 с, кадмия и свинца – не менее 60 с. В этом случае область потенциалов от минус 1,3 до 0,15 В разбивают на участки, на которых будут регистрировать отдельные пики. Так как пики кадмия и свинца полностью не разделяются, их регистрируют совместно.

Для определения цинка развертку потенциала проводят от минус 1,3 до минус 0,5 В. Для определения кадмия и свинца изменяют потенциал электрода от минус 0,85 до минус 0,10 В. При развертке потенциала от минус 0,4 В до 0,15 В, регистрируют пик меди. При анализе последовательность определения элементов устанавливают по принципу: сначала определяют элементы с более низким содержанием, потом - с большим. При определении тяжелых металлов этот принцип, как правило, реализуется следующим образом: сначала определяют кадмий и свинец, потом медь и в последнюю очередь – цинк.

### **1.6.7 Потенциал пика**

Потенциал пика – потенциал при котором на вольтамперограмме регистрируется максимальный ток электрорастворения определяемого элемента. Потенциал пика зависит от природы определяемого элемента. На потенциал пика также оказывает влияние природа фонового электролита. Так, потенциал пика мышьяка на фоне сульфата натрия минус 0,2 В, на фоне трилона Б – плюс 0,05 В. Потенциалы пиков определяемых элементов указаны в методике анализа. Если Вы не уверены в том, что пик на вольтамперограмме пробы принадлежит определяемому элементу, добавьте в раствор аттестованную смесь элемента. Зарегистрируйте вольтамперограмму пробы с добавкой. Пик принадлежит определяемому элементу, если на вольтамперограмме пробы с добавкой регистрируется пик большей величины и при том же потенциале, что и пик на вольтамперограмме пробы.

### **1.6.8 Мешающее влияние**

При регистрации вольтамперограмм может проявляться мешающее влияние компонентов пробы или фонового раствора. Наибольшее мешающее влияние в методе ИВ оказывают органические вещества и растворенный кислород. Растворенные органические вещества могут:

- адсорбироваться на поверхности электрода, уменьшая его поверхность, доступную для концентрирования определяемого элемента;
- образовывать электрохимически неактивные комплексы с определяемым элементом, которые не будут концентрироваться на поверхности электрода и, следовательно, не будут принимать участия в формировании аналитического сигнала;
- подвергаться электрохимическим превращениям на поверхности электрода, ток таких превращений может маскировать ток растворения определяемого элемента.

Поэтому органические вещества необходимо разрушить. Полного разрушения органических веществ достигают путем минерализации пробы. При невысоком содержании органических веществ в пробе, например, в водах, растворенные органические вещества могут быть разрушены путем озонирования, электрохимического окисления или ультрафиолетового облучения анализируемого раствора. Разрушение протекает при добавлении специальных реагентов. Например, при озонировании – азотной кислоты; при электрохимическом окислении – хлорид-ионов; при ультрафиолетовом облучении – оксикислоты, перекиси водорода или других веществ, разрушающихся под действием облучения с образованием активных радикалов.

В анализаторах производства НПП «Томьаналит» реализована возможность проведения озонирования и ультрафиолетового облучения раствора пробы непосредственно при проведении измерений. Для этого в анализаторах имеется две встроенные УФ-лампы, расположенные параллельно друг другу с разных сторон электрохимических ячеек (рис.16). На задней панели анализатора расположен штуцер для подключения трубочки подачи озона от озонатора и вилка для подключения озонатора к анализатору (рис.17). Ультрафиолетовое облучение анализируемого раствора применяют при определении цинка, кадмия, свинца, меди, олова, селена и йода в водах; озонирование – при определении ртути в водах.

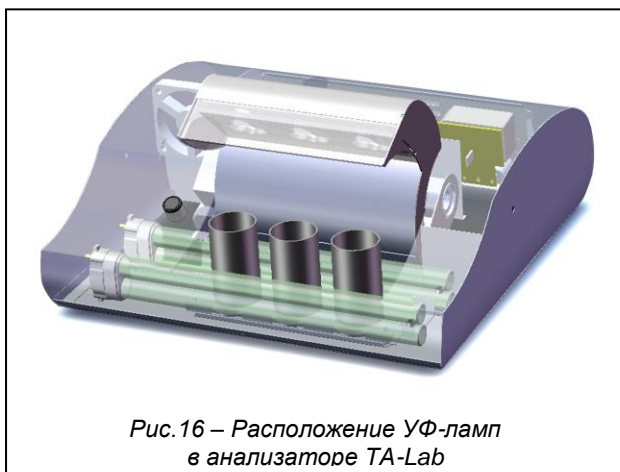


Рис.16 – Расположение УФ-ламп в анализаторе TA-Lab



Рис.17 – Подключение озонатора к анализатору ТА

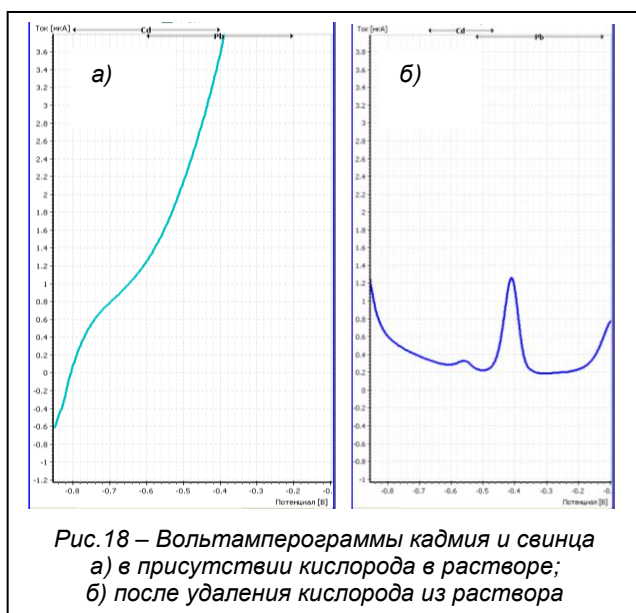
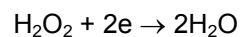
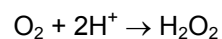


Рис.18 – Вольтамперограммы кадмия и свинца  
а) в присутствии кислорода в растворе;  
б) после удаления кислорода из раствора

В любом водном растворе присутствует растворенный кислород на уровне десятых моль в литре. Кислород восстанавливается при отрицательных потенциалах в две стадии: сначала до перекиси водорода, потом перекись восстанавливается до воды:



Ток восстановления кислорода маскирует пики элементов, регистрируемых в отрицательной области потенциалов. Как правило, без удаления кислорода из анализируемого раствора вольтамперограммы при отрицательных потенциалах имеют большой наклон (при постоянноточковой развертке потенциала) – рис.18а. Если удалить кислород из раствора, ток вольтамперограммы уменьшается до фонового и не маскирует сигналы определяемых элементов (рис.18б).



В методе ИВ используют несколько способов удаления кислорода из раствора: физический, химический и фотохимический. При физическом способе через анализируемый раствор пропускают инертный газ, чаще всего азот, вытесняющий кислород из анализируемого раствора. При этом азот должен быть достаточно чистым от примесей кислорода. Азот перед началом измерений пропускают через электрохимическую ячейку в течение двух минут. При проведении измерений азот продолжают пропускать на всех этапах измерений, кроме регистрации вольтамперограмм и короткого этапа, предшествующего регистрации – этапа успокоения.

При химическом способе удаления кислорода в раствор добавляют восстановители, такие как аскорбиновая кислота или сульфит натрия, реагирующие с кислородом. Количество добавляемого реактива должно обеспечивать удаление не только имеющегося в растворе кислорода, но и того, что будет поступать в раствор из воздуха во время анализа. Химическая реакция протекает быстро, поэтому для удаления кислорода (в случае достаточной концентрации восстановителя) раствор перед измерениями перемешивают в течение 5-10 с.

При фотохимическом способе дезактивацию кислорода проводят путем фотохимической реакции с радикалами, полученными при ультрафиолетовом облучении анализируемого раствора с добавкой фотоактивного вещества. В качестве последнего используют оксикислоты и их соли. При проведении фотодезактивации кислорода для определения цинка, кадмия, свинца, меди, йода, селена в качестве источника радикала используют муравьиную кислоту. Ее же используют и в качестве фонового электролита. Облучение осуществляют перед началом измерений и во время них.

Оптимальные условия измерений описаны в методике анализа. Тем не менее, при измерениях могут регистрироваться искаженные пики или пики могут вообще не проявляться. Одна из возможных причин – большое омическое сопротивление, вызванное отсутствием фонового электролита в растворе или неисправностью ХСЭ. В этом случае надо попробовать сменить фоновый раствор, перезаполнить ХСЭ или почистить серебряную спираль ХСЭ в концентрированном аммиаке.

В случае большого содержания элементов в растворе и при большом времени их одновременного накопления может происходить взаимодействие сконцентрированных на электроде элементов. В этом случае могут сильно смещаться потенциалы пиков и пики могут плохо расти от добавки аттестованных смесей. Для избежания этого пробу необходимо добавлять в ячейку в таком количестве, чтобы содержание определяемых элементов в растворе ячейки не превышало 0,1 мг/л. Если этого трудно добиться, то при одновременном определении больших содержаний элементов устанавливают время накопления не более 10 с или проводят раздельное определение элементов при разных потенциалах накопления. Таким образом избегают взаимодействия цинка и меди на АмЭ при их определении в пищевых продуктах.

## **1.7 Чистота электрохимической ячейки и реактивов**

Большое влияние на результаты анализа могут оказать примеси определяемых элементов в фоновом электролите, бидистиллированной воде и используемых реактивах.

### **1.7.1 Чистота электрохимической ячейки**

Определяемый элемент попадает в ячейку анализатора вместе с раствором анализируемой пробы. Однако, определяемый элемент может попасть в раствор ячейки вместе:

- с бидистиллированной водой;
- с фоновым электролитом;
- с поверхности плохо промытых электродов и стаканчика.

Определяемый элемент, попадающий в ячейку не из анализируемой пробы, считают «грязью». От нее необходимо избавиться или, если это не удастся, ее количество необходимо учесть при расчете концентрации. К нежелательным примесям в воде и реактивах относятся и органические вещества, о мешающем влиянии которых было сказано ранее.

Особенно важна чистота используемой бидистиллированной воды, так как на ней готовят растворы, ею промывают посуду и ячейку, ее используют при растворении минерализата (золы) пробы. Если бидистиллированная вода недостаточно чиста, ее необходимо дополнительно перегнать с добавлением серной кислоты и перманганата калия и уже полученный тридистиллят использовать для анализа.

Во избежание «грязи» в фоновом электролите в его качестве желательно использовать реактивы марки ос.ч. Необходимо хранить фоновые электролиты и их растворы в чистой посуде; готовить рас-

творы фоновых электролитов на бидистиллированной (тридистиллированной) воде. Отбирать и добавлять в ячейку раствор фонового электролита следует чистым, специально для этого предназначенным наконечником дозатора (или пипеткой), хранящимся в индивидуальном колпачке.

Определяемый элемент может адсорбироваться на стенках стаканчика электрохимической ячейки и на боковой поверхности электродов. Поэтому перед началом анализа и после него необходимо проводить отмывку ячейки в анализаторе, как указано в методике анализа. Отмывку в анализаторах производства НПП «Томьаналит» проводят при вибрации рабочего электрода по одному из двух способов:

- путем подачи на рабочий электрод потенциала, при котором происходит растворение определяемых элементов с поверхности электрода;

- путем выполнения всех этапов регистрации вольтамперограммы, пропуская этап накопления.

Для проверки на чистоту и учета возможной «грязи» реактивов в фоновом растворе перед регистрацией вольтамперограммы пробы проводят регистрацию вольтамперограммы фона. Если на вольтамперограмме фона регистрируется пик определяемого элемента, то по его высоте делают вывод о продолжении анализа:

- если высота пика не превышает значения тока, указанного в методике, измерения продолжают и при расчете концентрации включают параметр «Учет фона». При этом из высоты пика пробы и высоты пика добавки автоматически будет вычтена высота пика на вольтамперограмме фона;

- если пик велик и его высота превышает значение, указанное в методике анализа, то в фоновом растворе измерения проводить нельзя, так как это приведет к получению неверного результата анализа. Для избежания этого повторно проводят отмывку электрохимической ячейки и регистрацию вольтамперограммы фона.

Если после повторной отмывки высота пика не уменьшается, отмывку проводят еще раз и вновь регистрируют вольтамперограмму фона. Регистрация на вольтамперограмме фона пика примерно одинаковой высоты, не уменьшающейся после повторных отмывок, указывает на то, что «грязь» содержится в бидистиллированной воде или фоновом электролите. В этом случае необходимо последовательно заменить бидистиллированную воду и фоновый электролит на предположительно более чистые, чтобы выяснить, в чем именно содержится примесь определяемого элемента.

### **1.7.2 Чистота реактивов**

Так как при минерализации пробы используют реактивы, то в случае присутствия в них примеси определяемого элемента, результат анализа будет завышен. Чтобы избежать этого желательно использовать реактивы марки «ос.ч.». Но даже в этом случае необходимо проводить контроль чистоты реактивов, который заключается в анализе так называемой «холостой пробы». *«Холостая проба» состоит из реактивов, применяемых при проведении пробоподготовки и измерениях.* Количество реактивов при этом совпадает с количеством реактивов, используемых при анализе испытуемой пробы.

Подготовку «холостой пробы» проводят аналогично пробоподготовке анализируемого объекта, приливая соответствующие реактивы в тех же количествах и в той же последовательности в пустой, чистый стаканчик (предварительно проверенный на чистоту в соответствии с прописью методики!).

Проводят анализ «холостой пробы», также как проводили анализ испытуемой пробы. При этом массу навески (объем) «холостой» пробы устанавливают такие же, какие устанавливали для испытуемой пробы. Для учета чистоты реактивов из результата анализа испытуемой пробы вычитают результат анализа «холостой пробы».

Контроль чистоты реактивов проводят для каждой новой партии используемых реактивов или при сомнениях в чистоте реактивов. Результаты анализа одной «холостой» пробы можно применять для однотипных проб на протяжении использования всей партии реактивов или пока не появятся сомнения, что в реактивы попала примесь определяемого элемента. Для этого необходимо сохранить результаты анализа «холостой пробы» в архив и для каждой испытуемой пробы пересчитывать результат контроля чистоты реактивов, подставляя в таблицу с параметрами «холостой пробы» массу навески (объем) испытуемой пробы.

## **1.8 Литература по вольтамперометрическому методу анализа**

1 Хенце Г. Полярография и вольтамперометрия. Теоретические основы и аналитическая практика. – М.: БИНОМ. Лаборатория знаний, 2008. – 284 с.

2 Электроаналитические методы. Теория и практика. / Под ред. Ф.Шольца. - М.: БИНОМ. Лаборатория знаний, 2006. – 326 с.

3 Будников Г.К., Майстренко В.Н., Вяселев М.Р. Основы современного электрохимического анализа. – М.: Мир, 2003. – 592 с.

4 Кальвода Р., Зыка Я., Штулик К. и др. Электроаналитические методы в контроле окружающей среды – М.: Мир, 1990. – 240 с.

5 Плэмбек Дж. Электрохимические методы анализа – М.: Мир, 1985. – 496 .

6 Выдра Ф., Штулик К., Юлакова Э. Инверсионная вольтамперометрия. – М.: «Мир», 1980. – 278 с.

7 Брайнина Х.З. Инверсионная вольтамперометрия твердых фаз. – М.: Химия, 1972. – 192 с.

8 Брайнина Х.З., Нейман Е.Я. Твердофазные реакции в электроаналитической химии – М.: «Химия», 1982. – 264 с.

## 2 Подготовка реактивов, материалов, посуды

2.1 Внимательно прочтите в прописи методики анализа п.2 «Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы».

2.2 Все, что Вам понадобится для проведения измерений на анализаторе, исключая подготовку проб, перечислено в таблице 2. Так как Вам предстоит проводить определение очень низких концентраций элементов, особое внимание уделите чистоте посуды (по возможности возьмите новую), качеству бидистиллированной воды и реактивов.

Таблица 2

№ п/п	Наименование	Информация по применению
Стандартные образцы		
1	Стандартные образцы состава раствора ионов кадмия (ГСО)	Имеются в комплектации анализатора. Используют для приготовления аттестованных смесей. Аттестованные смеси готовят в соответствии с прописью методики анализа.
2	Стандартные образцы состава раствора ионов свинца (ГСО)	
3	Стандартные образцы состава раствора ионов цинка (ГСО)	Используют при необходимости определения цинка, меди. Имеются в комплектации анализатора.
4	Стандартные образцы состава раствора ионов меди (ГСО)	Используют для приготовления аттестованных смесей. Аттестованные смеси готовят в соответствии с прописью методики анализа.
Реактивы		
5	Муравьиная кислота	Используют в качестве фоновго электролита. Желательно использовать импортную или марки «ос.ч.», хранить кислоту необходимо в посуде из темного стекла. Для проведения измерений муравьиную кислоту наливают в банку из темного стекла объемом 50-100 мл, тщательно промытую и ополоснутую бидистиллированной водой.
6	Насыщенный раствор нитрата ртути одновалентной или	Раствор готовят из <i>ртути одновалентной</i> азотнокислой двухводной: в бюкс объемом 7-8 мл наливают 5-6 мл бидистиллированной воды и при перемешивании добавляют соль $Hg_2(NO_3)_2$ в таком количестве, чтобы соль ртути покрывала дно бюкса. Раствор используют для нанесения пленки ртути на рабочий амальгамный электрод электрохимическим способом (порядка 100 нанесений из одного раствора). Бюкс с раствором хранят под тягой.
7	ртуть металлическая	Используют при отсутствии нитрата одновалентной ртути для нанесения ртути на рабочий амальгамный электрод механическим способом. Возможно использование ртути из медицинского или лабораторного ртутного термометра. Металлическую ртуть помещают в тщательно промытый и ополоснутый бидистиллированной водой бюкс. Сверху ртуть заливают бидистиллированной водой. Бюкс с ртутью хранят под тягой.

№ п/п	Наименование	Информация по применению
8	Раствор хлорида калия концентрации 1 моль/л	Используют для заполнения хлорсеребряных электродов. Процедура приготовления раствора описана в прописи методики анализа: 7,46 г калия хлорида растворяют бидистиллированной водой в мерной колбе вместимостью 100 мл; доводят объем раствора до метки бидистиллированной водой. Раствор хранят не более шести месяцев.
9	Кислота азотная, ос.ч.	Используют для подготовки поверхности рабочего ртутного пленочного электрода к нанесению пленки ртути.
10	Вода бидистиллированная	Качество бидистиллированной воды играет большую роль, поэтому если есть сомнения в чистоте бидистиллированной воды, используйте дистиллированную воду, дополнительно дважды перегнанную. Перед перегонкой к дистиллированной воде добавьте серную кислоту и перманганат калия из расчета: 0,5 мл концентрированной серной кислоты и 3 мл 3 %-го раствора перманганата калия на 1 л дистиллированной воды.
11	Сода пищевая	Для мытья посуды.
<b>Дополнительное оборудование и материалы</b>		
12	Фильтровальная бумага.	Используют: - при нанесении пленки ртути «механическим» способом; - в случае, если внешняя сторона кварцевых стаканчиков мокрая, для промакивания (нежелательно устанавливать мокрые стаканчики в анализатор).
13	Шприц одноразовый на 5 мл	Используют для заполнения хлорсеребряных электродов раствором хлорида калия.
14	Дозатор переменного объема (5-50) мкл (0,005-0,050 мл)	Имеется в комплектации анализатора. Используют для внесения добавок аттестованных смесей в ячейки анализатора.
15	Дозатор переменного объема (100-1000) мкл (0,1-1,0 мл); при отсутствии дозатора - пипетки стеклянные	Используют для: - внесения муравьиной кислоты (0,5 или 0,2 мл) и раствора пробы в ячейки анализатора (0,1-1 мл); - для приготовления аттестованных смесей. Удобнее использовать дозатор.
16	Весы аналитические	Используют при приготовлении раствора хлорида калия.
<b>Посуда</b>		
17	Кварцевые стаканчики	Имеются в комплектации анализатора, а также по три кварцевых стаканчика входят в комплекты электродов и ГСО. Используют для проведения измерений в анализаторе и минерализации проб.
18	Промывалка	Используют для хранения и наливания бидистиллированной воды.
19	Банка из темного стекла вмест. 50-100 мл	Используют для хранения муравьиной кислоты.
20	Пробирки мерные объемом 5,0 или 10 мл или колбы мерные вместимостью 50 мл	Используют для приготовления аттестованных смесей. Удобней (а также в целях экономии ГСО) использовать мерные пробирки.
21	Штатив для пробирок.	Используют в случае применения мерных пробирок.
22	Колба мерная вмест. 100 мл	Используют для приготовления раствора хлорида калия.
23	Бюкс вместимостью более 5 мл.	Используют для приготовления и хранения насыщенного раствора нитрата ртути одновалентной и хранения металлической ртути.
24	Бюкс вместимостью более 8 мл	Используют для хранения азотной кислоты, применяемой для очистки рабочих электродов.
25	Палочка стеклянная	Используют при приготовлении насыщенного раствора нитрата ртути одновалентной и перемешивания раствора минерализованной пробы.
26	Стаканы стеклянные химические	Используют для хранения электродов.
27	Бюксы вмест. 7-8 мл	Используют для хранения ГСО.
28	Стакан стеклянный или полиэтиленовый, вмест. не менее 0,5 л	Используют для слива растворов из ячеек анализатора во время проведения измерений.

2.3 Подготовьте реактивы, материалы, средства измерений, вспомогательное оборудование, необходимые для проведения измерений.

2.4 Подготовьте посуду в соответствии с п.7.1 прописи методики анализа.

Новые кварцевые стаканчики, а также стаканчики, используемые только для проведения измерений в анализаторе, допустимо не обрабатывать серной кислотой.

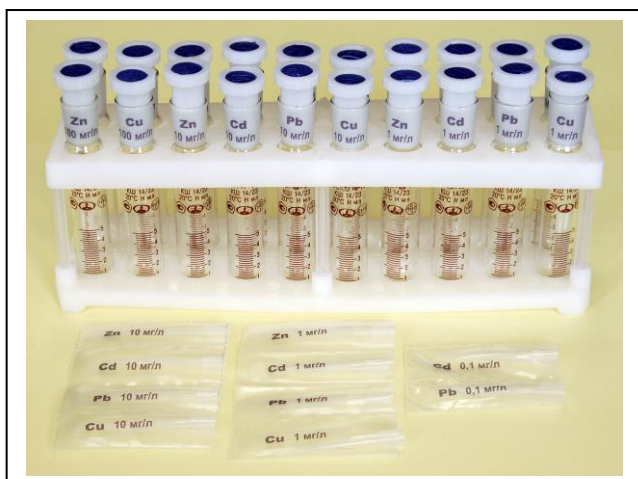
Рекомендуем выделить три кварцевых стаканчика, которые Вы будете использовать только для проведения измерений в анализаторе для определения кадмия, свинца, меди и ртути. Если есть возможность, то используйте три стаканчика для проведения измерений при анализе вод и три отдельных стаканчика для проведения измерений при анализе пищевых продуктов (почв).

2.5 Приготовьте растворы в соответствии с п.7.2 прописи методики анализа.

Возможно приготовление аттестованных смесей в пробирках вместимостью 5 мл согласно таблице 3. Для этого в пробирку вносят 0,5 мл исходного раствора (концентрация которого в 10 раз больше, чем концентрация аттестованной смеси, которую готовят) и 4,5 мл бидистиллированной воды. Пробирку закрывают и тщательно перемешивают раствор путем встряхивания пробирки.

Таблица 3

Концентрация исходного раствора для приготовления, мг/л	Отбираемый объем, мл	Объем мерной посуды, мл	Концентрация приготовленной аттестованной смеси, мг/л	Срок хранения, дней
1000 (ГСО)	0,50	5,0	100	180
100	0,50	5,0	10,0	30
10,0	0,50	5,0	1,00	14



**Обратите внимание!** При определении кадмия и свинца на этапе проверки работы электродов используют аттестованную смесь, одновременно содержащую ионы кадмия и свинца. Для приготовления аттестованной смеси, одновременно содержащей ионы кадмия и свинца концентрации 1 мг/л, в мерную пробирку объемом 5 мл вносят:

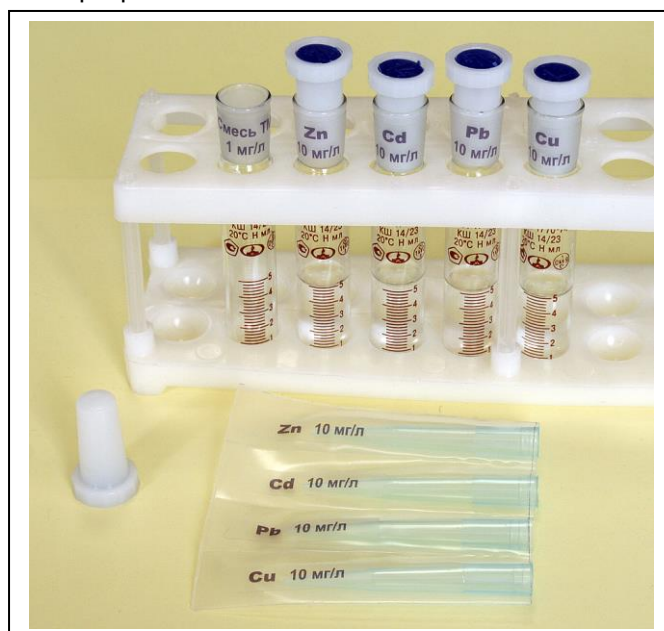
- 0,5 мл аттестованной смеси кадмия концентрации 10 мг/л;
- 0,5 мл аттестованной смеси свинца концентрации 10 мг/л;
- 4,0 мл бидистиллированной воды.

Для отбора аттестованных смесей используют индивидуальные наконечники дозатора, которые помещают в маркированные колпачки.

При определении цинка, кадмия, свинца и меди на этапе проверки работы электродов используют аттестованную смесь, одновременно содержащую ионы цинка, кадмия, свинца и меди концентрации 1 мг/л. Для ее приготовления в мерную пробирку объемом 5 мл вносят:

- 0,5 мл аттестованной смеси цинка концентрации 10 мг/л;
- 0,5 мл аттестованной смеси кадмия концентрации 10 мг/л;
- 0,5 мл аттестованной смеси свинца концентрации 10 мг/л;
- 0,5 мл аттестованной смеси меди концентрации 10 мг/л;
- 3,0 мл бидистиллированной воды.

После использования наконечники дозатора водой не промывают, помещают в свой маркиро-





ванный колпачок. При первом и последующих применениях дозатора для каждой аттестованной смеси используют свой индивидуальный наконечник, первую отобранную аликвоту аттестованной смеси сливают в стаканчик, вторую можно использовать по назначению.

Пробирки для приготовления аттестованных смесей должны быть тщательно отмыты: сначала их промывают пищевой содой и водопроводной водой, потом тщательно ополаскивают бидистиллированной водой. Лучше, если есть такая возможность, использовать новые пробирки. Если пробирки ранее использовали для других целей, то дополнительно ополаскивают их азотной кислотой ос.ч. и бидистиллированной водой.

Пробирки необходимо промаркировать (или использовать уже промаркированные пробирки, которые входят в комплект посуды для определения тяжелых металлов, предлагаемый НПП «Томьаналит»

2.5 После того, как Вы приготовили реактивы и посуду, перечисленные выше, можно приступать к освоению работы на анализаторе.

### 3 Подключение анализатора и установка программного обеспечения

3.1 Подготовьте место для установки анализатора и персонального компьютера (ПК), под управлением которого он будет работать. Анализатор рекомендуем установить в вытяжной шкаф, в котором не хранятся концентрированные кислоты и щелочи, а также не проводится минерализация или разложение проб. Более удобно для работы, если анализатор установить под вытяжной зонд.

#### 3.2 Органы управления и индикации анализатора

3.2.1 Сетевой выключатель 1 расположен на задней панели анализатора (рис.19).

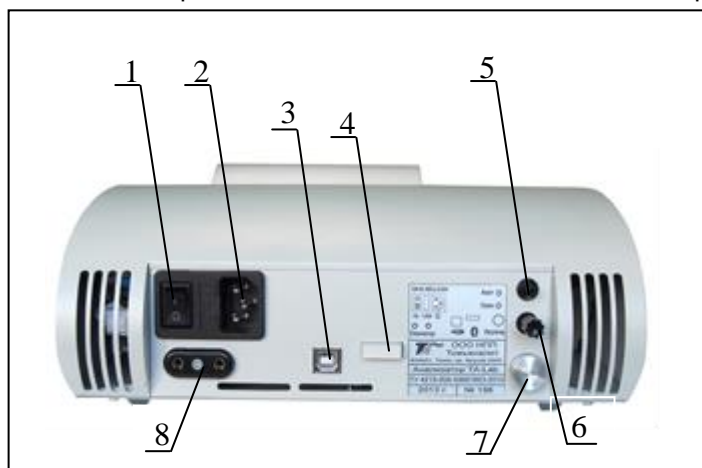
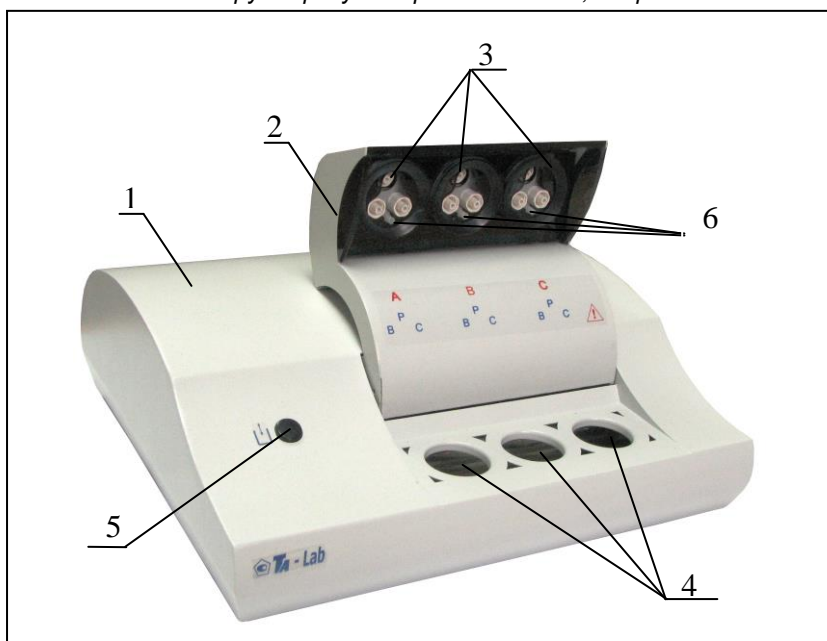


Рис. 19 - Анализатор TA-Lab (вид сзади)

1 – разъем для подключения сетевого шнура питания; 2 - сетевой выключатель;  
3 – разъем для подключения компьютера через USB-порт; 4 – место расположения антенны Bluetooth;  
5 – штуцер подачи азота; 6 – штуцер подачи озона;  
7 - ручка регулятора подачи газа; 8 – разъем для подключения питания озонатора.



При включении анализатора загорается подсветка ячеек и поднимается кронштейн для установки электродов (рис.20).

Рис. 20 – Анализатор TA-Lab (вид спереди)

1 – корпус;  
2 – подъемный кронштейн;  
3 – гнезда для крепления электродов;  
4 – гнезда для установки стаканчиков с анализируемым раствором;  
5 – кнопка управления подъемом кронштейна;  
6 – штуцера для установки трубочек для подачи газа в ячейки

Примечание - Беспроводная связь Bluetooth является дополнительной опцией и может отсутствовать.

3.2.2 Подъем и опускание кронштейна анализатора проводится нажатием кнопки 5 (рис. 20).

3.2.3 Подача газа в ячейки регулируется при помощи регулятора подачи газа 4, расположенного на задней панели анализатора (рис.19).

3.2.4 Управление работой анализатора осуществляется программно на всех стадиях измерений от персонального компьютера (ПК).

### **3.3 Включение анализатора**

3.3.1 При первом включении анализатора сетевой шнур питания подключают к анализатору путем ввода сетевой кабельной розетки сетевого шнура питания в разъем для подключения сетевого шнура 2 (рис.19).

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

3.3.3 Для подключения компьютера кабель соединительный подключают к анализатору через разъем 3 (рис.19) и к ПК через USB-порт.

3.3.5 Включить ПК. Открыть программное обеспечение анализатора TA-Lab.

3.3.6 Переводят сетевой выключатель в положение «включено». Загорится подсветка ячеек анализатора и поднимется кронштейн для установки электродов.

3.3.7 Подъем и опускание крышки анализатора проводят нажатием кнопки 5 (рис.20), расположенной на передней панели анализатора.

### **3.4 Установка и запуск программного обеспечения**


3.4.1 Для установки программы ПК должен иметь операционную систему Windows XP/Vista/7, объем ОЗУ не менее 512 Мб, видео с разрешением не менее 1024x768, наличие дисковод для компакт-дисков.

3.4.2 Для размещения пакета программ на жёстком диске необходим свободный объем памяти около 10 Мбайт.

3.4.3 Установка программы выполняется специальной программой установки (Мастер установки). Программа установки находится на инсталляционном диске, который входит в комплект поставки.

3.4.4 Для установки программы на жёсткий диск ПК вставляют компакт-диск в дисковод. Для запуска Мастера установки наводят курсор мышки на кнопку Установить в окне навигационной оболочки и нажимают левую кнопку мышки. Далее следуют рекомендациям Мастера установки.

3.4.5 По окончании установки Мастер создаст ярлык запуска программы на Рабочем столе Windows и программную группу в меню Пуск.

На рабочем столе Вашего компьютера появится ярлык TAlab . Для открытия программы наводят курсор мышки на ярлык и дважды быстро нажимают на левую кнопку мышки. Откроется главное окно программы.

## **4 Подготовка электродов**

В комплекте анализатора для определения цинка, кадмия, свинца и меди имеются 7 хлорсеребряных электродов и 4 амальгамных электрода. Сначала готовят к работе хлорсеребряные электроды (ХСЭ), затем – амальгамные (АмЭ).

### **4.1 Подготовка хлорсеребряных электродов (ХСЭ)**

4.1.1 Хлорсеребряный электрод (рис.21, 22) представляет собой спираль из серебряной проволоки, покрытой AgCl, помещенную в черный корпус с полупроницаемой белой пробкой. Конец серебряной проволоки имеет токовыводящий контакт для подключения к прибору.

4.1.3 В комплекте анализатора имеется семь ХСЭ. Три из них Вы будете использовать в качестве электродов сравнения, три – в качестве вспомогательных, один – для нанесения слоя ртути на амальгамные электроды. Так как ХСЭ имеют различное назначение, для увеличения срока службы их желательно между собой не путать. Можно отметить ХСЭ маркером (в верхней части, которая не соприкасается с раствором электрохимической ячейки!).



Рис. 21 – Внешний вид хлорсеребряного электрода (ХСЭ) и его колпачка:  
а) ХСЭ в раскрученном виде; б) ХСЭ в собранном виде; в) ХСЭ в собранном виде с одетым колпачком

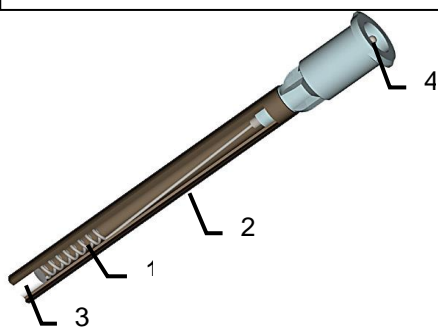


Рис. 22 – Схема ХСЭ:  
1- спираль из серебряной проволоки, 2 - корпус,  
3 - полупроницаемая пробка,  
4 – контакт для установки в TA-Lab

4.1.4 Подготовка ХСЭ к работе заключается в заполнении их корпуса раствором хлорида калия концентрации 1 моль/л. Для этого:



- верхнюю (белую) часть электрода с серебряной спиралью выкручивают против часовой стрелки из корпуса электрода;
- в шприц набирают раствор хлорида калия 1 моль/л;
- иголку шприца опускают до дна корпуса ХСЭ и выталкивают часть раствора из шприца до полного заполнения корпуса;
- вставляют спираль в корпус и вкручивают по часовой стрелке до упора;
- ополаскивают корпус электрода бидистиллированной водой (избегайте попадания воды на контакт!);
- одевают колпачок на электрод и опускают ХСЭ в химический стакан с бидистиллированной водой (заполненные ХСЭ можно хранить без защитных колпачков, но обязательно опущенными в бидистиллированную воду).

4.1.5 ХСЭ, используемые в качестве электродов сравнения и вспомогательных электродов, перезаряжают новым раствором хлорида калия не реже одного раза в неделю. При постоянной работе на анализаторе удобнее заполнять ХСЭ хлоридом калия по понедельникам.

ХСЭ, используемый для нанесения пленки ртути на рабочий электрод, перезаряжают раствором хлорида калия каждый раз перед использованием.

4.1.6 Заполненные хлоридом калия ХСЭ хранят в защитных колпачках (или без них – как Вам покажется более удобным) в бидистиллированной воде. ХСЭ, незаполненные хлоридом калия, хранят в защитных колпачках на воздухе.

Если Вы не планируете работать с данными ХСЭ более недели, то выкручивают спираль, вытряхивают из корпуса раствор хлорида калия, вкручивают спираль в корпус электрода, ополаскивают электрод бидистиллированной водой и хранят на воздухе незаполненными в защитных колпачках.

**Внимание!** Для каждой методики анализа рекомендуется использовать отдельный комплект ХСЭ. Комплекты ХСЭ, применяемые для определения различных элементов по различным методикам не путать!

## 4.2 Подготовка амальгамных электродов

4.2.1 В качестве рабочих (индикаторных) электродов при определении кадмия, свинца, меди и цинка используют амальгамные серебряные электроды (АмЭ), представленные на рис.23.



4.2.2 АмЭ представляет собой полимерный стержень с запрессованной серебряной проволокой диаметром 1,1 мм, длиной (7-8) мм (рис.24). Рабочей поверхностью электрода является серебряная проволока, покрытая амальгамой серебра. Для образования амальгамы на серебряную проволоку наносят пленку ртути. После нанесения ртути на поверхность серебра за счет взаимной растворимости ртути и серебра начинается процесс образования амальгамы серебра на поверхности АмЭ.

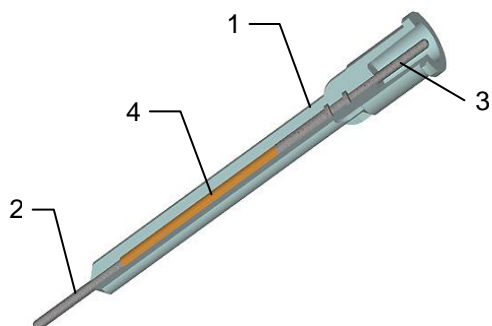


Рис.24 - Схема АмЭ:

- 1 - полиэтиленовый корпус,
- 2 - серебряный электрод (рабочая поверхность, на которую наносят пленку ртути),
- 3 - контакт (для установки в TA-Lab),
- 4 - соединительный стержень

4.2.3 Наличие амальгамы на рабочей поверхности электрода определяют визуально. Если серебро покрыто амальгамой необходимой толщины – его поверхность имеет характерный металлический блеск. Если амальгама отсутствует или она очень тонкая – поверхность серебра матовая. При сомнениях в наличии амальгамы на поверхности электрода необходимо нанести слой ртути на его поверхность. АмЭ, находящиеся в комплектации анализатора TA-Lab жидкой амальгамой серебра не покрыты, поэтому АмЭ при первом использовании необходимо заамальгамировать (покрыть серебряную проволоку тонкой пленкой ртути).

АмЭ хранят в защитных колпачках (или без них – как Вам покажется более удобным) в бидистиллированной воде.



Для амальгирования электродов используют:

- концентрированную азотную кислоту – для очистки поверхности электрода перед амальгированием;
- насыщенный раствор нитрата одновалентной ртути или ртуть металлическую – для нанесения слоя ртути.

Все эти реактивы используют многократно и хранят в бюксах под тягой:

4.2.4 Для амальгирования АмЭ снимают с него защитный колпачок и наносят на поверхность серебра слой ртути «механическим» или «электро-



химическим» способом. При «механическом» способе серебряную проволоку амальгамируют путем растирания по ее поверхности металлической ртути. «Электрохимическое» нанесение ртути проводят путем ее электролиза из насыщенного раствора нитрата одновалентной ртути  $Hg_2(NO_3)_2$  в ячейке «А» анализатора.

Способы нанесения пленки ртути равноценны. Используйте способ, наиболее удобный для Вас.

#### 4.2.5 «Механический» способ амальгамирования АмЭ

Для каждого АмЭ, непокрытого амальгамой, последовательно выполняют следующие действия.

1 Снимите колпачок с электрода.

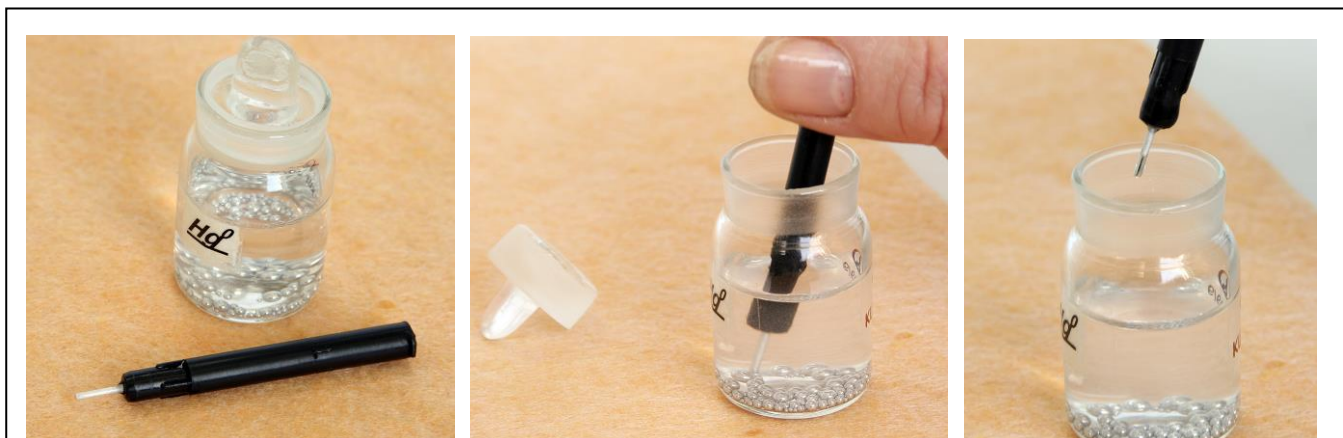
2 Только в перечисленных ниже случаях перед амальгамированием обрабатывают электрод азотной кислотой:

- при первом использовании электрода;
- при амальгамировании электрода, не использовавшегося более недели;
- в случае отрицательных результатов проверки работы электрода методом «введено-найдено»;
- при необходимости растворения пленки амальгамы с поверхности АмЭ;
- при сомнении в наличии пленки амальгамы на поверхности АмЭ.

Для этого рабочую поверхность электрода (серебряную проволоку) опускают на одну-две секунды в концентрированную азотную кислоту, после чего хорошо промывают бидистиллированной водой.

Во всех остальных случаях (в том числе и при ежедневном использовании электрода) перед амальгамированием электрод просто тщательно промывают бидистиллированной водой (избегайте попадания воды на контакт).

3 Опускают кончик серебряной проволоки (1-2 мм – не больше!) в металлическую ртуть.



4 Ртуть на электроде растирают фильтровальной бумагой (свернутой в 2-4 раза и смоченной бидистиллированной водой) по всей поверхности серебра для равномерного распределения ртути.

В случае, если на конце серебряной проволоки «свисает» избыточное количество ртути в виде капли, удаляют ее влажной фильтровальной бумагой или другим незаамальгамованным АмЭ и повторно растирают ртуть на электроде фильтровальной бумагой. После использования фильтровальную бумагу убирают в стакан для слива, частично заполненный водой.

Заамальгамованный электрод промойте бидистиллированной водой, оденьте на него колпачок и опустите электрод в стакан с бидистиллированной водой.

*При необходимости нанесения пленки ртути на два или три АмЭ выполните следующие действия.*

Окуните кончик серебряной проволоки одного из АмЭ (2-3 мм – не больше!) в металлическую ртуть. Ртуть на электроде разотрите серебряной проволокой незаамальгамованных АмЭ. Заамальгамованные электроды промойте бидистиллированной водой, оденьте на них колпачки и опустите электроды в стакан с бидистиллированной водой.

**Важно:**

- избегайте обрабатывать АмЭ азотной кислотой, если в этом нет необходимости;



- азотную кислоту, применяемую для обработки поверхности АмЭ можно хранить в специальном бьюксе и использовать многократно;
- для амальгамирования АмЭ можно использовать металлическую ртуть из медицинского или лабораторного ртутного термометра;
- металлическую ртуть храните в специальном бьюксе под слоем воды;
- пленка амальгамы на поверхности электрода не должна быть сильно толстой, поэтому строго следуйте инструкциям по подготовке АмЭ к работе; удалить избыток ртути с поверхности электрода можно АмЭ, непокрытым пленкой амальгамы, или влажной фильтровальной бумагой, сложенной в несколько раз.


#### 4.2.6 «Электрохимический» способ амальгамирования АмЭ

Для нанесения ртути электрохимическим способом проводят электролиз ртути из насыщенного раствора нитрата одновалентной ртути  $Hg_2(NO_3)_2$  в ячейке «А» анализатора. Ртуть последовательно наносят на каждый из незаамальгамированных АмЭ. При этом в качестве второго электрода используют отдельный ХСЭ, применяемый только для нанесения ртути на АмЭ. Электролиз проводят при постоянном токе 1,5 мА в течение 240 с без перемешивания раствора. «Электрохимический» способ включает в себя обязательную отмывку электродов бидистиллированной водой в анализаторе до и после накопления пленки.

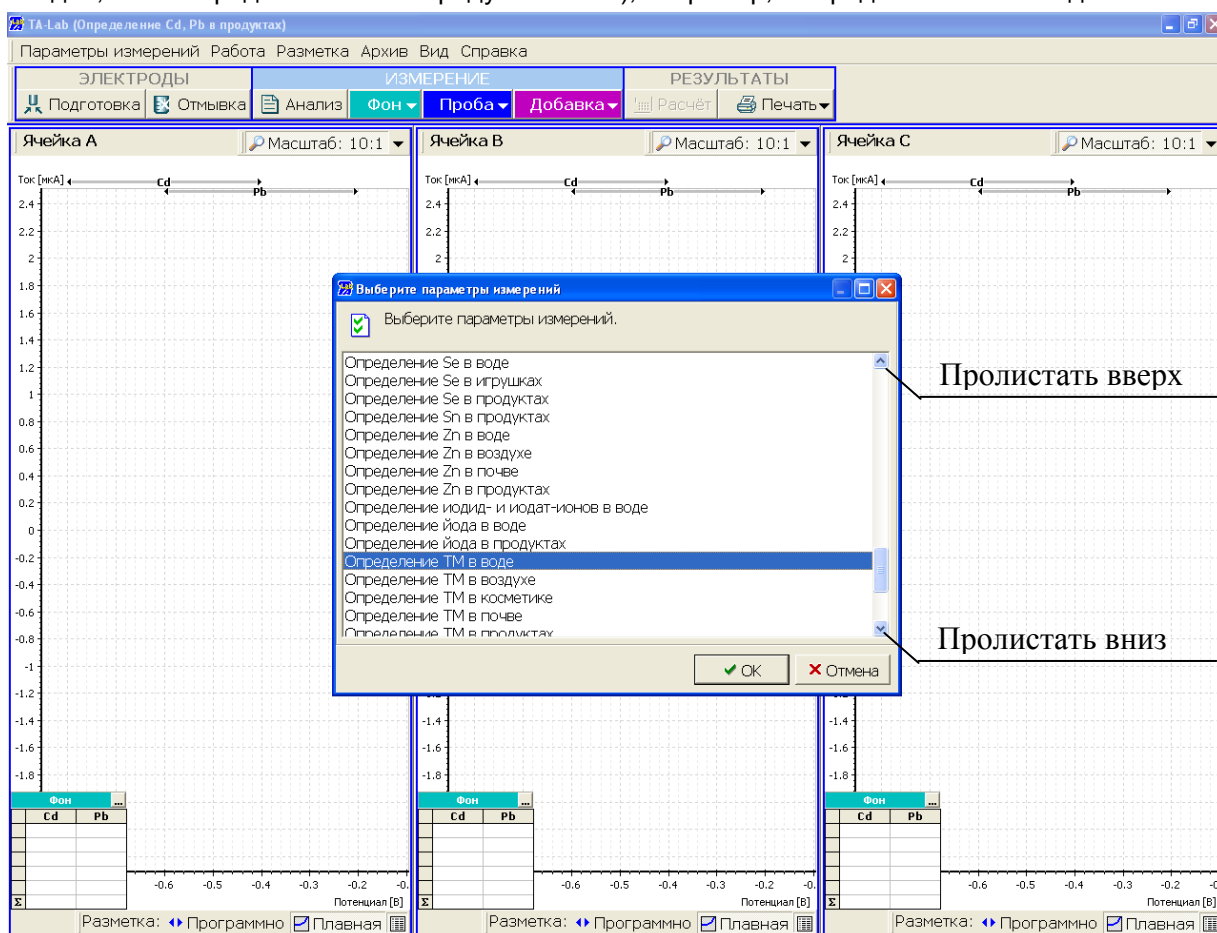
Раствор  $Hg_2(NO_3)_2$  используют для последующих накоплений пленки ртути. Из одного раствора ртути возможно накопление пленки порядка 100 раз.

Для нанесения ртути на АмЭ выполняют следующие операции.

1 ХСЭ, предназначенный для накопления ртути, заполняют раствором хлорида калия концентрации 1 моль/л.

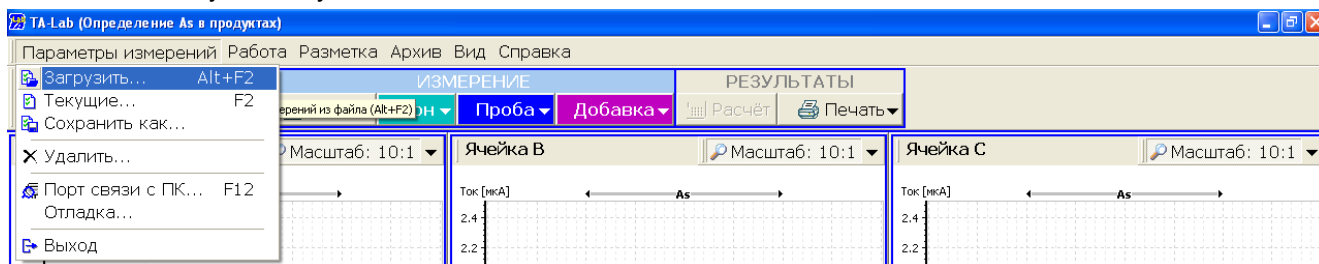
2 Включают анализатор и ПК. Для открытия программы TALab наводят курсор мышки на ярлык TALab , расположенный на рабочем столе Вашего компьютера, и дважды нажимают левую кнопку мышки.

3 В открывшемся окне выбирают строку с названием методики анализа, по которой предполагают работать («Определение Cd, Pb в воде», или «Определение Cd, Pb в продуктах», или «Определение ТМ в воде», или «Определение ТМ в продуктах и т.п.), например, «Определение ТМ в воде»:



и нажимают кнопку «ОК». Пролить весь список параметров измерений можно, нажимая на стрелки полосы прокрутки, расположенной справа в окне выбора параметров измерений.

Если программа TAlab была открыта ранее, то открыть окно выбора параметров измерений можно следующим образом: в главном меню программы наведите курсор мышки на «Параметры измерений» и нажмите левую кнопку мышки. В открывшемся списке наводят курсор мышки на «Загрузить...» и нажимают левую кнопку мышки:



4 Только в перечисленных ниже случаях перед амальгамированием обрабатывают электрод азотной кислотой:

- при первом использовании электрода;
- при амальгамировании электрода, не использовавшегося более недели;
- в случае отрицательных результатов проверки работы электрода методом «введено-найдено»;
- при необходимости растворения пленки амальгамы с поверхности АмЭ;
- при сомнении в наличии пленки амальгамы на поверхности АмЭ.

Для этого рабочую поверхность электрода (серебряную проволоку) опускают на одну-две секунды в концентрированную азотную кислоту, после чего хорошо промывают бидистиллированной водой.

Во всех остальных случаях (в том числе и при ежедневном использовании электрода) перед амальгамированием электрод просто тщательно промывают бидистиллированной водой (избегайте попадания воды на контакт).

5 Поднимают крышку анализатора путем нажатия кнопки, расположенной на его передней панели.

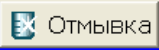
6 Устанавливают в ячейку «А» анализатора:

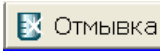
- в разъем «С»: ХСЭ, применяемый только для подготовки АмЭ и заполненный свежим раствором хлорида калия;
- в разъем «Р»: АмЭ, непокрытый пленкой амальгамы;
- кварцевый стаканчик с 9-11 мл бидистиллированной воды.

Установку электродов в анализатор проводят в соответствии с руководством по эксплуатации анализатора. Каждый электрод устанавливают в свой разъем. ХСЭ - в разъем «С» (справа); АмЭ – в разъем «Р» (в середине). Схема расположения разъемов для подключения электродов расположена на внутренней панели анализатора.

Установку электродов производят при надетых электродных колпачках. Для этого совмещают конусное углубление хвостовика электрода с выступающим конусом держателя, прижимают электрод к держателю и поворачивают на 90°. Снимают колпачок с электрода.

7 Опускают крышку анализатора путем нажатия кнопки, расположенной на его передней панели.

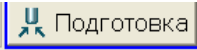
8 Наводят курсор мышки на кнопку , расположенную на панели инструментов программы, и нажимают левую кнопку мышки.

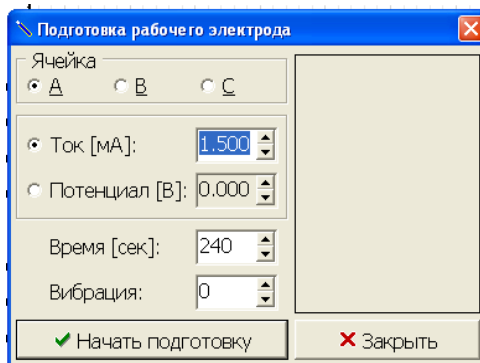
9 Через (3-5) секунд повторно наводят курсор мышки на кнопку , расположенную на панели инструментов программы, и нажимают левую кнопку мышки.

10 Поднимают крышку анализатора путем нажатия кнопки, расположенной на его передней панели.

11 Стаканчик с бидистиллированной водой заменяют на бюкс (емкостью 7-8 мл) с насыщенным раствором  $\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2$  (приготовление насыщенного раствора нитрата ртути описано в методике анализа).

12 Опускают крышку анализатора путем нажатия кнопки, расположенной на его передней панели.

13 Наводят курсор мышки на кнопку , расположенную на панели инструментов программы, и нажимают левую кнопку мышки. В появившемся на экране окне «подготовка рабочего электрода» должен быть отмечен канал «А»; установлены ток накопления - 1,5 мА; время - 240 секунд; значение вибрации – 0:



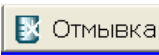
Наводят курсор мышки на кнопку «Начать подготовку» и нажимают левую кнопку мышки. В окне «Подготовка рабочего электрода» появится текущее значение тока накопления и оставшееся время подготовки.

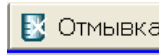
14 После окончания процесса накопления наводят курсор мышки на кнопку «Закреть» и нажимают левую кнопку мышки.

15 Поднимают крышку анализатора путем нажатия кнопки, расположенной на его передней панели.

16 Заменяют бюкс с раствором  $\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2$  на стаканчик с (9-11) мл бидистиллированной воды.

17 Опускают крышку анализатора путем нажатия кнопки, расположенной на его передней панели.

18 Наводят курсор мышки на кнопку , расположенную на панели инструментов программы, и нажимают левую кнопку мышки.

19 Через (3-5) секунд повторно наводят курсор мышки на кнопку , расположенную на панели инструментов программы, и нажимают левую кнопку мышки.

20 Поднимают крышку анализатора путем нажатия кнопки, расположенной на его передней панели.

21 Заамальгамированный АмЭ с помощью электродного колпачка выкручивают против часовой стрелки из анализатора и помещают в стаканчик с бидистиллированной водой.

22 Повторяют операции нанесения ртути по п.п.4-21 для второго и третьего АмЭ.

23 Заамальгамированный АмЭ хранят в электродном колпачке в бидистиллированной воде. Хранить заамальгамированный АмЭ можно без электродного колпачка, но обязательно в воде.

24 Раствор  $\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2$  из бюкса не выливают, его используют для последующих накоплений ртути. Из одного раствора ртути возможно накопление пленки порядка 100 раз.

**Важно:**

- избегайте обрабатывать АмЭ азотной кислотой, если в этом нет необходимости;
- азотную кислоту, применяемую для обработки поверхности АмЭ, можно хранить в специальном бюксе и использовать многократно;
- электролиз ртути проводите из насыщенного раствора нитрата одновалентной ртути; один и тот же раствор используйте для нанесения ртути не более 100 раз;
- обратите внимание на дату выпуска и срок хранения соли ртути, используемой для приготовления насыщенного раствора; не рекомендуем использовать нитрат ртути с просроченным сроком хранения;
- обратите внимание, что для накопления ртути используют нитрат одновалентной (а не двухвалентной) ртути;
- для нанесения ртути используйте отдельный ХСЭ, применяемый только для нанесения ртути на АмЭ и имеющийся в комплектации анализатора;
- перед использованием ХСЭ для нанесения ртути обязательно заполняют свежим раствором одномолярного хлорида калия;
- незаамальгамированный АмЭ можно хранить в электродных колпачках на воздухе, но АмЭ с нанесенным слоем ртути хранить обязательно в воде в электродном колпачке (или без него, если это покажется Вам более удобным);
- следите за чистотой электродных колпачков, чтобы при использовании не происходило загрязнение поверхности электродов.

## **5 Проверка работы электродов методом «введено-найдено» при определении кадмия и свинца**

5.1 Проверка работы электродов методом «введено-найдено» заключается в анализе раствора с известной концентрацией кадмия и свинца. Предлагаем Вам научиться работе на анализаторе TA-Lab путем освоения этой процедуры, так как:

- анализ проб проводится по такой же схеме, что и проверка работы электродов;
- при проверке работы электродов Вы знаете, какой результат анализа должны получить.

При проверке работы электродов Вы проверяете и себя – насколько правильно вы все делаете, так как результат анализа зависит не только от исправности используемого оборудования, но и от верности Ваших действий. Поэтому перед тем как приступить к анализу проб, предлагаем Вам хорошо освоить процедуру проверки работы электродов методом «введено-найдено».

Если Вам предстоит определять четыре элемента: кадмий, свинец, цинк и медь (а не только кадмий и свинец), настоятельно рекомендуем Вам начать с освоения процедуры проверки электродов для двух элементов: кадмия и свинца. Отдельное (но из одного раствора!) определение кадмия и свинца Вам понадобится при анализе проб, к тому же освоить определение двух элементов проще, чем четырех. Научившись определять кадмий и свинец, Вам не составит труда освоить процедуру определения цинка, кадмия, свинца и меди.

5.2 Процедура проверки работы электродов методом «введено-найдено» описана в прописи методики анализа, приложении к прописи методики анализа.

В данном пособии мы даем очень подробное описание данной процедуры. Выполните проверку работы электродов, пользуясь данным пособием, 2-3 раза. Повторите проверку, пользуясь приложением к прописи методики анализа.

Настоятельно рекомендуем перед выполнением проверки электродов прочитать в Руководстве пользователя программного обеспечения TALab раздел, посвященный разметке вольтамперограмм.

5.3 В дальнейшем проверку работы электродов проводите в следующих случаях:


- ежедневно перед началом работы;
- после нанесения ртути на поверхность АМЭ;
- при получении неприемлемых результатов анализа;
- при сомнениях в правильности результатов анализа.

5.4 Для более удобного восприятия материала все действия сгруппированы по таблицам, соответствующим основным этапам проверки электродов:

- 1) подготовка анализатора к выполнению измерений;
- 2) отмывка электрохимических ячеек;
- 3) регистрация вольтамперограмм фона (проверка фонового раствора на чистоту);
- 4) регистрация вольтамперограмм пробы;
- 5) регистрация вольтамперограмм добавки и расчет результатов.



Обращаем Ваше внимание, что все этапы проверки выполняются последовательно, без временного перерыва между ними.

## 5.5 Подготовка анализатора к выполнению измерений

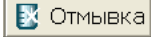
№ п/п	Операция	Выполняемые действия	Дополнительная информация
1	Включите компьютер и анализатор	Вилки сетевых шнуров анализатора и ПК включите в сеть и переведите выключатели сети в положение «включено». Выключатель сети анализатора расположен на его задней панели.	При включении анализатора поднимется крышка анализатора и загорится подсветка ячеек анализатора.
2	Откройте программу TALab	Дважды нажмите на ярлык TALab  , расположенный на рабочем столе Вашего компьютера.	Программа TALab допускает параллельную работу с другими программами. Переключение между работающими программами осуществляется с помощью панели внизу экрана.
3	Откройте методику выполнения измерений	1 Нажмите на пункт «Параметры измерений» в главном меню программы (вторая строка сверху). 2 В появившемся списке нажмите на пункт «Загрузить...». В появившемся окне нажмите на название нужной методики («Определение Cd, Pb в продуктах»). Пролистать полный список методик Вы можете, нажимая на стрелку, расположенную справа списка методик (или крутя колесико мышки). 3 Нажмите на кнопку «ОК», расположенную в правом нижнем углу открывшегося окна.	Название параметров измерений совпадает с названием методики выполнения измерений. Название загруженных параметров измерений отобразится в левом верхнем углу окна программы.
4	Подготовьте хлорсеребряные электроды	Выполните операции по подготовке хлорсеребряных электродов (ХСЭ) в соответствии с п.4.1.	ХСЭ заполняют раствором хлорида калия 1 моль/л один раз в неделю.
5	Подготовьте амальгамные электроды (АмЭ)	В случае первого использования электродов нанесите слой ртути на поверхность рабочих электродов в соответствии с п.4.2. В случае повторного использования амальгамных (АмЭ) проверьте наличие блестящей пленки амальгамы на поверхности АмЭ. Для этого протрите поверхность АмЭ фильтровальной бумагой, сложенной в 2-4 раза. При наличии амальгамы поверхность АмЭ должна иметь вид металлической ртути. В случае ее отсутствия - нанесите ртуть на поверхность рабочих электродов в соответствии с п.4.2.	1 Первые 2-3 недели работы с АмЭ Вам придется наносить пленку ртути на электрод ежедневно. По мере увеличения срока работы электродов пленка амальгамы серебра на электродах будет сохраняться в течение 3-4 дней. 2 Если Вы сомневаетесь в наличии амальгамы на поверхности электрода, нанесите ртуть на один из АмЭ и сравните его поверхность с поверхностью двух других.

6	Установите электроды в анализатор	 <p>Каждый электрод устанавливают в свой разъем. ХСЭ сравнения - в разъем «С» (справа); ХСЭ вспомогательный - в разъем «В» (слева); АмЭ – в разъем «Р» (в середине). Схема расположения разъемов для подключения электродов расположена на внутренней панели анализатора.</p> <p>Установку электродов производят при надетых электродных колпачках. Для этого совмещают конусное углубление хвостовика электрода с выступающим конусом держателя, прижимают электрод к держателю и поворачивают на 90°. Снимают колпачок с электрода.</p>	<p>1 Крышка анализатора поднимается путем нажатия кнопки на передней панели анализатора.</p>  <p>2 Электроды сравнения и вспомогательные электроды не путать! Для удобства использования вспомогательный электрод (В) можно пометить маркером.</p>
---	-----------------------------------	---	---


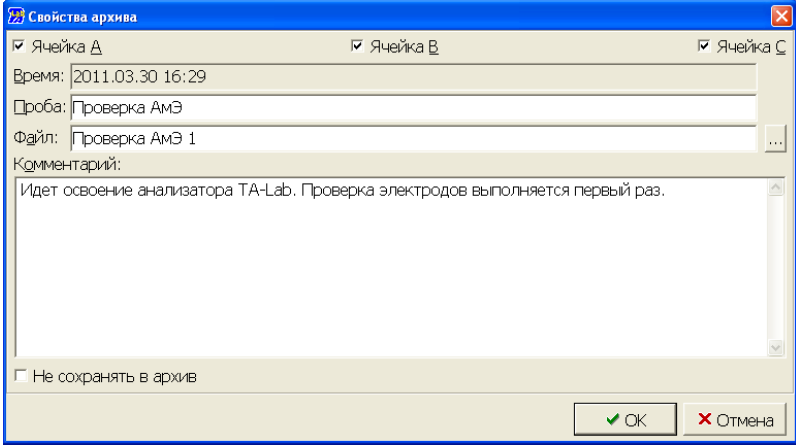
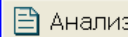

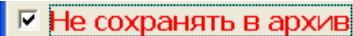
### 5.6 Отмывка электрохимических ячеек

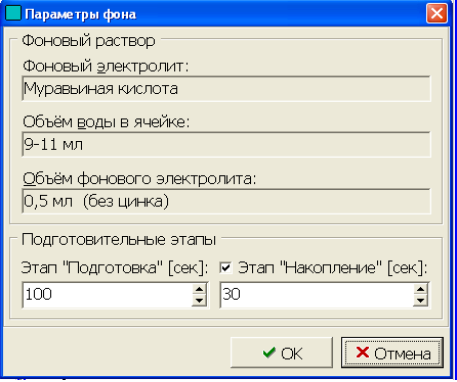
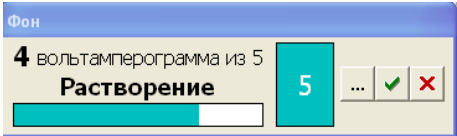
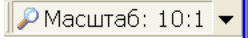
№ п/п	Операция	Выполняемые действия	Дополнительная информация
1	Установите стаканчики в анализатор	 <p>1 Налейте в стаканчики 9-11 мл (чуть меньше половины стаканчика) бидистиллированной воды и 0,5 мл муравьиной кислоты.</p> <p>2 Установите стаканчики с раствором в ячейки анализатора.</p> <p>3 Опустите крышку анализатора, нажав кнопку на передней панели анализатора.</p>	<p>1 Для добавки кислоты в анализатор удобно использовать дозатор.</p> <p>2 Если внешние стенки и дно стаканчика влажные, перед установкой в анализатор их необходимо промокнуть фильтровальной бумагой (или специальным полотенцем).</p>
2	Начните процесс отмывки	<p>Нажмите на кнопку  <b>Отмывка</b>, расположенную на панели инструментов программы.</p>	<p>Начнется процесс отмывки. При этом электроды будут вибрировать. На экране вверху справа появится диалоговое окно «Отмывка», показывающее время, оставшееся до окончания отмывки.</p>

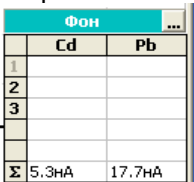


3	Завершите процесс отмывки	<p>1 По окончании процесса отмывки (погаснет диалоговое окно «Отмывка») поднимите крышку анализатора, нажав кнопку на передней панели анализатора.</p> <p>2 Достаньте стаканчики и вылейте из них раствор. Сразу же переходите к регистрации вольтамперограмм фона.</p>	<p>1 Досрочно остановить процесс отмывки можно, повторно нажав на кнопку .</p> <p>2 Раствор из стаканчиков выливайте в специальный стаканчик для слива, который желательно установить под тягой.</p>
---	---------------------------	---	---

### 5.7 Регистрация вольтамперограмм фона (проверка на чистоту)

№ п/п	Операция	Выполняемые действия	Дополнительная информация
1	Подготовьте фоновый раствор	<p>1 Ополосните стаканчики бидистиллированной водой.</p> <p>2 Налейте в стаканчики 9-11 мл бидистиллированной воды и 0,5 мл муравьиной кислоты.</p>	Можно отградуировать стаканчики маркером на 10 мл. При этом в градуированный стаканчик можно сначала внести 0,5 мл муравьиной кислоты, затем до метки – бидистиллированной воды.
2	Установите стаканчики в анализатор	<p>1 Установите стаканчики с раствором в ячейки анализатора.</p> <p>2 Опустите крышку анализатора, нажав кнопку на передней панели анализатора.</p>	Раствор муравьиной кислоты, полученный в стаканчиках, является фоновым раствором. Вольтамперограммы фонового раствора (вольтамперограммы фона) регистрируют с целью проверки его на чистоту.
3	Начните новый анализ	<p>1 На панели инструментов нажмите кнопку .</p> <p>2 В открывшемся окне в поле Проба укажите название пробы: «Проверка АмЭ», в поле Файл укажите имя файла, под которым Вы хотите сохранить результаты предстоящих измерений в архив. Например, «Проверка АмЭ 1». Можете дополнительно написать комментарии в поле «Комментарий».</p>  <p>Нажмите кнопку «ОК».</p>	<p>1 Вы можете не указывать название пробы и имя файла. В этом случае файл сохранится, при этом в качестве его имени будет использовано время начала измерений (оно приведено в поле «Время»).</p> <p>2 Вы можете не сохранять результаты предстоящих измерений в архив. Для этого:</p> <p>2.1 На панели инструментов нажмите кнопку .</p> <p>2.2 В открывшемся окне нажмите на квадратик на кнопке , чтобы появилась галочка и шрифт надписи сменился на красный цвет: .</p> <p>2.3 Нажмите кнопку «ОК».</p>

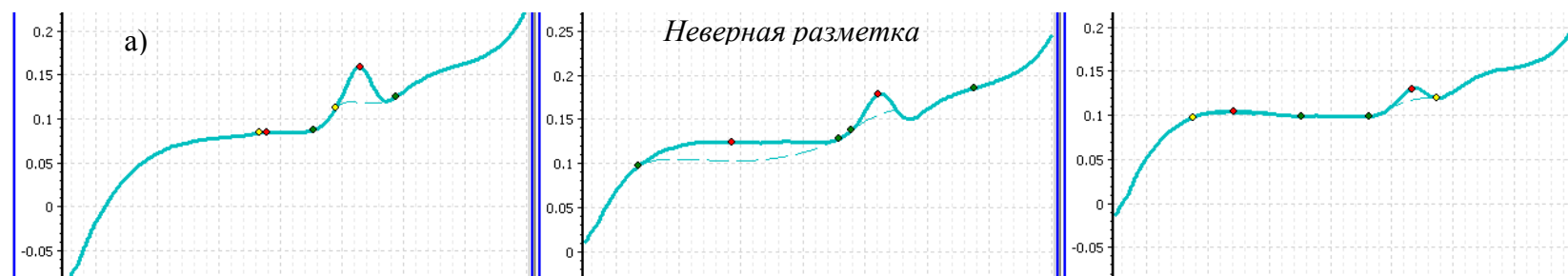
4	Начните регистрацию вольтамперограмм фона		<p>1 Нажмите на кнопку <b>Фон</b> на панели инструментов.</p> <p>2 В открывшемся подменю нажмите на строку «Начать измерение».</p> <p>3 В открывшемся окне нажмите кнопку «OK».</p>	<p>Начнется процесс регистрации вольтамперограмм фона. При этом электроды будут вибрировать и загорится УФ-лампа. На экране появится индикатор выполнения измерений, показывающий: номер регистрируемой вольтамперограммы; наименование выполняемого этапа измерений и время до окончания выполнения этапа.</p>
5	Остановите процесс регистрации вольтамперограмм фона	<p>Когда в окне каждого канала регистрируется по две вольтамперограммы, визуально одинаковые (воспроизводимые), процесс регистрации необходимо остановить. Для этого:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- дождитесь начала этапа «Растворение» (на индикаторе измерений появится надпись «Растворение»);</li> <li>- нажмите на кнопку <b>X</b>, расположенную на индикаторе выполнения измерений (справа):</li> </ul>		<p>Чаще всего воспроизводимыми (одинаковыми) оказываются вторая и третья вольтамперограммы фона. В этом случае после регистрации третьей вольтамперограммы фона можно остановить процесс на этапе «Растворение». <b>Внимание!</b></p> <p>1 Нет необходимости снимать более двух воспроизводимых вольтамперограмм.</p> <p>2 Сравнивают между собой вольтамперограммы внутри одного окна ячейки. Вольтамперограммы, высвеченные в разных окнах ячеек между собой не сравнивают.</p>
6	Выберите масштаб отображения вольтамперограмм	<p>Нажмите на правую часть (с треугольником) кнопки масштаба <b>Масштаб: 10:1</b>, расположенной в правом верхнем углу окна ячейки. В появившемся списке нажмите на строку 50:1. При этом изменится вид отображаемых вольтамперограмм.</p> <p>Для перемещения вольтамперограмм по вертикали наведите курсор мышки на окно ячейки и нажмите левую кнопку. Покрутите колесико мышки или нажмите правую кнопку мышки и, не отпуская ее, передвиньте курсор мышки.</p> <p>Таким образом можно установить вольтамперограммы в наиболее удобное для Вас положение.</p>		<p>1 Можно последовательно изменять масштаб отображения, выбирая 5:1; 10:1; 20:1. При этом Вы сможете выбрать наиболее удобный для Вас масштаб отображения вольтамперограмм.</p> <p>2 Если вольтамперограммы после изменения масштаба не отображаются в окне ячейки, то выполните действия по перемещению вольтамперограмм, описанные в левом столбце. При этом Вы увидите, что перемещается ось тока (слева окна ячейки). Передвиньте ее так, чтобы в окне ячейки на оси тока было видно значение «0». Вольтамперограммы фона должны отображаться в области значений тока от -0,4 до 0,5 мкА.</p>
7	Проверьте правильность исключения	<p>Программа автоматически исключает невоспроизводимые вольтамперограммы. Невоспроизводимые вольтамперограммы выделяются серым цветом. Если Вы не согласны с автоисключением, то можете сами исключить невоспроизводи-</p>	<p>Для расчета результатов анализа исключенные вольтамперограммы не используются.</p> <p>Для возврата исключенной вольтамперограммы в не-</p>	

	<p>вольтамперограмм фона</p> <p>мую (на Ваше усмотрение) вольтамперограмму. Для этого:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- наведите курсор мышки на номер исключаемой вольтамперограммы, находящийся на панели результатов</li> </ul>  <p>(внизу слева окон ячеек – по умолчанию);</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- нажмите <i>правую</i> кнопку мышки, при этом номер исключаемой вольтамперограммы выделится серым цветом.</li> </ul>	<p>исключенные:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- наведите курсор мышки на номер исключенной вольтамперограммы, находящийся на панели результатов (внизу слева окон ячеек – по умолчанию);</li> <li>- нажмите <i>правую</i> кнопку мышки, при этом номер вольтамперограммы выделится жирным черным шрифтом.</li> </ul>
8	<p>Усредните вольтамперограммы фона</p> <p>Нажмите на кнопку <b>Фон</b>. В открывшемся подменю нажмите на строку «Средняя» вольтамперограмма.</p>	<p>После усреднения вместо исходных вольтамперограмм в окнах ячеек появятся «средние» вольтамперограммы, выделенные более жирным шрифтом.</p>
9	<p>Проверьте правильность разметки вольтамперограмм фона</p> <p>Эту операцию необходимо выполнять только в случае наличия пиков (или одного пика) на «средней» вольтамперограмме.</p> <p>Под пиками на «средних» вольтамперограммах проведены пунктирные линии. Это линии остаточного тока. При необходимости поправьте положение и вид линий остаточного тока, руководствуясь Руководством пользователя программного обеспечения.</p>	<p>Точность результатов анализа напрямую зависит от правильности проведения линии остаточного тока. Линия остаточного тока должна воспроизводить вид вольтамперограммы без пиков кадмия и свинца.</p>

## 5.8 Разметка вольтамперограмм фона

Если на вольтамперограммах фона присутствуют пики кадмия и свинца (или только кадмия или свинца) выполните следующие операции.

1 Мысленно представьте, как бы выглядела вольтамперограмма, если бы на ней не было пиков. Воспроизводит ли линия остаточного тока, проведенная под пиками пунктирной линией, вольтамперограмму без пиков? Если да (рис.25 б, г), то переходите к анализу вольтамперограмм фона по п.5.9. Если не воспроизводит, например, разметка пиков выглядит, как на рис.25 а, в, то Выполните действия по корректировке линии остаточного тока, как описано далее.



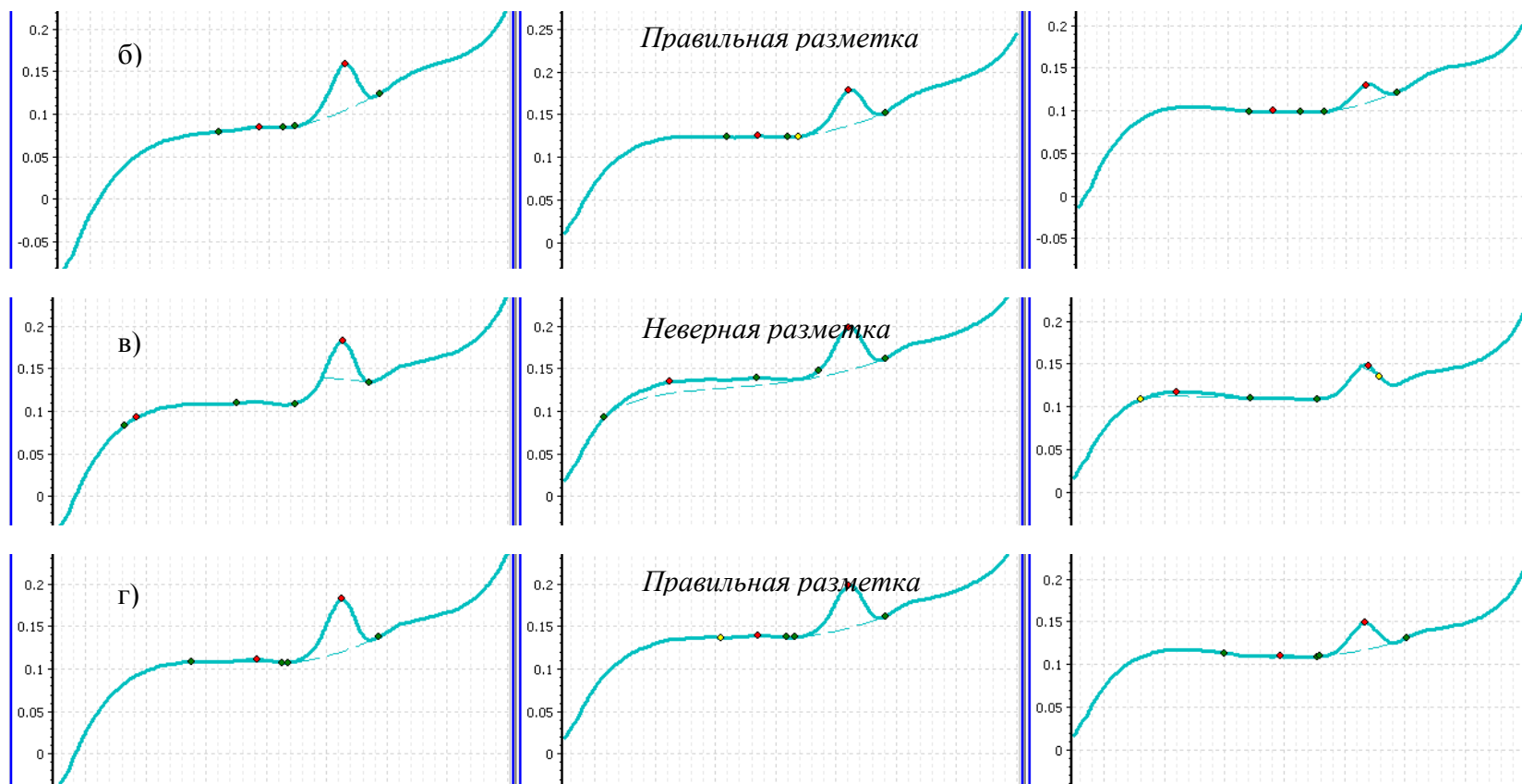
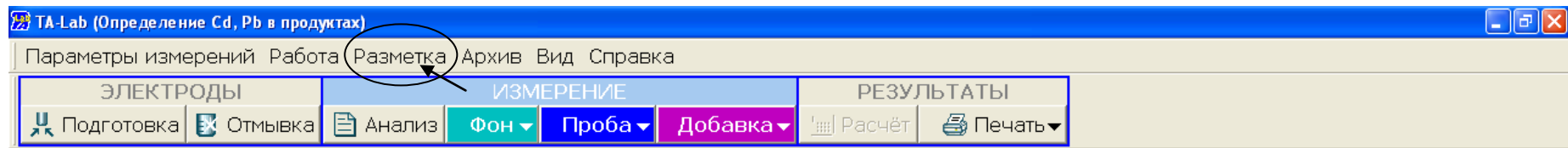


Рис.25 –Разметка вольтамперограмм фона: а) и в) неверная; б) и г) правильная

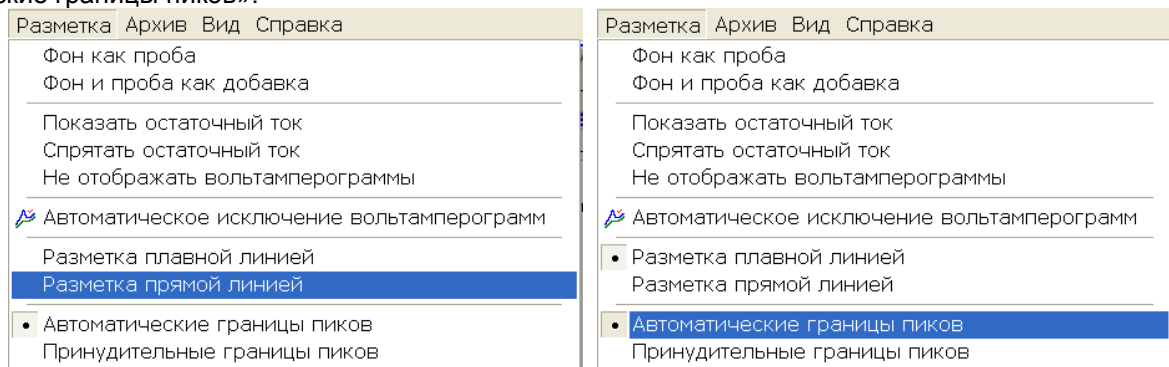
Разметка вольтамперограмм – это соединение границ пиков линией остаточного тока. Программа автоматически ищет границы пиков в области, ограниченной границами маркеров  $\leftarrow \text{Cd} \rightarrow$  и  $\leftarrow \text{Pb} \rightarrow$  и соединяет границы линией остаточного тока. Если программа сама определяет границы пиков, то они называются автоматическими или установленными программно. Вы можете сами установить границы пиков: в этом случае границы пиков будут совпадать с границами маркеров разметки. Такие границы пиков называются принудительными или установленными принудительно.

Линия остаточного тока может быть проведена прямой или плавной линией. При определении кадмия и свинца мы рекомендуем проводить остаточный ток прямой линией. И только если прямая линия остаточного тока не позволяет получить правильную разметку, воспользоваться плавной линией остаточного тока. Все операции, связанные с разметкой вольтамперограмм, можно выполнить путем выбора команд пункта меню «Разметка»:

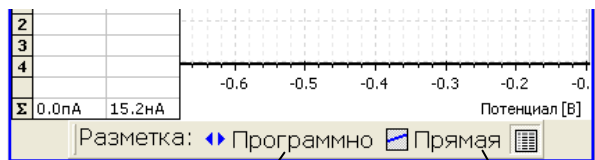


### Выбор вида линии остаточного тока

Наведите курсор мышки на пункт главного меню «Разметка» и нажмите левую кнопку мышки; в появившемся подменю выберите пункты «Разметка прямой линией» и «Автоматические границы пиков»:



Обратите внимание, что внизу окон ячеек в панели разметки вид установки границ пиков («Программно/Принудительно») установлен «Программно» (автоматические границы пиков, т.е. они будут выбраны программой) и вид линии остаточного тока («Плавная/Прямая») установлен «Прямая» (т.е. линия остаточного тока проводится прямой линией):



Вид установки границ пиков

Вид линии остаточного тока

В этом случае границы пиков программа найдет автоматически (между границами маркеров разметки, расположенным вверху окна ячейки) и соединит их прямой линией остаточного тока в окнах ячеек, в которых на панели разметки установлено «Программно» и «Плавная».

### Установка границ маркеров разметки

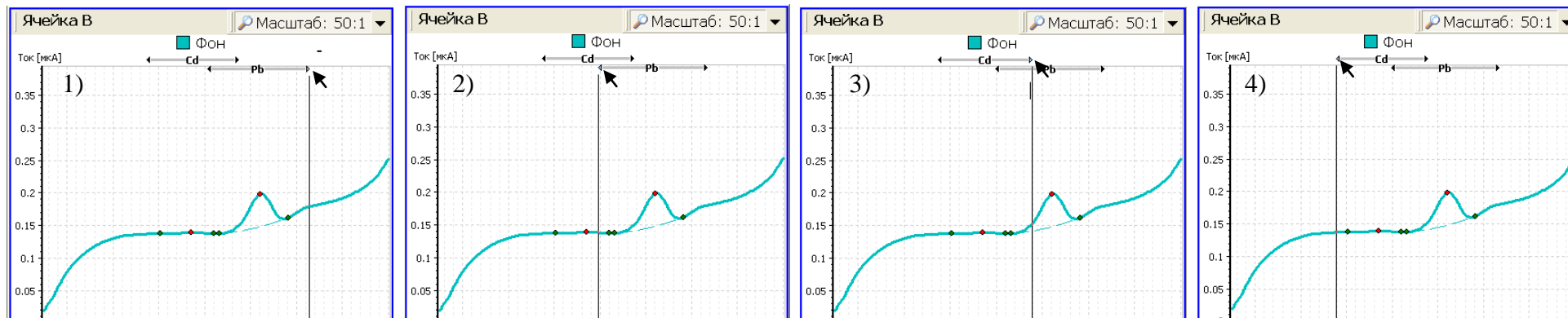
Проводится путем передвижения мышкой границ маркеров.

1) Наведите курсор мышки на правую границу маркера Pb, нажмите на левую кнопку мышки и, не отпуская кнопку, продвиньте границу маркера вправо, пока она не будет находиться за правой границей пика свинца.

2) Наведите курсор мышки на левую границу маркера Pb, нажмите на левую кнопку мышки и, не отпуская кнопку, продвиньте границу маркера влево, пока она не будет находиться за левой границей пика свинца (до вершины пика кадмия).

3) Наведите курсор мышки на правую границу маркера Cd, нажмите на левую кнопку мышки и, не отпуская кнопку, продвиньте границу маркера вправо, пока она не будет находиться за правой границей пика кадмия (граница маркера должна находиться правее левой границы пика свинца, но левее вершины пика свинца).

4) Наведите курсор мышки на левую границу маркера Cd, нажмите на левую кнопку мышки и, не отпуская кнопку, продвиньте границу маркера влево, пока она не будет находиться за левой границей пика кадмия.



Если после выполнения данной операции, линия остаточного тока проведена неверно, то поменяйте линию остаточного тока на «Плавную». Для этого в пункте меню «Разметка» выберите «Разметка плавной линией». При этом вид линии остаточного тока поменяется во всех окнах ячеек. Если Вы хотите поменять линию остаточного тока только для одной ячейки, то нажмите на кнопку  Прямая на панели разметки внизу окна ячейки, чтобы она сменила вид на  Плавная.

С помощью выбора в пункте главного меню «Разметка» команд «Разметка плавной линией» или «Разметка прямой линией» и «Автоматические границы пиков» или «Принудительные границы пиков» добейтесь, чтобы линия остаточного тока воспроизводила вид вольтамперограмм без пиков. Ниже приведены примеры правильной разметки вольтамперограмм фона (для наглядности примера выбраны вольтамперограммы фона, «грязного» по свинцу). Обратите внимание на положение границ маркеров пиков и вид линии остаточного тока.



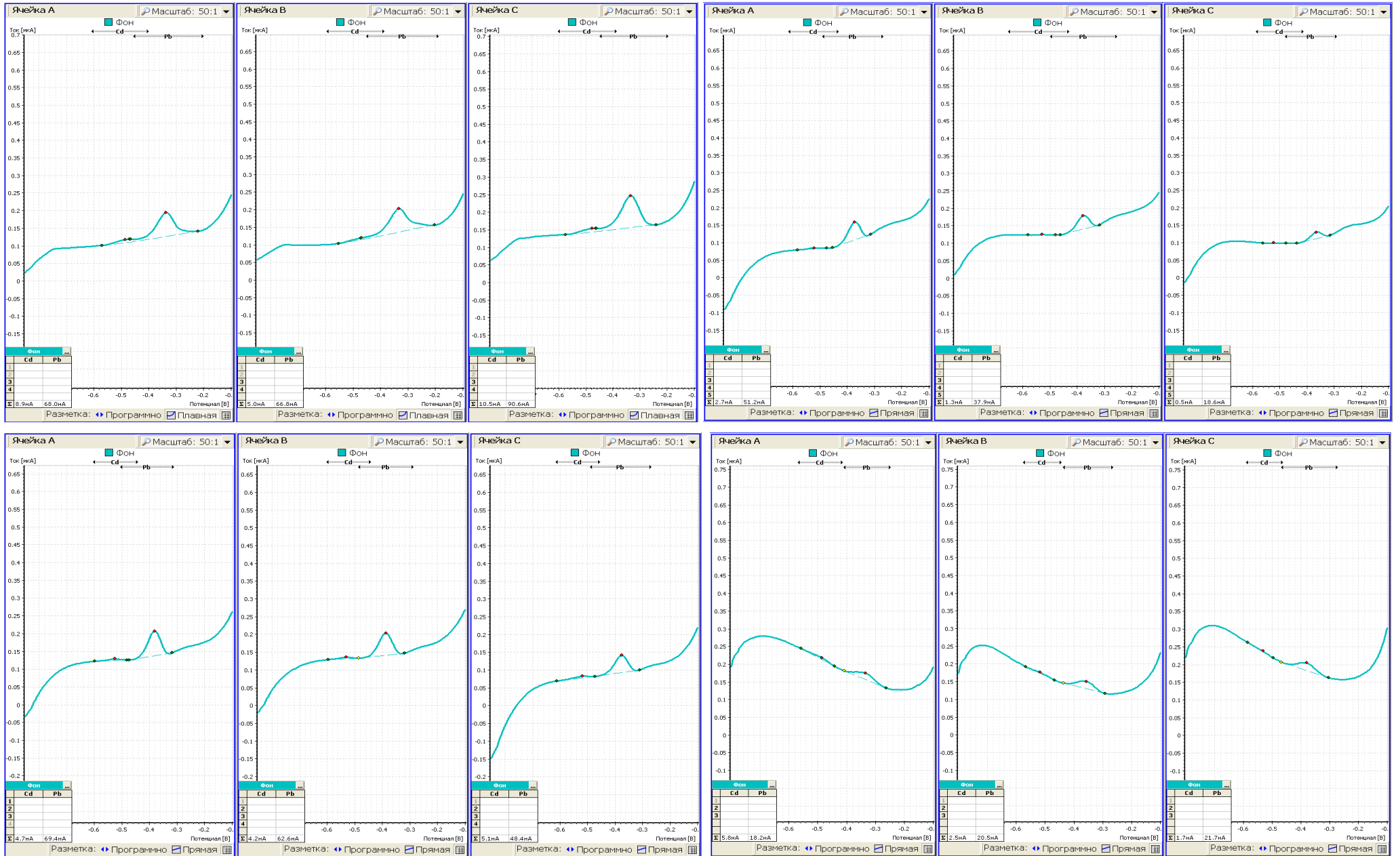


Рис.26 – Примеры правильной разметки вольтамперограмм фона

## 5.9 Анализ вольтамперограмм фона

5.9.1 В идеальном случае на вольтамперограммах фона должны отсутствовать пики кадмия и свинца. Однако, примеси кадмия и свинца могут содержаться в муравьиной кислоте и бидистиллированной воде, адсорбироваться на стенках стаканчика и поверхности электродов. Поэтому на вольтамперограммах фона могут присутствовать пики кадмия и свинца. В этом случае измеряют высоты зарегистрированных пиков и сравнивают их с максимально допустимыми.

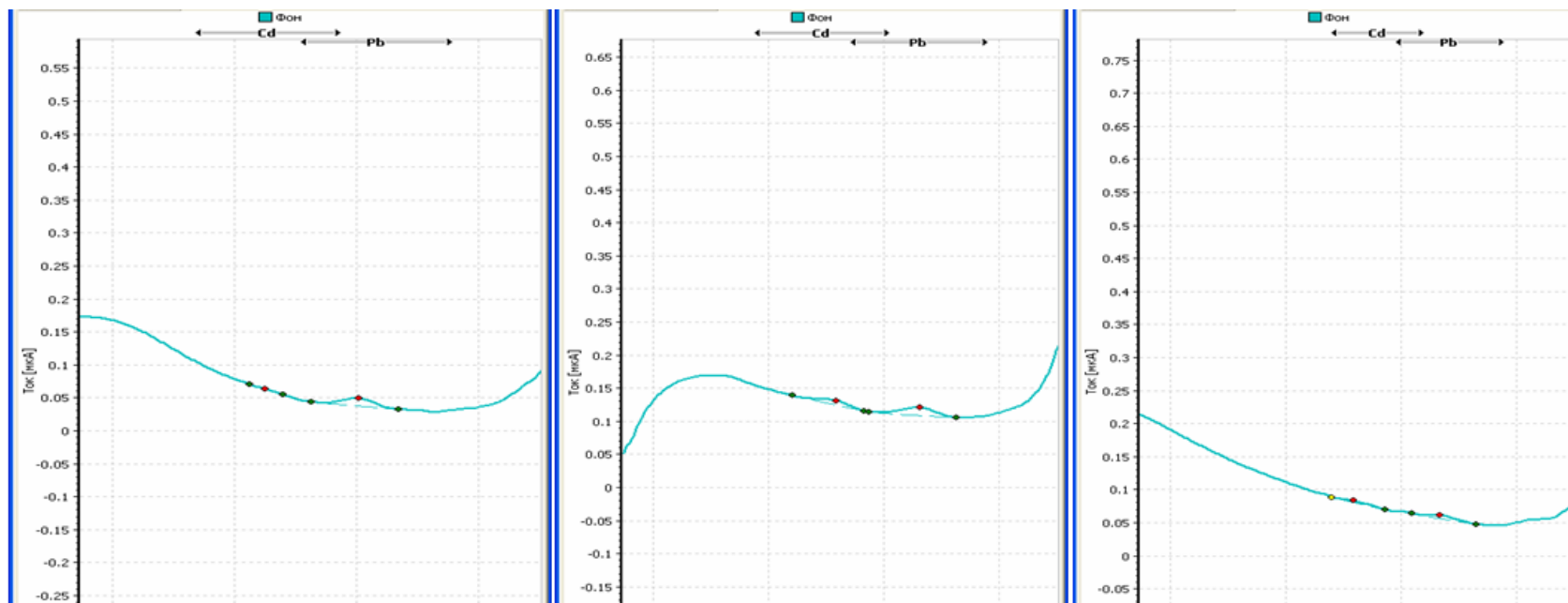


Рис.27 – Возможный вид вольтамперограмм фона

5.6.2 По наличию пиков на вольтамперограммах фона судят о чистоте электрохимических ячеек:

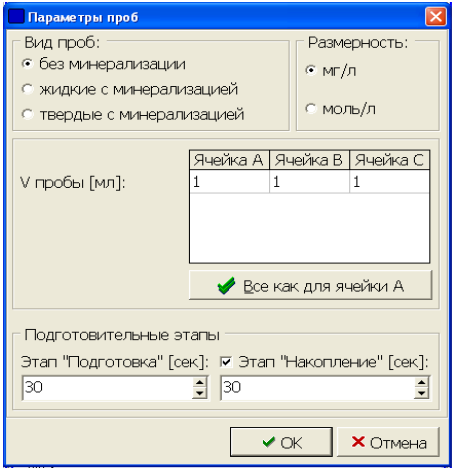
- 1) если на вольтамперограммах при масштабе 50:1 визуально не видно пиков кадмия и свинца – электрохимические ячейки считаются чистыми.
- 2) в случае наличия пиков на вольтамперограммах фона (в одной или нескольких ячейках) обратите внимание на нижнюю строку панели результатов (внизу справа окон каналов), в ней указаны высоты пиков кадмия и свинца:
  - если высота пика кадмия не превышает 10 нА, свинца – не превышает 15 нА, то электрохимические ячейки считаются чистыми и можно переходить к следующему этапу измерений – регистрации вольтамперограмм пробы;
  - если высота пика кадмия выше 10 нА, но не превышает 25 нА, свинца – выше 15 нА, но не превышает 30 нА, то электрохимические ячейки считаются достаточно чистыми для проведения измерений и можно переходить к следующему этапу измерений – регистрации вольтамперограмм пробы, однако, в дальнейшем следует обратить внимание на чистоту ячеек (возможно плохо отмыта посуда или бидистиллированная вода и/или муравьиная кислота содержат примеси кадмия и свинца);
  - если высота пика кадмия больше 25 нА, свинца – превышает 30 нА, чистота электрохимических ячеек неудовлетворительная и Вам необходимо выполнить действия в соответствии с приложением Б.

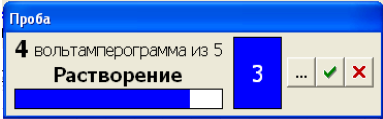
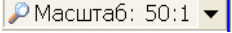


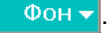
Условный способ оценки чистоты ячеек по виду вольтамперограмм: установите масштаб отображения вольтамперограмм 10:1. Если при этом масштабе отображения пики на вольтамперограммах фона не выделяются, то электрохимические ячейки можно считать условно чистыми. Если Вы дальше планируете проводить измерения в этом фоновом растворе, то разметить правильно вольтамперограммы и оценить высоту пиков на них надо обязательно!

5.9.3 Возможный вид вольтамперограмм фона и их линия остаточного тока представлены на рис.27.

5.9.4 После регистрации вольтамперограмм фона сразу же приступают к регистрации вольтамперограмм пробы в соответствии с п.5.10.

### 5.10 Регистрация вольтамперограмм пробы

№ п/п	Операция	Выполняемые действия	Дополнительная информация
1	Установите параметры пробы и уменьшите время этапа «Подготовка»	<p>Нажмите на кнопку <b>Проба</b>, расположенную на панели инструментов программы TAlab. В открывшемся подменю нажмите на «Начать измерение».</p>  <p>В появившемся окне «Параметры проб» установите: вид проб «без минерализации»; размерность «мг/л»; V пробы (объем пробы) 1 мл; этап «Подготовка» 30 сек.</p>	<p>Параметры пробы устанавливаются таким образом, чтобы:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- не наливать в ячейки анализатора точно отмеренный объем фонового раствора;</li> <li>- результат анализа был равен произведению объема добавленной аттестованной смеси на ее концентрацию (в нашем случае: <math>0,04 \times 1 = 0,04</math>).</li> </ul> <p>Уменьшать время этапа «Подготовка» следует только в том случае, если после окончания регистрации вольтамперограмм фона прошло не более 5 минут.</p>
2	Подготовьте раствор пробы (внесите добавку аттестованной смеси в ячейки анализатора)	<ol style="list-style-type: none"> <li>1 Поднимите крышку анализатора, нажав кнопку на передней панели анализатора.</li> <li>2 Добавьте в каждую ячейку анализатора с помощью дозатора по 0,040 мл аттестованной смеси кадмия и свинца концентрации 1 мг/л.</li> <li>3 Опустите крышку анализатора, нажав кнопку на передней панели анализатора.</li> </ol>	<p>Добавка кадмия, и свинца делается из одной аттестованной смеси с концентрацией как кадмия – 1,0 мг/л, так и свинца - 1,0 мг/л.</p> <p>Приготовление такой аттестованной смеси описано в данном пособии (п.2.2) и в методиках анализа (п.7.2).</p>
3	Начните регистрацию вольтамперограмм пробы	<p>Нажмите на кнопку «OK» в открытом окне «Параметры проб». Начнется процесс регистрации вольтамперограмм пробы. Включится УФ-лампа, при этом электроды будут вибрировать.</p>	<p>На экране появится индикатор выполнения измерений, показывающий: номер регистрируемой вольтамперограммы; наименование выполняемого этапа измерений; время до окончания выполнения этапа; уровень перемешивания раствора.</p>

4	Остановите процесс регистрации вольтамперограмм пробы	<p>Когда в окне каждой ячейки регистрируется по две вольтамперограммы пробы, визуально одинаковые (воспроизводимые), процесс регистрации необходимо остановить. Для этого дождитесь начала этапа «Растворение» (вверху индикатора измерений появится надпись «Растворение»):</p>  <p>и нажмите на кнопку <b>X</b>, расположенную на индикаторе выполнения измерений (справа).</p>	<p>Если принудительно не остановить регистрацию вольтамперограмм пробы, то процесс автоматически будет завершен после регистрации 5 вольтамперограмм пробы. При первом использовании электродов для получения воспроизводимых вольтамперограмм, возможно, Вам придется зарегистрировать 5 вольтамперограмм. В дальнейшем, как правило, достаточно зарегистрировать 3 вольтамперограммы: вторая и третья вольтамперограммы воспроизводятся.</p>
5	Выберите масштаб отображения вольтамперограмм	<p>Нажмите на правую часть (с треугольником) кнопки масштаба , расположенной в правом верхнем углу окна ячейки;</p> <p>- в появившемся списке нажмите на строку 20:1 или 10:1.</p> <p>При этом изменится вид отображаемых вольтамперограмм. Выберите наиболее удобный для Вас масштаб отображения вольтамперограмм.</p>	<p>Для перемещения вольтамперограмм по вертикали наведите курсор мышки на окно ячейки и нажмите левую кнопку. Покрутите колесико мышки или нажмите правую кнопку мышки и, не отпуская ее, передвиньте курсор мышки. Таким образом можно установить вольтамперограммы в наиболее удобное для Вас положение.</p>
6	Проверьте правильность исключения вольтамперограмм пробы	 <p>Программа автоматически исключает невоспроизводимые вольтамперограммы пробы. Невоспроизводимые вольтамперограммы выделяются серым цветом. Если Вы не согласны с автоисключением, то можете сами исключить невоспроизводимую (на Ваше усмотрение) вольтамперограмму. Для этого:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- наведите курсор мышки на номер исключаемой вольтамперограммы, находящийся на панели результатов (внизу слева окон ячеек – по умолчанию);</li> <li>- нажмите <i>правую</i> кнопку мышки, при этом номер исключаемой вольтамперограммы выделится серым цветом.</li> </ul>	<p>Для возврата исключенной вольтамперограммы в неисключенные:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- наведите курсор мышки на номер исключенной вольтамперограммы, находящийся на панели результатов (внизу слева окон ячеек – по умолчанию);</li> <li>- нажмите <i>правую</i> кнопку мышки, при этом номер вольтамперограммы выделится жирным черным шрифтом.</li> </ul>
7	Усредните вольтамперограммы пробы	<p>Нажмите на кнопку «Проба» . В открывшемся подменю нажмите на строку «Средняя» вольтамперограмма».</p>	<p>После усреднения вместо исходных вольтамперограмм в окнах ячеек появятся «средние» вольтамперограммы, выделенные более жирным шрифтом.</p>
8	Проверьте правильность разметки вольтамперограмм пробы	<p>Под пиками «средних» вольтамперограмм пробы проведены пунктирные линии. Это линии остаточного тока. При необходимости поправьте положение и вид линий остаточного тока.</p> <p>Линия остаточного тока должна воспроизводить вид вольтамперограммы без пиков кадмия и свинца.</p>	<p>Если Вам мешают высвеченные на экране вольтамперограммы фона, нажмите на кнопку . В открывшемся списке нажмите на строку «Не отображать». Вольтамперограммы фона исчезнут с экрана.</p>

### 5.11 Разметка вольтамперограмм пробы

Разметка вольтамперограмм пробы проводится по такому же алгоритму, как и разметка вольтамперограмм фона.

1 Мысленно представьте, как бы выглядела вольтамперограмма пробы, если бы на ней не было пиков. Воспроизводит ли линия остаточного тока, проведенная под пиками пунктирной линией, вольтамперограмму без пиков? Если да (рис.28 б), то переходите к анализу вольтамперограмм пробы по п.5.12. Если не воспроизводит, например, разметка пиков выглядит, как на рис.28 а, выполните следующие действия.

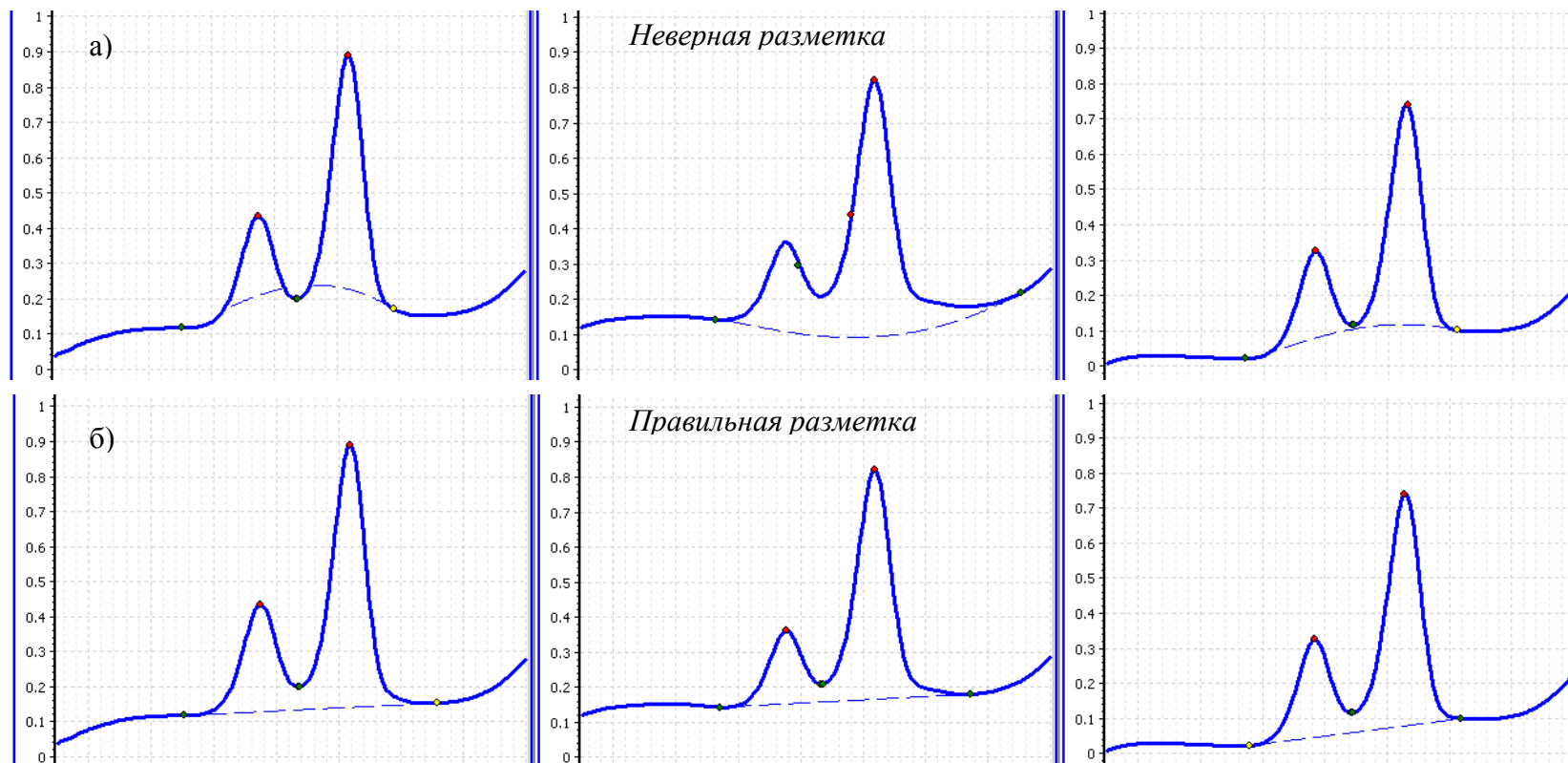
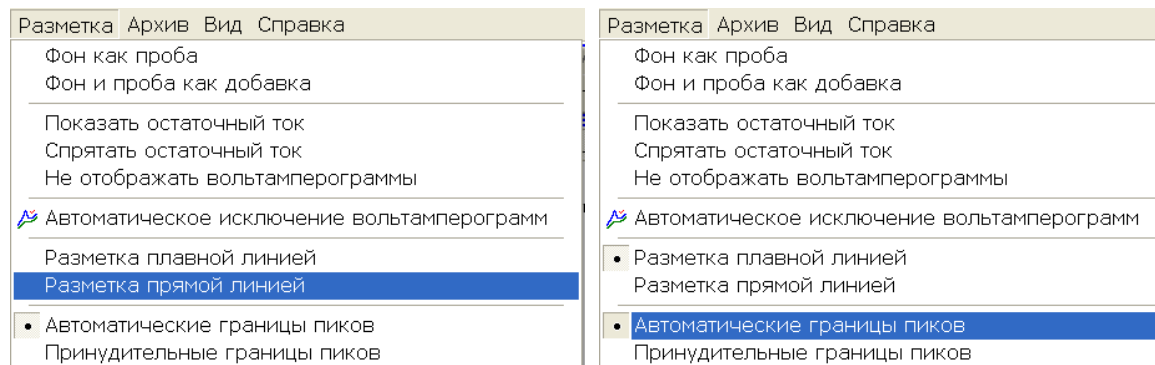


Рис.28 –Разметка вольтамперограмм пробы: а) неверная; б) правильная.

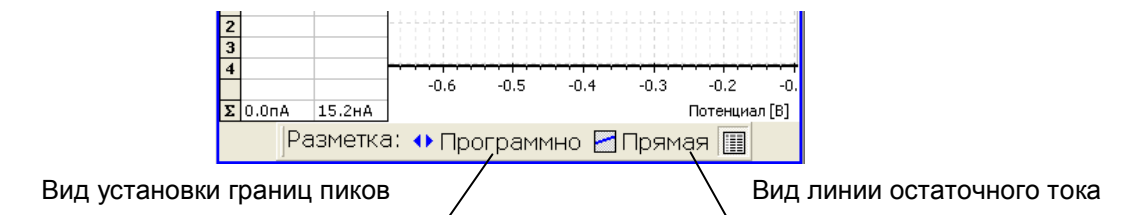
#### Выбор вида линии остаточного тока:

1) Если необходимо поправить линию остаточного тока во всех окнах ячеек

Наведите курсор мышки на пункт главного меню «Разметка» и нажмите левую кнопку мышки; в появившемся подменю выберите пункты «Разметка прямой линией» и «Автоматические границы пиков»:



Обратите внимание, что внизу окон ячеек в панели разметки вид установки границ пиков («Программно/Принудительно») установился «Программно» (автоматические границы пиков, т.е. они будут выбраны программой) и вид линии остаточного тока («Плавная/Прямая») установился «Прямая» (т.е. линия остаточного тока проводится прямой линией):



В этом случае границы пиков программа найдет автоматически (между границами маркеров разметки, расположенных вверху окна ячейки) и соединит их прямой линией остаточного тока.

2) Если необходимо поправить линию остаточного тока в одном или двух окнах ячеек

Путем нажатия кнопок на панели разметки внизу окна ячейки измените панель разметки: если высвечено «Принудительно», нажмите на эту кнопку, чтобы она поменяла надпись на «Программно»; если отображается кнопка «Прямая», нажмите на нее, чтобы она поменяла надпись на «Плавная». Панель разметки должна иметь вид:



В этом случае границы пиков программа найдет автоматически (между границами маркеров разметки, расположенных вверху окна ячейки) и соединит их плавной линией остаточного тока в окнах ячеек, в которых на панели разметки установлено «Программно» и «Плавная».

**Установка границ маркеров** (поиск границ пика программа проводит в области, ограниченной границами маркера):

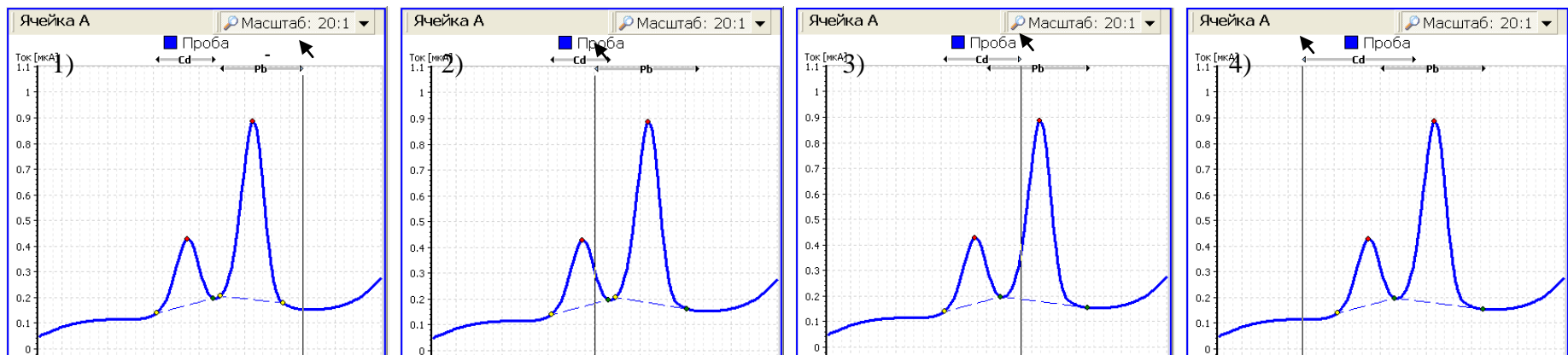
1) Наведите курсор мышки на правую границу маркера Pb, нажмите на левую кнопку мышки и, не отпуская кнопку, продвиньте границу маркера вправо, пока она не будет находиться за правой границей пика свинца;




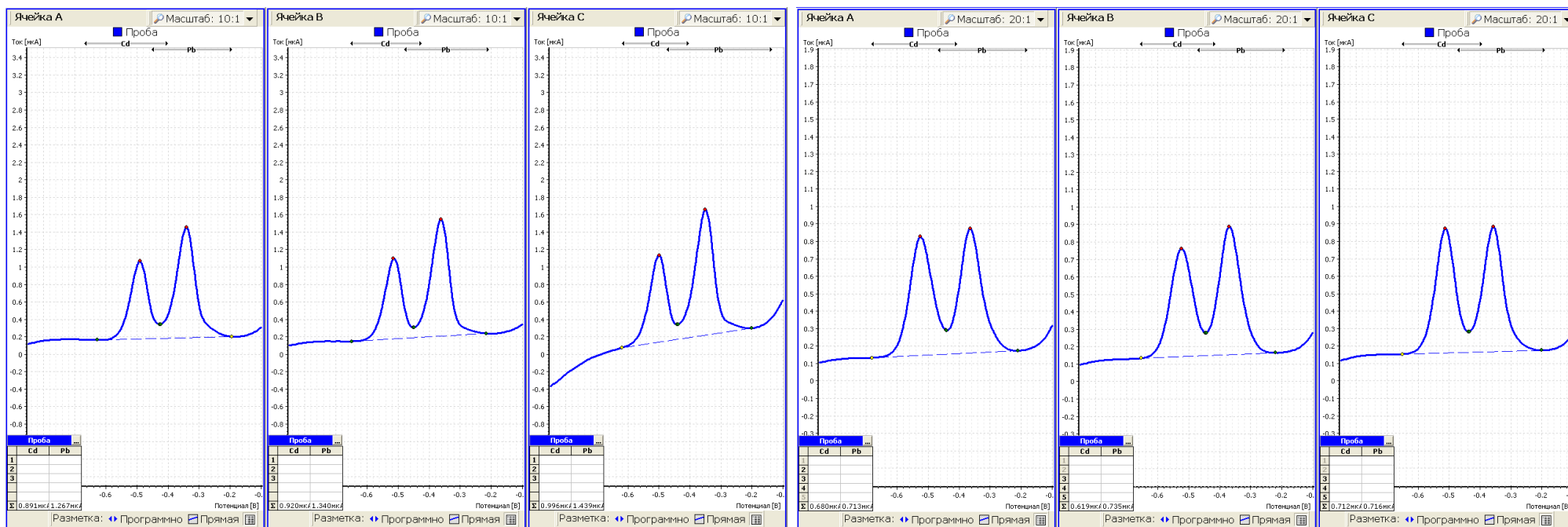
2) наведите курсор мышки на левую границу маркера Pb, нажмите на левую кнопку мышки и, не отпуская кнопку, продвиньте границу маркера влево, пока она не будет находиться за левой границей пика свинца (до вершины пика кадмия);

3) наведите курсор мышки на правую границу маркера Cd, нажмите на левую кнопку мышки и, не отпуская кнопку, продвиньте границу маркера вправо, пока она не будет находиться за правой границей пика кадмия (граница маркера должна находиться правее левой границы пика свинца, но левее вершины пика свинца);

4) наведите курсор мышки на левую границу маркера Cd, нажмите на левую кнопку мышки и, не отпуская кнопку, продвиньте границу маркера влево, пока она не будет находиться за левой границей пика кадмия.



Если после выполнения данной операции, линия остаточного тока проведена неверно, то поменяйте линию остаточного тока на «Плавную». Для этого в пункте меню «Разметка» выберите «Разметка плавной линией». При этом вид линии остаточного тока поменяется во всех окнах ячеек. Если Вы хотите поменять линию остаточного тока только для одной ячейки, то нажмите на кнопку  Прямая на панели разметки внизу окна ячейки, чтобы она сменила вид на  Плавная . С помощью выбора в пункте главного меню «Разметка» команды «Разметка плавной линией» или «Разметка прямой линией» и «Автоматические границы пиков» или «Принудительные границы пиков» добейтесь, чтобы линия остаточного тока воспроизводила вид вольтамперограмм без пиков. Ниже приведены примеры правильной разметки вольтамперограмм пробы. Обратите внимание на положение границ маркеров пиков и вид линии остаточного тока.



## 5.12 Анализ вольтамперограмм пробы

5.12.1 В каждом окне канала на вольтамперограммах должны быть зарегистрированы по два пика. Обратите внимание на высоту пиков кадмия и свинца, которые указаны в нижней строке панели результатов (внизу слева окон ячеек):

- 1) если высоты пиков кадмия и свинца более 0,150 мкА переходите к следующему этапу – регистрации вольтамперограмм добавки;
- 2) если высоты пиков кадмия и/или свинца менее 0,150 мкА, то необходимо остановить измерения и провести анализ возможных причин неудовлетворительных результатов в соответствии с приложением В; после выяснения и исправления допущенных ошибок начните измерения сначала с отмытки электрохимических ячеек, внимательно читая текст, помещенный в столбце таблиц «Дополнительная информация».

5.12.2 Сразу же после регистрации вольтамперограмм пробы приступайте к регистрации вольтамперограмм добавки в соответствии с п.5.13.

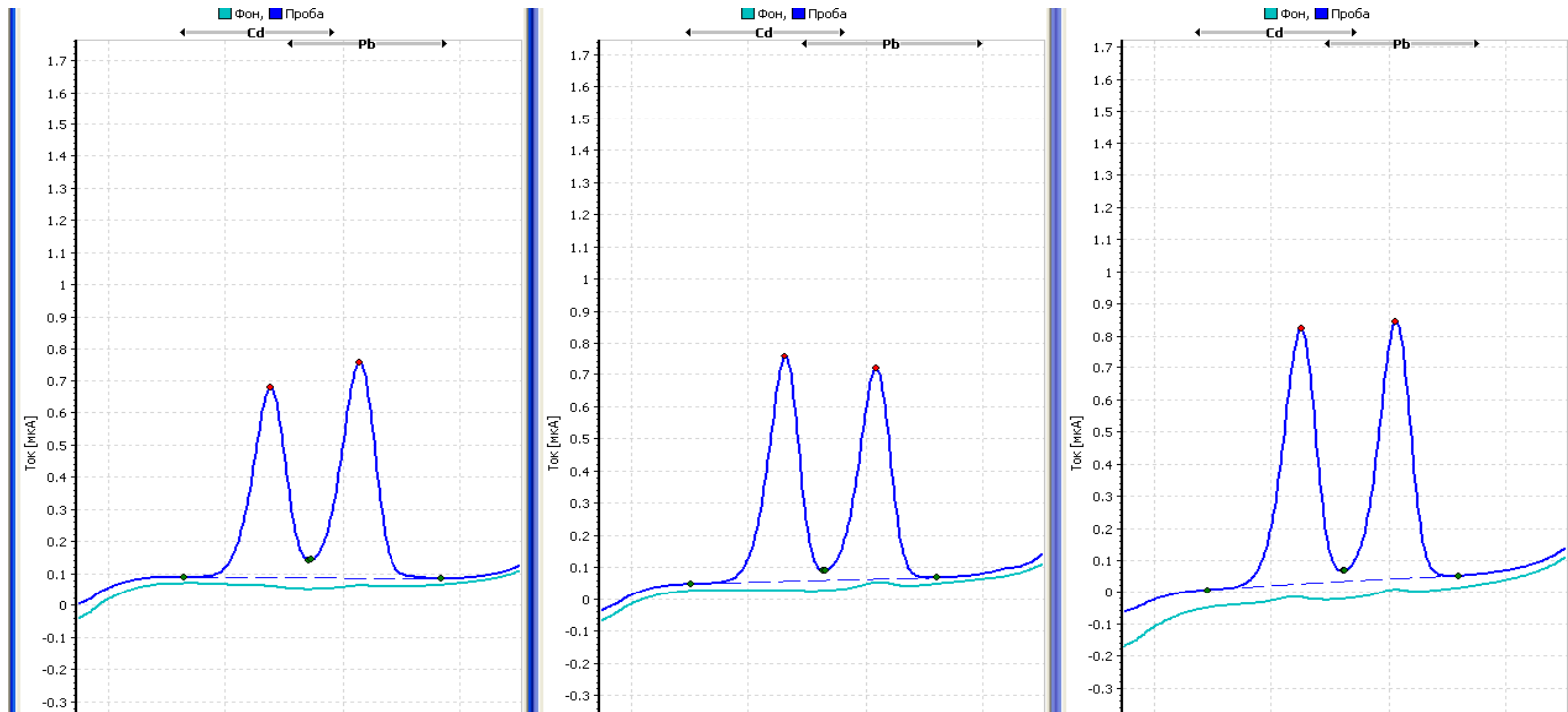

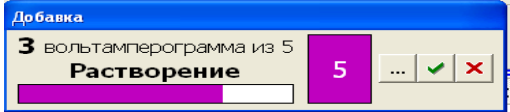

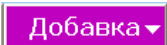
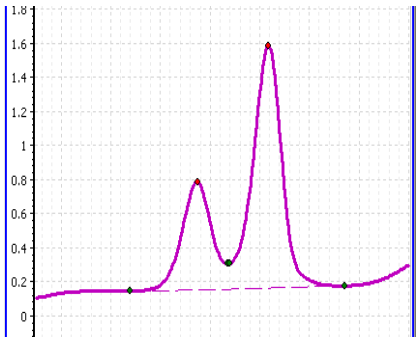


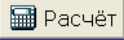
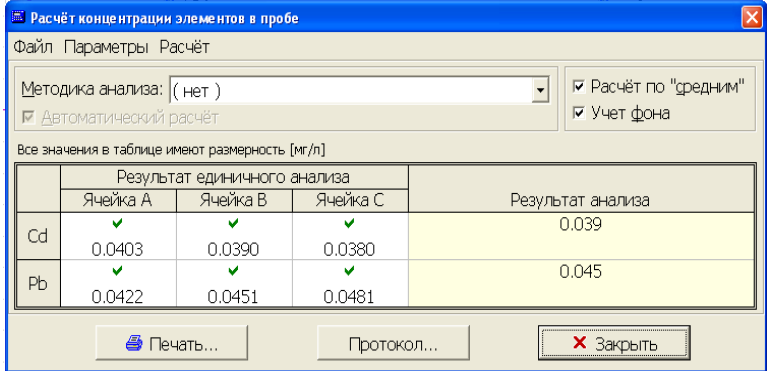


Рис.29 – Возможный вид «средней» вольтамперограммы пробы и ее линии остаточного тока и «средней» вольтамперограммы фона

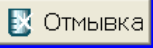
### 5.13 Регистрация вольтамперограмм добавки

№ п/п	Операция	Выполняемые действия	Дополнительная информация
1	Установите параметры добавки	<p>1 Нажмите на кнопку <b>Добавка</b>.</p> <p>2 В открывшемся подменю нажмите на строку «Начать измерение».</p> <p>3 В появившемся окне для ячейки А в строке «Cd» и в строке «Pb» введите:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- в столбце «V[мл]» - 0,04 (это объем вносимой добавки аттестованной смеси);</li> <li>- в столбце «С[мг/л]» - 1 (концентрация аттестованной смеси);</li> <li>- нажмите на кнопку «Все как для ячейки А» и для ячеек В и С установятся такие же объем и концентрация добавки:</li> </ul>	

2	Внесите добавку аттестованной смеси	 <p>1 Поднимите крышку анализатора, нажав кнопку на передней панели анализатора. 2 Добавьте в каждую ячейку анализатора с помощью дозатора по 0,040 мл аттестованной смеси кадмия и свинца концентрации 1 мг/л. 3 Опустите крышку анализатора, нажав кнопку на передней панели анализатора.</p>	Добавка кадмия, и свинца делается из одной аттестованной смеси, в которой концентрация как кадмия – 1,0 мг/л; так и свинца - 1,0 мг/л.
3	Начните регистрацию вольтамперограмм добавки	Нажмите на кнопку «ОК» в открытом окне «Параметры добавок».	Начнется процесс регистрации вольтамперограмм добавки. При этом электроды будут вибрировать. На экране появится индикатор выполнения измерений, показывающий: номер регистрируемой вольтамперограммы; наименование выполняемого этапа измерений; время до окончания выполнения этапа; уровень перемешивания раствора.
4	Остановите процесс регистрации вольтамперограмм добавки	 <p>Когда в окне каждого канала регистрируется по две вольтамперограммы добавки, визуально одинаковые (воспроизводимые), процесс регистрации необходимо остановить. Для этого дождитесь начала этапа «Растворение» (вверху индикатора измерений появится надпись «Растворение» и - нажмите на кнопку <b>X</b>, расположенную на индикаторе выполнения измерений (справа).</p>	Достаточно часто первые две зарегистрированные вольтамперограммы добавки являются воспроизводимыми.
5	Выберите масштаб отображения вольтамперограмм	Вы вновь можете выбрать наиболее удобный для Вас масштаб отображения вольтамперограмм. Для этого нажмите на правую часть (с треугольником) кнопки масштаба, расположенной в правом верхнем углу окна ячейки; в появившемся списке нажмите на строку 10:1 или 20:1.	Для перемещения вольтамперограмм по вертикали наведите курсор мышки на окно ячейки и нажмите левую кнопку. Покрутите колесико мышки или нажмите правую кнопку мышки и, не отпуская ее, передвиньте курсор мышки.
6	Проверьте правильность исключения вольтамперограмм добавки	 <p>Программа автоматически исключает невоспроизводимые вольтамперограммы добавки. Невоспроизводимые вольтамперограммы выделяются серым цветом.</p> <p>Если Вы не согласны с автоисключением, то можете сами исключить невоспроизводимую (на Ваше усмотрение) вольтамперограмму добавки. Для этого:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- наведите курсор мышки на номер исключаемой вольтамперограммы, находящийся на панели результатов (внизу слева окон ячеек – по умолчанию);</li> <li>- нажмите <i>правую</i> кнопку мышки, при этом номер исключаемой вольтамперограммы выделится серым цветом.</li> </ul>	Для возврата исключенной вольтамперограммы в неисключенные: <ul style="list-style-type: none"> <li>- наведите курсор мышки на номер исключенной вольтамперограммы, находящийся на панели результатов (внизу справа окон ячеек – по умолчанию);</li> <li>- нажмите <i>правую</i> кнопку мышки, при этом номер вольтамперограммы выделится жирным черным шрифтом.</li> </ul>

7	Усредните вольтамперограммы добавки	Нажмите на кнопку  . В открывшемся подменю нажмите на строку «Средняя» вольтамперограмма».	После усреднения вместо исходных вольтамперограмм в окнах ячеек появятся «средние» вольтамперограммы добавки, выделенные более жирным шрифтом.
8	Проверьте правильность разметки вольтамперограмм добавки	 <p>Под пиками «средних» вольтамперограмм добавки проведены пунктирные линии. Это линии остаточного тока. При необходимости поправьте границы пиков и вид линий остаточного тока, руководствуясь п.5.11 настоящего пособия.</p> <p>Линия остаточного тока должна воспроизводить вид вольтамперограммы без пиков кадмия и свинца.</p>	<p>Если Вам мешают высвеченные на экране вольтамперограммы фона, нажмите на кнопку . В открывшемся списке нажмите на строку «Не отображать». Вольтамперограммы фона исчезнут с экрана.</p> <p>Если Вам мешают высвеченные на экране вольтамперограммы пробы, нажмите на кнопку . В открывшемся списке нажмите на строку «Не отображать». Вольтамперограммы пробы исчезнут с экрана.</p>
9	Расчет результатов	<p>Нажмите на кнопку «Расчет» , расположенную на панели инструментов программы. Высветится окно «Расчет концентрации элементов в пробе»:</p>  <p>Обратите внимание: пункты «Расчет по «средним» и «Учет фона» отмечены галочкой. Это значит, что расчет проведен с учетом высот пиков на усредненных вольтамперограммах и при расчете учтены высоты пиков (если они были) на вольтамперограммах фона.</p>	<p>Расчет концентрации проводят методом стандартных добавок.</p> <p>Для этого после регистрации вольтамперограмм пробы в раствор пробы внесли известную добавку кадмия и свинца и зарегистрировали вольтамперограммы пробы с внесенной добавкой – вольтамперограммы добавки. Так как концентрация элементов в ячейке увеличилась примерно в два раза (мы два раза вносили в ячейку одинаковые добавки кадмия и свинца), то примерно в два раза должны увеличиться и высоты пиков на вольтамперограммах добавки по сравнению с пиками на вольтамперограммах пробы.</p>
10	Анализ результатов	Результаты проверки считаются положительными, если все результаты анализа входят в диапазон от 0,03 до 0,05 мг/л (считаем, что допустимая погрешность измерения - 25 %).	Ожидаемый результат анализа – 0,04 мг/л (объем добавляемой аттестованной смеси кадмия и свинца умножить на ее концентрацию: 0,04 мл × 1 мг/л = 0,04 мг/л).



11	Проведите отмывку электрохимических ячеек	1 Поднимите крышку анализатора. 2 Вылейте раствор из стаканчиков. 3 Ополосните стаканчики бидистиллированной водой. 3 Налейте в стаканчики 9-11 мл бидистиллированной воды. 4 Установите стаканчики в анализатор. 5 Нажмите на кнопку  , расположенную на панели инструментов программы. 6 По окончании процесса отмывки погаснет диалоговое окно «Отмывка».	При проведении ряда последовательных измерений отмывка между измерениями проводится: - один раз после проведения измерений; - один раз перед проведением измерений, т.е. два раза подряд. По окончании измерений отмывка ячеек проводится строго обязательно!
12	Сохранение результатов анализа в Архив	Результаты анализа автоматически сохраняются в архив под именем, которое Вы указали в начале анализа в окне «Свойства архива». Если Вы в начале анализа в окне «свойства архива указали «Не сохранять в архив», то Вы можете в данный момент сохранить результаты измерений в архив. Для этого: 1 Нажмите на пункт «Архив» в главном меню программы. 2 В появившемся подменю нажмите на строку «Сохранить в архив...». 3 В открывшемся окне в поле Проба укажите название пробы: например, «Проверка АмЭ», в поле Файл укажите имя файла, под которым Вы хотите сохранить результаты проведенных измерений в архив. Например, «Проверка АмЭ 1». Можете дополнительно написать комментарии в поле «Комментарий». 4 Нажмите на кнопку «ОК».	При этом результаты анализа сохраняются в папку с таким же именем, какое имеют параметры измерений, по которым проводили измерение («Определение Cd, Pb в продуктах»).

#### 5.14 Анализ результатов проверки работы электродов

Результаты проверки считаются неудовлетворительными, если один или несколько результатов анализа не входят в диапазон от 0,030 до 0,050 мг/л (считаем, что допустимая погрешность измерения - 25 %). Возможные причины неудовлетворительной проверки работы электродов подробно рассмотрены в приложении Г.

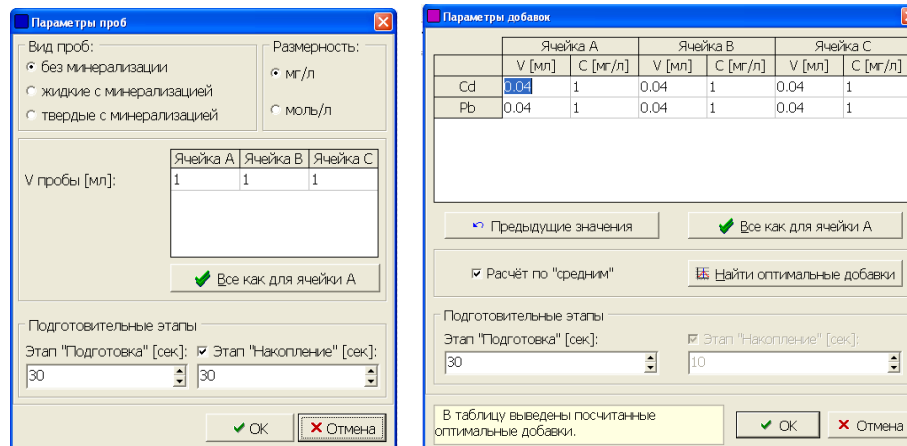
Три наиболее вероятных причины неудовлетворительных результатов проверки:

- 1) неправильная разметка вольтамперограмм;
- 2) неточная добавка аттестованной смеси кадмия и свинца в ячейки (т.е. неправильное использование дозатора);
- 3) состояние поверхности АмЭ.

Визуально сравните высоты пиков на вольтамперограмме пробы и на вольтамперограмме пробы с добавкой.

1) *Пики на вольтамперограмме пробы с добавкой примерно в два раза выше пиков на вольтамперограмме пробы (рис.30).* В этом случае причиной неудовлетворительных результатов может быть:

– неверно указаны параметры пробы и/или параметры добавки: нажмите кнопку «Проба», в открывшемся подменю выберите строку «Параметры», открывшееся окно «Параметры проб» должно иметь вид, как показано ниже; нажмите кнопку «Добавка», в открывшемся подменю выберите строку «Параметры», открывшееся окно «Параметры добавок» должно иметь вид, как показано ниже:



если параметры пробы или добавок были указаны неверно, то поправьте их, нажмите «ОК» и снова нажмите кнопку «Расчет».

- *неправильная разметка вольтамперограмм*. Поднимите крышку анализатора. Вылейте раствор из стаканчиков. Налейте в стаканчики бидистиллированную воду и установите их в анализатор. Еще раз прочтите про разметку вольтамперограмм в Руководстве пользователя программного обеспечения. Поправьте разметку вольтамперограмм пробы с добавкой, просмотрите разметку вольтамперограмм фона и пробы. При необходимости, поправьте ее.

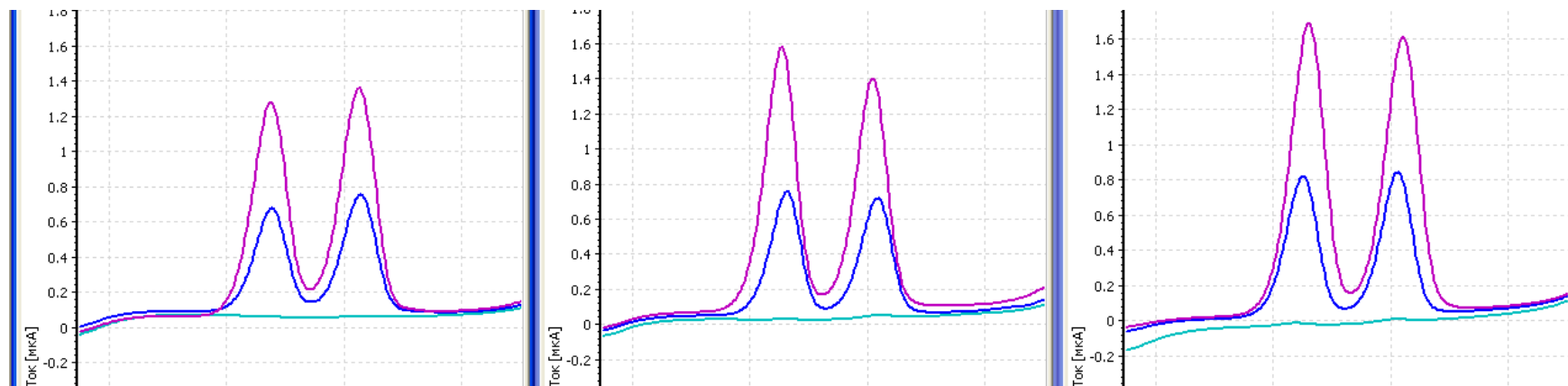


Рис.30 – Возможный вид вольтамперограмм фона, пробы и добавки при положительных результатах проверки электродов (пики на вольтамперограммах добавки в два раза больше пиков на вольтамперограммах пробы)

2) Пики на вольтамперограмме пробы с добавкой менее (или более), чем в два раза отличаются по высотам от пиков на вольтамперограмме пробы. Наиболее вероятная причина неудовлетворительных результатов – *неправильное пользование дозатором*. Внимательно прочитайте инструкцию по использованию дозатора. Потренируйтесь дозировать добавки на бидистиллированной воде. Повторите проверку работы электродов.

3) В случае неудовлетворительных результатов повторной проверки внимательно прочитайте приложение Г и выполните действия, рекомендуемые в нем. Повторите проверку работы электродов.



## 6 Проверка работы электродов методом «введено-найдено» при определении цинка, кадмия, свинца и меди

6.1 При проведении анализов на содержание цинка, кадмия, свинца и меди проверку работы электродов проводят путем одновременной регистрации пиков цинка, кадмия, свинца и меди. Предварительно рекомендуем освоить процедуру проверки работы электродов при определении только кадмия и свинца, так как обе процедуры идентичны. Только в данном случае:

- вместо аттестованной смеси кадмия и свинца Вы будете использовать смесь, одновременно содержащую цинк, кадмий, свинец и медь концентрации 1 мг/л (процедура приготовления смеси описана в п.7.2 прописи методики анализа и п.2.5 настоящего пособия);
- на вольтамперограммах будут регистрироваться четыре пика: пик цинка, пик кадмия, пик свинца и пик меди.


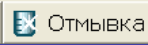
6.2 Все этапы проверки приведены ниже в таблицах. Таблицы идентичны приведенным для процедуры проверки работы электродов при определении кадмия и свинца. Для облегчения их восприятия отличительные особенности выделены курсивом.

### 6.3 Подготовка к выполнению измерений

№ п/п	Операция	Выполняемые действия	Дополнительная информация
1	Включите компьютер и анализатор	Вилки сетевых шнуров анализатора и ПК включите в сеть и переведите выключатели сети в положение «включено». Выключатель сети анализатора расположен на его задней панели.	При включении анализатора поднимется крышка и загорится подсветка ячеек анализатора.
2	Откройте программу TALab	Дважды нажмите на ярлык TALab  , расположенный на рабочем столе Вашего компьютера.	Программа TALab допускает параллельную работу с другими программами.
3	Откройте методику выполнения измерений	1 Нажмите на пункт «Параметры измерений» в главном меню программы. 2 В появившемся списке нажмите на пункт «Загрузить...». В появившемся окне нажмите на название нужной методики ( <i>«Определение ТМ в воде», или «Определение ТМ в продуктах», или «Определение ТМ в почве»</i> ). Пролистать полный список методик Вы можете, нажимая на стрелку, расположенную справа списка параметров измерений (или крутя колесико мышки). 3 Нажмите на кнопку «ОК», расположенную в правом нижнем углу открывшегося окна.	Название загруженных параметров измерений отобразится в левом верхнем углу окна программы.
4	Подготовьте хлорсеребряные электроды (ХСЭ)	 Выполните операции в соответствии с п.4.1 настоящего пособия.	ХСЭ заполняют раствором хлорида калия концентрации 1 моль/л один раз в неделю.


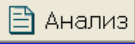
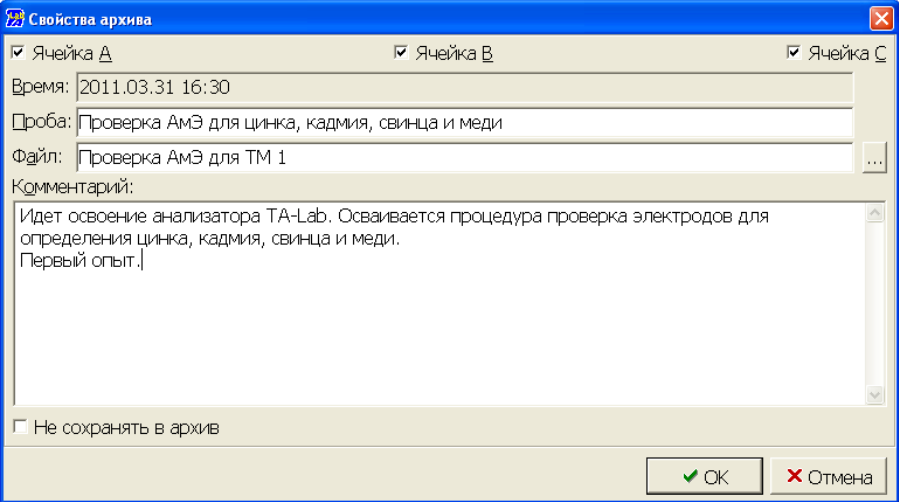
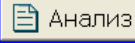

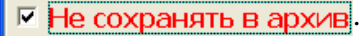

5	Подготовьте амальгамные электроды (АмЭ)	<p>В случае первого использования электродов нанесите пленку ртути на поверхность рабочих электродов в соответствии с п.4.2.</p> <p>В случае повторного использования АмЭ проверьте наличие блестящей пленки амальгамы на поверхности амальгамных электродов. Для этого тщательно протрите поверхность АмЭ фильтровальной бумагой, сложенной в 2-4 раза.</p> <p>В случае отсутствия амальгамы серебра (поверхность электродов не имеет металлического блеска) нанесите слой ртути на поверхность рабочих электродов в соответствии с п.4.2.</p>	<p>Первые 2-3 недели работы с АмЭ Вам придется наносить пленку ртути на электрод ежедневно. По мере увеличения срока работы электродов пленка амальгамы серебра на электродах будет сохраняться в течение 3-4 дней.</p>
6	Установите электроды в анализатор	<div data-bbox="510 435 1518 791" data-label="Image"> </div> <p>Установку электродов в анализатор проводят в соответствии с руководством по эксплуатации анализатора. Каждый электрод устанавливают в свой разъем. ХСЭ сравнения - в разъем «С» (справа); ХСЭ вспомогательный - в разъем «В» (слева); АмЭ – в разъем «Р» (в середине). Схема расположения разъемов для подключения электродов расположена на внутренней панели анализатора.</p> <p>Установку электродов производите при надетых электродных колпачках.</p> <p>Для этого совместите конусное углубление хвостовика электрода с выступающим конусом держателя в анализаторе, прижмите электрод к держателю и поверните электрод на 90°.</p> <p>Снимите колпачок с электрода.</p>	<p>1 Крышка анализатора поднимается путем нажатия кнопки на передней панели анализатора.</p> <p>2 Электроды сравнения и вспомогательные электроды не путать! Для удобства использования вспомогательные электроды (В) можно пометить маркером.</p>

#### 6.4 Отмывка электрохимических ячеек

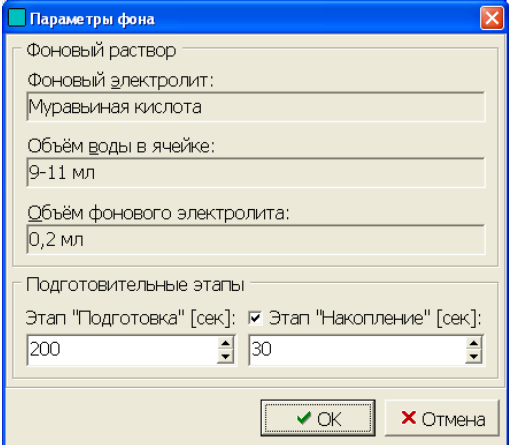
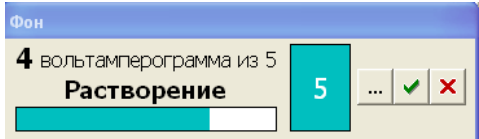
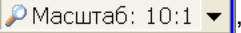
№ п/п	Операция	Выполняемые действия	Дополнительная информация
1	Установите стаканчики в анализатор	 <p>1 Налейте в стаканчики 9-11 мл (чуть меньше половины стаканчика) бидистиллированной воды и 0,2 мл муравьиной кислоты. 2 Установите стаканчики с раствором в ячейки анализатора. 3 Опустите крышку анализатора, нажав кнопку на передней панели анализатора.</p>	Если внешние стенки и дно стаканчика влажные, перед установкой в анализатор их необходимо промокнуть фильтровальной бумагой (или специальным полотенцем).
2	Начните процесс отмывки	Нажмите на кнопку «Отмывка»  , расположенную на панели инструментов программы.	Начнется процесс отмывки. При этом электроды будут вибрировать. На экране появится диалоговое окно «Отмывка», показывающее время, оставшееся до окончания отмывки.
3	Завершите процесс отмывки	1 По окончании процесса отмывки (погаснет диалоговое окно «Отмывка») поднимите крышку анализатора, нажав кнопку на передней панели анализатора. 2 Достаньте стаканчики и вылейте из них раствор.	1 Досрочно остановить процесс отмывки можно повторно нажав на кнопку  . 2 Раствор из стаканчиков выливайте в специальный стакан для слива, который желательно установить под тягой.


#### 6.5 Регистрация вольтамперограмм фона (проверка на чистоту)

№ п/п	Операция	Выполняемые действия	Дополнительная информация
1	Подготовьте фоновый раствор	1 Ополосните стаканчики бидистиллированной водой. 2 Налейте в стаканчики 9-11 мл бидистиллированной воды и 0,2 мл муравьиной кислоты.	Обратите внимание! В отличие от определения кадмия и свинца объем добавляемой кислоты составляет 0,2 мл, а не 0,5 мл. В стаканчики наливается бидистиллированной воды чуть меньше половины стаканчика.

2	Установите стаканчики в анализатор	 <p>1 Установите стаканчики с раствором в ячейки анализатора. 2 Опустите крышку анализатора, нажав кнопку на передней панели анализатора.</p>	<p>Раствор муравьиной кислоты, полученный в стаканчиках, является фоновым раствором. На первом этапе измерений регистрируют вольтамперограммы фонового раствора (вольтамперограммы фона) с целью проверки его на чистоту.</p>
3	Начните новый анализ	<p>1 На панели инструментов нажмите кнопку .</p> <p>2 В открывшемся окне в поле Проба укажите название пробы: например, «Проверка АмЭ для цинка, кадмия, свинца и меди», в поле Файл укажите имя файла, под которым Вы хотите сохранить результаты предстоящих измерений в архив. Например, «Проверка АмЭ для ТМ 1». Можете дополнительно написать комментарии в поле «Комментарий».</p>  <p>Нажмите кнопку «ОК».</p>	<p>1 Вы можете не указывать название пробы и имя файла. В этом случае файл сохранится, при этом в качестве его имени будет использовано время начала измерений (оно приведено в поле «Время»).</p> <p>2 Вы можете не сохранять результаты предстоящих измерений в архив. Для этого:</p> <p>2.1 На панели инструментов нажмите кнопку .</p> <p>2.2 В открывшемся окне нажмите на квадратик на кнопке , чтобы появилась галочка и шрифт надписи сменился на красный цвет: .</p> <p>2.3 Нажмите кнопку «ОК».</p>
4	Начните регистрацию вольтамперограмм фона	<p>1 Нажмите на кнопку «Фон»  на панели инструментов.</p> <p>2 В открывшемся подменю нажмите на строку «Начать измерение».</p> <p>3 В открывшемся окне нажмите кнопку «ОК».</p>	<p>Начнется процесс регистрации вольтамперограмм фона. При этом электроды будут вибрировать и загорится УФ-лампа. На экране появится индикатор выполнения измерений, показывающий: номер регистрируемой вольтамперограммы; наименование выполняемого этапа измерений и время до окончания выполнения этапа.</p>

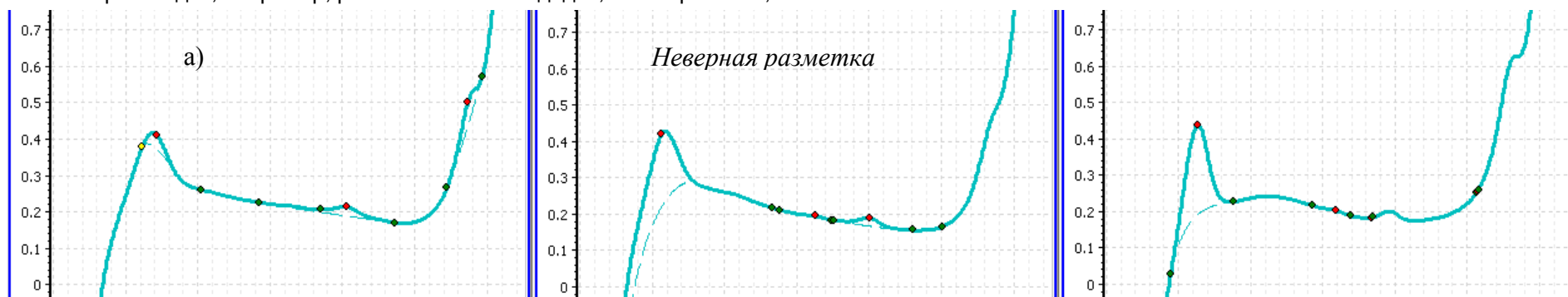


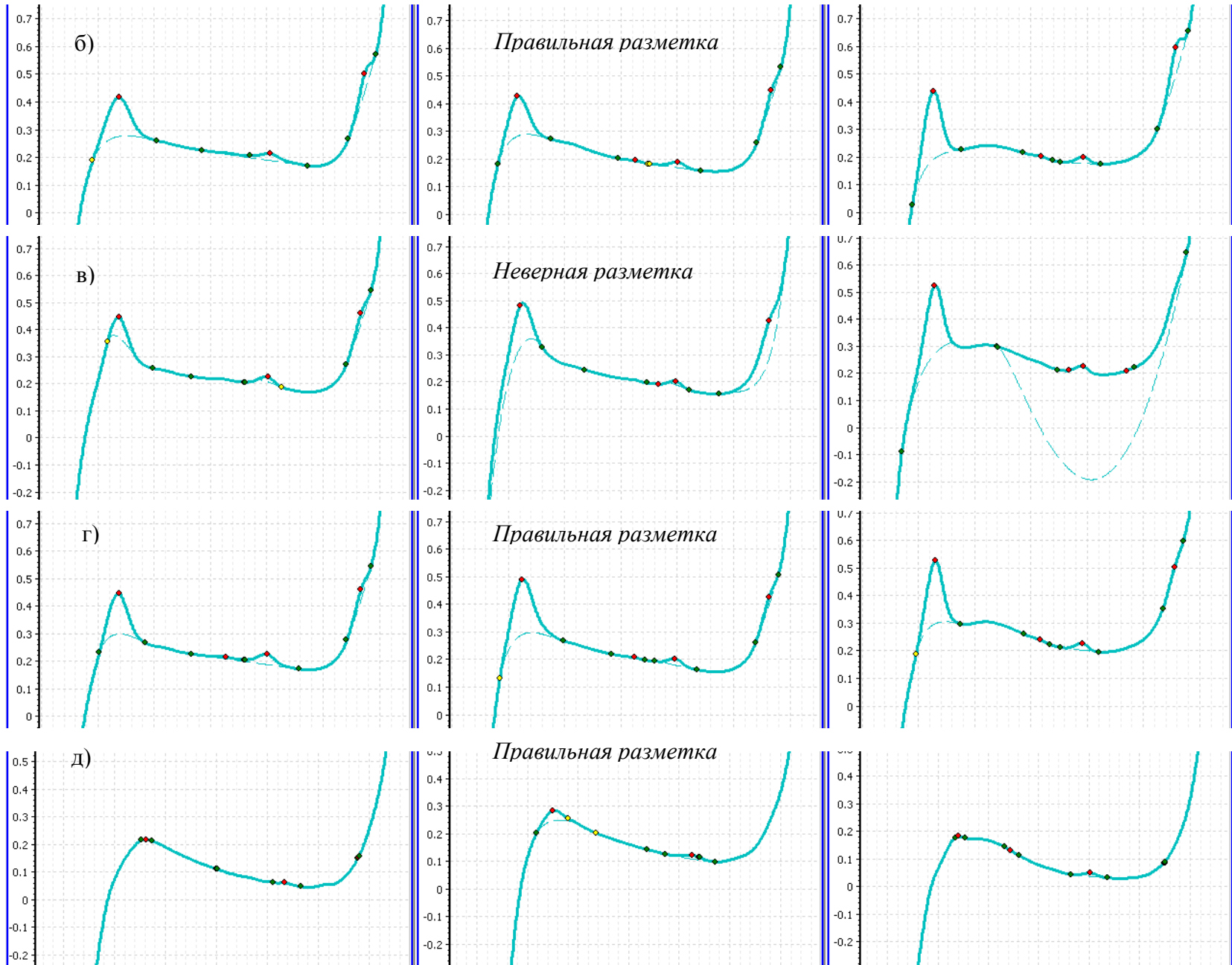
			
5	<p>Остановите процесс регистрации вольтамперограмм фона</p>	<p>Когда в окне каждого канала регистрируется по две вольтамперограммы, визуально одинаковые (воспроизводимые), процесс регистрации необходимо остановить. Для этого:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- дождитесь начала этапа «Растворение» (вверху индикатора измерений появится надпись «Растворение»);</li> <li>- нажмите на кнопку <b>X</b>, расположенную на индикаторе выполнения измерений (справа):</li> </ul> 	<p>Чаще всего воспроизводимыми (одинаковыми) оказываются вторая и третья вольтамперограммы фона. В этом случае после регистрации третьей вольтамперограммы фона можно остановить процесс на этапе «Растворение».</p> <p><b>Внимание!</b> 1 Нет необходимости снимать более двух воспроизводимых вольтамперограмм. 2 Сравнивают между собой вольтамперограммы внутри одного окна ячейки. Вольтамперограммы, высвеченные в разных окнах ячеек между собой не сравнивают.</p>
6	<p>Выберите масштаб отображения вольтамперограмм</p>	<p>Нажмите на правую часть (с треугольником) кнопки масштаба , расположенной в правом верхнем углу окна ячейки. В появившемся списке нажмите на строку 20:1. При этом изменится вид отображаемых вольтамперограмм.</p> <p>Для перемещения вольтамперограмм по вертикали наведите курсор мышки на окно ячейки и нажмите левую кнопку. Покрутите колесико мышки или нажмите правую кнопку мышки и, не отпуская ее, передвиньте курсор мышки.</p> <p>Таким образом можно установить вольтамперограммы в наиболее удобное для Вас положение.</p>	<p>1 Можно последовательно изменять масштаб отображения, выбирая 5:1; 10:1; 20:1. При этом Вы сможете выбрать наиболее удобный для Вас масштаб отображения вольтамперограмм.</p> <p>2 Если вольтамперограммы после изменения масштаба не отображаются в окне ячейки, то выполните действия по перемещению вольтамперограмм, описанные в левом столбце. При этом Вы увидите, что перемещается ось тока (слева окна канала).</p> <p>Передвиньте ее так, чтобы в окне ячейки на оси тока было видно значение «0». Вольтамперограммы фона должны отображаться в области значений тока от -0,4 до 0,5 мкА.</p>

7	<p>Проверьте правильность исключения вольтамперограмм фона</p>	<p>Программа автоматически исключает невоспроизводимые вольтамперограммы. Невоспроизводимые вольтамперограммы выделяются серым цветом. Если Вы не согласны с автоисключением, то можете сами исключить невоспроизводимую (на Ваше усмотрение) вольтамперограмму. Для этого:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- наведите курсор мышки на номер исключаемой вольтамперограммы, находящийся на панели результатов (внизу слева окон ячеек – по умолчанию)</li> </ul> <table border="1" data-bbox="779 352 1122 544"> <thead> <tr> <th colspan="5">Фон</th> </tr> <tr> <th></th> <th>Zn</th> <th>Cd</th> <th>Pb</th> <th>Cu</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>1</td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>2</td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>3</td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>4</td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>Σ</td> <td>1.0нА</td> <td>0.0нА</td> <td>5.5нА</td> <td>4.0нА</td> </tr> </tbody> </table> <ul style="list-style-type: none"> <li>- нажмите <i>правую</i> кнопку мышки, при этом номер исключаемой вольтамперограммы выделится серым цветом.</li> </ul>	Фон						Zn	Cd	Pb	Cu	1					2					3					4					Σ	1.0нА	0.0нА	5.5нА	4.0нА	<p>Для расчета результатов анализа исключенные вольтамперограммы не используются.</p> <p>Для возврата исключенной вольтамперограммы в неисключенные:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- наведите курсор мышки на номер исключенной вольтамперограммы, находящийся на панели результатов (внизу слева окон ячеек – по умолчанию);</li> <li>- нажмите <i>правую</i> кнопку мышки, при этом номер вольтамперограммы выделится жирным черным шрифтом.</li> </ul>
Фон																																						
	Zn	Cd	Pb	Cu																																		
1																																						
2																																						
3																																						
4																																						
Σ	1.0нА	0.0нА	5.5нА	4.0нА																																		
8	<p>Усредните вольтамперограммы фона</p>	<p>Нажмите на кнопку «Фон» . В открывшемся подменю нажмите на строку «Средняя» вольтамперограмма.</p>	<p>После усреднения вместо исходных вольтамперограмм в окнах каналов появятся «средние» вольтамперограммы, выделенные более жирным шрифтом.</p>																																			

### 6.6 Разметка вольтамперограмм фона

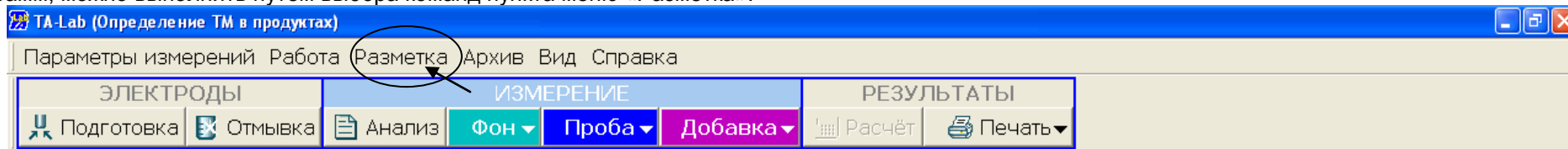
1 Мысленно представьте, как бы выглядела вольтамперограмма, если бы на ней не было пиков. Воспроизводит ли линия остаточного тока, проведенная под пиками пунктирной линией, вольтамперограмму без пиков? Если да (рис.32 б, г, д), то переходите к анализу вольтамперограмм фона по п.6.7. Если не воспроизводит, например, разметка пиков выглядит, как на рис.32 а, в:





Выполните следующие действия по корректировке линии остаточного тока.

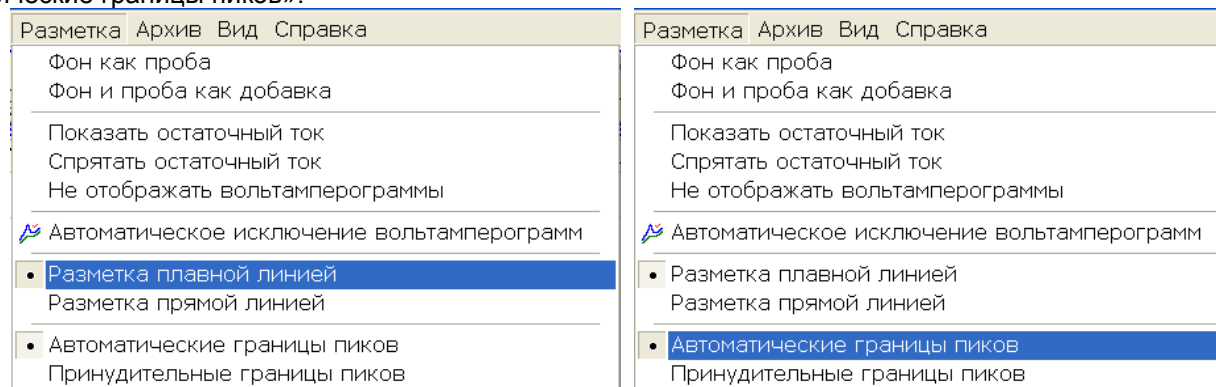
При определении цинка, кадмия, свинца и меди мы рекомендуем проводить остаточный ток плавной линией. И только если плавная линия остаточного тока не позволяет получить правильную разметку, воспользоваться прямой линией остаточного тока. Все операции, связанные с разметкой вольтамперограмм, можно выполнить путем выбора команд пункта меню «Разметка»:



### Выбор вида линии остаточного тока

1) Если необходимо поправить линию остаточного тока во всех окнах ячеек

Наведите курсор мышки на пункт главного меню «Разметка» и нажмите левую кнопку мышки; в появившемся подменю выберите пункты «Разметка плавной линией» и «Автоматические границы пиков»:



Обратите внимание, что внизу окон ячеек в панели разметки вид установки границ пиков («Программно/Принудительно») установлен «Программно» (автоматические границы пиков, т.е. они будут выбраны программой) и вид линии остаточного тока («Плавная/Прямая») установлен «Плавная» (т.е. линия остаточного тока проводится плавной линией).



Вид установки границ пиков

Вид линии остаточного тока

В этом случае границы пиков программа найдет автоматически (между границами маркеров разметки, расположенных вверху окна ячейки) и соединит их плавной линией остаточного тока.

2) Если необходимо поправить линию остаточного тока в одном или двух окнах ячеек

Путем нажатия кнопок на панели разметки внизу окна ячейки измените панель разметки: если высвечено «Принудительно», нажмите на эту кнопку, чтобы она поменяла надпись на «Программно»; если отображается кнопка «Прямая», нажмите на нее, чтобы она поменяла надпись на «Плавная». Панель разметки должна иметь вид:



В этом случае границы пиков программа найдет автоматически (между границами маркеров разметки, расположенным сверху окна ячейки) и соединит их плавной линией остаточного тока в окнах ячеек, в которых на панели разметки установлено «Программно» и «Плавная».

### Установка границ маркеров разметки

Проводится путем передвижения мышкой границ маркеров.

1) Наведите курсор мышки на левую границу маркера Zn, нажмите на левую кнопку мышки и, не отпуская кнопку, продвиньте границу маркера влево, пока она не будет находиться за левой границей пика цинка.

2) Наведите курсор мышки на правую границу маркера Zn, нажмите на левую кнопку мышки и, не отпуская кнопку, продвиньте границу маркера вправо, пока она не будет находиться за правой границей пика цинка.

3) Наведите курсор мышки на левую границу маркера Cd, нажмите на левую кнопку мышки и, не отпуская кнопку, продвиньте границу маркера влево, пока она не будет находиться за левой границей пика кадмия.

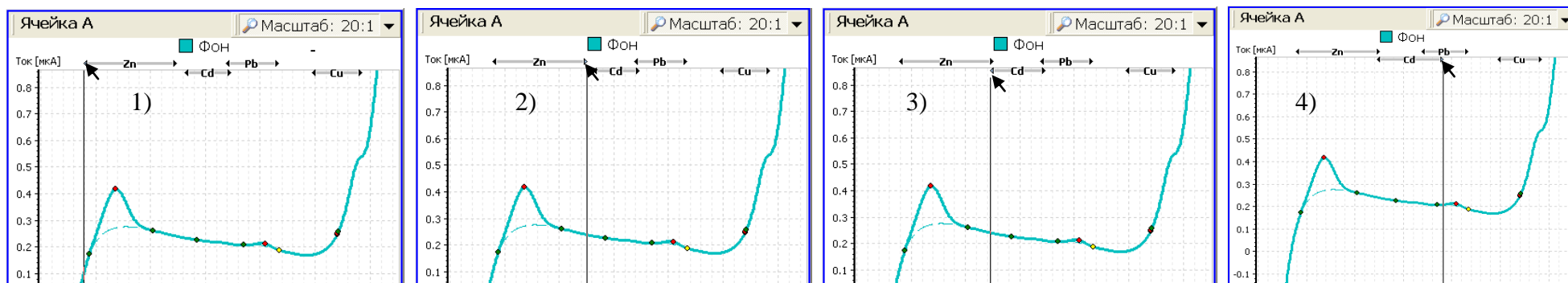
4) Наведите курсор мышки на правую границу маркера Cd, нажмите на левую кнопку мышки и, не отпуская кнопку, продвиньте границу маркера вправо, пока она не будет находиться за правой границей пика кадмия (граница маркера должна находиться правее левой границы пика свинца, но левее вершины пика свинца).

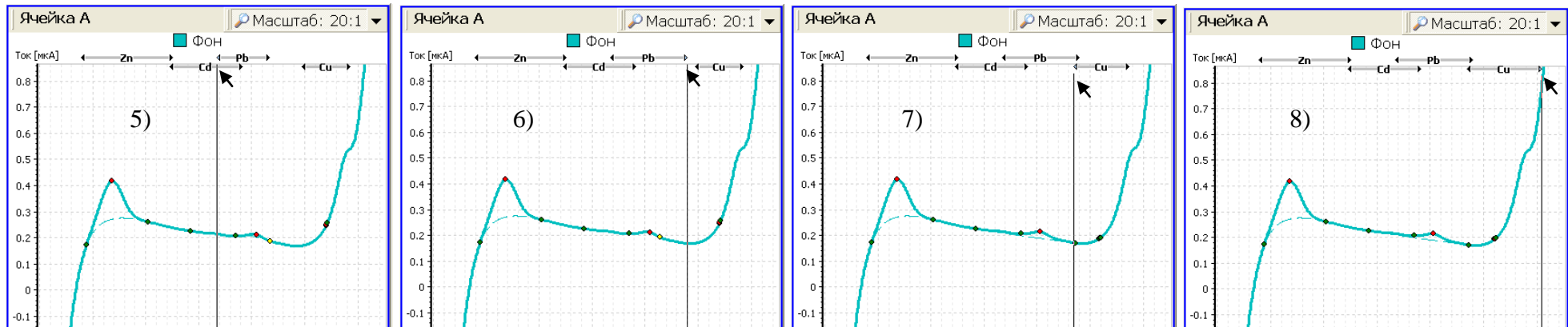
5) Наведите курсор мышки на левую границу маркера Pb, нажмите на левую кнопку мышки и, не отпуская кнопку, продвиньте границу маркера влево, пока она не будет находиться за левой границей пика свинца.

6) Наведите курсор мышки на правую границу маркера Pb, нажмите на левую кнопку мышки и, не отпуская кнопку, продвиньте границу маркера вправо, пока она не будет находиться за правой границей пика свинца.

7) Наведите курсор мышки на левую границу маркера Cu, нажмите на левую кнопку мышки и, не отпуская кнопку, продвиньте границу маркера влево, пока она не будет находиться за левой границей пика меди.

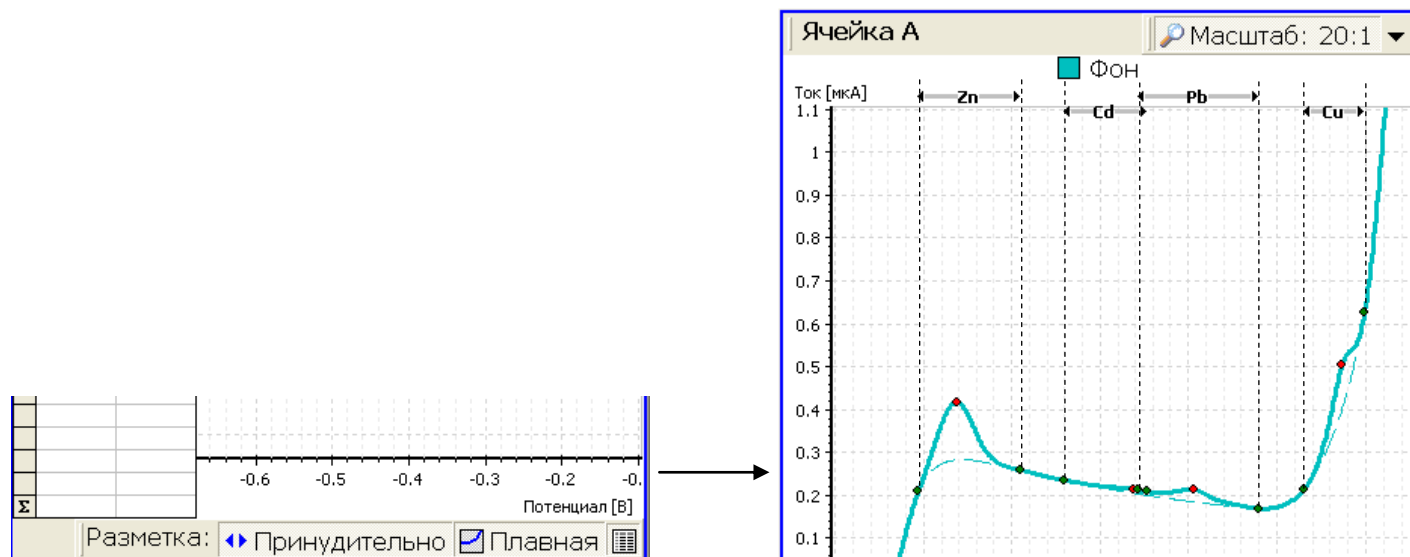
8) Наведите курсор мышки на правую границу маркера Cu, нажмите на левую кнопку мышки и, не отпуская кнопку, продвиньте границу маркера вправо, пока она не будет находиться за правой границей пика меди.





Если после выполнения данной операции, линия остаточного тока проведена неверно, то включите разметку с принудительными границами пиков. Для этого в главном меню программы нажмите на пункт «Разметка», в открывшемся подменю нажмите на строку «Принудительные границы пиков». В этом случае границы пиков будут установлены в строгом соответствии с границами маркеров разметки во всех окнах ячеек. Двигая границы маркеров разметки добейтесь правильной линии остаточного тока.

В некоторых случаях требуется включить «Принудительные границы пиков» только в окне одной ячейки. В этом случае необходимо нажать на кнопку вида установки границ пиков внизу окна ячейки **◀▶ Программно**, чтобы она сменилась на кнопку **◀▶ Принудительно**. В этом случае границы пиков будут установлены в строгом соответствии с границами маркеров разметки только в окне ячейки, в котором на панели разметки высвечена кнопка **◀▶ Принудительно**, как показано ниже:





С помощью выбора в пункте главного меню «Разметка» команд «Разметка плавной линией» или «Разметка прямой линией» и «Автоматические границы пиков» или «Принудительные границы пиков» добейтесь, чтобы линия остаточного тока воспроизводила вид вольтамперограмм без пиков. На рис.33 приведены примеры правильной разметки вольтамперограмм фона. Обратите внимание на положение границ маркеров пиков и вид линии остаточного тока.

## 6.7 Анализ результатов проверки фонового раствора на чистоту

6.7.1 В идеальном случае на вольтамперограммах фона должны отсутствовать пики *цинка, кадмия, свинца и меди*. Однако, примеси элементов могут содержаться в муравьиной кислоте и бидистиллированной воде, адсорбироваться на стенках стаканчика и поверхности электродов. Поэтому на вольтамперограммах фона могут присутствовать пики одного или нескольких элементов. В этом случае измеряют высоты зарегистрированных пиков и сравнивают их с максимально допустимыми.

6.7.2 Еще раз обращаем Ваше внимание на разметку вольтамперограмм фона. Прежде, чем делать выводы о чистоте ячеек (в случае наличия пиков на вольтамперограммах фона), убедитесь, что линия остаточного тока под пиками на вольтамперограммах проведена верно. При разметке вольтамперограмм фона Вам, возможно, придется использовать принудительную установку границ пиков и прямую линию остаточного тока. Обратите внимание: остаточный ток под пиком цинка может быть выгнут.

6.7.3 По высоте пиков, присутствующих на вольтамперограммах фона, судят о чистоте электрохимических ячеек. Первоначально визуально оцените наличие пиков на «средних» вольтамперограммах фона во всех окнах каналов. Для этого выберите масштаб отображения вольтамперограмм 10:1. Если на вольтамперограммах при масштабе 10:1 визуально нет пиков – электрохимические ячейки считаются чистыми.

6.7.4 В случае наличия пиков на вольтамперограммах фона (в одной или нескольких ячейках) проверьте правильность разметки вольтамперограмм фона и обратите внимание на нижнюю строку панели результатов (внизу слева окон ячеек). В ней указаны высоты пиков цинка, кадмия, свинца и меди.

1) Если высоты пиков во всех окнах ячеек не превышают:

- для Zn: 40 нА (0,040 мкА);
- для Cd: 10 нА;
- для Pb: 15 нА;
- для Cu: 15 нА,

то электрохимические ячейки считаются чистыми и можно переходить к следующему этапу измерений – регистрации вольтамперограмм пробы.

2) Если высоты пиков (или хотя бы одного из пиков) больше указанных выше, но не превышают следующих значений во всех окнах ячеек анализатора:

- для Zn: 0,150 мкА (150 нА);
- для Cd: 25 нА;
- для Pb: 30 нА;
- для Cu: 60 нА (0,060 мкА),

то электрохимические ячейки считаются достаточно чистыми, и можно переходить к следующему этапу измерений – регистрации вольтамперограмм пробы. При этом следует обратить внимание на чистоту используемых посуды и реактивов.

3) Если высоты пиков (или хотя бы одного из пиков) больше указанных выше, чистота электрохимических ячеек неудовлетворительная. Вылейте раствор из стаканчиков и повторите отмывку ячеек в соответствии с п.6.4 и регистрацию вольтамперограмм фона в соответствии п.6.5.

**Примечание** - Если после повторной регистрации вольтамперограмм фона высота пиков (или одного из пиков) превышает допустимую, вылейте раствор из стаканчиков, промойте стаканчики с пищевой содой, ополосните их бидистиллированной водой. Повторите:

- отмывку ячеек в соответствии с п.6.4;

- регистрацию вольтамперограмм фона в соответствии с п.6.5.

4) Если не удастся добиться отсутствия пиков на вольтамперограммах фона или их маленькой высоты проанализируйте возможные причины «грязи» в ячейках:

- в случае наличия высоких пиков (или одного высокого пика) в одной или двух ячейках анализатора наиболее вероятная причина грязи – плохо отмытый стаканчик ячейки;

- в случае наличия высоких пиков (или одного высокого пика) во всех трех ячейках анализатора наиболее вероятная причина грязи – присутствие примесей

определяемых элементов (или одного из элементов, высокий пик которого наблюдается во всех трех ячейках анализатора) в бидистиллированной воде или муравьиной кислоте, а возможно Вы используете «грязную» и воду, и муравьиную кислоту.

Смените бидистиллированную воду (желательно на тридистиллированную или чистую питьевую негазированную воду торговой марки «Aqwaminergale»). Если смена бидистиллированной воды не уменьшила пиков, необходимо сменить муравьиную кислоту.

Обратите внимание:

- возможно Вы использовали «грязные» емкости для хранения бидистиллированной воды и/или муравьиной кислоты;

- в случае «грязной» бидистиллированной воды необходимо переготовить все растворы на «чистой» воде и перезаполнить ХСЭ.

6.7.5 Вы зарегистрировали вольтамперограммы фона. Возможный их вид приведен на рис. 33.

Приступайте к регистрации вольтамперограмм пробы. Для этого последовательно выполните действия, описанные в таблице ниже.

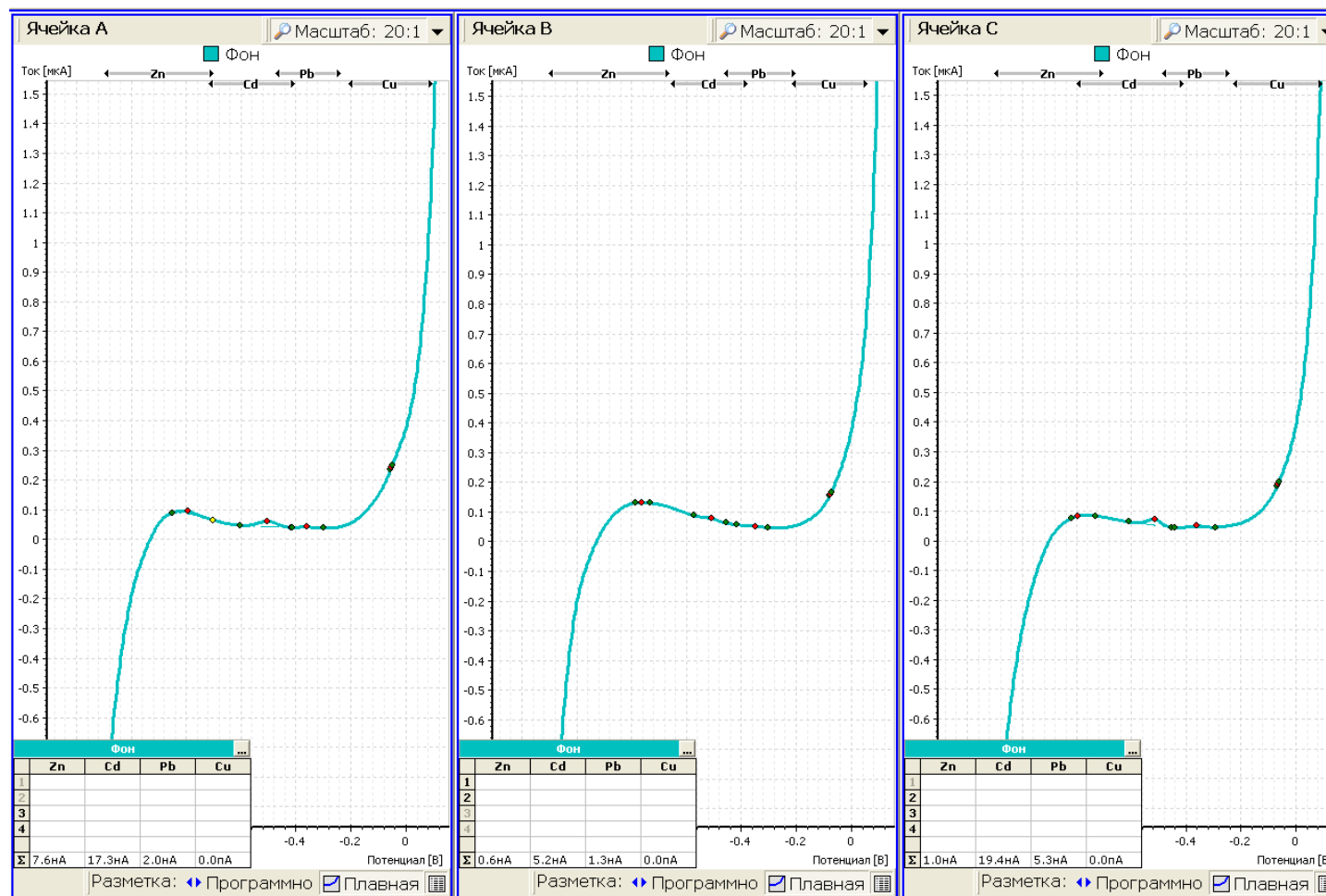
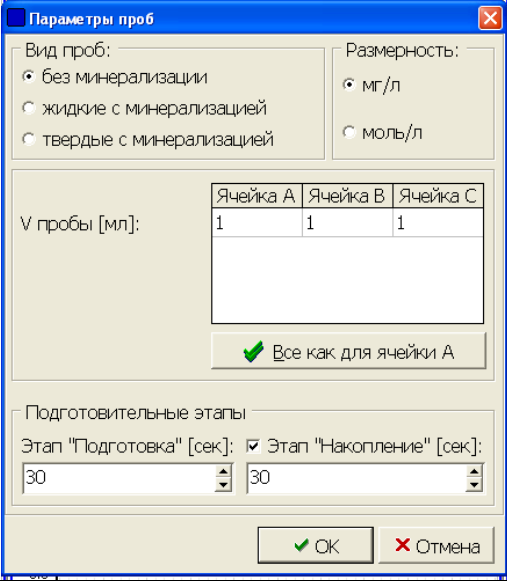

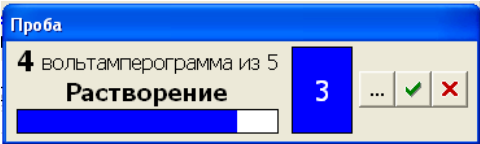

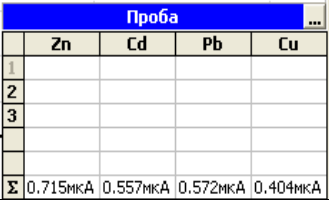


Рис.33 – Возможный вид вольтамперограмм фона при проверке работы электродов методом «введено-найдено»

## 6.8 Регистрация вольтамперограмм пробы

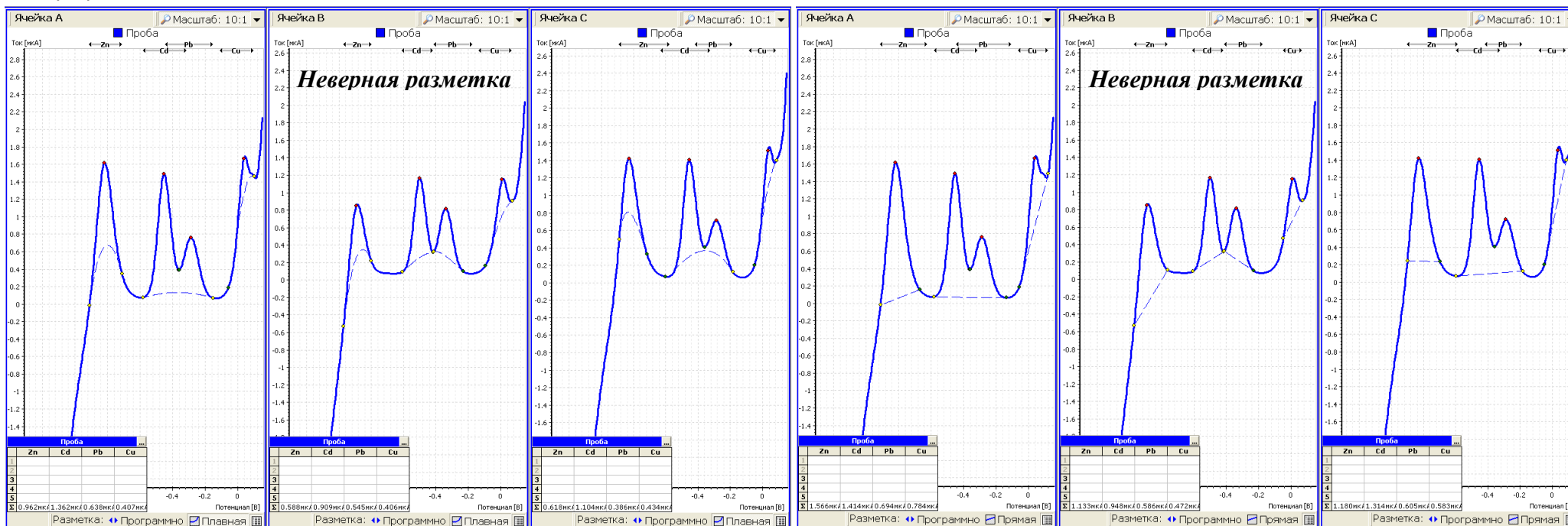
№ п/п	Операция	Выполняемые действия	Дополнительная информация
1	Установите параметры пробы и уменьшите время этапа «Подготовка»	<p>Нажмите на кнопку <b>Проба</b>, расположенную на панели инструментов программы TAlab. В открывшемся подменю нажмите на «Начать измерение». В появившемся установите: вид проб «без минерализации»; размерность «мг/л»; V пробы (объем пробы) 1 мл; этап «Подготовка» 30 сек.:</p> 	<p>Параметры пробы устанавливаются таким образом, чтобы</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- не наливать в ячейки анализатора точно отмеренный объем фонового раствора;</li> <li>- результат анализа был равен произведению объема добавленной аттестованной смеси на ее концентрацию (в нашем случае: <math>0,04 \times 1 = 0,04</math>).</li> </ul> <p>Уменьшать время этапа «Подготовка» следует только в том случае, если после окончания регистрации вольтамперограмм фона прошло не более 5 минут.</p>
2	Подготовьте раствор пробы (внесите добавку аттестованной смеси в ячейки анализатора)	 <p>1 Поднимите крышку анализатора, нажав кнопку на передней панели анализатора.</p> <p>2 Добавьте в каждую ячейку анализатора с помощью дозатора по 0,040 мл аттестованной смеси <i>цинка, кадмия, свинца и меди</i> концентрации 1 мг/л. Добавка всех элементов делается из одной аттестованной смеси!</p> <p>3 Опустите крышку анализатора, нажав кнопку на передней панели анализатора.</p>	<p>Параметры пробы устанавливаются таким образом, чтобы:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- не наливать в ячейки анализатора точно отмеренный объем фонового раствора;</li> <li>- результат анализа был равен произведению объема добавленной аттестованной смеси на ее концентрацию (в нашем случае: <math>0,04 \times 1 = 0,04</math>).</li> </ul>

3	Начните регистрацию вольтамперограмм пробы	Нажмите на кнопку «ОК» в открытом окне «Параметры проб».	Начнется процесс регистрации вольтамперограмм пробы. Включится УФ-лампа, при этом электроды будут вибрировать. На экране появится индикатор выполнения измерений, показывающий: номер регистрируемой вольтамперограммы; наименование выполняемого этапа измерений; время до окончания выполнения этапа; уровень перемешивания раствора.
4	Остановите процесс регистрации вольтамперограмм пробы	<p>Когда в окне каждого канала регистрируется по две вольтамперограммы пробы, визуально одинаковые (воспроизводимые), процесс регистрации необходимо остановить. Для этого:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- дождитесь начала этапа «Растворение» (на индикаторе измерений появится надпись «Растворение»);</li> </ul>  <ul style="list-style-type: none"> <li>- нажмите на кнопку <b>X</b>, расположенную на индикаторе выполнения измерений (справа).</li> </ul>	Если принудительно не остановить регистрацию вольтамперограмм пробы, то процесс автоматически будет завершен после регистрации 5 вольтамперограмм пробы. При первом использовании электродов для получения воспроизводимых вольтамперограмм, возможно, Вам придется зарегистрировать 5 вольтамперограмм. В дальнейшем, как правило, достаточно зарегистрировать 3 вольтамперограммы: вторая и третья вольтамперограммы воспроизводятся.
5	Выберите масштаб отображения вольтамперограмм	<p>Нажмите на правую часть (с треугольником) кнопки масштаба , расположенной в правом верхнем углу окна ячейки;</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- в появившемся списке нажмите на строку 20:1 или 10:1.</li> </ul> <p>При этом изменится вид отображаемых вольтамперограмм. Выберите наиболее удобный для Вас масштаб отображения вольтамперограмм.</p>	Для перемещения вольтамперограмм по вертикали наведите курсор мышки на окно ячейки и нажмите левую кнопку. Покрутите колесико мышки или нажмите правую кнопку мышки и, не отпуская ее, передвиньте курсор мышки. Таким образом можно установить вольтамперограммы в наиболее удобное для Вас положение.
6	Проверьте правильность исключения вольтамперограмм пробы	<p>Программа автоматически исключает невоспроизводимые вольтамперограммы пробы. Невоспроизводимые вольтамперограммы выделяются серым цветом. Если Вы не согласны с автоисключением, то можете сами исключить невоспроизводимую (на Ваше усмотрение) вольтамперограмму. Для этого:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- наведите курсор мышки на номер исключаемой вольтамперограммы, находящийся на панели результатов</li> </ul>  <p>(внизу сле-</p>	<p>Для возврата исключенной вольтамперограммы в неисключенные:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- наведите курсор мышки на номер исключенной вольтамперограммы, находящийся на панели результатов (внизу слева окон ячеек – по умолчанию);</li> <li>- нажмите <i>правую</i> кнопку мышки, при этом номер вольтамперограммы выделится жирным черным шрифтом.</li> </ul>

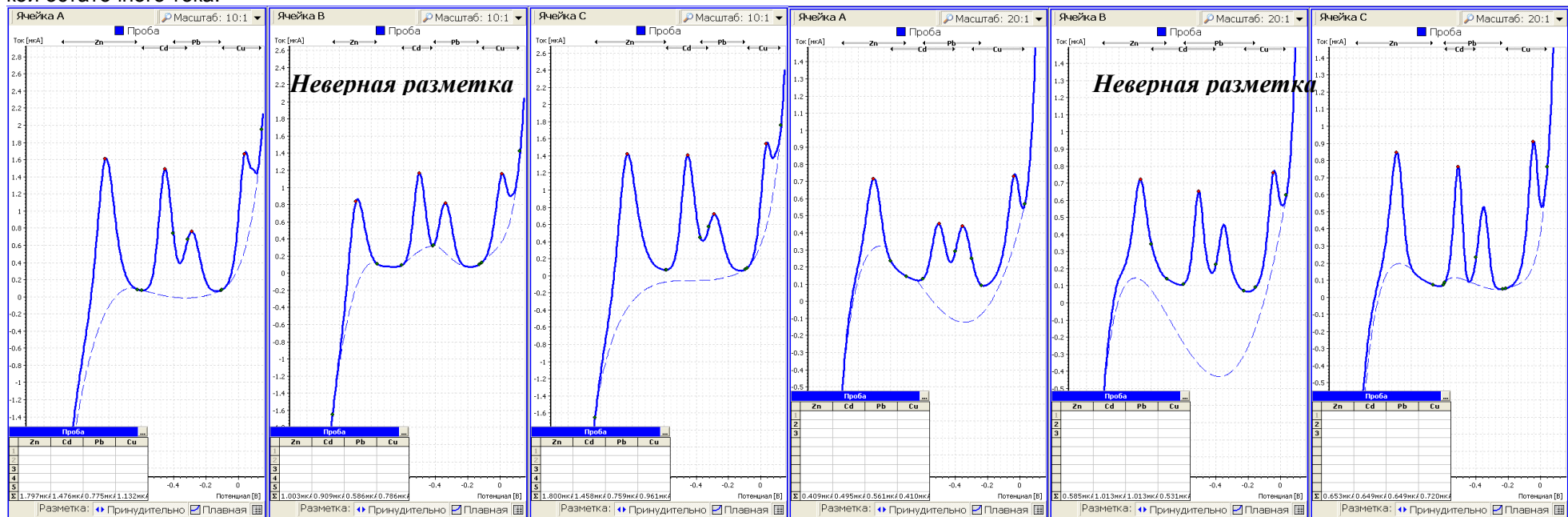
		ва окон ячеек – по умолчанию); - нажмите <i>правую</i> кнопку мышки, при этом номер исключаемой вольтамперограммы выделится серым цветом.	
7	Усредните вольтамперограммы пробы	Нажмите на кнопку <b>Проба</b> ▾. В открывшемся подменю нажмите на строку «Средняя» вольтамперограмма.	После усреднения вместо исходных вольтамперограмм в окнах каналов появятся «средние» вольтамперограммы, выделенные более жирным шрифтом.
8	Проверьте правильность разметки вольтамперограмм пробы	Под пиками «средних» вольтамперограмм пробы проведены пунктирные линии. Это линии остаточного тока. При необходимости поправьте положение и вид линий остаточного тока. Линия остаточного тока должна воспроизводить вид вольтамперограммы без пиков цинка, кадмия, свинца и меди.	Если Вам мешают высвеченные на экране вольтамперограммы фона, нажмите на кнопку <b>Фон</b> ▾. В открывшемся списке нажмите на строку «Не отображать». Вольтамперограммы фона исчезнут с экрана.

## 6.9 Разметка вольтамперограмм пробы

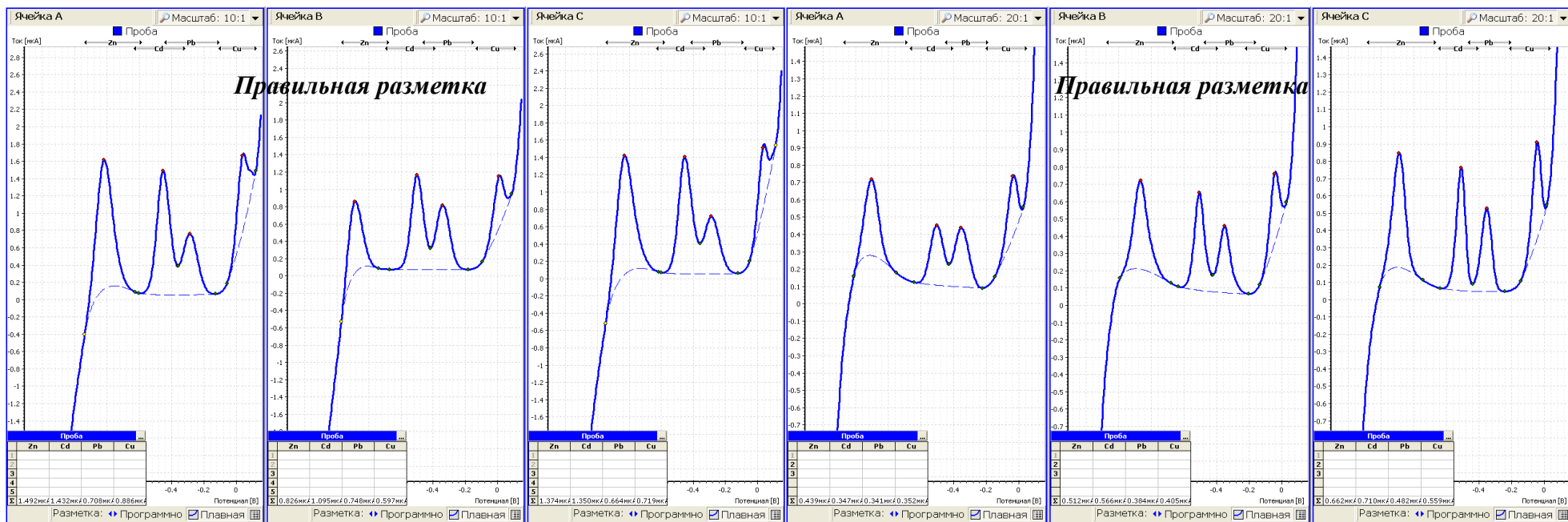
1 Оцените правильность разметки вольтамперограмм пробы. Пики должны выделяться полностью, они не должны быть обрезаны, как на вольтамперограммах ниже:



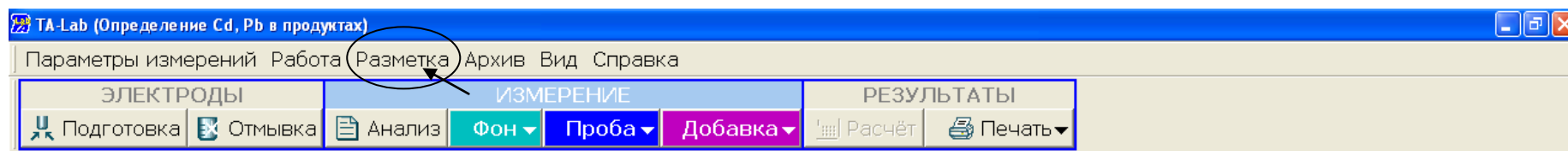
И не должны быть выделены больше, как на вольтамперограммах ниже. Для сравнения приведены эти же вольтамперограммы, но с правильной разметкой остаточного тока.







Если линия остаточного тока проведена неверно, то для ее корректировки выполните следующие действия. При определении цинка, кадмия, свинца и меди мы рекомендуем проводить остаточный ток плавной линией. И только если плавная линия остаточного тока не позволяет получить правильную разметку, воспользоваться прямой линией остаточного тока. Все операции, связанные с разметкой вольтамперограмм, можно выполнить путем выбора команд пункта меню «Разметка»:



Пунктом главного меню разметка удобно пользоваться, если корректировку линии остаточного тока необходимо провести во всех окнах ячеек. Если коррекции требует линия остаточного тока только в одном или двух окнах ячеек, то удобнее воспользоваться кнопками панели развертки, расположенной внизу окон ячеек:



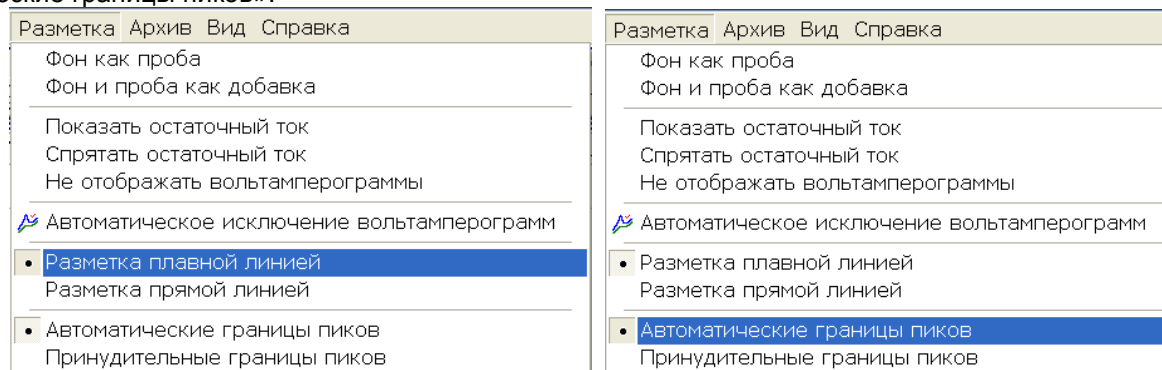
Вид установки границ пиков:  
«Программно» или «Принудительно»

Вид линии остаточного тока:  
«Плавная» или «Прямая»

## Выбор вида линии остаточного тока

1) Если необходимо поправить линию остаточного тока во всех окнах ячеек

Наведите курсор мышки на пункт главного меню «Разметка» и нажмите левую кнопку мышки; в появившемся подменю выберите пункты «Разметка плавной линией» и «Автоматические границы пиков»:



Обратите внимание, что внизу окон ячеек в панели разметки вид установки границ пиков («Программно/Принудительно») установился «Программно» (автоматические границы пиков, т.е. они будут выбраны программой) и вид линии остаточного тока («Плавная/Прямая») установился «Плавная» (т.е. линия остаточного тока проводится плавной линией). В этом случае границы пиков программа найдет автоматически (между границами маркеров разметки, расположенным вверху окна ячейки) и соединит их плавной линией остаточного тока во всех окнах ячеек.

2) Если необходимо поправить линию остаточного тока в одном или двух окнах ячеек

Путем нажатия кнопок на панели разметки внизу окна ячейки измените панель разметки: если высвечено «Принудительно», нажмите на эту кнопку, чтобы она поменяла надпись на «Программно»; если отображается кнопка «Прямая», нажмите на нее, чтобы она поменяла надпись на «Плавная». Панель разметки должна иметь вид:



В этом случае границы пиков программа найдет автоматически (между границами маркеров разметки, расположенных вверху окна ячейки) и соединит их плавной линией остаточного тока в окнах ячеек, в которых на панели разметки установлено «Программно» и «Плавная».

## Установка границ маркеров разметки

Изменение границ маркеров разметки необходимо проводить только в окнах ячеек, в которых линия остаточного тока проведена неверно.

1) Наведите курсор мышки на левую границу маркера Zn, нажмите на левую кнопку мышки и, не отпуская кнопку, продвиньте границу маркера влево, пока она не будет находиться за левой границей пика цинка.

2) Наведите курсор мышки на правую границу маркера Zn, нажмите на левую кнопку мышки и, не отпуская кнопку, продвиньте границу маркера вправо, пока она не будет находиться за правой границей пика цинка.

3) Наведите курсор мышки на левую границу маркера Cd, нажмите на левую кнопку мышки и, не отпуская кнопку, продвиньте границу маркера влево, пока она не будет находиться за левой границей пика кадмия.

4) Наведите курсор мышки на правую границу маркера Cd, нажмите на левую кнопку мышки и, не отпуская кнопку, продвиньте границу маркера вправо, пока она не будет находиться за правой границей пика кадмия (граница маркера должна находиться правее левой границы пика свинца, но левее вершины пика свинца).

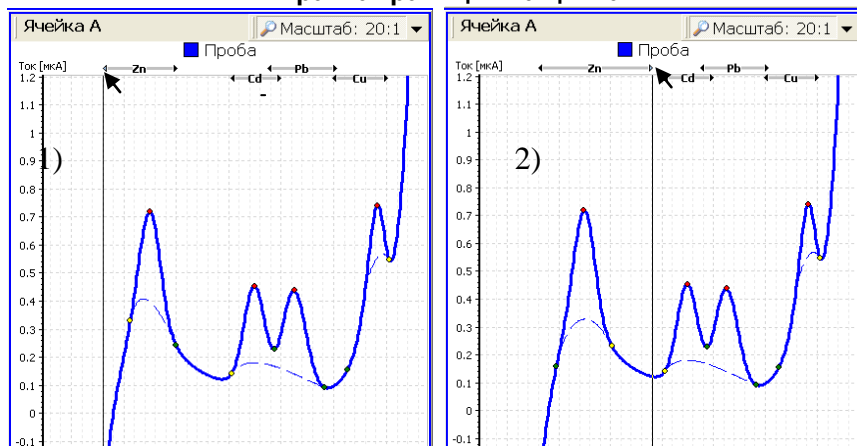
5) Наведите курсор мышки на левую границу маркера Pb, нажмите на левую кнопку мышки и, не отпуская кнопку, продвиньте границу маркера влево, пока она не будет находиться за левой границей пика свинца (до вершины пика кадмия).

6) Наведите курсор мышки на правую границу маркера Pb, нажмите на левую кнопку мышки и, не отпуская кнопку, продвиньте границу маркера вправо, пока она не будет находиться за правой границей пика свинца.

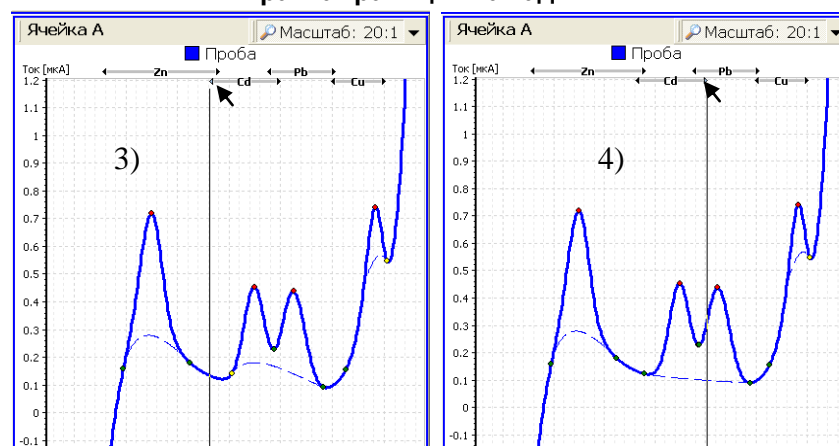
7) Наведите курсор мышки на левую границу маркера Cu, нажмите на левую кнопку мышки и, не отпуская кнопку, продвиньте границу маркера влево, пока она не будет находиться за левой границей пика меди.

8) Наведите курсор мышки на правую границу маркера Cu, нажмите на левую кнопку мышки и, не отпуская кнопку, продвиньте границу маркера вправо, пока она не будет находиться за правой границей пика меди.

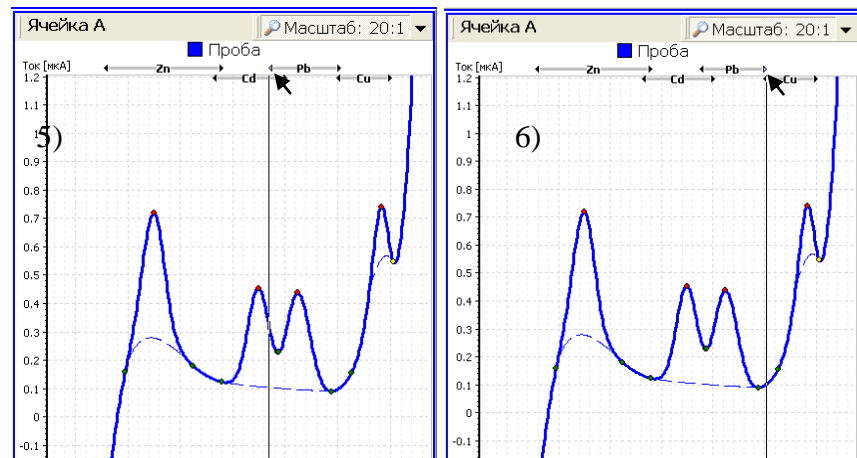
**Правка границ пика цинка:**



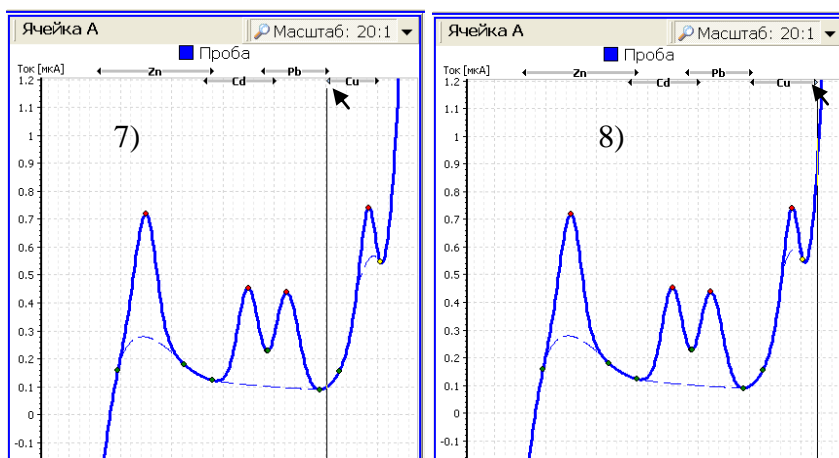
**Правка границ пика кадмия:**



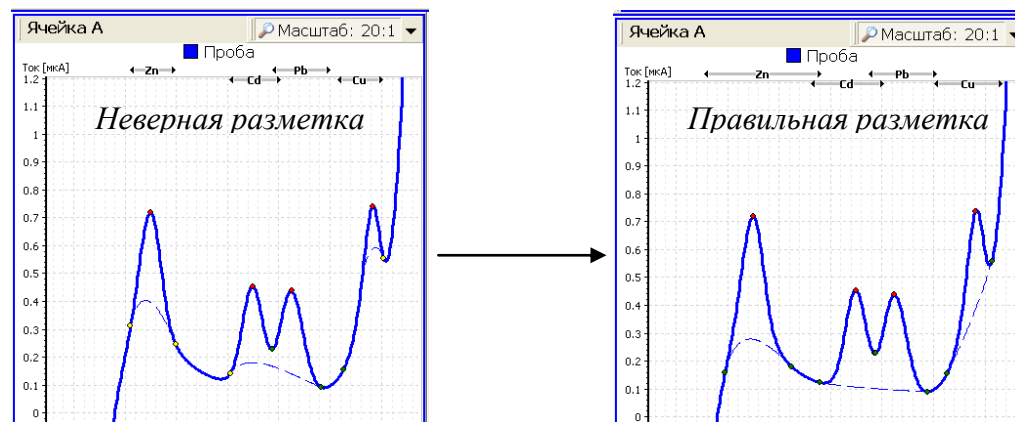
**Правка границ пика свинца:**



**Правка границ пика меди:**



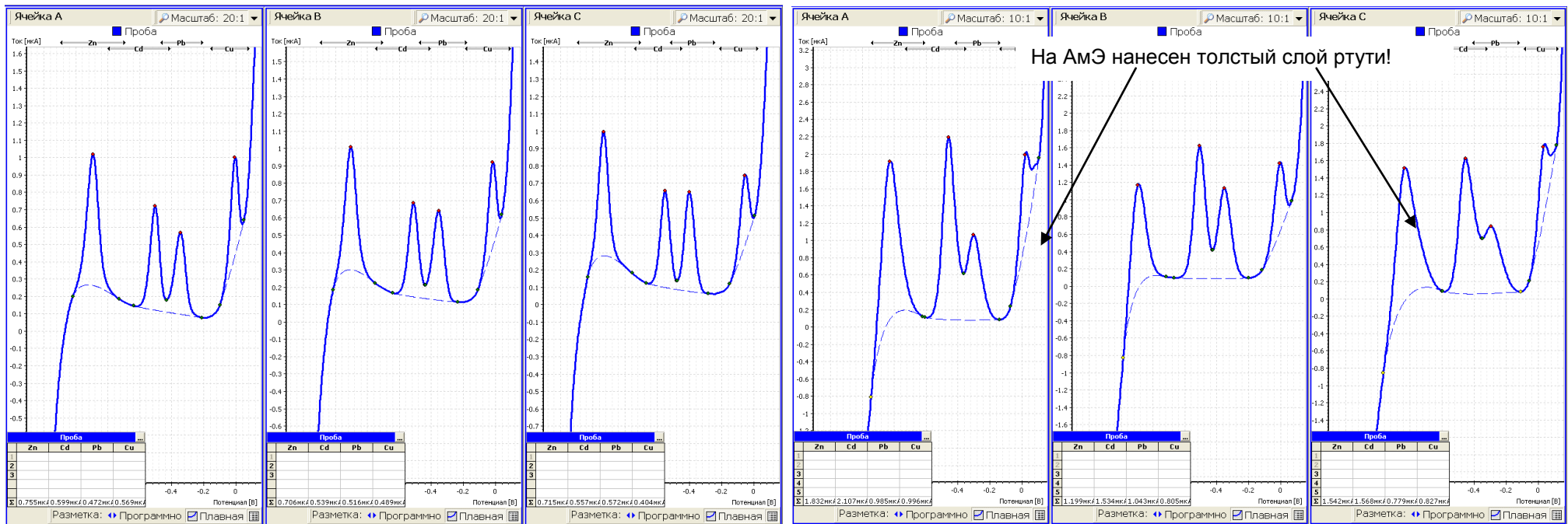
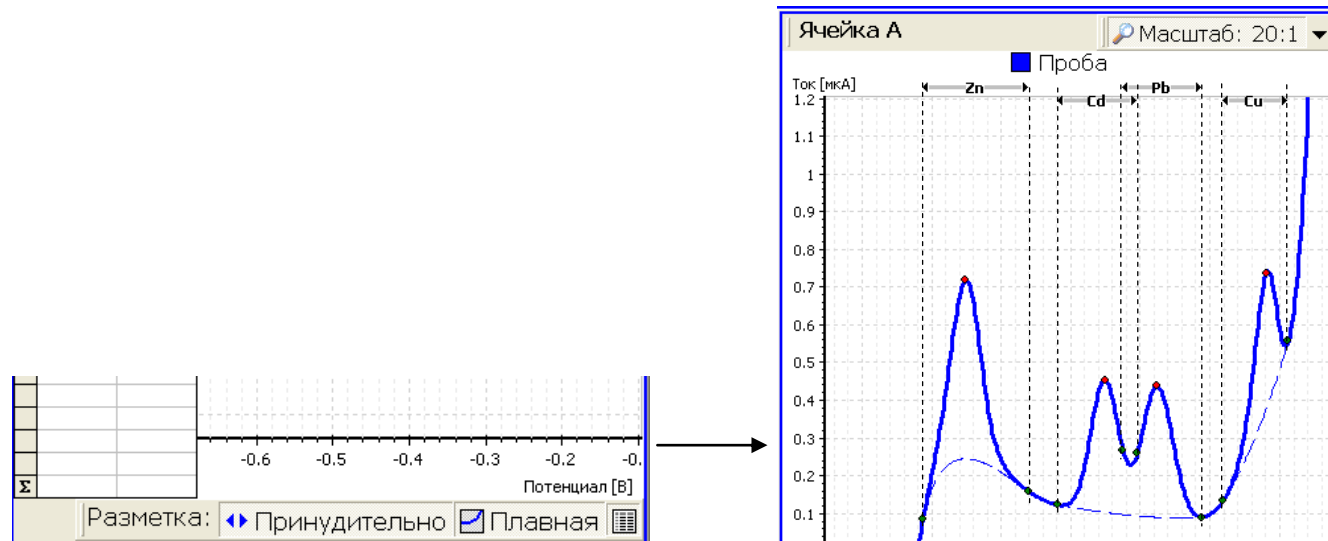
В результате проведенной корректировки линия остаточного тока изменилась:



Если после выполнения данной операции, линия остаточного тока проведена неверно, то включите разметку с принудительными границами пиков. Для этого в главном меню программы нажмите на пункт «Разметка», в открывшемся подменю нажмите на строку «Принудительные границы пиков». В этом случае границы пиков будут установлены в строгом соответствии с границами маркеров разметки во всех окнах ячеек. Двигая границы маркеров разметки добейтесь правильной линии остаточного тока.

В некоторых случаях требуется включить «Принудительные границы пиков» только в окне одной ячейки. В этом случае необходимо нажать на кнопку вида установки границ пиков внизу окна ячейки **◀ Программно**, чтобы она сменилась на кнопку **◀ Принудительно**. В этом случае границы пиков будут установлены в строгом соответствии с границами маркеров разметки только в окне ячейки, в котором на панели разметки высвечена кнопка **◀ Принудительно**, как показано на рисунке ниже.

С помощью выбора в пункте главного меню «Разметка» команд «Разметка плавной линией» или «Разметка прямой линией» и «Автоматические границы пиков» или «Принудительные границы пиков» добейтесь, чтобы линия остаточного тока воспроизводила вид вольтамперограмм без пиков. Ниже приведены примеры правильной разметки вольтамперограмм пробы.



## 6.10 Анализ вольтамперограмм пробы

6.10 В каждом окне канала на вольтамперограммах должны быть зарегистрированы по *четыре пика*. Обратите внимание на высоту пиков элементов, которые указаны в нижней строке панели результатов (внизу слева окон ячейек):

1 Если высоты пиков элементов больше значений, указанных ниже, переходите к следующему этапу – регистрации вольтамперограмм добавки.

Элемент	Zn	Cd	Pb	Cu
Ток пика, мкА	0,200	0,150	0,150	0,100

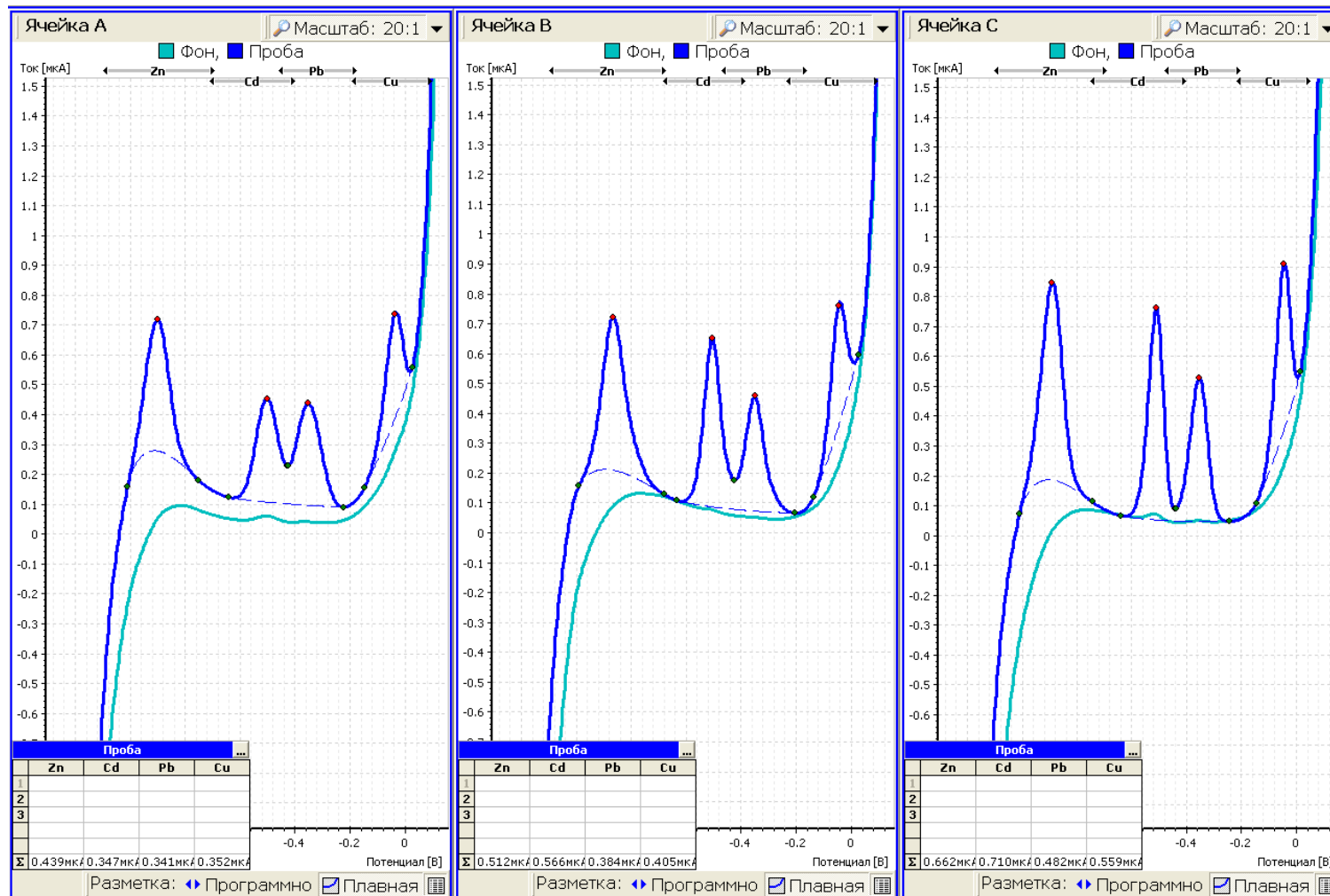


Рис.34 – Возможный вид «средних» вольтамперограмм пробы и фона при проверке работы электродов



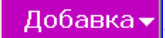
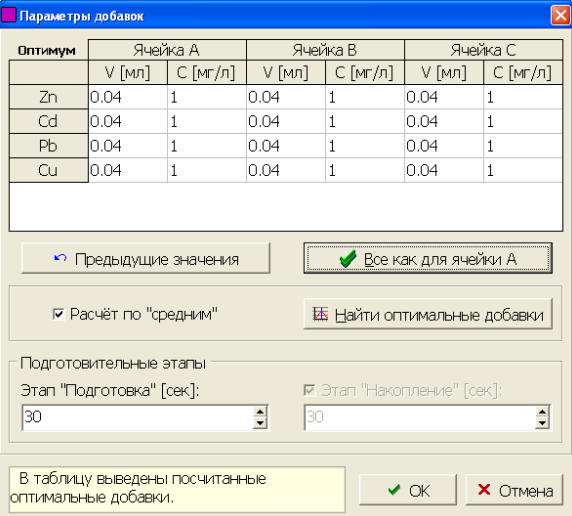
2 Если в одном или нескольких окнах ячеек высоты пиков одного или нескольких элементов менее указанных выше, то необходимо остановить измерение и провести анализ возможных причин неудовлетворительных результатов в соответствии с приложением Д.


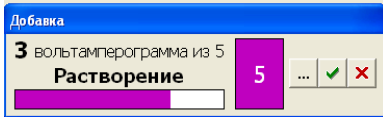
После выяснения и исправления допущенных ошибок начните измерения сначала с отмытки электрохимических ячеек, внимательно читая текст, помещенный в столбце таблиц «Дополнительная информация».

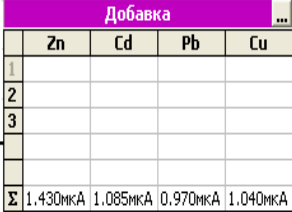
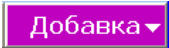


6.10.2 Еще раз обращаем Ваше внимание на разметку вольтамперограмм пробы. Прежде, чем делать выводы о низких высотах пиков элементов, убедитесь, что линия остаточного тока под пиками на вольтамперограммах пробы проведена верно.


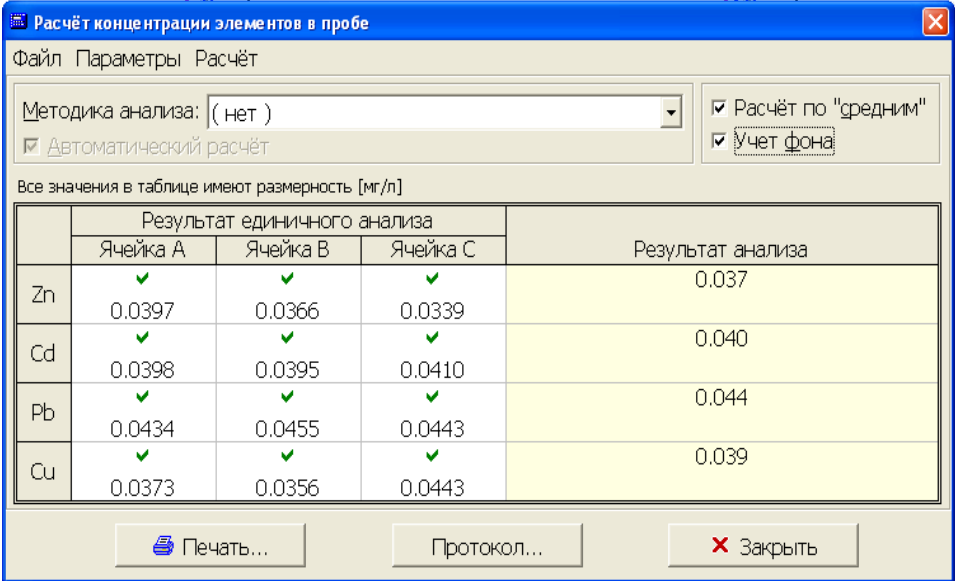
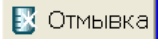
6.10.3 Сразу же после регистрации вольтамперограмм пробы приступайте к регистрации вольтамперограмм добавки.

### 6.11 Регистрация вольтамперограмм добавки

№ п/п	Операция	Выполняемые действия	Дополнительная информация
1	Установите параметры добавки	<p>1 Нажмите на кнопку .</p> <p>2 В открывшемся подменю нажмите на строку «Начать измерение».</p> <p>3 Заполните в таблице открывшегося окна Ячейку А:</p> <p>- нажмите на кнопку «Все как для ячейки А» и для ячеек В и С установятся такие же объем и концентрация добавки:</p>	
2	Внесите добавку аттестованной смеси	<p>1 Поднимите крышку анализатора, нажав кнопку на передней панели анализатора.</p> <p>2 Добавьте в каждую ячейку анализатора с помощью дозатора по 0,040 мл аттестованной смеси цинка, кадмия, свинца и меди концентрации 1 мг/л:</p>	<p>Добавка цинка, кадмия, свинца и меди делается из одной аттестованной смеси, в которой концентрация и цинка, и кадмия, и свинца, и меди – по 1,0 мг/л.</p>

			
		3 Опустите крышку анализатора, нажав кнопку на передней панели анализатора.	
3	Начните регистрацию вольтамперограмм добавки	Нажмите на кнопку «ОК» в открытом окне «Параметры добавок».	Начнется процесс регистрации вольтамперограмм добавки. При этом электроды будут вибрировать. На экране появится индикатор выполнения измерений, показывающий: номер регистрируемой вольтамперограммы; наименование выполняемого этапа измерений; время до окончания выполнения этапа.
4	Остановите процесс регистрации вольтамперограмм добавки	<p>Когда в окне каждого канала зарегистрируется по две вольтамперограммы добавки, визуально одинаковые (воспроизводимые), процесс регистрации необходимо остановить. Для этого:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- дождитесь начала этапа «Растворение» (на индикаторе измерений появится надпись «Растворение»);</li> <li>- нажмите на кнопку <b>X</b>, расположенную на индикаторе выполнения измерений (справа):</li> </ul>	Достаточно часто первые две зарегистрированные вольтамперограммы добавки являются воспроизводимыми.
			
5	Выберите масштаб отображения вольтамперограмм	Вы вновь можете выбрать наиболее удобный для Вас масштаб отображения вольтамперограмм. Для этого нажмите на правую часть (с треугольником) кнопки масштаба, расположенной в правом верхнем углу окна ячейки; в появившемся списке нажмите на строку 10:1 или 20:1.	Для перемещения вольтамперограмм по вертикали наведите курсор мышки на окно ячейки и нажмите левую кнопку. Покрутите колесико мышки или нажмите правую кнопку мышки и, не отпуская ее, передвиньте курсор мышки.

6	<p>Проверьте правильность исключения вольтамперограмм добавки</p>	<p>Программа автоматически исключает невоспроизводимые вольтамперограммы добавки. Невоспроизводимые вольтамперограммы выделяются серым цветом. Если Вы не согласны с автоисключением, то можете сами исключить невоспроизводимую (на Ваше усмотрение) вольтамперограмму добавки.</p>  <p>Для этого:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- наведите курсор мышки на номер исключаемой вольтамперограммы, находящийся на панели результатов (внизу слева окон ячеек – по умолчанию);</li> <li>- нажмите <i>правую</i> кнопку мышки, при этом номер исключаемой вольтамперограммы выделится серым цветом.</li> </ul>	<p>Для возврата исключенной вольтамперограммы в неисключенные:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- наведите курсор мышки на номер исключенной вольтамперограммы, находящийся на панели результатов (внизу слева окон ячеек – по умолчанию);</li> <li>- нажмите <i>правую</i> кнопку мышки, при этом номер вольтамперограммы выделится жирным черным шрифтом.</li> </ul>
7	<p>Усредните вольтамперограммы добавки</p>	<p>Нажмите на кнопку «Добавка» . В открывшемся подменю нажмите на строку «Средняя» вольтамперограмма».</p>	<p>После усреднения вместо исходных вольтамперограмм в окнах ячеек появятся «средние» вольтамперограммы добавки, выделенные более жирным шрифтом.</p>
8	<p>Проверьте правильность разметки вольтамперограмм добавки</p>	<p>Под пиками «средних» вольтамперограмм добавки проведены пунктирные линии. Это линии остаточного тока. При необходимости поправьте границы пиков и вид линий остаточного тока, руководствуясь п. 6.9 настоящего пособия. Линия остаточного тока должна воспроизводить вид вольтамперограммы без пиков цинка, кадмия, свинца и меди.</p>	<p>Если Вам мешают высвеченные на экране вольтамперограммы фона, нажмите на кнопку . В открывшемся списке нажмите на строку «Не отображать». Вольтамперограммы фона исчезнут с экрана.</p> <p>Если Вам мешают высвеченные на экране вольтамперограммы пробы, нажмите на кнопку . В открывшемся списке нажмите на строку «Не отображать». Вольтамперограммы пробы исчезнут с экрана.</p>

9	Расчет результатов	<p>Нажмите на кнопку «Расчет» , расположенную на панели инструментов программы.</p>  <p>Обратите внимание: пункты «Расчет по «средним» и «Учет фона» отмечены галочкой. Это значит, что расчет проведен с учетом высот пиков на <i>усредненных</i> вольтамперограммах и при расчете учтены высоты пиков (если они были) на вольтамперограммах фона.</p>	<p>Расчет концентрации проводят методом стандартных добавок.</p> <p>Для этого после регистрации вольтамперограмм пробы в раствор пробы внесли известную добавку цинка, кадмия, свинца и меди и зарегистрировали вольтамперограммы пробы с внесенной добавкой – вольтамперограммы добавки. Так как концентрация элементов в ячейке увеличилась примерно в два раза (мы два раза вносили в ячейки одинаковые добавки цинка, кадмия, свинца и меди), то примерно в два раза должны увеличиться и высоты пиков на вольтамперограммах добавки по сравнению с пиками на вольтамперограммах пробы.</p>
10	Анализ результатов	<p>Результаты проверки считаются положительными, если все результаты анализа входят в диапазон от 0,03 до 0,05 мг/л (считаем, что допустимая погрешность измерения - 25 %).</p>	<p>Ожидаемый результат анализа – 0,04 мг/л (объем добавляемой аттестованной смеси умножить на ее концентрацию: 0,04 мл × 1 мг/л = 0,04 мг/л).</p>
11	Проведите отмывку электрохимических ячеек	<ol style="list-style-type: none"> <li>1 Поднимите крышку анализатора.</li> <li>2 Вылейте раствор из стаканчиков.</li> <li>3 Ополосните стаканчики бидистиллированной водой.</li> <li>3 Налейте в стаканчики 9-11 мл бидистиллированной воды.</li> <li>4 Установите стаканчики в анализатор.</li> <li>5 Нажмите на кнопку «Отмывка» , расположенную на панели инструментов программы.</li> <li>6 По окончании процесса отмывки погаснет диалоговое окно «Отмывка».</li> </ol>	<p>При проведении ряда последовательных измерений отмывка между измерениями проводится:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- один раз после проведения измерений;</li> <li>- один раз перед проведением измерения, т.е. два раза подряд.</li> </ul> <p>По окончании измерений отмывка ячеек проводится строго обязательно!</p>

12	Сохранение результатов анализа в Архив	<p>Результаты анализа автоматически сохраняются в архив под именем, которое Вы указали в начале анализа в окне «Свойства архива». Если Вы в начале анализа в окне «Свойства архива» указали «Не сохранять в архив», то Вы можете в данный момент сохранить результаты измерений в архив. Для этого:</p> <ol style="list-style-type: none"> <li>1 Нажмите на пункт «Архив» в главном меню программы.</li> <li>2 В появившемся подменю нажмите на строку «Сохранить в архив...».</li> <li>3 В открывшемся окне в поле Проба укажите название пробы: например, «Проверка АмЭ для цинка, кадмия, свинца и меди», в поле Файл укажите имя файла, под которым Вы хотите сохранить результаты проведенных измерений в архив. Например, «Проверка АмЭ ТМ». Можете дополнительно написать комментарии в поле «Комментарий».</li> <li>4 Нажмите на кнопку «ОК».</li> </ol>	<p>При этом результаты анализа сохраняются в папку с именем, соответствующим параметров измерений, по которой проводили измерение («Определение ТМ в продуктах»).</p>
----	--	--	---

Надеемся, что Вы получили удовлетворительные результаты проверки. Выполните проверку работы электродов несколько раз до полного освоения процедуры. При последующих выполнениях проверки работы электродов попробуйте воспользоваться не данным пособием, а приложением к методике анализа, имеющимся в комплектации анализатора TA-Lab.

## 6.12 Анализ отрицательных результатов проверки работы электродов

Возможно, с первого раза Вы не получите положительные результаты проверки. При получении неудовлетворительных результатов:

- поднимите крышку анализатора;
- выньте АмЭ из ячеек с отрицательными результатами проверки;
- аккуратно протрите их рабочую поверхность (серебряную проволоку, покрытую амальгамой серебра) влажной фильтровальной бумагой, сложенной в 2-3 раза (после использования фильтровальную бумагу опустите в стаканчик для слива, заполненный не менее чем на 1/3 водой!);
- внимательно рассмотрите рабочую поверхность АмЭ:
  - 1) если поверхность не имеет характерного ртутного блеска, то нанесите пленку ртути на поверхность электродов и повторите проверку работы электродов, начав с отмывки электрохимических ячеек;
  - 2) если поверхность АмЭ имеет такой же вид, что и металлическая ртуть, вставьте электроды в анализатор с помощью электродных колпачков и повторите проверку работы электродов, начав с отмывки электрохимических ячеек.

В случае повторных отрицательных результатов проверки проведите проверку работы электродов при определении кадмия и свинца в соответствии с разделом 7 настоящего пособия. Добейтесь положительных результатов проверки для кадмия и свинца, после чего повторите проверку работы электродов уже для четырех элементов: цинка, кадмия, свинца и меди.

Наиболее вероятные причины неудовлетворительных результатов проверки:

- 1) неправильная разметка вольтамперограмм;
- 2) неточная добавка аттестованной смеси в ячейки (т.е. неправильное использование дозатора);
- 3) состояние поверхности АмЭ.

Визуально сравните высоты пиков на вольтамперограмме пробы и на вольтамперограмме пробы с добавкой.

1) *Пики на вольтамперограмме пробы с добавкой примерно в два раза выше пиков на вольтамперограмме пробы.* В этом случае причина неудовлетворительных результатов – *неправильная разметка вольтамперограмм.*

Поднимите крышку анализатора. Вылейте раствор из стаканчиков. Налейте в стаканчики бидистиллированную воду и установите их в анализатор. Еще раз прочтите про разметку вольтамперограмм в п.п.5.8, 5.11, 6.6, 6.9 настоящего пособия. Поправьте разметку вольтамперограмм пробы с добавкой, просмотрите разметку вольтамперограмм фона и пробы. При необходимости, поправьте ее.

Для приобретения навыков разметки вольтамперограмм выберите файлы из архива и потренируйтесь проводить разметку вольтамперограмм.

2) *Пики на вольтамперограмме пробы с добавкой менее (или более), чем в два раза отличаются по высоте от пиков на вольтамперограмме пробы.* Наиболее вероятная причина неудовлетворительных результатов – *неправильное пользование дозатором.* Внимательно прочитайте инструкцию по использованию дозатора. Потренируйтесь дозировать добавки на бидистиллированной воде. Повторите проверку работы электродов.

3) В случае неудовлетворительных результатов повторной проверки проведите:

- отмывку электрохимических ячеек;
- проведите нанесение пленки ртути на АмЭ, предварительно удалив имеющуюся пленку азотной кислотой.





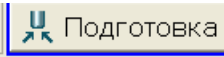


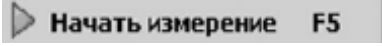

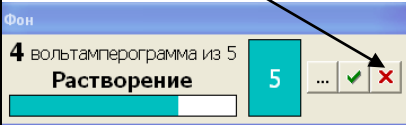
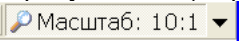
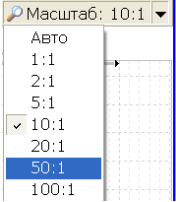
Повторите проверку работы электродов.


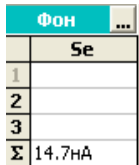





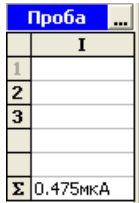




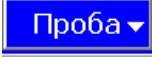
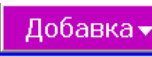

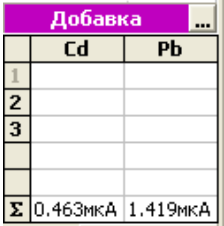
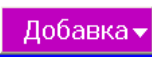
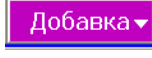
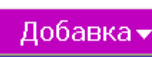
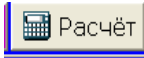
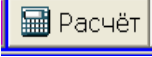
## ОСНОВНЫЕ ОПЕРАЦИИ ПРОГРАММЫ TAlab

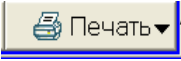



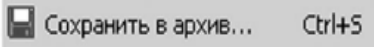
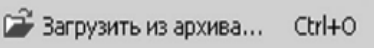
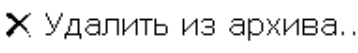


В таблицах А.1 приведен перечень основных операций, выполняемых программой TAlab в ходе проведения измерений. Везде в таблице под словом «нажмите» подразумевается выполнение следующих операций: навести курсор мышки на команду (приведенную в виде строки или кнопки) и нажать левую кнопку мышки.

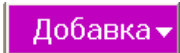
Таблица А.1

Операция	Выполняемые действия	Используемая кнопка
Включение программы	Дважды быстро нажмите на ярлык TAlab, расположенный на рабочем столе монитора компьютера.	
Выключение программы	Нажмите на крестик, расположенный в правом верхнем углу окна программы. В появившемся сообщении нажмите на «Да».	
Загрузить параметры измерений	Нажмите на «Параметры измерений» в главном меню программы (вторая строка сверху). В появившемся списке нажмите на «Загрузить...». В появившемся окне нажмите на название нужных параметров измерений (пролистать полный список параметров Вы можете, наведя курсор на стрелки, расположенные справа и нажимая на левую кнопку мышки). Нажмите на кнопку «ОК», расположенную в правом нижнем углу открывшегося окна. Название текущих (загруженных) параметров измерений отображается в левом верхнем углу окна программы.	Параметры измерений/  Загрузить... Alt+F2
Отмывка ячеек	Нажмите на кнопку «Отмывка», расположенную на панели инструментов программы.	
Подготовка рабочих электродов	Нажмите на кнопку «Подготовка», расположенную на панели инструментов программы. В открывшемся окне нажмите на кнопку «Начать подготовку».	
Начало анализа	Нажмите на кнопку «Анализ», расположенную на панели инструментов программы. В открывшемся окне заполните белые поля и нажмите на кнопку «ОК».	
Регистрация вольтамперограмм фона	Нажмите на кнопку «Фон», расположенную на панели инструментов программы. В открывшемся подменю нажмите на строку «Начать измерение». При необходимости, в открывшемся окне измените время этапов «Подготовка» и «Накопление», нажмите на кнопку «ОК».	  F5
Принудительное прекращение регистрации вольтамперограмм	Нажмите на кнопку  , расположенную на индикаторе выполнения измерений (справа).	
Изменение масштаба отображения вольтамперограмм	Нажмите на правую часть (с треугольником) кнопки масштаба  , расположенной в правом верхнем углу окна ячейки. В появившемся списке нажмите на строку с нужным масштабом. При этом изменится размер (по вертикали) отображаемых вольтамперограмм.	
Перемещение вольтамперограмм по вертикали	Для перемещения вольтамперограмм по вертикали наведите курсор мышки на окно ячейки и нажмите левую кнопку. Покрутите колесико мышки или нажмите правую кнопку мышки и, не отпуская ее, передвиньте курсор мышки.	

Операция	Выполняемые действия	Используемая кнопка
Исключение невоспроизводимых вольтамперограмм фона	<p>Наведите курсор мышки на номер исключаемой вольтамперограммы, находящийся на панели результатов (внизу слева окон ячеек – по умолчанию) и нажмите <i>правую</i> кнопку мышки, при этом номер исключаемой вольтамперограммы выделится серым цветом.</p> <p>Для перехода к панели результатов, отображающей номера вольтамперограмм фона, нажмите на , расположенную на панели результатов. В открывшемся списке нажмите на «Фон».</p>	
Усреднение вольтамперограмм фона	Нажмите на правую часть кнопки «Фон», отмеченную треугольником. В открывшемся списке нажмите на строку «Средняя» вольтамперограмма.	 / «Средняя» вольтамперограмма
Удаление отображения вольтамперограмм фона	Нажмите на правую часть кнопки «Фон», отмеченную треугольником. В открывшемся списке нажмите на строку «Не отображать».	 / Не отображать
Просмотр (изменение) параметров фона	Нажмите на кнопку «Фон». В открывшемся подменю нажмите на строку «Параметры».	 / Параметры...
Просмотр (изменение) параметров измерений	<p>Нажмите на «Параметры измерений» в главном меню программы (вторая строка сверху). В появившемся списке нажмите на «Текущие...». В левой части открывшегося окна указаны названия страниц, содержащих параметры измерений, соответствующих названию страницы. Для просмотра страницы нажмите на ее название.</p> <p>Для изменения параметра нажмите на его значение (значение выделится) и с клавиатуры компьютера введите нужное значение. После изменения всех параметров, требующих корректировки, нажмите на кнопку «ОК».</p>	Параметры измерений/ <input checked="" type="checkbox"/> Текущие... F2
Регистрация вольтамперограмм пробы	<p>Нажмите на кнопку «Проба», расположенную на панели инструментов программы. В открывшемся подменю нажмите на строку «Начать измерение».</p> <p>В открывшемся диалоговом окне с помощью мышки и клавиатуры установите параметры пробы в соответствии с методикой анализа. Для этого последовательно нажимайте на значение нужного параметра и с клавиатуры компьютера вводите правильное значение.</p> <p>При необходимости измените время этапов «Подготовка» и «Накопление». Убедившись, что установлены верные значения параметров пробы, нажмите на кнопку «ОК».</p>	 / ▶ Начать измерение F6
Исключение невоспроизводимых вольтамперограмм пробы	<p>Наведите курсор мышки на номер исключаемой вольтамперограммы, находящийся на панели результатов (внизу слева окон ячеек – по умолчанию) и нажмите <i>правую</i> кнопку мышки, при этом номер исключаемой вольтамперограммы выделится серым цветом.</p> <p>Для перехода к панели результатов, отображающей вольтамперограммы пробы, нажмите на , расположенную на панели результатов. В открывшемся списке нажмите на «Проба».</p>	

Операция	Выполняемые действия	Используемая кнопка
Усреднение вольтамперограмм пробы	Нажмите на кнопку «Проба», расположенную на панели инструментов программы. В открывшемся списке нажмите на строку «Средняя» вольтамперограмма».	 / «Средняя» вольтамперограмма
Удаление отображения вольтамперограмм пробы	Нажмите на кнопку «Проба», расположенную на панели инструментов программы. В открывшемся подменю нажмите на строку «Не отображать».	 / Не отображать
Просмотр (изменение) параметров пробы	Нажмите на кнопку «Проба», расположенную на панели инструментов программы. В открывшемся подменю нажмите на строку «Параметры». Для изменения параметра нажмите на его значение (значение выделится) и с клавиатуры компьютера введите нужное значение. После изменения всех параметров, требующих корректировки, нажмите на кнопку «ОК».	 / Параметры...
Регистрация вольтамперограмм добавки	Нажмите на кнопку «Добавка», расположенную на панели инструментов программы. В открывшемся списке нажмите на строку «Начать измерение». При необходимости изменения параметров добавки последовательно нажимайте на значение нужного параметра и с клавиатуры компьютера вводите правильное значение. Убедившись, что установлены верные значения параметров добавки, нажмите на кнопку «ОК».	 / ▶ Начать измерение F7
Исключение невоспроизводимых вольтамперограмм добавки	Наведите курсор мышки на номер исключаемой вольтамперограммы, находящийся на панели результатов (внизу слева окон ячеек – по умолчанию) и нажмите <i>правую</i> кнопку мышки, при этом номер исключаемой вольтамперограммы выделится серым цветом. Для перехода к панели результатов, отображающей вольтамперограммы добавки, нажмите на кнопку  , расположенную на панели результатов. В открывшемся списке нажмите на «Добавка».	
Усреднение вольтамперограмм добавки	Нажмите на кнопку «Добавка», расположенную на панели инструментов программы. В открывшемся списке нажмите на строку «Средняя» вольтамперограмма».	 / «Средняя» вольтамперограмма
Удаление отображения вольтамперограмм добавки	Нажмите на кнопку «Добавка», расположенную на панели инструментов программы. В открывшемся списке нажмите на строку «Не отображать».	 / Не отображать
Просмотр (изменение) параметров добавки	Нажмите на кнопку «Добавка», расположенную на панели инструментов программы. В открывшемся списке нажмите на строку «Параметры». Для изменения параметра добавки нажмите на его значение (значение выделится) и с клавиатуры компьютера введите нужное значение. После изменения всех параметров, требующих корректировки, нажмите на кнопку «ОК».	 / Параметры...
Просмотр результатов анализа	Нажмите на кнопку «Расчет», расположенную на панели инструментов программы.	
Печать таблицы результатов анализа	Нажмите на кнопку «Расчет», расположенную на панели инструментов программы. В открывшемся окне нажмите на кнопку «Печать...».	 / Печать...

Операция	Выполняемые действия	Используемая кнопка
Печать вольтамперограмм и отчетов, отображенных в окне программы	Нажмите кнопку «Печать...», расположенную на панели инструментов программы. В открывшемся окне установите нужные параметры, нажмите на кнопку «ОК».	 
Сохранение результатов анализа в архив	<p>Если Вы начали анализ с кнопки «Анализ», то результаты анализа автоматически сохраняются в архив.</p> <p>Если Вы начали анализ без сохранения предполагаемых результатов в архив или Вы хотите изменить имя сохраненного ранее архивного файла нажмите на «Архив» в главном меню программы (вторая строка сверху). В появившемся списке нажмите на «Сохранить в архив...». Наберите с клавиатуры компьютера название анализируемой пробы и имя сохраняемого файла. При необходимости написать комментарий к сохраняемым результатам, нажмите на белое поле, расположенное под надписью «Комментарий:». Наберите с клавиатуры необходимый комментарий. Нажмите на кнопку «ОК». При этом результаты анализа сохранятся в папку с именем, соответствующим названию текущих параметров измерений, по которой проводили измерение. Для сохранения результатов анализа в папку с другим именем нажмите кнопку  в строке «Файл» и выберите папку, в которую Вы хотите сохранить результаты анализа.</p>	 <p>Архив/</p> 
Открытие файла с сохраненными в Архив данными	Нажмите на «Архив» в главном меню программы (вторая строка сверху). В появившемся списке нажмите на «Загрузить из архива...». В появившемся окне нажмите на нужную папку (название папок соответствует названию параметров измерений). Пролить полный список папок с архивными данными Вы можете, нажимая на стрелку, расположенную под списком. Нажмите на кнопку «Открыть», расположенную в правом нижнем углу открывшегося окна. В появившемся окне нажмите на требуемый файл. Нажмите на кнопку «Открыть», расположенную в правом нижнем углу открывшегося окна.	<p>Файл/</p> 
Удаление файла с сохраненными в Архив данными	Нажмите на «Архив» в главном меню программы (вторая строка сверху). В появившемся списке нажмите на «Удалить из архива...». В появившемся окне отметьте «галочкой» архивные файлы, которые Вы хотите удалить и нажмите «ОК».	<p>Архив/</p> 
Переименование файла с сохраненными в Архив данными	Нажмите на «Архив» в главном меню программы (вторая строка сверху). В появившемся списке нажмите на «Переименовать файл архива...». В появившемся окне выберите архивный файл, который Вы хотите переименовать, в поле «Новое имя» введите новое имя файла и нажмите «ОК».	<p>Архив/</p> <p>Переименовать файл архива...</p>
Просмотр исходных вольтамперограмм фона	Нажмите на кнопку «Фон», расположенную на панели инструментов программы. В открывшемся подменю нажмите на строку «Исходные вольтамперограммы».	 <p>Исходные вольтамперограммы</p>
Просмотр исходных вольтамперограмм пробы	Нажмите на кнопку «Проба», расположенную на панели инструментов программы. В открывшемся подменю нажмите на строку «Исходные вольтамперограммы».	 <p>Исходные вольтамперограммы</p>

Операция	Выполняемые действия	Используемая кнопка
Просмотр исходных вольтамперограмм добавки	Нажмите на кнопку «Добавка», расположенную на панели инструментов программы. В открывшемся подменю нажмите на строку «Исходные вольтамперограммы».	 / Исходные вольтамперограммы

В таблице А.2 приведено описание действий, которые Вам может понадобиться выполнить при разметке вольтамперограмм

Таблица А.2

Операция	Выполняемые действия
Включение линии остаточного тока всех «средних» вольтамперограмм	Нажмите на кнопку « <b>Разметка</b> », расположенную на панели инструментов программы. В открывшемся подменю нажмите на строку Показать остаточный ток
Погашение линий остаточного тока на всех отображенных вольтамперограммах	Нажмите на кнопку « <b>Разметка</b> », расположенную на панели инструментов программы. В открывшемся подменю нажмите на строку Спрятать остаточный ток
Исчезновение с окон каналов всех отображенных вольтамперограмм	Нажмите на кнопку « <b>Разметка</b> », расположенную на панели инструментов программы. В открывшемся подменю нажмите на строку Не отображать вольтамперограммы
Включение режима проведения остаточного тока плавной линией	Нажмите на кнопку « <b>Разметка</b> », расположенную на панели инструментов программы. В открывшемся подменю нажмите на строку <ul style="list-style-type: none"> <li>• Разметка плавной линией</li> </ul>
Включение режима проведения остаточного тока прямой линией	Нажмите на кнопку « <b>Разметка</b> », расположенную на панели инструментов программы. В открывшемся подменю нажмите на строку <ul style="list-style-type: none"> <li>Разметка прямой линией</li> </ul>
Автоматическое определение границ пиков и соединение их линией остаточного тока выбранного вида (прямой или плавной)	Нажмите на кнопку « <b>Разметка</b> », расположенную на панели инструментов программы. В открывшемся подменю нажмите на строку <ul style="list-style-type: none"> <li>• Автоматические границы пиков</li> </ul>
Установка границ пиков в соответствии с границами маркеров в окнах ячеек и соединение их линией остаточного тока выбранного вида (прямой или плавной)	Нажмите на кнопку « <b>Разметка</b> », расположенную на панели инструментов программы. В открывшемся подменю нажмите на строку Принудительные границы пиков
Просмотр «Средних» вольтамперограмм фона	Нажмите на кнопку « <b>Фон</b> », расположенную на панели инструментов программы. В открывшемся подменю нажмите на строку « <b>Средняя</b> вольтамперограмма»
Просмотр «Средних» вольтамперограмм пробы	Нажмите на кнопку « <b>Проба</b> », расположенную на панели инструментов программы. В открывшемся подменю нажмите на строку « <b>Средняя</b> вольтамперограмма»
Просмотр «Средних» вольтамперограмм добавки	Нажмите на кнопку «Добавка», расположенную на панели инструментов программы. В открывшемся подменю нажмите на строку « <b>Средняя</b> вольтамперограмма»

**Анализ результатов проверки фонового раствора на чистоту**

Таблица Б.1 - Действия, выполняемые при наличии на вольтамперограммах фона пиков кадмия и свинца

Диапазон высот пиков Cd и Pb	Вывод о чистоте электрохимической ячейки	Предлагаемый выбор действий
Пик <b>Cd</b> ≤ 10 нА и/или Пик <b>Pb</b> ≤ 15 нА	Ячейка чистая	Переходите к этапу регистрации вольтамперограмм пробы.
10 нА < пик <b>Cd</b> ≤ 25 нА и/или 15 нА < пик <b>Pb</b> ≤ 30 нА	Ячейка условно чистая	Переходите к этапу регистрации вольтамперограмм пробы. В дальнейшем обратите внимание на чистоту стаканчиков и используемых реактивов
25 нА < пик <b>Cd</b> ≤ 100 нА и/или 30 нА < пик <b>Pb</b> ≤ 100 нА	Фоновый раствор не соответствует требованиям чистоты	Вылейте раствор из стаканчиков и повторите регистрацию вольтамперограмм фона.
25 нА < пик <b>Cd</b> ≤ 0,6 мкА (600 нА) и/или 25 нА < пик <b>Pb</b> ≤ 0,6 мкА (600 нА)	Фоновый раствор не соответствует требованиям чистоты	Вылейте раствор из стаканчиков и повторите: - отмывку ячеек; - регистрацию вольтамперограмм фона в соответствии с п.5.7.
Пик <b>Cd</b> > 0,6 мкА (600 нА) и/или Пик <b>Pb</b> > 0,6 мкА (600 нА)	Фоновый раствор очень грязный	Вылейте раствор из стаканчиков, промойте стаканчики с пищевой содой, ополосните их бидистиллированной водой. Повторите: - отмывку ячеек в соответствии с п.5.6 ; - регистрацию вольтамперограмм фона в соответствии с п.5.7.
Пики <b>Cd</b> и/или <b>Pb</b> более 25 нА <b>во всех трех ячейках</b> даже после 2-3 повторных отмывок	Примеси Cd и Pb содержатся в бидистиллированной воде и/или муравьиной кислоте	Еще раз повторите: отмывку ячеек в соответствии с п.5.6; регистрацию вольтамперограмм фона в соответствии с п.5.7. В случае повторной регистрации высоких пиков Cd и Pb необходимо сменить бидистиллированную воду (желательно на тридистиллированную или чистую питьевую негазированную воду торговой марки «Aqwaminergale»). Если смена бидистиллированной воды не уменьшила пиков, необходимо сменить муравьиную кислоту. Обратите внимание: 1) возможно Вы использовали «грязные» емкости для хранения бидистиллированной воды и/или муравьиной кислоты; 2) в случае «грязной» бидистиллированной воды необходимо переготовить все растворы на «чистой» воде и перезаполнить ХСЭ.
Пики <b>Cd</b> и/или <b>Pb</b> более 25 нА <b>в одной или двух ячейках</b> даже после 2-3 повторных отмывок	Плохо отмыт стаканчик ячейки, в которой наблюдаются высокие пики (или пик)	Хорошо промойте стаканчик с пищевой содой и ополосните бидистиллированной водой или замените его на новый. Повторите: отмывку ячеек в соответствии с п.5.6; регистрацию вольтамперограмм фона в соответствии с п.5.7.



## ПРИЛОЖЕНИЕ В

### Анализ неудовлетворительных результатов регистрации вольтамперограмм пробы при проверке работы электродов для определения кадмия и свинца

Наиболее вероятные причины маленьких пиков кадмия и свинца на вольтамперограмме пробы (ток пиков кадмия и свинца менее 0,150 мкА) при проверке работы электродов методом «введено-найдено»:

1) состояние поверхности АмЭ:

- электроды непокрыты пленкой амальгамы серебра;
- пленка амальгамы слишком толстая (в случае нанесения ртути «механическим» способом);
- пленка амальгамы покрыта окисным слоем;

2) неточная добавка аттестованной смеси кадмия и свинца:

- из-за неверного приготовления аттестованной смеси;
- из-за просроченного срока хранения аттестованной смеси и/или растворов, применявшихся для ее приготовления;
- из-за неисправности дозатора.

В зависимости от того, во скольких ячейках наблюдаются маленькие пики кадмия и свинца возможно выделение основных причин неудовлетворительных результатов. Проанализируйте свою ситуацию в соответствии с таблицами, приведенными ниже.

Таблица В.1 – Причины маленьких высот пиков **и кадмия, и свинца во всех окнах ячеек** (токи пиков кадмия и свинца менее 0,150 мкА) на вольтамперограммах пробы при проверке работы электродов

№ п/п	Причина	Дальнейшие действия
1	АмЭ не покрыты пленкой амальгамы серебра.	1 Нанесите ртуть на поверхность АмЭ. 2 Начните измерения с этапа отмывки электрохимических ячеек.
2	АмЭ покрыты толстой пленкой амальгамы серебра.	1 Протрите поверхность АмЭ влажной фильтровальной бумагой или АмЭ, непокрытым ртутью (в комплекте анализатора TA-Lab имеется запасной АмЭ). 2 Проведите повторную регистрацию вольтамперограмм пробы. 3 При наличии на вольтамперограммах пробы пиков кадмия и свинца более 0,150 мкА вылейте раствор из стаканчиков и начните измерения с этапа отмывки электрохимических ячеек.
3	АмЭ покрылись окисной пленкой.	1 Протрите поверхность АмЭ фильтровальной бумагой (сложенной в несколько раз). 2 Проведите повторную регистрацию вольтамперограмм пробы. 3 При наличии на вольтамперограммах пробы пиков кадмия и свинца более 0,150 мкА вылейте раствор из стаканчиков и начните измерения с этапа отмывки электрохимических ячеек.
4	Большой наклон вольтамперограмм из-за: - отсутствия муравьиной кислоты в ячейках анализатора; - неисправности УФ-лампы; - отсутствия перемешивания раствора ячеек при измерении.	Убедитесь с помощью индикаторной бумаги, что в ячейки добавлена муравьиная кислота: 1 Если pH раствора более 3 – кислота в ячейки не была добавлена; начните измерения с этапа отмывки электрохимических ячеек. 2 Если pH ≤ 3 повторите регистрацию вольтамперограмм пробы и убедитесь при этом, что раствор перемешивается и включается УФ-лампа. В случае установленной неисправности TA-Lab обратитесь к разработчикам.
5	Неточная добавка аттестованной смеси кадмия и свинца.	1 Изучите инструкцию по применению дозатора. 2 Потренируйтесь вносить добавку аттестованной смеси в отдельный стаканчик. Обратите внимание, что добавляемая аттестованная смесь должна попадать в стаканчик с раствором, а не на стенку стаканчика. 2 Начните измерения с этапа отмывки электрохимических ячеек.

№ п/п	Причина	Дальнейшие действия
6	Неверно приготовлена аттестованная смесь кадмия и свинца.	1 Проверьте условия хранения и правильность приготовления растворов, из которых приготовлена аттестованная смесь кадмия и свинца концентрации 1 мг/л. 2 Повторно приготовьте аттестованную смесь. 3 Начните измерения с этапа отмывки электрохимических ячеек.
7	Превышен срок хранения аттестованной смеси кадмия и свинца 1 мг/л (смесь приготовлена более 14 дней назад).	1 Проверьте условия хранения и правильность приготовления растворов, из которых приготовлена аттестованная смесь кадмия и свинца концентрации 1 мг/л. 2 Приготовьте свежую аттестованную смесь. 3 Начните измерения с этапа отмывки электрохимических ячеек.
8	Плохо подготовлены к работе ХСЭ.	Заполните ХСЭ свежим раствором KCl 1 моль/л. Начните измерения с этапа отмывки электрохимических ячеек.
9	Бидистиллированная вода содержит примеси органических веществ.	Начните измерения с этапа отмывки электрохимических ячеек. В случае повторной регистрации маленьких пиков кадмия и свинца замените бидистиллированную воду. И вновь проведите измерения, начав измерения с этапа отмывки электрохимических ячеек. При этом необходимо приготовить свежие растворы, используя бидистиллированную воду удовлетворительного качества.
10	Причина маленькой величины пиков кадмия и свинца (или их отсутствия) не установлена.	Повторите проверку работы электродов, внимательно читая в таблицах информацию, расположенную в столбцах «Дополнительная информация». Если Вы не сможете получить удовлетворительные результаты - обратитесь к разработчикам.

Таблица В.2 – Причины маленькой высоты пиков **и кадмия, и свинца в одном или двух окнах ячейки** (ток пиков кадмия и свинца менее 0,150 мкА) на вольтамперограммах пробы при проверке работы электродов

№ п/п	Причина	Дальнейшие действия
1	АмЭ, находящиеся в ячейках с низкими пиками, не покрыты амальгамой серебра.	1 Проверьте наличие блестящей пленки амальгамы серебра на поверхности АмЭ в ячейках, для которых зарегистрированы маленькие пики, при ее отсутствии - нанесите ртуть на поверхность АмЭ, непокрытых амальгамой. 2 Начните измерения с этапа отмывки электрохимических ячеек.
2	АмЭ, находящиеся в ячейках с низкими пиками, покрыты толстой пленкой амальгамы серебра.	1 Протрите поверхность АмЭ влажной фильтровальной бумагой или АмЭ, непокрытым ртутью (в комплекте анализатора TA-Lab имеется запасной АмЭ). 2 Проведите повторную регистрацию вольтамперограмм пробы. 3 При наличии на вольтамперограммах пробы пиков кадмия и свинца более 0,150 мкА вылейте раствор из стаканчиков и начните измерения с этапа отмывки электрохимических ячеек.
3	АмЭ, находящиеся в ячейках с низкими пиками, покрылись окисной пленкой.	1 Протрите поверхность АмЭ фильтровальной бумагой (сложенной в несколько раз). 2 Проведите повторную регистрацию вольтамперограмм пробы. 3 При наличии на вольтамперограммах пробы пиков кадмия и свинца более 0,150 мкА вылейте раствор из стаканчиков и начните измерения с этапа отмывки электрохимических ячеек.
4	Большой наклон вольтамперограмм из-за: - отсутствия муравьиной кислоты в двух ячейках (или одной ячейке) анализатора.	Убедитесь с помощью индикаторной бумаги, что в ячейки, в которых наблюдаются низкие пики кадмия и свинца, добавлена муравьиная кислота: если pH раствора более 3 – кислота в ячейки не была добавлена; начните измерения с этапа отмывки электрохимических ячеек.

№ п/п	Причина	Дальнейшие действия
5	Не заполнены раствором хлорида калия ХСЭ, находящиеся в ячейках с низкими пиками.	Заполните ХСЭ (вспомогательный и сравнения) в ячейках, для которых зарегистрированы маленькие пики, свежим раствором KCl 1 моль/л.
6	Отсутствие добавки аттестованной смеси кадмия и свинца в в двух ячейках (или одной ячейке) анализатора.	1 Добавьте по 0,04 мл аттестованной смеси кадмия и свинца концентрации 1 мг/л в ячейки, в которых наблюдаются низкие пики кадмия и свинца. 2 Повторите регистрацию вольтамперограмм пробы.
7	Неточная добавка аттестованной смеси кадмия и свинца.	1 Изучите инструкцию по применению дозатора. 2 Потренируйтесь вносить добавку аттестованной смеси в отдельный стаканчик. Обратите внимание, что добавляемая аттестованная смесь должна попадать в стаканчик с раствором, а не на стенку стаканчика. 2 Начните измерения с этапа отмывки электрохимических ячеек.
8	Причина отсутствия пиков кадмия и свинца (или их маленькой величины) не установлена	Повторите проверку работы электродов, внимательно читая в таблицах информацию, расположенную в столбцах «Дополнительная информация». Если Вы не сможете получить удовлетворительные результаты - обратитесь к разработчикам.

Таблица В.3 – Причины маленькой высоты пиков **кадмия во всех окнах ячеек** (ток пика кадмия менее 0,150 мкА) на вольтамперограммах пробы при проверке работы электродов

№ п/п	Причина	Дальнейшие действия
1	АмЭ не покрыты пленкой амальгамы серебра.	1 Нанесите ртуть на поверхность АмЭ. 2 Начните измерения с этапа отмывки электрохимических ячеек.
2	АмЭ покрыты толстой пленкой амальгамы серебра.	1 Протрите поверхность АмЭ влажной фильтровальной бумагой или АмЭ, непокрытым ртутью (в комплекте анализатора TA-Lab имеется запасной АмЭ). 2 Проведите повторную регистрацию вольтамперограмм пробы. 3 При наличии на вольтамперограммах пробы пиков кадмия и свинца более 0,150 мкА вылейте раствор из стаканчиков и начните измерения с этапа отмывки электрохимических ячеек.
3	АмЭ покрылись окисной пленкой.	1 Протрите поверхность АмЭ фильтровальной бумагой (сложенной в несколько раз). 2 Проведите повторную регистрацию вольтамперограмм пробы. 3 При наличии на вольтамперограммах пробы пиков кадмия и свинца более 0,150 мкА вылейте раствор из стаканчиков и начните измерения с этапа отмывки электрохимических ячеек.
4	Неверно приготовлена аттестованная смесь кадмия и свинца концентрации 1 мг/л (занижена концентрация кадмия).	1 Проверьте условия хранения и правильность приготовления растворов кадмия, используемых для приготовления аттестованной смеси кадмия и свинца концентрации 1 мг/л. 2 Повторно приготовьте аттестованную смесь. 3 Начните измерения с этапа отмывки электрохимических ячеек.
5	Превышен срок хранения аттестованной смеси кадмия и свинца 1 мг/л (смесь приготовлена более 14 дней назад).	1 Проверьте условия хранения и правильность приготовления растворов, из которых приготовлена аттестованная смесь кадмия и свинца концентрации 1 мг/л. 2 Приготовьте свежую аттестованную смесь. 3 Начните измерения с этапа отмывки электрохимических ячеек.
6	Причина отсутствия пиков кадмия (или их маленькой величины) не установлена.	Повторите проверку работы электродов, внимательно читая в таблицах информацию, расположенную в столбцах «Дополнительная информация». Если Вы не сможете получить удовлетворительные результаты - обратитесь к разработчикам.

Как уже было сказано выше, основные причины маленьких пиков кадмия и свинца – состояние электродов или состав раствора ячейки анализатора. Если в одной из ячеек анализатора зарегистрированы удовлетворительные пики кадмия и свинца, то в этой ячейке и раствор и электроды на данном этапе проверки работают нормально (это же дает основание утверждать, что работает УФ-лампа и осуществляется перемешивание растворов в ячейках). Если последовательно менять местами электроды и стаканчики в ячейках с удовлетворительными пиками и неудовлетворительными, можно проверить работоспособность электродов и раствора.

**Проверка АмЭ.** Поменяйте местами АмЭ из ячейки, где пики кадмия и свинца нормальные, и АмЭ из ячейки, в которой зарегистрированы маленькие пики (или пики не проявляются). Повторите регистрацию вольтамперограмм пробы. Если пики по-прежнему маленькие в той же ячейке, то АмЭ работает нормально. В противном случае, необходимо протереть АмЭ влажной фильтровальной бумагой и повторить регистрацию вольтамперограмм пробы. Если вновь пики кадмия и свинца маленькие (или не регистрируются) – нанесите новый слой ртути на поверхность АмЭ, на котором регистрируются маленькие пики (или пики не проявляются). Повторите проверку работы электродов.

**Проверка раствора.** Поменяйте местами стаканчики с растворами. Если маленькие пики регистрируются (или пики не проявляются) в той же ячейке, что и до этого – то раствор имеет необходимый состав. В противном случае тщательно промойте стаканчик, в котором регистрируются маленькие пики (или пики не проявляются). Начните проверку работы электродов сначала.

**Проверка ХСЭ.** Поменяйте местами ХСЭ из ячейки, где пики кадмия и свинца нормальные, и ХСЭ из ячейки, в которой зарегистрированы маленькие пики (или пики не проявляются). Повторите регистрацию вольтамперограмм пробы. Если пики по-прежнему маленькие в той же ячейке, то ХСЭ работает нормально. В противном случае заполните ХСЭ свежим раствором хлорида калия 1 моль/л.

Если спираль ХСЭ сравнения почернела и не отличается от спирали вспомогательного электрода, ее можно почистить. Для этого спираль выньте из корпуса электрода и опустите в концентрированный раствор аммиака на 15-30 минут. После ополаскивания бидистиллированной водой спираль можно вновь использовать. Одновременно таким же образом можно почистить и спираль ХСЭ вспомогательного.

Таблица В.4 – Причины маленькой высоты пиков **свинца во всех окнах ячеек** (ток пика свинца менее 0,150 мкА) на вольтамперограммах пробы при проверке работы электродов

№ п/п	Причина	Дальнейшие действия
1	Неверно приготовлена аттестованная смесь кадмия и свинца концентрации 1 мг/л (занижена концентрация свинца).	1 Проверьте условия хранения и правильность приготовления растворов свинца, используемых для приготовления аттестованной смеси кадмия и свинца концентрации 1 мг/л. 2 Повторно приготовьте аттестованную смесь. 3 Начните измерения с этапа отмывки электрохимических ячеек.
2	Превышен срок хранения аттестованной смеси кадмия и свинца 1 мг/л (смесь приготовлена более 14 дней назад).	1 Проверьте условия хранения и правильность приготовления растворов, из которых приготовлена аттестованная смесь кадмия и свинца концентрации 1 мг/л. 2 Приготовьте свежую аттестованную смесь. 3 Начните измерения с этапа отмывки электрохимических ячеек.
3	Причина отсутствия пиков свинца (или их маленькой величины) не установлена.	Повторите проверку работы электродов, внимательно читая в таблицах информацию, расположенную в столбцах «Дополнительная информация». Если Вы не сможете получить удовлетворительные результаты - обратитесь к разработчикам.

Таблица В.5 – Причины маленькой высоты пиков **кадмия в одном или двух окнах каналов** (ток пика кадмия менее 0,150 мкА) на вольтамперограммах пробы при проверке работы электродов

№ п/п	Причина	Дальнейшие действия
1	АмЭ, находящиеся в ячейках с низким пиком кадмия, не покрыты амальгамой серебра.	1 Нанесите амальгаму на поверхность АмЭ. 2 Начните измерения с этапа отмывки электрохимических ячеек.

№ п/п	Причина	Дальнейшие действия
2	АмЭ, находящиеся в ячейках с низкими пиками, покрыты толстой пленкой амальгамы серебра.	1 Протрите поверхность АмЭ влажной фильтровальной бумагой или АмЭ, непокрытым амальгамой (в комплекте анализатора TA-Lab имеется запасной АмЭ). 2 Проведите повторную регистрацию вольтамперограмм пробы. 3 При наличии на вольтамперограммах пробы пиков кадмия и свинца более 0,150 мкА вылейте раствор из стаканчиков и начните измерения с этапа отмывки электрохимических ячеек.
3	АмЭ, находящиеся в ячейках с низкими пиками, покрылись окисной пленкой.	1 Протрите поверхность АмЭ фильтровальной бумагой (сложенной в несколько раз). 2 Проведите повторную регистрацию вольтамперограмм пробы. 3 При наличии на вольтамперограммах пробы пиков кадмия и свинца более 0,150 мкА вылейте раствор из стаканчиков и начните измерения с этапа отмывки электрохимических ячеек.
4	Причина отсутствия пиков кадмия (или их маленькой величины) не установлена	Повторите проверку работы электродов, внимательно читая в таблицах информацию, расположенную в столбцах «Дополнительная информация». Если Вы не сможете получить удовлетворительные результаты - обратитесь к разработчикам.

## ПРИЛОЖЕНИЕ Г

**Возможные причины отрицательных результатов проверки работы электродов при определении кадмия и свинца**

Наиболее вероятные причины отрицательных результатов проверки электродов методом «введено-найденно» при определении кадмия и свинца приведены в таблице Г.1.

Таблица Г.1 - Основные причины неудовлетворительных результатов проверки работы электродов методом «введено-найденно»

№ п/п	Причина	Устранение
1	Во время проведения измерений растворилась амальгама серебра с рабочей поверхности АмЭ (поверхность не имеет вид металлической ртути).	Нанесите слой ртути на АмЭ.
2	Поверхность АмЭ при хранении покрылась окисной пленкой.	Протрите рабочую поверхность АмЭ (серебряную проволоку, покрытую амальгамой серебра) влажной фильтровальной бумагой, сложенной в 2-4 раза. После использования фильтровальную бумагу опустите в стаканчик для слива, заполненный не менее чем на 1/3 водой.
3	Толстая пленка амальгамы серебра на поверхности АмЭ (пики на вольтамперограммах низкие и широкие). Такое возможно при нанесении ртути на АмЭ «механическим» способом.	Снимите избыток ртути с поверхности электрода АмЭ, непокрытым пленкой ртути (в комплекте анализатора TA-Lab есть запасной АмЭ) или влажной фильтровальной бумагой. После использования фильтровальную бумагу опустите в стаканчик для слива, заполненный не менее чем на 1/3 водой.
4	Неверное пользование дозатором при внесении добавки аттестованной смеси кадмия и свинца в ячейки анализатора	Прочтите инструкцию по применению дозатора.
5	Плохое качество бидистиллированной воды.	Замените бидистиллированную воду (желательно – на тридистиллированную).

## **Г.1 Состояние поверхности АмЭ**

1 Ток пиков кадмия и свинца сильно зависит от наличия и толщины пленки амальгамы серебра на поверхности АмЭ. При отсутствии амальгамы серебра на поверхности электрода пики на вольтамперограмме регистрироваться не будут. При очень толстой пленке амальгамы серебра регистрируются низкие широкие пики кадмия и свинца. Поэтому очень важно наносить слой ртути в соответствии с рекомендациями, изложенными в п.4.2 настоящего пособия.

2 Если АмЭ не использовали более двух дней и его поверхность покрыта пленкой амальгамы серебра, аккуратно протрите рабочую поверхность электрода фильтровальной бумагой, сложенной в несколько раз. После использования фильтровальную бумагу убирают в стаканчик для слива, частично заполненный водой.

3 Пленка амальгамы серебра на поверхности электрода не должна быть сильно толстой, поэтому строго следуйте инструкциям по подготовке АмЭ к работе. Удалить избыток амальгамы серебра с поверхности электрода можно АмЭ, непокрытым пленкой амальгамы, или влажной фильтровальной бумагой, сложенной в несколько раз.

После использования фильтровальную бумагу убирают в стакан для слива, частично заполненный водой.

## **Г.2 Неточная концентрация аттестованной смеси кадмия и свинца**

1 Отсутствие пиков кадмия и свинца на вольтамперограммах или их маленькая высота может быть связано с тем, что концентрация аттестованной смеси ниже 1 мг/л. Такое возможно в случае неверного приготовления аттестованной смеси.

Аттестованные смеси кадмия и свинца готовят путем последовательного разбавления государственных стандартных образцов состава растворов (ГСО) кадмия и свинца с аттестованными концентрациями элементов 1,0 мг/мл (1000 мг/л) в соответствии с прописью методики анализа.

Аттестованную смесь кадмия и свинца 1,0 мг/л готовят из аттестованных смесей кадмия и свинца концентрации 10 мг/л. При этом:

- в мерную пробирку объемом 5 мл вносят 0,50 мл аттестованной смеси кадмия концентрации 10 мг/л и 0,50 мл аттестованной смеси свинца концентрации 10 мг/л, добавляют 4,0 мл бидистиллированной воды, закрывают пробирку крышкой и тщательно перемешивают раствор  
или

- в мерную пробирку объемом 10 мл вносят 1,0 мл аттестованной смеси кадмия концентрации 10 мг/л и 1,0 мл аттестованной смеси свинца концентрации 10 мг/л, добавляют 8,0 мл бидистиллированной воды, закрывают пробирку крышкой и тщательно перемешивают раствор.

2 Хранят аттестованные смеси и ГСО плотно закрытыми.

3 При превышении срока хранения концентрация ионов кадмия и свинца в аттестованных смесях уменьшается.

Срок хранения аттестованных смесей кадмия и свинца концентрации 10 мг/л – 30 дней; 1,0 мг/л – 14 дней.

Срок хранения ГСО указан в паспорте ГСО.

Срок хранения основных растворов кадмия и свинца концентрации 100 мг/л – 6 месяцев.

Следует внимательно следить за сроком хранения аттестованных смесей не только концентрации 1 мг/л, но и аттестованной смеси 10 мг/л, основного раствора 100 мг/л и ГСО.

## **Г.3 Большой наклон вольтамперограмм**

1 Если из анализируемого раствора не удалить растворенный кислород, то вольтамперограмма, регистрируемая в отрицательной области потенциалов, будет иметь большой наклон.

В любом водном растворе присутствует растворенный кислород на уровне десятых моль на литр. Кислород восстанавливается при отрицательных потенциалах в две стадии: сначала до перекиси водорода, потом перекись восстанавливается до воды. Ток восстановления кислорода маскирует пики кадмия и свинца. Если удалить кислород из раствора, ток вольтамперограммы уменьшится до фонового.

При определении кадмия и свинца удаление кислорода проводят путем фотохимической реакции с радикалами, полученными при УФ-облучении анализируемого раствора с добавкой муравьиной кислоты. УФ-облучение осуществляется на стадиях: «Подготовка», «Очистка», «Накопление». Фотохимическая реакция протекать не будет:

- при отсутствии муравьиной кислоты;

- неисправности УФ-лампы (лампа не включается на стадиях «Подготовка», «Очистка», «Накопление»).

Скорость фотохимической реакции зависит от интенсивности перемешивания облучаемого раствора. При отсутствии перемешивания дезактивация кислорода не происходит.



2 Для проверки наличия кислоты в ячейке опустите в стаканчик с раствором полоску индикаторной бумаги. Если pH больше 3, то Вы забыли добавить в ячейку муравьиную кислоту. Можно добавить в ячейку кислоту и повторить регистрацию вольтамперограмм пробы, но результаты проверки электродов для данной ячейки могут иметь завышенное значение, так как Вы не сможете учесть возможную «грязь» фонового раствора.

3 Для проверки наличия перемешивания и УФ-облучения раствора повторите регистрацию вольтамперограмм пробы. В течение первых 20 с измерений должна светиться УФ-лампа, раствор должен перемешиваться путем вибрации АмЭ.

Если УФ-лампа не загорается или раствор не перемешивается, свяжитесь с разработчиками прибора по тел. (3822)-24-19-55; 24-17-95.

#### **Г.4 Плохая подготовка ХСЭ к работе**

1 При отсутствии раствора хлорида калия в корпусе вспомогательного ХСЭ или ХСЭ сравнения пики кадмия и свинца на вольтамперограмме регистрироваться не будут. Если Вы сомневаетесь в наличии хлорида калия в корпусе электрода, заполните ХСЭ свежим раствором хлорида калия в соответствии с разделом 4.1 настоящего пособия.

2 Во избежание высыхания внутреннего раствора заполненные хлоридом калия ХСЭ хранят в бидистиллированной воде (в электродных колпачках или без них). При этом уровень воды должен быть выше середины корпуса ХСЭ. Допускается хранение ХСЭ без защитных колпачков, но заполненные ХСЭ обязательно должны храниться в стаканчике с бидистиллированной водой.

Внимание! Не погружайте в воду и не ополаскивайте водой верхнюю часть ХСЭ (контакт).

3 Спираль ХСЭ, используемого в качестве вспомогательного, быстро чернеет вследствие окисления серебра, так как через этот электрод протекает относительно большой ток. Спираль ХСЭ, используемого в качестве электрода сравнения, долго остается светлой.

Рекомендуем электроды сравнения и вспомогательные электроды не путать! Для удобства использования или электроды сравнения (разъем «С» анализатора), или вспомогательные электроды (разъем «В» анализатора) можно пометить маркером.

Если спираль ХСЭ сравнения почернела и не отличается от спирали вспомогательного электрода, ее можно почистить (при правильной эксплуатации ХСЭ это может произойти не ранее, чем через 3-6 месяцев их использования). Для этого спираль необходимо вытащить из корпуса и опустить в концентрированный раствор аммиака на 15-30 минут. После ополаскивания бидистиллированной водой спираль можно вновь использовать. Одновременно рекомендуем почистить и спираль ХСЭ вспомогательного.

Внимание! Чистку спирали ХСЭ необходимо проводить только в случае неудовлетворительных результатов проверки работы электродов!

#### **Г.5 Неудовлетворительное качество бидистиллированной воды**

1 В очень редких случаях отсутствие пиков кадмия и свинца (или их маленькая высота) может быть связано с использованием вместо бидистиллированной воды дистиллированной воды или воды, очищенной с помощью фильтров (или другими методами, но не перегонкой). В этом случае необходимо заменить используемую воду на бидистиллированную.

Качество бидистиллированной воды может быть низким при использовании бидистиллятора не в соответствии с инструкцией по эксплуатации.

2 Если у Вас возникли сомнения в качестве бидистиллированной воды, можно попробовать использовать вместо нее чистую питьевую негазированную воду торговой марки «Aqwaminérale».

#### **Г.6 Неверное использование дозатора**

1 Добавка кадмия и свинца, вносимая в ячейки, очень мала и поэтому вносится с помощью дозатора. Очень важно правильно пользоваться дозатором. Для этого необходимо ознакомиться с паспортом пипеточного дозатора.

2 Для дозирования раствора выполняют следующие действия:

- устанавливают требуемый объем на дозаторе путем вращения операционной кнопки, так, чтобы на цифровом дисплее отобразился набираемый объем в мкл (в данном случае дозируется 0,02 мл, т.е. 20 мкл, и на дисплее должно отобразиться 20.0);

- нажимают на кнопку дозатора до первого упора;

- не отпуская кнопку, погружают наконечник дозатора в отбираемый раствор (на 3-5 мм) и медленно отпускают кнопку;

- устанавливают дозатор над стаканчиком и нажимают кнопку до второго упора, при этом на первом упоре делают остановку на полсекунды.

При отборе и выпускании раствора дозатор держат в вертикальном положении.

3 Если у Вас возникли трудности с дозированием аттестованной смеси, потренируйтесь отбирать и выпускать раствор из дозатора над отдельным стаканчиком.

#### ПРИЛОЖЕНИЕ Д

### **Анализ результатов неудовлетворительной регистрации пиков цинка, кадмия, свинца и меди**

1 Возможные причины маленьких пиков цинка, кадмия, свинца и меди приведены в таблице Д.1.

Таблица Д.1 – Возможные причины маленькой высоты пиков цинка, кадмия, свинца и меди при проверке работы электродов

№ п/п	Причина	Устранение
1	Отсутствие амальгамы серебра на рабочей поверхности АмЭ (поверхность не имеет вид металлической ртути).	Нанесите пленку ртути на АмЭ.
2	Наличие окисной пленки на поверхности электрода (возможно, если с АмЭ, покрытыми пленкой амальгамы, не работали более 3 часов и при этом их хранили в бидистиллированной воде неудовлетворительной чистоты или на воздухе).	Протрите рабочую поверхность АмЭ (серебряную проволоку, покрытую амальгамой серебра) влажной фильтровальной бумагой, сложенной в 2-4 раза. После использования фильтровальную бумагу опустите в стакан для слива, заполненный не менее чем на 1/3 водой.
3	Толстая пленка амальгамы на поверхности АмЭ (пики на вольтамперограммах низкие и широкие). Такое возможно при нанесении ртути на АмЭ «механическим» способом.	Снимите избыток амальгамы с поверхности электрода АмЭ, непокрытым пленкой амальгамы (в комплекте анализатора TA-Lab есть запасной АмЭ) или влажной фильтровальной бумагой. После использования фильтровальную бумагу опустите в стаканчик для слива, заполненный не менее чем на 1/3 водой.
4	ХСЭ не заполнены раствором хлорида калия (возможно при заполнении электрода более 4 дней назад или при хранении заполненного ХСЭ на воздухе, а не в бидистиллированной воде).	Заполните ХСЭ раствором хлорида калия концентрации 1 моль/л.
5	Неверное пользование дозатором.	Прочтите инструкцию по применению дозатора.
6	Занижена концентрация аттестованной смеси из-за просроченного срока хранения или неверного приготовления.	Переготовьте аттестованную смесь (при необходимости переготовьте и растворы, используемые для ее приготовления).
7	Плохое качество бидистиллированной воды.	Замените бидистиллированную воду (желательно на тридистиллированную).

2 Прежде чем приступать к анализу причин неудовлетворительных пиков:

- поднимите крышку анализатора;
- выньте АмЭ из ячеек с заниженными пиками элементов;
- аккуратно протрите их рабочую поверхность (серебряную проволоку, покрытую амальгамой серебра) влажной фильтровальной бумагой, сложенной в 2-3 раза (после использования фильтровальную бумагу опустите в стакан для слива, заполненный не менее чем на 1/3 водой!);
- внимательно рассмотрите рабочую поверхность АмЭ:

1) если поверхность не имеет характерного ртутного блеска, то необходимо нанести пленку ртути на поверхность электродов и повторите регистрацию вольтамперограмм пробы;

2) если поверхность АмЭ имеет такой же вид, что и металлическая ртуть, вставьте электроды в анализатор с помощью электродных колпачков и повторите регистрацию вольтамперограмм пробы.

Если высота пиков будет не менее значений, указанных в таблице Д.2 , можете продолжить проверку работы электродов.

Таблица Д.2 – Минимальные значения токов пиков элементов на вольтамперограмме пробы при проверке рабтры электродов

Элемент	Zn	Cd	Pb	Cu
Ток пика, мкА	0,200	0,150	0,150	0,100

При этом результаты проверки могут быть неверными из-за неучтенной «грязи» фона, поэтому необходимо еще раз провести проверку работы электродов, начав с самого начала – отмывки электрохимических ячеек.

При повторной регистрации вольтамперограмм пробы проверьте наличие:

- перемешивания растворов в электрохимических ячейках (при измерениях раствор должен перемешиваться на этапах «Подготовка», «Очистка», «Растворение» и «Накопление»);
- свечения УФ-лампы (при измерениях УФ-лампа должна светить на этапах «Подготовка», «Очистка» и «Накопление»).

В случае отсутствия перемешивания растворов или несвечения УФ-лампы обратитесь к разработчикам анализатора TA-Lab.

3 Если после повторной регистрации вольтамперограмм пробы токи пиков по-прежнему низкие (менее значений, указанных в таблице Д.1) проанализируйте вид вольтамперограмм с целью выявления точности внесения добавки аттестованной смеси элементов и правильности ее приготовления.

1) Если ток пика одного (или нескольких) элемента ниже указанного значения *во всех трех* ячейках:

- концентрация *элемента (или элементов)* в аттестованной смеси занижена. Проверьте срок хранения растворов элемента, используемых для приготовления аттестованной смеси. Переготовьте аттестованную смесь цинка, кадмия, свинца и меди концентрации 1 мг/л (при необходимости переготовьте и другие растворы элемента). Например, если ток пика *кадмия* маленькая *во всех трех* каналах, то концентрация *кадмия* в аттестованной смеси занижена. Необходимо проверить срок хранения растворов *кадмия*, используемых для приготовления аттестованной смеси и переготовить аттестованную смесь цинка, кадмия, свинца и меди концентрации 1 мг/л (при необходимости - переготовить и другие растворы *кадмия*).

2) Если ток пиков всех четырех элементов ниже указанных в таблице Д.1 значений в одном или нескольких ячейках, то, возможно, Вы сделали добавку аттестованной смеси менее 0,04 мл. В этом случае внимательно прочтите инструкцию по применению дозатора, потренируйтесь вносить добавки дозатором в отдельный стаканчик.

После повторного приготовления аттестованной смеси и/или тренировки работы с дозатором повторите процедуру проверки работы электродов, начав с отмывки электрохимических ячеек.

4 Если в одной из ячеек анализатора зарегистрированы удовлетворительные пики цинка, кадмия, свинца и меди, то в этой ячейке и раствор и электроды работают удовлетворительно (это же дает основание утверждать, что работает УФ-лампа и осуществляется перемешивание растворов в ячейках). Если последовательно менять местами электроды и стаканчики в ячейках с удовлетворительными пиками и неудовлетворительными, можно проверить работоспособность электродов и раствора так, как описано в приложении В.

## ПРИЛОЖЕНИЕ Е

### Возможные неисправности и их причины при определении кадмия, свинца, меди и цинка

В таблице Е.1 перечислены проблемы, которые могут возникнуть у Вас при определении кадмия, свинца, меди и цинка (или только кадмия и свинца) на анализаторе TAlab. Если в ходе измерений что-то пошло не так, попробуйте установить причину с помощью этой таблицы. После устранения возможной причины неисправности заново откройте в программе TAlab методику измерений и повторите регистрацию вольтамперограмм.

Таблица Е.1 – Возможные причины неудовлетворительных результатов измерений на анализаторе TAlab при определении кадмия, свинца, меди и цинка

№ п/п	Неисправность	Возможные причины	Выявление причины неисправности	
1	Большой наклон вольтамперограмм.	В ячейки не добавлена муравьиная кислота.	Измерьте pH раствора ячейки с помощью индикаторной бумаги. Если pH>3 – кислота в ячейки не была добавлена. Возможно неверное хранение муравьиной кислоты – в посуде, пропускающей УФ-лучи. Муравьиная кислота должна храниться в банках из темного стекла или в заводской упаковке.	
		Растворилась пленка амальгамы серебра с поверхности АмЭ.	Рассмотрите рабочую поверхность АмЭ (серебряную проволоку, покрытую амальгамой серебра). Если поверхность не имеет вид металлической ртути – амальгама серебра с поверхности АмЭ растворилась.	
		Только если большой наклон имеют вольтамперограммы во всех каналах		
		Не работает УФ-лампа.	Если Вы затрудняетесь определить наличие свечения УФ-лампы при работе анализатора, выньте электроды и стаканчики из ячеек анализатора. Начните процесс регистрации вольтамперограмм. В отверстиях для стаканчиков должно быть видно свечение УФ-лампы на этапах «Подготовка», «Очистка», «Накопление».	
		Не перемешиваются растворы в ячейках.	Начните процесс регистрации вольтамперограмм. На всех этапах регистрации вольтамперограмм, кроме «Успокоения» и «Развертки» раствор должен перемешиваться за счет вибрации АмЭ.	
2	Вместо вольтамперограмм регистрируется прямая линия	Плохо вставлены один или несколько электродов.	Выньте и вновь вставьте в разъемы ХСЭ и АмЭ.	
		В стаканчик анализатора налито менее 5 мл раствора.	Проверьте количество раствора в стаканчиках. Раствора должно быть чуть меньше (или чуть больше) половины стаканчика.	
		Не опущена крышка анализатора.	Опустите крышку анализатора.	
		Не заполнены ХСЭ.	Выньте ХСЭ и заполните их раствором хлорида калия.	
3	Пики элементов не растут от добавки аттестованной смеси.	Ток пиков превышает предельное значение, указанное в методике анализа (пики слишком высокие).	Уменьшите время накопления или повторите анализ пробы, в несколько раз уменьшив аликвоту пробы, добавляемую в ячейки анализатора.	
		Неполная минерализация пробы.	Вспомните, присутствовали ли черные вкрапления в золе пробы. При анализе воды – проведите подготовку пробы путем минерализации в соответствии с прописью методики и повторите анализ.	
		Неверное приготовление аттестованной смеси.	Проверьте срок хранения аттестованной смеси. Если аттестованная смесь используется впервые после приготовления – переготовьте ее, проверив срок хранения растворов, применяемых для ее приготовления.	

4	Вольтамперограммы не видны в окошке ячейки.	Нулевая линия тока (ноль на шкале токов - слева в окнах ячеек) поднята выше верхней границы окна или опущена ниже нижней границы окна.	Поставьте масштаб отображения вольтамперограмм 1:1. Постепенно увеличивайте масштаб отображения, перемещая при этом вольтамперограммы в центр окна.
5	На вольтамперограммах регистрируются двойные пики определяемых элементов.	Толстая пленка амальгамы серебра на поверхности АмЭ (наиболее вероятно при нанесении пленки ртути на АмЭ «механически» способом).	Возьмите незаамальгамированный АмЭ, окуните его рабочую поверхность на 1-2 с в концентрированную азотную кислоту, ополосните бидистиллированной водой. Потрите друг о друга рабочие поверхности заамальгамированного и незаамальгамированного электродов. Если новый АмЭ легко весь заамальгамируется, значит при подготовке АмЭ на него был нанесен избыток ртути. При отсутствии дополнительного АмЭ: возьмите фильтровальную бумагу, сложенную в 2-3 раза, капните на нее бидистиллированной воды и влажной частью аккуратно протрите рабочую поверхность АмЭ. В случае наличия избытка амальгамы, ее капельки останутся на фильтровальной бумаге. После использования фильтровальную бумагу опустите в стакан для слива, заполненный не менее чем на 1/3 водой!
		Плохое качество бидистиллированной воды или использование вместо нее дистиллированной воды или воды, очищенной не путем перегонки (УФО, озонирование, фильтры и т.п.)	Проверьте дату последней чистки бидистиллятора. Замените бидистиллированную воду (лучше всего – на тридистиллированную). Возможно временное использование вместо бидистиллированной воды чистой питьевой негазированной воды торговой марки «Aqwamineral».
6	На вольтамперограммах регистрируются дополнительные неизвестные пики.	Длительное применение АмЭ при использовании бидистиллированной воды плохого качества или анализе неполностью минерализованных проб.	Окуните рабочую часть АмЭ в концентрированную азотную кислоту на 1-2 с. Ополосните бидистиллированной водой. Снова обработайте электрод азотной кислотой и ополосните бидистиллированной водой. Тщательно протрите рабочую часть электрода пищевой содой и ополосните бидистиллированной водой. Снова обработайте электрод азотной кислотой и ополосните бидистиллированной водой. Нанесите новую пленку ртути на АмЭ. Избегайте попадания воды на контакт электрода! В случае смачивания контакта высушите его с помощью фильтровальной бумаги.
		Неполная минерализация пробы.	Вспомните, присутствовали ли черные вкрапления в золе пробы. При анализе воды – проведите подготовку пробы путем минерализации и повторите анализ.
		1 Почернела пружинка ХСЭ сравнения. 2 Причины, перечисленные в п.5-6 настоящей таблицы.	Откройте ХСЭ сравнения. Если пружинка черного цвета, опустите ее в концентрированный раствор аммиака пока она не станет светлого цвета (через 10-15 мин. можно сменить раствор на свежий, если пружинка не светлеет). Избегайте повторять эту процедуру чаще, чем 1 раз в 2 месяца (если Вы не путаете электрод сравнения и вспомогательный местами, то пружинка ХСЭ сравнения остается в нормальном состоянии не менее полугода).
7	Не регистрируется пик цинка или пик меди на вольтамперограмме пробы.		

Во избежание возникновения неисправностей при работе тщательно соблюдайте рекомендации настоящего пособия и выполняйте измерения в строгом соответствии с прописью методики анализа. Из нашего многолетнего опыта общения с пользователями анализаторов типа ТА мы сделали вывод: не ме-

нее 80 % возникающих при измерениях проблем связаны с несоблюдением рекомендаций по подготовке к анализу и его проведению, описанных в прописи методики анализа.

Если Вы затрудняетесь установить причину неудовлетворительных результатов анализа, проведите проверку работы электродов методом «введено-найденно», пользуясь настоящим пособием.