

КОМПЛЕКС УНИВЕРСАЛЬНЫЙ
РТУТЕМЕТРИЧЕСКИЙ
УКР-1МЦ

Руководство по эксплуатации

Руководство по эксплуатации	1
1. ВВЕДЕНИЕ.....	3
1.1. Краткое описание	3
1.2. Основные области применения. Технические возможности	3
1.3. Источники питания	4
2. УПРАВЛЕНИЕ. ИНДИКАЦИЯ И ВЫВОД РЕЗУЛЬТАТОВ	4
2.1. Управление	4
2.2. Индикация и вывод результатов	7
3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОНЦЕНТРАЦИИ ПАРОВ РТУТИ В ВОЗДУХЕ	7
3.1. Эксплуатационные ограничения	7
3.2. Подготовка к работе.....	8
3.3. Проведение измерений	8
4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ РТУТИ В ЖИДКИХ СРЕДАХ	11
4.1. Эксплуатационные ограничения	11
4.2. Подготовка к работе.....	11
4.3. Проведение измерений	13
5. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ РТУТИ В ТВЕРДЫХ МИНЕРАЛЬНЫХ ОБРАЗЦАХ... 15	
5.1. Эксплуатационные ограничения	15
5.2. Подготовка к работе.....	15
5.3. Проведение измерений	17
6. МАРКИРОВКА, УПАКОВКА, ПЕРЕВОЗКА, ТЕХНИЧЕСКОЕ ОБСЛУЖИВАНИЕ	18
6.1. Маркировка.....	18
6.2. Упаковка.....	18
6.3. Транспортировка	19
6.4. Техническое обслуживание.....	19
7. ВОЗМОЖНЫЕ НЕИСПРАВНОСТИ И СПОСОБЫ ИХ УСТРАНЕНИЯ	19
ПРИЛОЖЕНИЕ 1	21
АВТОТЕСТИРОВАНИЕ	21
ПРИЛОЖЕНИЕ 2	22
ПОРЯДОК ПРОВЕДЕНИЯ ГРАДУИРОВКИ КОМПЛЕКСА В РЕЖИМЕ «ПАР».....	22
1. Подготовка посуды	22
2. Приготовление растворов реагентов	22
3. Проведение градуировки	23
4. Утилизация растворов, содержащих ртуть.....	25
ПРИЛОЖЕНИЕ 3	26
ПОРЯДОК ПРОВЕДЕНИЯ ГРАДУИРОВКИ КОМПЛЕКСА В РЕЖИМЕ «УВН»	26

1. ВВЕДЕНИЕ

1.1. Краткое описание

Комплекс универсальный ртутеметрический УКР-1МЦ - аналитический прибор модульного типа, позволяющий определять содержание ртути в воздухе, воде, растворах, почвах, продуктах питания и других объектах в широком диапазоне концентраций от естественного содержания до уровня, соответствующего высокой степени загрязнения объекта ртутью.

Основной блок комплекса – блок анализа и индикации – представляет собой компактный переносной газортутный анализатор, принцип действия которого основан на определении концентрации ртути методом беспламенной атомно-абсорбционной спектроскопии. Источником излучения служит безэлектродная ртутная лампа, стабилизированная с помощью петли обратной связи. В качестве фотоприемников (измерительного и опорного) использованы малогабаритные вакуумные фототрубки, имеющие максимальную чувствительность при длине волны $\lambda=254$ нм. Подача анализируемого воздуха в измерительную кювету осуществляется микрокомпрессором мембранного типа.

Анализатор позволяет проводить два типа измерений: с предварительным накоплением ртути на обратимом коллекторе (сорбенте) и прямые измерения оптического поглощения излучения парами ртути. Первый тип измерений используется для количественного определения содержания паров ртути в воздухе. В качестве коллектора ртути служит обратимый амальгамный биспиральный сорбент. Прямые измерения используются для быстрой оценки содержания паров ртути в воздухе в зонах загрязнения, поиска скрытых источников паров ртути, а также для определения содержания ртути в газовых пробах, полученных при химическом или термическом восстановлении соединений ртути, содержащихся в жидких и твердых образцах. В последнем случае используются вспомогательные блоки: приставка ПАР-3М и устройство УВН-1А, соответственно.

1.2. Основные области применения. Технические возможности

Определение концентрации паров ртути в атмосферном воздухе и воздухе закрытых помещений в диапазоне концентраций $10 \text{ нг/м}^3 - 50000 \text{ нг/м}^3$.

Измерения осуществляются дискретно, с предварительным накоплением ртути на сорбенте. Результаты измерений сохраняются в энергонезависимой памяти прибора.

В приборе предусмотрена возможность ручного выбора величины объема пробы, а так же автоматического выбора объема пробы из трех фиксированных значений: 0,1 л; 0,5 л и 1,0 л (режим «АВТОМАТ»).

Измерения могут проводиться как в режиме ручного запуска разового измерения, так и программируемого запуска серии измерений (опция «Монитор»).

Возможно управление измерительным процессом с помощью ПК, с сохранением результатов измерений в памяти.

Поиск скрытых источников паров ртути и оценочные измерения уровней загрязнения воздушной среды в диапазоне $0,001 - 0,3 \text{ мг/м}^3$.

Измерения проводятся при непрерывной подаче воздуха в измерительную кювету анализатора (режим «Поиск»). Каждую секунду на дисплей анализатора выводится численное значение концентрации. В левой части основного информационного поля отображается графическая индикаторная шкала концентраций, на которой индицируется текущий результат измерения концентраций паров ртути при поиске скрытых источников.

Определение валового содержания ртути в воде и водных растворах, минерализатах пищевых продуктов и биоматериалов в диапазоне $0,00001 - 0,025 \text{ мг/дм}^3$.

Определение проводится с помощью приставки ПАР-3М и основано на химическом восстановлении ионов ртути с помощью соответствующего восстановителя, переносе воздушным потоком атомарных паров ртути, выделившейся при восстановлении, из реакционной ячейки приставки ПАР-3М в измерительную кювету анализатора, измерении поглощения светового потока атомарными парами ртути (режим «ПАР»).

Объем анализируемой пробы от 1 до 20 см³.

Возможно управление измерительным процессом с помощью ПК, с формированием журнала измерений, хранением результатов измерений и калибровок в памяти ПК.

Определение валового содержания ртути в пробах почв и твердых минеральных веществ в диапазоне 0,02 — 10,0 мг/кг.

Определение проводится с помощью устройства УВН-1А и основано на термической возгонке ртути из образца, поглощении ртути на обратимом амальгамном коллекторе, десорбции ртути с коллектора в воздушный поток, переносе воздушным потоком атомарных паров ртути из устройства УВН-1А в измерительную кювету анализатора и измерении поглощения светового потока атомарными парами ртути (режим «УВН»).

Масса анализируемой пробы от 2,5 до 50,0 мг.

Возможно управление измерительным процессом с помощью ПК, с формированием журнала измерений, хранением результатов измерений и калибровок в памяти ПК.

1.3. Источники питания

Блок анализа и индикации снабжен встроенным аккумулятором, обеспечивающим автономную работу прибора в течение 8 часов и выполнение не менее 100 измерений с использованием накопительного сорбента. Зарядка батареи производится с помощью встроенного зарядного устройства и внешнего адаптера, который также обеспечивает питание прибора от сети переменного тока. Интеллектуальная система питания прибора обеспечивает:

- возможность подключения к сети переменного тока напряжением 110-230 В, с частотой 50/60 Гц через сетевой адаптер;
- автоматическую подзарядку аккумуляторной батареи при работе от сети переменного тока через сетевой адаптер;
- автоматическое выключение прибора при разряде батареи ниже допустимого уровня с сохранением в памяти результатов измерений;
- зарядку аккумуляторной батареи с помощью сетевого адаптера при выключенном приборе;
- возможность питания и зарядки батареи от бортовой сети автомобиля 12 В.

Устройство возгонки и накопления УВН-1А предназначено для работы от сети переменного тока 220 В с частотой 50 Гц.

Приставка ПАР-3М электрического питания не требует.

2. УПРАВЛЕНИЕ. ИНДИКАЦИЯ И ВЫВОД РЕЗУЛЬТАТОВ

2.1. Управление

Управление анализатором осуществляется с помощью 4-х кнопочной клавиатуры и отдельной кнопки «ПУСК». Вывод результатов и служебной информации производится на графический монохромный дисплей с подсветкой. Для перемещения по меню и коррекции значений настроечных коэффициентов используются кнопки клавиатуры «↑» и «↓». Для перехода в подменю, выбора режима измерения или настройки служит кнопка клавиатуры «←». Для перехода на предыдущий уровень меню служит кнопка «Φ». Запуск выбранного режима измерения осуществляется нажатием кнопки «ПУСК».

В таблице 1 показано дерево меню анализатора, назначение режимов измерения и настроек.

Дерево меню анализатора, назначение режимов измерения и настроек.

Главное меню	
<i>Строка меню</i>	<i>Назначение</i>
Режимы	Переход в меню доступных режимов измерения.
Настройки	Переход в меню настроек.
Память	Переход в режим просмотра сохраненных результатов измерений
Меню «Режимы»	
<i>Строка меню</i>	<i>Назначение режима</i>
Воздух	Определение содержания паров ртути в воздухе
Автомат	Определение содержания паров ртути в воздухе, с автоматическим выбором объема пробы
Поиск	Поиск скрытых источников паров ртути. Быстрое обследование зон загрязнения парами ртути
Монитор	Мониторинг содержания паров ртути в воздухе, с выводом результатов на табло в виде гистограммы.
ПАР	Определение содержания ртути в растворах
УВН	Определение содержания ртути в твердых минеральных пробах
←	Возврат в главное меню.
Меню «Настройки»	
<i>Строка меню</i>	<i>Назначение</i>
Воздух	Переход в меню параметров режима «Воздух»
Меню Настройки/Воздух	
<i>Строка меню</i>	<i>Назначение</i>
Накопление	Объем пробы воздуха
Наклон	Коэффициент чувствительности оптоэлектронной системы в режиме «Воздух»
Коррекция	Дополнительный поправочный коэффициент поглощения сорбента
Смещение	Смещения начальных показаний в режиме «Воздух»
←	Возврат в меню «Настройки»
<i>Строка меню</i>	<i>Назначение</i>
ПАР	Переход в меню параметров режима «ПАР»
Меню Настройки/ПАР	
<i>Строка меню</i>	<i>Назначение</i>
Наклон	Коэффициент чувствительности оптоэлектронной системы в режиме «ПАР»
Смещение	Смещение начальных показаний в режиме «ПАР»
Измерение	Максимальное время измерения в секундах
Продувка	Время продувки восстановителя перед измерением в секундах
Поиск нуля	Функция автоматического определения оптимального времени окончания измерения
Порог	Чувствительность функции автоматического определения оптимального времени окончания измерения
←	Возврат в меню «Настройки»
<i>Строка меню</i>	<i>Назначение</i>
УВН	Переход в меню параметров режима «УВН»
Меню Настройки/УВН	
<i>Строка меню</i>	<i>Назначение</i>
Наклон	Коэффициент чувствительности оптоэлектронной системы в режиме «УВН»
Коррекция	Дополнительный поправочный коэффициент поглощения сорбента «УВН»
Смещение	Смещения начальных показаний в режиме «УВН»

	⏪	Возврат в меню «Настройки»
<i>Строка меню</i>	<i>Назначение</i>	
Поиск	Переход в меню параметров режима «Поиск»	
	Меню Настройки/Поиск	
<i>Строка меню</i>	<i>Назначение</i>	
Уст. нуля	Время установки нуля в секундах	
Наклон	Коэффициент чувствительности оптоэлектронной системы в режиме «Поиск»	
	⏪	Возврат в меню «Настройки»
<i>Строка меню</i>	<i>Назначение</i>	
Монитор	Переход в меню параметров режима «Монитор»	
	Меню Настройки/Монитор	
<i>Строка меню</i>	<i>Назначение</i>	
Интервал	Время между запусками измерения в режиме «Воздух» с выбранным объемом пробы в секундах	
Ширина	Ширина колонки гистограммы в пикселях	
	⏪	Возврат в меню «Настройки»
<i>Строка меню</i>	<i>Назначение</i>	
Прокачка	Переход в меню параметров прокачки	
	Меню Настройки/Прокачка	
<i>Строка меню</i>	<i>Назначение</i>	
Скорость	Скорость работы компрессора	
Объем	Коэффициент чувствительности датчика расхода	
Смещение	Смещение начальных показаний датчика расхода	
	⏪	Возврат на предыдущий уровень меню
<i>Строка меню</i>	<i>Назначение</i>	
Служебные	Переход в меню служебных параметров	
	Меню Настройки/Служебные	
<i>Строка меню</i>	<i>Назначение</i>	
Батарея	Чувствительность внутреннего вольтметра (заводская установка).	
Лампа	Шкала напряжения питания (заводская установка).	
Яркость	Устанавливает яркость подсветки дисплея.	
Блокировка	Код для разблокировки калибровочных параметров воздушных измерений и параметров прокачки.	
	⏪	Возврат на предыдущий уровень меню
<i>Строка меню</i>	<i>Назначение</i>	
Сброс	Сброс параметров на значения по умолчанию	
	Меню «Память»	
<i>Строка меню</i>	<i>Назначение</i>	
Воздух	Просмотр результатов измерений в режиме «Воздух»	
<i>Строка меню</i>	<i>Назначение</i>	
ПАР	Просмотр результатов измерений в режиме «ПАР»	
<i>Строка меню</i>	<i>Назначение</i>	
УВН	Просмотр результатов измерений в режиме «УВН»	

Кнопка «Φ» используется для перемещения курсора на одну позицию справа налево при коррекции настроечных коэффициентов, а также для выполнения некоторых операций, описанных в таблице 2.

	Назначение кнопки «Ф».
1	Перемещения курсора на одну позицию справа налево при коррекции настроечных коэффициентов
2	Прерывание измерения.
3	Запуск режима отжига сорбента при одновременном нажатии кнопок «Ф» и «ПУСК»

2.2. Индикация и вывод результатов

Табло дисплея условно разделено на несколько полей: основное информационное поле и дополнительные поля. Дополнительные информационные поля располагаются по контуру индикатора. В верхнем информационном поле всегда указывается установленный при последнем включении режим измерения, вид и состояние источника питания. При работе со встроенным аккумуляторным индицируется значок аккумулятора и степень зарядки, при подключении сетевого источника питания вместо значка аккумулятора появляется слово «СЕТЬ». Подробное описание используемых видов табло приведено в таблице 3.

Таблица 3.

Назначение и виды графических табло.

Наименование табло	Назначение и описание
Табло меню	В основном информационном поле выводятся пункты меню, индикатор установленного режима или параметра (значки \circ и \bullet) для меню режимов или параметров, значки возврата в меню более высокого уровня (\leftarrow).
Табло процессов	Табло включаются при начале процесса измерения. В информационном поле отображается стадия измерительного процесса и, в зависимости от текущей стадии, ведется отсчет времени в секундах, или показывается прокачанный объем газа в литрах
Табло результатов	Табло включаются после завершения процесса измерения. В основном информационном поле выводится результат последнего измерения и единицы измерения. В нижнем дополнительном информационном поле отображаются результаты трех предыдущих измерений.
Табло установки численных значений	Табло используются при установке численных значений параметров.

3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОНЦЕНТРАЦИИ ПАРОВ РТУТИ В ВОЗДУХЕ

3.1. Эксплуатационные ограничения

При работе в полевых условиях с автономным источником питания анализатор размещается на груди оператора и поддерживается с помощью наплечного ремня. Не допускается размещать анализатор на загрязненных поверхностях пола, оборудования и т.д.

Параметры анализируемого воздуха в точке отбора пробы должны соответствовать условиям:

- концентрация пыли не более 40 мг/м^3 ;
- температура от 10 до $35 \text{ }^\circ\text{C}$;
- относительная влажность не более 80% при температуре $35 \text{ }^\circ\text{C}$.

Напряжение автономного источника питания не должно опускаться ниже $11,4 \text{ В}$. В случае снижения напряжения ниже указанного уровня происходит автоматическое

отключение анализатора с сохранением в памяти прибора результатов последних 300 измерений.

3.2. Подготовка к работе

3.2.1. Произвести внешний осмотр блока анализа и индикации и убедиться в отсутствии механических повреждений.

3.2.2. Проверить наличие и чистоту фильтров Петрянова во входных штуцерах ВХ1 и ВХ2 анализатора. В случае необходимости фильтры заменить.

3.2.3. Провести зарядку аккумулятора.

К выключенному анализатору с помощью кабеля подсоединить сетевой источник питания, последний подключить к сети переменного тока. При этом встроенное зарядное устройство переходит в режим зарядки аккумуляторной батареи. Процесс зарядки сопровождается красным свечением индикаторного светодиода. При полностью заряженном аккумуляторе свечение светодиода отсутствует. Если планируется работать в автономном режиме, то до начала работы следует дождаться погасания индикаторного светодиода. После завершения зарядки отключить сетевой источник питания.

3.2.4. Снять заглушку с входного штуцера ВХ2. Входной штуцер ВХ1 закрыт. Установить ртутепоглотительный фильтр (стрелкой вверх) на выходной штуцер.

3.2.5. Включить анализатор, установив тумблер в положение «ВКЛ». Прибор переходит в режим автоматической настройки прокачки, поджига лампы и тестирования. При этом на лицевой панели загорается зеленый светодиод индикации включения, а на дисплее отображается процесс тестирования (см. Приложение 1). Процесс автоматической настройки и тестирования может продолжаться несколько минут. Время поджига лампы зависит от температуры окружающего воздуха и состояния аккумуляторной батареи.

3.2.6. При отсутствии неисправностей после прохождения тестирования прибор выходит в рабочий режим. На дисплее отображается главное меню. В верхнем информационном поле табло индицируется состояние аккумуляторной батареи и установленный режим измерения. Рекомендуется прогреть прибор в течение нескольких минут для большей стабильности показаний.

3.2.7. Установить режим «Воздух» в меню «Режимы».

3.2.8. В меню «Настройки/Воздух/Накопление» установить нужный объем пробы воздуха.

3.2.9. Проверить чистоту газовых каналов. Проверка производится в помещении с известным уровнем (но не выше 50 нг/м^3) содержания паров ртути в воздухе. Сброс воздуха из прибора должен проводиться на ртутепоглотительный фильтр, присоединенный к выходному штуцеру блока.

Нажать кнопку «ПУСК». Повторить измерения несколько раз. Устойчивое появление показаний в интервале $0 - 50 \text{ нг/м}^3$ свидетельствует об отсутствии значимой загрязненности газовых каналов прибора.

Появление показаний, выходящих за установленные границы, свидетельствует о загрязнении внутренних коммуникаций прибора и сорбента ртутью. При очень сильном загрязнении прибора возможно нарастание показаний в процессе тестирования. Очистка газовых каналов прибора может быть произведена многократным повторением измерительного цикла в режиме «Воздух», с объемом накопления 0,5 л или в режиме «АВТОМАТ».

3.3. Проведение измерений

3.3.1. Проведение измерений концентрации паров ртути в воздухе с предварительным накоплением ртути.

3.3.1.1. Закрыть заглушкой штуцер ВХ1, открыть ВХ2.

3.3.1.2. Установить необходимый режим измерений.

Для изменения режима измерения следует войти в меню «Режимы» и выделить нужный режим, используя кнопки «↑» и «↓», произвести установку выбранного режима кнопкой «↵». При этом справа от названия режима появится значок установки ●, а в верхнем информационном поле изменится название режима измерения.

3.3.1.3. В меню «Настройки/Воздух/Накопление» выбрать и установить нужный объем анализируемого воздуха. Рекомендуемые режимы измерений и диапазоны концентраций представлены в таблице 4.

Таблица 4.

Наименование режима	Объем пробы, дм ³	Рекомендуемый диапазон концентраций	
		мг/м ³	нг/м ³
АВТОМАТ	0,1; 0,5; 1,0	0,0001 - 0,05	100 – 50000
Воздух	0,5	0,0003 – 0,03	300 – 30000
Воздух	1,0	0,0001 – 0,01	100 – 10000
Воздух	5,0	0,00002 – 0,002	20 – 2000
Воздух	10,0	0,00001 – 0,001	10 – 1000

3.3.1.4. Нажать кнопку «ПУСК». При этом открывается табло процесса воздушных измерений. В основном поле табло указывается стадия измерительного цикла («Идет накопление») и отображается изменение объема воздуха прошедшего через накопительный сорбент. По достижении заданного объема пробы воздуха в информационном поле табло процессов появляется надпись «Идёт измерение» и отображается обратный отсчет времени отжига накопительного сорбента в секундах.

3.3.1.5. После окончания измерительного цикла открывается табло результатов. В основном поле табло высвечивается результат последнего измерения концентрации паров ртути. В нижнем информационном поле выводятся результаты трех предыдущих измерений и их среднее арифметическое.

3.3.1.6. При проведении измерений в режиме «АВТОМАТ» включается краткий цикл предварительного измерения продолжительностью 6 секунд. Если его результат превышает 0,003 мг/м³, подаётся сигнал остановки насоса и результат измерения высвечивается на табло. Далее следует 24 секундная блокировка анализатора.

Если результат предварительного измерения находится в интервале 0,00075-0,003 мг/м³, то автоматически запускается процесс измерения продолжительностью 30 секунд. На табло индицируется процесс отбора пробы воздуха в литрах, а после завершения цикла отображается результат измерения.

Если же результат предварительного измерения меньше величины 0,00075 мг/м³, то автоматически запускается процесс измерения продолжительностью 60 секунд и на табло индицируется процесс отбора пробы в литрах, а затем отображается результат измерения.

3.3.1.7. Проведение серии измерений с программируемым запуском (опция «Монитор»).

Анализатор позволяет проводить автоматический запуск измерений концентрации паров ртути в воздухе (кроме режима «АВТОМАТ») через фиксированные промежутки времени от 1 до 999 секунд. Результаты измерений выводятся на дисплей, в виде гистограммы. Численное значение максимального результата измерений и количество проведенных измерений отображаются в нижнем информационном поле табло.

3.3.1.7.1. Установить величину интервала (в секундах) между измерениями в меню «Настройки/Монитор/Интервал».

3.3.1.7.2. Установить ширину колонки гистограммы в меню «Настройки/Монитор/Ширина»

3.3.1.7.3. В меню «Режимы» выбрать режим «Монитор» и запустить измерения нажатием кнопки «ПУСК».

3.3.1.8. Для экстренного прерывания измерений следует нажать кнопку «Ф».

3.3.1.9. Результаты проведенных измерений сохраняются в энергонезависимой памяти. Просмотр памяти возможен через пункт меню «Память/Воздух».

3.3.2. Проведение измерений в режиме «ПОИСК».

3.3.2.1. Выбрать и установить режим «ПОИСК». Закрыть заглушкой штуцер ВХ2, открыть ВХ1.

3.3.2.2. Установить нулевые показания (установку желательно проводить в наиболее чистой зоне обследуемого помещения):

- установить ртутепоглощающий фильтр на входной штуцер ВХ1 (стрелкой вниз);
- нажать кнопку «Пуск» (в течение заданного времени будет производиться установка нуля).

3.3.2.3. Для начала измерений снять ртутепоглощающий фильтр с входного штуцера. На основном поле дисплея начнут выводиться значения концентрации паров ртути в воздухе. Слева отображается графическая шкала концентраций, на которой индицируется текущий результат измерения.

Измерения в режиме «Поиск» сопровождаются подачей звуковых сигналов. С увеличением концентрации паров ртути частота сигналов нарастает.

3.3.2.4. В процессе работы каждые 3-4 минуты следует контролировать и в случае необходимости корректировать «нулевые» показания. Для проверки «нулевых» показаний установить на входной штуцер ртутепоглощающий фильтр. Для корректировки «нулевых» показаний нажать кнопку «Пуск».

3.3.2.5. Поиск скрытых источников паров ртути (например, капель металлической ртути) проводится с помощью поискового щупа, подсоединяемого к входному штуцеру ВХ1 с помощью шланга (Рис. 1).

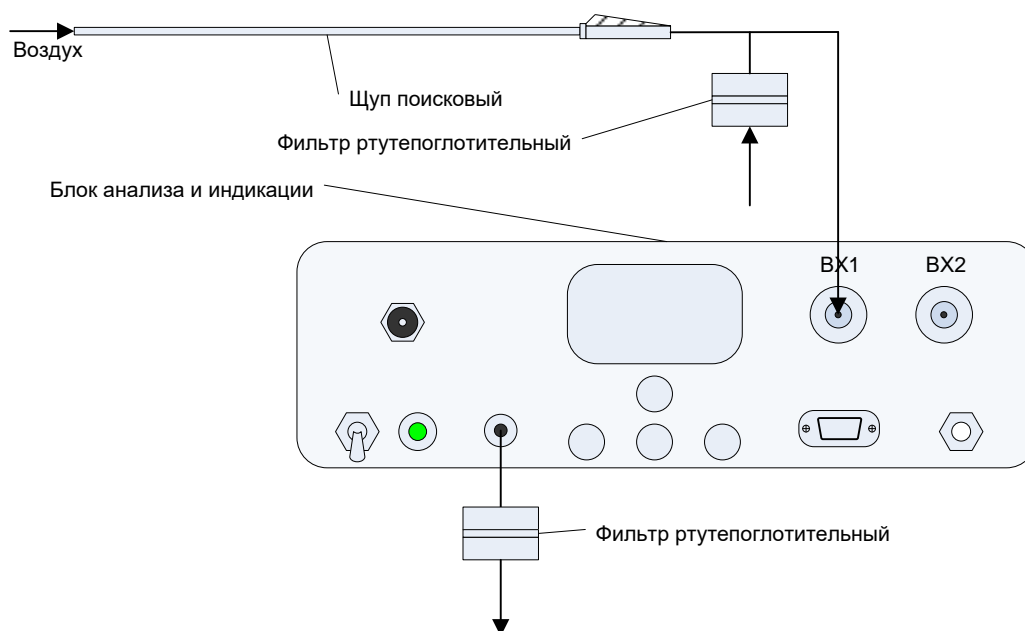


Рис. 1

3.3.2.6. Для установки «нулевых» показаний следует отпустить клавишу щупа и нажать кнопку «Пуск».

3.3.2.7. Для начала работы нажать и зафиксировать клавишу щупа и приступить к поиску источника. Помещая свободный конец поискового щупа в разные точки вблизи исследуемой поверхности (на расстоянии 1-2 см), по показаниям индикатора определяют зону с наибольшей концентрацией паров ртути. Обнаружение источника ртутного загрязнения может осуществляться по возрастанию показаний в основном информационном поле табло, по увеличению частоты звукового сигнала и с помощью графической шкалы.

3.3.2.8. Остановка работы в режиме «Поиск» производится нажатием кнопки «Ф».

3.3.2.9. После обследования сильно загрязненных помещений наружную поверхность прибора необходимо тщательно протереть, сменить фильтры во входных штуцерах и несколько раз произвести запуск прибора в незагрязненном помещении для очистки газового тракта. Подводящую трубку поискового щупа промыть подкисленным раствором перманганата калия, а затем водой и высушить досуха.

4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ РТУТИ В ЖИДКИХ СРЕДАХ

4.1. Эксплуатационные ограничения

4.1.1. Работы с использованием комплекса УКР-1МЦ для определения валового содержания ртути в воде, минерализатах пищевых продуктов, биоматериалов и т.д. проводятся в лабораторных условиях в помещении, оборудованном приточно-вытяжной вентиляцией. В воздухе помещения не должно быть примесей, вызывающих коррозию металлических частей и повреждение электрической изоляции.

4.1.2. Питание блока анализа и индикации комплекса при работе в условиях лаборатории осуществляется от сетевого адаптера.

4.1.3. Не допускается работа с аналитическим блоком без охлаждения водой.

4.1.4. Параметры, характеризующие условия эксплуатации комплекса:

- температура окружающего воздуха в пределах от 10 до 35 °С;
- атмосферное давление в пределах от 84 до 106 кПа;
- относительная влажность до 80 % при температуре 35°С.

4.1.5. Допустимый объем пробы, вводимой в реакционную ячейку, 1–20 см³ (рекомендуемый 2–10 см³).

4.1.6. Допускаемое значение концентрации мешающих ионов J, Cl в анализируемой пробе при концентрации ртути ниже 0,005 мг/дм³ не должно превышать 10 мг/дм³, Se и Pb – 0,1 мг/дм³.

4.1.7. Блок анализа и индикации располагается в вертикальном или горизонтальном положении на лабораторном столе на расстоянии не более 0,5 м от аналитической приставки ПАР-3М.

4.1.8. Отработанные ртутьсодержащие растворы необходимо сливать в специальную емкость и обезвреживать (см. Приложение 2).

4.2. Подготовка к работе

4.2.1. Произвести внешний осмотр блока анализа и индикации и аналитической приставки ПАР-3М, убедиться в отсутствии механических повреждений.

4.2.2. Перед первым использованием или после длительного перерыва в работе стеклянные элементы приставки ПАР-3 необходимо вымыть горячей водой, раствором азотной кислоты (1:1) или хромовой смесью. Ополоснуть дистиллированной водой. Высушить.

4.2.3. Заполнить щелочную ловушку приставки ПАР-3М на 1/5 объема твердым гидроксидом натрия.

4.2.4. Установить и закрепить все элементы приставки на отведенных для них местах. Подсоединить к холодильнику шланги для подачи и отвода охлаждающей воды.

4.2.5. Проверить наличие и чистоту фильтров Петрянова во входных штуцерах ВХ1 и ВХ2 анализатора. В случае необходимости фильтры заменить.

4.2.6. К выходному штуцеру анализатора подсоединить ртутепоглотительный фильтр.

4.2.7. Соединить приставку ПАР-3М с анализатором согласно схеме (Рис. 2). Входной штуцер ВХ2 закрыть заглушкой.

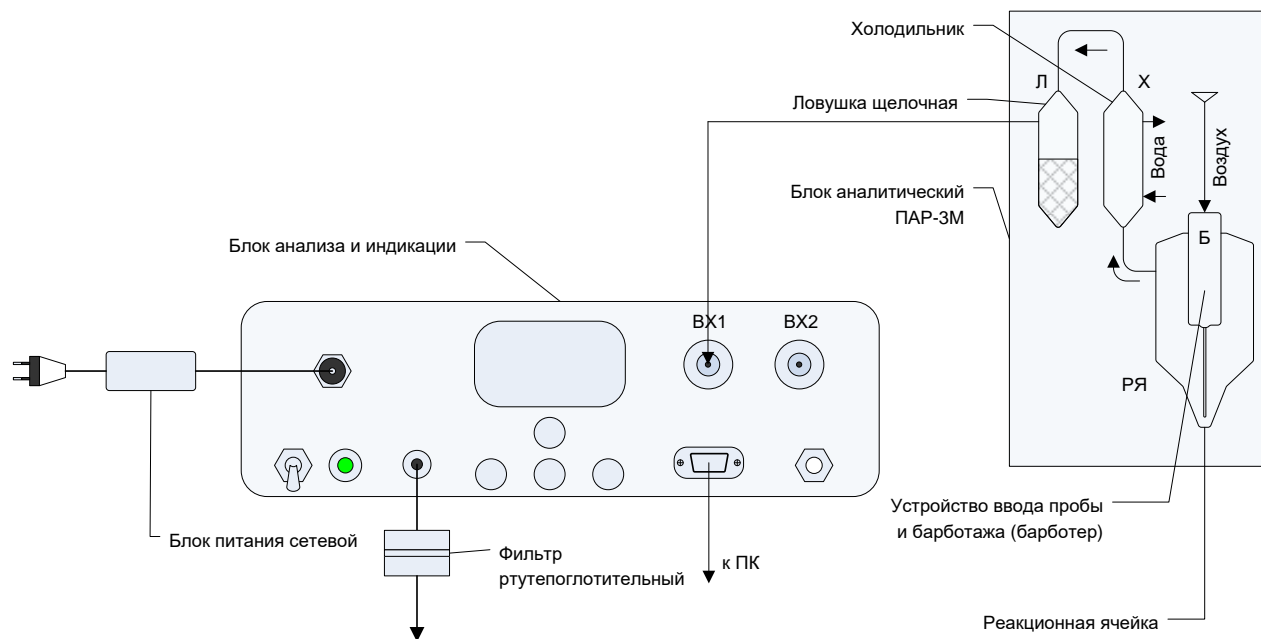


Рис. 2

4.2.8. Включить подачу охлаждающей воды в холодильник приставки ПАР-3М.

4.2.9. Подсоединить блок анализа и индикации к сетевому адаптеру, последний включить в электросеть.

4.2.10. Включить тумблер питания блока анализа и индикации. После прохождения теста установить режим «ПАР». При этом верхнем дополнительном информационном поле табло индицируется установленный режим измерения («ПАР»), правее в этом же поле появляется надпись «СЕТЬ». Дать возможность прибору прогреться в течение 10 минут.

4.2.11. Проверить начальные показания комплекса.

Снять реакционную ячейку и ввести в нее 2 см³ раствора восстановителя. Установить ячейку в рабочее положение на штативе и нажать кнопку «ПУСК». По окончании цикла снять показание с табло результатов. Если полученное показание выходит за границы интервала $(- 0,15) \div (+ 0,15)$ нг, цикл измерения следует повторить. Устойчивое появление показаний, превышающих данное значение, может свидетельствовать о неготовности прибора к проведению измерений (недостаточное время прогрева) или его неисправности.

Вылить содержимое ячейки в емкость для слива и ополоснуть ячейку и барботер дистиллированной водой.

4.2.12. Приготовить растворы реагентов и произвести градуировку комплекса УКР-1МЦ (см. Приложение 2).

Операция проводится при вводе комплекса в эксплуатацию и периодически повторяется (например, при нарушении стабильности градуировки, изменении диапазона определяемых концентраций или величины аликвоты).

4.2.13. Для проверки стабильности градуировки ежедневно перед началом работы осуществляется контроль погрешности измерений по одному градуировочному раствору в трехкратной повторности. Результат считается удовлетворительным при выполнении условия:

$$| K_0 \cdot N_{\text{ср}} - M | \leq 0,84 \cdot 0,20 \cdot M,$$

где $K_0 \cdot N_{\text{ср}}$ – среднее значение измеренного содержания ртути в пробе, нг;
 M – заданное содержание ртути в пробе, нг.

Если величина K_0 занесена в память прибора, то умножение на коэффициент производится автоматически.

4.3. Проведение измерений

Измерительный цикл состоит из трех стадий. На первой стадии в течение заданного времени (меню «Настройки/ПАР/Продувка») происходит продувка восстановительного реагента воздухом и измерение начальных интегральной интенсивности светового потока. На второй стадии вводится проба, происходит процесс восстановления ртути, перенос атомарного пара воздушным потоком из реакционной ячейки в кювету анализатора и измерение интегрального снижения интенсивности светового потока. Вторая стадия завершается автоматически по возвращении интегральной интенсивности светового потока к первоначальным значениям или по достижении максимального времени измерения, которое задается в меню «Настройки/ПАР/Измерение».

По завершении продувки восстановительного реагента прокачка останавливается после этого можно вводить пробу. Время ввода пробы неограниченно.

Последовательность операций, выполняемых при проведении измерений содержания ртути в жидких средах (при градуировке, анализе воды, минерализатов продуктов и кормов), следующая.

1. Ввести в реакционную ячейку 2 см³ раствора восстановителя. Установить ячейку в рабочее положение и нажать кнопку «ПУСК».

При этом через раствор восстановителя в реакционной ячейке начинает продуваться воздух.

2. Когда продувка завершается и прокачка останавливается, следует отобрать пипеткой нужный объем пробы.

3. Нажать кнопку «Пуск», чтобы запустить прокачку и продолжить измерение. С помощью пипетки ввести в реакционную ячейку через барботер анализируемую пробу, опуская пипетку как можно глубже. Первые порции пробы следует вводить медленно во избежание бурного вспенивания.

В верхней части основного поля отображается надпись «Идет измерение». А в основном поле табло выводится промежуточный результат измерения.

В случае, если в меню прибора выбрано «Настройки/ПАР/Поиск нуля», то измерение будет продолжаться до тех пор, пока измерительный сигнал не вернется к своему первоначальному значению. То есть, оптимальный момент завершения измерения будет определен автоматически. Чувствительность алгоритма определяется параметром «Настройки/ПАР/Порог», имеющим по умолчанию значение -0.001. Уменьшение этого параметра приведет к сокращению времени измерения и наоборот. Если алгоритм поиска не дает результата, измерение продолжается в течение времени, заданного параметром «Настройки/ПАР/Измерение».

4. По окончании последней стадии цикла измерения снять показание прибора.

В основном поле табло появляется слово «Результат», а правее – размерность «нг в пробе». Одновременно в нижнем дополнительном информационном поле воспроизводятся результаты трех предыдущих измерений, а в крайней правой его части появляется численное значение их среднего арифметического.

5. Снять реакционную ячейку и слить раствор из ячейки в сосуд для слива отработанных проб. Промыть ячейку и барботер дистиллированной водой.

6. Повторить операции 1–5 несколько раз до получения 3 стабильных (с учетом погрешности методики) результатов (нг).

4.3.1. Проведение анализа.

4.3.1.1. Минерализованную пробу исследуемого образца (воды, пищевых продуктов, биоматериалов и др.) количественно перенести в мерную колбу и довести до метки дистиллированной водой. Аналогичным образом подготовить холостую пробу, взяв для минерализации вместо анализируемого вещества равное количество дистиллированной воды и проведя минерализацию в тех же условиях.

4.3.1.2. Провести операции в последовательности, описанной выше (1–7), сначала с холостой пробой.

Получив среднее арифметическое значение результата измерения холостой пробы $N_{\text{хол. ср}}$ [нг], ввести его в память прибора в меню «Настройки/ПАР/Смещение». На дисплее появляется табло установки численных значений. В левом дополнительном информационном поле отображается надпись «Смещение», а в основном поле три разряда, в которые с помощью кнопок клавиатуры «↑», «↓» и «Ф» записывается найденное численное значение $N_{\text{хол. ср}}$, выраженное в пг ($\text{пг} = 10^{-3}$ нг). Нажав кнопку ввода «←», установить величину смещения.

ПРИМЕЧАНИЕ. Если в память прибора ранее уже была внесена величина смещения ПАР, то новое значение находят алгебраическим суммированием и вводят в память прибора.

4.3.1.3. Провести операции 1–7 с рабочей пробой. Аликвоты холостой и рабочей проб должны быть одинаковы – от 1 до 20 см^3 (рекомендуемый объем 2–10 см^3). По окончании измерений получить значение среднего арифметического показаний прибора $N_{\text{ср}}$ [нг].

Рекомендуемый диапазон показаний для рабочей пробы составляет 1,00 – 20,00 нг. Если показания находятся вне этого диапазона, то следует увеличить или уменьшить величину аликвоты пробы (или разбавить минерализованную пробу). Те же операции следует провести с холостой пробой. Повторить измерения.

4.3.2. Вычисление результатов.

Показания прибора связаны с массой ртути M [нг] и концентрацией ртути в рабочей пробе C [$\text{мг}/\text{дм}^3$] соотношениями:

$$M = K_0 \cdot N_{\text{ср}},$$

$$C = M \cdot n \cdot 10^{-3} / V,$$

где V – объем аликвоты рабочей пробы, см^3 ;

n – число, показывающее во сколько раз была разбавлена проба после минерализации;

$N_{\text{ср}}$ – среднее показание прибора при анализе рабочей пробы, нг;

K_0 – градуировочный коэффициент.

Если величина K_0 занесена в память прибора, то умножение на коэффициент производится автоматически.

ПРИМЕЧАНИЕ. Проведение измерений содержания ртути в жидких пробах может проводиться с использованием компьютерной программы «УКР-Аналитика». Подсоединение компьютера осуществляется через специальный разъем на лицевой панели блока анализа и индикации с помощью кабеля RS-232.

5. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ РТУТИ В ТВЕРДЫХ МИНЕРАЛЬНЫХ ОБРАЗЦАХ

5.1. Эксплуатационные ограничения

5.1.1. Работы с использованием комплекса УКР-1МЦ для определения валового содержания ртути в твердых минеральных образцах проводятся в лабораторных условиях в помещении, оборудованном приточно-вытяжной вентиляцией. В воздухе помещения не должно быть примесей, вызывающих коррозию металлических частей и повреждение электрической изоляции.

5.1.2. Параметры, характеризующие условия эксплуатации комплекса:

- температура окружающего воздуха в пределах от 10 до 35 °С;
- атмосферное давление в пределах от 84 до 106 кПа;
- относительная влажность до 80 % при температуре 35°С.

5.1.3. Масса анализируемой навески от 2,5 до 50 мг.

5.1.4. Блок анализа и индикации располагается в вертикальном или горизонтальном положении на лабораторном столе на расстоянии не более 0,5 м от приставки УВН-1А.

5.1.5. По окончании процесса измерения нагревательный элемент следует извлечь из камеры электропечи и установить его на специальные держатели для охлаждения до комнатной температуры.

5.2. Подготовка к работе

5.2.1. Произвести внешний осмотр блока анализа и индикации и устройства возгонки и накопления УВН-1А, убедиться в отсутствии механических повреждений.

5.2.2. Проверить наличие и чистоту фильтров Петрянова во входных штуцерах ВХ1 и ВХ2 анализатора и на выходе из электропечи УВН-1А. В случае необходимости фильтры заменить.

5.2.3. К выходным штуцерам блока анализа и индикации и УВН-1А подсоединить ртутепоглотительные фильтры.

5.2.4. Закрыть заглушкой штуцер ВХ2 и открыть ВХ1 анализатора.

5.2.5. Включить УВН-1А в электросеть, подсоединить блок анализа и индикации к сетевому адаптеру, последний включить в электросеть.

5.2.6. Включить тумблеры питания УВН-1А и блока анализа и индикации. После прохождения теста установить режим «УВН». Дать возможность прибору прогреться в течение 10 минут.

В верхнем дополнительном информационном поле табло индицируется установленный режим измерения («УВН»), правее в этом же поле появляется надпись «СЕТЬ».

5.2.7. Соединить УВН-1А с анализатором согласно схеме (Рис. 3).

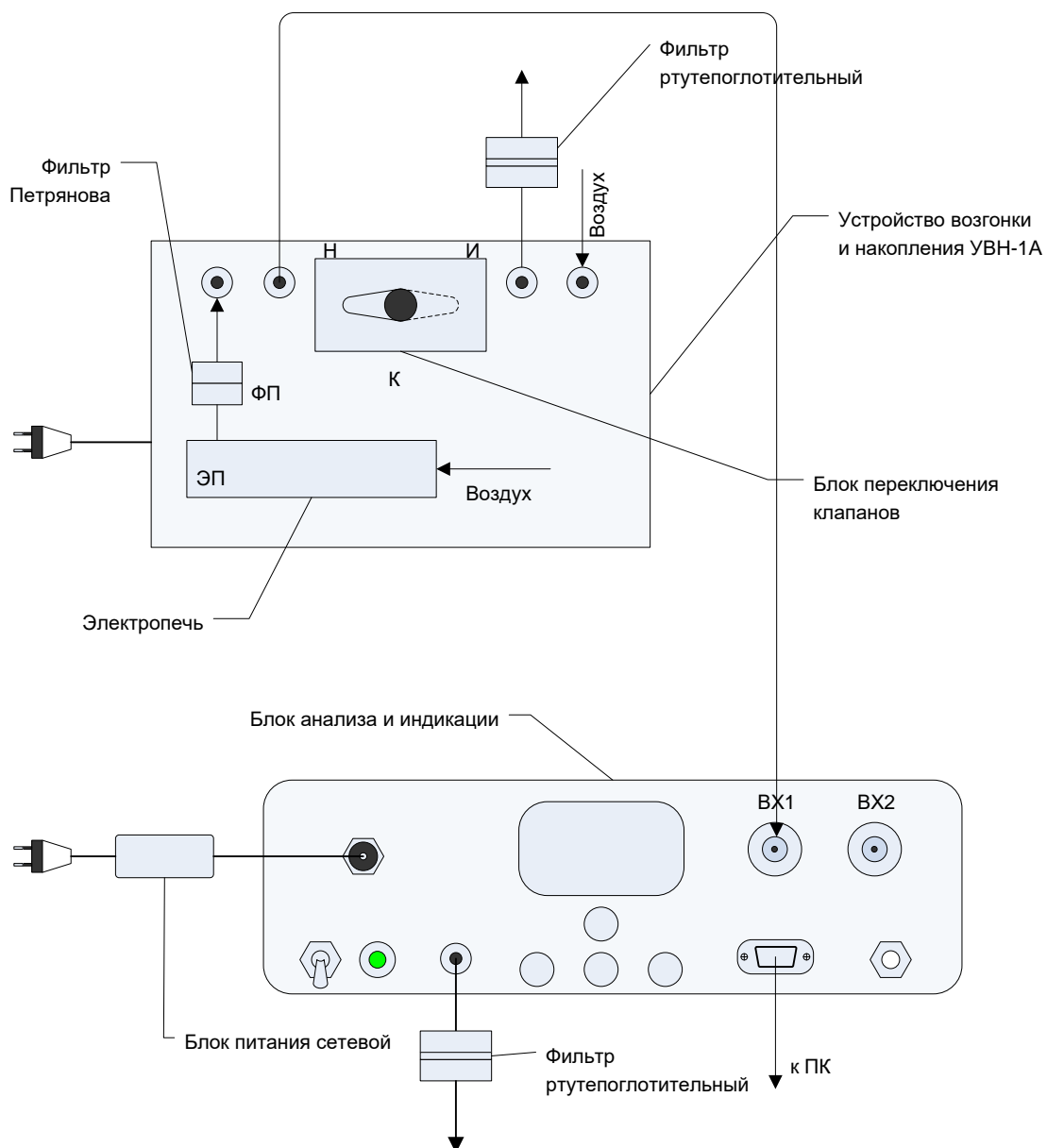


Рис. 3.

К–блок переключения клапанов; ФП–фильтр Петрянова; ЭП–электропечь;

5.2.8. Произвести градуировку комплекса УКР-1МЦ (см. Приложение 3).

Операция проводится при вводе комплекса в эксплуатацию и периодически повторяется (например, при нарушении стабильности градуировки, изменении диапазона определяемых концентраций).

5.2.9. Для проверки стабильности градуировки ежедневно перед началом работы осуществляется контроль погрешности измерений по одному из образцов ГСО состава почв в трехкратной повторности. Результат считается удовлетворительным при выполнении условия:

$$|C_{\text{ср}} - C| \leq 0,84 \cdot 0,20 \cdot C,$$

где $C_{\text{ср}}$ – среднее значение измеренного содержания ртути в пробе ГСО, мг/кг;
 C – заданное (паспортное) содержание ртути в пробе ГСО, мг/кг.

5.3. Проведение измерений

Процесс измерения включает в себя два цикла: промежуточное накопление ртути на сорбенте и собственно измерение.

Собственно измерительный цикл состоит из трех стадий. На первой стадии начинается подача воздуха в газовый тракт анализатора и происходит измерение начальной интегральной интенсивности светового потока. На второй стадии идет процесс десорбции ртути с накопительного сорбента, перенос атомарного пара потоком воздуха в кювету анализатора и измерение интегрального снижения интенсивности светового потока. На третьей стадии происходит измерение конечной интенсивности светового потока. Продолжительность стадий составляет 6, 18 и 6 секунд соответственно.

5.3.1. Определение фоновых значений содержания ртути в измерительной системе (холостой опыт).

5.3.1.1. Рукоятку блока переключения клапанов установить в положение «Н» (накопление), выбрать время нагрева электропечи (обычно 1 минута), поместить пустую лодочку в спираль электропечи, установить электропечь в камеру, нажать кнопку «ПУСК ЭП» на лицевой панели УВН-1А. Сигналом включения является загорание светодиода «ЭП». По окончании нагрева подается прерывистый звуковой сигнал и светодиод гаснет. Извлечь электропечь из камеры и установить в специальный держатель.

5.3.1.2. Рукоятку блока переключения клапанов переместить в положение «И» (измерение), нажать кнопку «ПУСК» анализатора.

На первой стадии этого цикла в верхней части основного поля табло процессов появляется надпись «Идет продувка», а ниже - отсчет времени в секундах от 1 до 6.

На второй стадии начинается подача прерывистого звукового сигнала. В этот момент следует нажать кнопку «ОТЖИГ НС» на лицевой панели УВН-1А. При этом загорается сигнальный светодиод.

Подача звукового сигнала продолжается с 1-ой до 18-ой секунды. В основном информационном поле с 1-ой по 5-ю секунды появляется команда «Включить отжиг НС». С 6-ой до 18-ой секунды в верхней части основного поля табло процессов отображается надпись «Идет измерение».

На третьей стадии цикла она сменяется надписью «Идет продувка». Нагрев накопительного сорбента прекращается, сигнальный светодиод на лицевой панели УВН-1А гаснет, а прокачка воздуха через газовый тракт продолжается до окончания стадии. В основном поле табло индицируется отсчет времени с 1-ой до 6-ой секунды.

По окончании последней стадии цикла измерения снять показание прибора.

В основном информационном поле табло появляется слово «Результат», а правее – размерность «нг в пробе». Строкой ниже отображается численное значение (показание прибора).

Одновременно в нижнем дополнительном информационном поле воспроизводятся результаты трех последних измерений

5.3.1.3. Повторить операции по п.п. 5.3.1.1–5.3.1.2 несколько раз до получения стабильных (с учетом погрешности) результатов, желательно в интервале 0,00 – 0,07 нг.

5.3.1.4. В качестве результата холостого опыта (N_0 , нг) принять последнее из полученных значений.

5.3.1.5. В том случае, если длительное время проводились анализы проб с высоким содержанием ртути, может возникнуть устойчивая «зартученность» газового тракта приставки УВН-1А и, как следствие, стабильно высокий уровень фоновых значений (N_0).

5.3.1.6. Для снижения численного значения величины фона можно использовать опцию «Настройки/УВН/Смещение».

На дисплее появляется табло установки численных значений. В левом дополнительном информационном поле отображается надпись «Смещение», а в основном поле три разряда, в которые с помощью кнопок клавиатуры «↑», «↓» и «Ф» следует записать

найденное численное значение N_0 , выраженное в пг ($пг = 10^{-3} нг$). Нажав кнопку ввода «↵», установить величину смещения. Повторить операции по п.п. 5.3.1.1–5.3.1.2.

По мере очистки или дальнейшего загрязнения газового тракта величину смещения следует корректировать, доводя фоновые показания до рекомендованных значений.

5.3.2. Определение содержания ртути в пробе.

5.3.2.1. Поместить в лодочку навеску анализируемого вещества, взятую с точностью до 0,00005 г. Провести последовательно тот же цикл операций, что и с пустой лодочкой (п.п. 5.3.1.1 – 5.3.1.2).

5.3.2.2. Результат единичного измерения C_i [мг/кг = нг/мг] рассчитать по формуле:

$$C_i = \frac{K_0(N_i - N_0)}{m_i},$$

где N_i – показание прибора при анализе пробы, нг;

N_0 – показание прибора в холостом опыте, нг;

m_i – масса анализируемой пробы, мг;

K_0 – градуировочный коэффициент (если величина K_0 занесена в память прибора, то умножение на коэффициент производится автоматически).

5.3.2.3. Повторить операции по п.п. 5.3.1 – 5.3.2 еще 2 раза и вычислить среднее арифметическое результатов измерения при анализе пробы $C_{ср}$ [мг/кг].

ПРИМЕЧАНИЕ. Проведение измерений содержания ртути в твердых негорючих материалах может проводиться с использованием компьютерной программы «УКР-Аналитика». Подсоединение компьютера осуществляется через специальный разъем на лицевой панели блока анализа и индикации с помощью кабеля RS-232. При работе с программой дисплей анализатора автоматически отключается.

6. МАРКИРОВКА, УПАКОВКА, ПЕРЕВОЗКА, ТЕХНИЧЕСКОЕ ОБСЛУЖИВАНИЕ

6.1. Маркировка

Маркировка комплекса производится в соответствии с НТД предприятия-изготовителя.

На лицевой панели блока анализа и индикации изображается товарный знак предприятия-изготовителя, тип изделия, а также знак Государственного Реестра по ГОСТ 8.383-80. На левой боковой стороне корпуса блока анализа и индикации, а также на обратной стороне опорного штатива аналитического блока ПАР-3М и задней панели УВН-1А укрепляются таблички, на которых обозначены товарный знак предприятия-изготовителя, тип изделия, порядковый номер изделия и год выпуска.

6.2. Упаковка

Упаковка блока анализа и индикации, аналитического блока ПАР-3М производится в транспортировочные футляры, устройства возгонки и накопления УВН-1А – в картонную коробку. В качестве транспортной тары при отправке продукции используются картонные коробки.

Маркировка транспортной тары должна производиться в соответствии с требованиями на тару и содержать манипуляционные знаки: «Осторожно, хрупкое», «Боится сырости», «Верх, не кантовать».

Масса «Брутто» упаковки не должна превышать 20 кг.

6.3. Транспортировка

Комплекс транспортируется всеми видами транспорта в крытых транспортных средствах.

Во время погрузочно-разгрузочных работ и транспортирования комплекс в упаковке не должен подвергаться резким ударам и воздействию атмосферных осадков. Требования к хранению относятся к складским помещениям поставщика и потребителя.

Воздух помещений для хранения не должен содержать пыли, влаги и агрессивных примесей, вызывающих коррозию.

В условиях складирования комплекс должен храниться на стеллажах или подкладках при температуре окружающего воздуха от 0 °С до +40 °С и влажности не более 80%.

6.4. Техническое обслуживание

Техническое обслуживание комплекса включает в себя

- ежедневный осмотр;
- ежемесячное профилактическое обслуживание;
- ежегодное техническое обслуживание, комплексную настройку.

Ежедневный осмотр комплекса включает в себя

- чистку от пыли и грязи наружных частей;
- проверку и, при необходимости, ремонт соединительных шлангов и кабелей;
- проверку и, при необходимости, замену фильтров во входных штуцерах блока анализа и индикации, и тканевых прокладок в ртутепоглотительных фильтрах (необходимость замены последних устанавливается по появлению желтого окрашивания защитного тканевого фильтра);
- зарядку аккумуляторного блока питания.

Ежемесячное профилактическое обслуживание комплекса включает в себя

- промывку реакционной ячейки ПАР-3М горячей водой, раствором азотной кислоты (1:1) или хромовой смесью, затем водой;
- промывку камеры электропечи УВН-1А спиртом.

Ежедневное и ежемесячное профилактическое обслуживание комплекса осуществляется персоналом, непосредственно занятым его эксплуатацией.

7. ВОЗМОЖНЫЕ НЕИСПРАВНОСТИ И СПОСОБЫ ИХ УСТРАНЕНИЯ

Возможные отклонения от нормальной работы комплекса перечислены в таблице 4.

Таблица 4.

Наименование неисправностей	Вероятная причина	Способ устранения
Анализатор не включается	Разряжен аккумулятор.	Зарядить аккумулятор.
	Неисправность анализатора.	Обратиться на предприятие-изготовитель.
Анализатор не проходит автотестирование.	Неисправность питания.	Зарядить аккумулятор. Исправить $K_{питания}$.
	Нет стабилизации прокачки.	Снять заглушку с входного штуцера. Заменить фильтры во входных штуцерах. Исправить коэффициент прокачки (опция «Прокачка» в меню «Настройки»).

	Ожидание поджига лампы.	Дождаться зажигания лампы (не более 5 минут при температуре окружающего воздуха не ниже +18 °С).
Анализатор отключился во время работы.	Аккумулятор разрядился ниже допустимого уровня.	Зарядить аккумулятор.
Отсутствует барботаж в ячейке ПАР-3М.	Нарушена герметичность газовых трактов ПАР-3М.	Проверить прочность соединений и целостность стеклянных деталей.

АВТОТЕСТИРОВАНИЕ

После включения тумблера «ВКЛ» блока анализа и индикации стартует процесс автотестирования. На дисплей выводится информация о ходе тестирования. Если тест пройден успешно, то после фирменной заставки и индикации номера версии программы прибор выходит в главное меню.

При выявлении неисправности возможны следующие ситуации:

- остановка тестирования с выводом на дисплей кода неисправности (в нижней части экрана);
- автоматическое аварийное отключение питания прибора после индикации ошибки, если этого требует характер неисправности;
- остановка тестирования с возможностью выхода в главное меню (при нажатии кнопки ввода «←») и блокировкой кнопки «ПУСК»;
- прибор не включается, если напряжение питания ниже 11 В.

Процесс автотестирования включает следующие этапы:

- тест сорбента;
- тест питания;
- тест АЦП;
- тест прокачки;
- зажигание лампы.

Если не загорается лампа, попытки ее зажигания будут повторяться.

Возможные коды ошибок:

- 0.1 – не включается отжиг сорбента;
- 0.2 – не выключается отжиг сорбента, в этом случае питание прибора автоматически отключается;
- 1.0 – неисправность питания;
- 2.0 – неисправность АЦП;
- 3.1 – ошибка при тестировании опорной цепи компрессора;
- 3.2 – не удалось стабилизировать прокачку.

Ошибки 1.0 и 3.2 могут быть вызваны заданием неверных значений соответствующих коэффициентов. Для устранения неисправности достаточно после остановки теста войти в меню настроек и исправить коэффициенты. После этого необходимо выключить и снова включить прибор.

ВНИМАНИЕ! Фирма-производитель оставляет за собой право изменять и дополнять порядок тестирования и коды неисправностей в процессе дальнейшего совершенствования прибора.

ПОРЯДОК ПРОВЕДЕНИЯ ГРАДУИРОВКИ КОМПЛЕКСА В РЕЖИМЕ «ПАР»

Для проведения градуировки в режиме «ПАР» используется СО состава водного раствора ионов ртути ($C_1=1$ мг/см³). Разбавлением раствора СО готовится исходный раствор СО ($C_2=25$ мкг/см³), из которого готовится вспомогательный раствор СО ($C_3=0,1$ мкг/см³). Исходный раствор СО ($C_2=25$ мкг/см³) консервируется раствором разбавления №1. Гарантийный срок хранения исходного раствора 6 месяцев со дня приготовления. Вспомогательный раствор СО ($C_3=0,1$ мкг/см³) готовится в день градуировки.

Рабочие градуировочные растворы (C_4 , C_5 и C_6) готовятся из вспомогательного раствора СО в день градуировки. В 1 см³ рабочих градуировочных растворов C_4 , C_5 и C_6 содержится соответственно 10, 5 и 1 нг ртути. Вспомогательный раствор СО и рабочие градуировочные растворы готовятся с использованием раствора разбавления №2.

В качестве восстановительного реагента для восстановления ионов ртути в атомарное состояние используется 1 % раствор борогидрида натрия в 5 % растворе едкого натра.

1. Подготовка посуды

Вымыть посуду горячей водой, раствором азотной кислоты (1:1) или хромовой смесью. Ополоснуть дистиллированной водой.

2. Приготовление растворов реагентов

2.1 Приготовление раствора восстановительного реагента.

В мерный стакан поместить навеску 5 г едкого натра и растворить в небольшом количестве воды. В полученный раствор добавить $1\pm 0,05$ г борогидрида натрия (1 таблетку). После полного растворения довести раствор водой до метки 100 см³. Хранить раствор необходимо в склянке с притертой пробкой. При хранении более 5 дней склянку рекомендуется поместить в холодильник (срок хранения раствора при +5⁰С не более 30 дней). Не допускается растворение таблетки борогидрида натрия в воде! Использование гидроксида калия не рекомендуется из-за возможного содержания в нем ртути.

2.2. Приготовление раствора разбавления №1.

В мерную колбу или стакан вместимостью 200 см³ внести около 100 см³ дистиллированной воды. Отмерить пипеткой 10 см³ концентрированной азотной кислоты (осч или хч $d=1,41$ г/см³) и влить азотную кислоту в воду. Затем так же с помощью пипетки добавить к полученному раствору 1 см³ 4%-ного водного раствора бихромата калия. Довести объем до метки 200 см³ дистиллированной водой, перемешать.

2.3. Приготовление раствора разбавления №2.

В мерную колбу или стакан вместимостью 2000 см³ внести около 200 см³ дистиллированной воды, с помощью пипетки добавить 0,5 см³ 4%-ного водного раствора бихромата калия и 0,5 см³ концентрированной серной кислоты (хч или чда). Довести объем до метки 2000 см³ дистиллированной водой, перемешать.

2.4. Приготовление исходного раствора СО с содержанием ртути $C_2=25$ мкг/см³.

Вскрыть ампулу СО состава водного раствора ионов ртути ($C_1=1$ мг/см³). Поместить в мерную колбу вместимостью 100 см³ около 30 см³ **раствора разбавления №1** и 2,5 см³ раствора C_1 . Довести до метки **раствором разбавления №1** при температуре $(20\pm 1)^\circ\text{C}$. Тщательно перемешать. В 1 см³ этого раствора содержится 25 мкг ртути. Раствор может храниться в течение 6 месяцев.

2.5. Приготовление вспомогательного раствора СО с содержанием ртути $C_3=0,1$ мкг/см³.

Поместить в мерную колбу вместимостью 250 см³ около 50 см³ **раствора разбавления №2** и 1 см³ раствора $C_2=25$ мкг/см³. Довести до метки **раствором**

разбавления №2 при температуре $(20\pm 1)^\circ\text{C}$. Тщательно перемешать. В 1 см^3 этого раствора содержится $0,1\text{ мкг}$ ртути ($100,0\text{ нг}$).

2.6. Приготовление рабочего градуировочного раствора с содержанием ртути $C_4=0,01\text{ мкг/см}^3$.

Поместить в мерную колбу вместимостью 50 см^3 около 20 см^3 раствора разбавления №2 и 5 см^3 вспомогательного раствора СО $C_3=0,1\text{ мкг/см}^3$. Довести до метки раствором разбавления №2 при температуре $(20\pm 1)^\circ\text{C}$. Тщательно перемешать. В 1 см^3 этого раствора содержится $0,01\text{ мкг}$ ртути ($10,0\text{ нг}$).

2.7. Приготовление рабочего градуировочного раствора с содержанием ртути $C_5=0,005\text{ мкг/см}^3$.

Поместить в мерную колбу вместимостью 100 см^3 около 30 см^3 раствора разбавления №2 и 5 см^3 вспомогательного раствора СО $C_3=0,1\text{ мкг/см}^3$. Довести до метки раствором разбавления №2 при температуре $(20\pm 1)^\circ\text{C}$. Тщательно перемешать. В 1 см^3 этого раствора содержится $0,005\text{ мкг}$ ртути ($5,0\text{ нг}$).

2.8. Приготовление рабочего градуировочного раствора с содержанием ртути $C_6=0,001\text{ мкг/см}^3$.

Поместить в мерную колбу вместимостью 200 см^3 около 50 см^3 раствора разбавления №2 и 2 см^3 вспомогательного раствора СО $C_3=0,1\text{ мкг/см}^3$. Довести до метки раствором разбавления №2 при температуре $(20\pm 1)^\circ\text{C}$. Тщательно перемешать. В 1 см^3 этого раствора содержится $0,001\text{ мкг}$ ртути ($1,0\text{ нг}$).

2.10. Растворы с концентрациями $C_3 - C_6$ хранению не подлежат, их готовят непосредственно в день градуировки.

Диапазон концентраций градуировочных растворов должен соответствовать диапазону концентраций рабочих проб. Соответственно, приведенный выше *типовой перечень концентраций рабочих градуировочных растворов может быть изменен пользователем*, в зависимости от конкретных задач, стоящих перед ним.

3. Проведение градуировки

Градуировка проводится пользователем в ходе эксплуатации. Ниже приведена методика градуировки по растворам с содержанием ртути $1,0, 5,0$ и $10,0\text{ нг/см}^3$ при объеме пробы 2 см^3 . *Пользователем могут быть выбраны другие концентрации рабочих градуировочных растворов и объем аликвоты.*

3.1. Подготовить комплекс к работе по п. 4.2. В меню режимов измерения выбрать и установить режим «ПАР».

3.2. Выбрать пункт Меню «Настройки/ПАР/Наклон».

На дисплее появляется табло установки численных значений. В левом дополнительном информационном поле отображается надпись «Наклон», а в основном поле три разряда, в которые с помощью кнопок клавиатуры «↑», «↓» и «Ф» набирается значение $1,00$. Нажатием кнопки «←» градуировочный коэффициент вводится в память прибора.

3.3. Выбрать пункт Меню «Настройки/ПАР/Смещение».

На дисплее появляется табло установки численных значений. В левом дополнительном информационном поле отображается надпись «Смещение», а в основном поле три разряда, в которые с помощью кнопок клавиатуры «↑», «↓» и «Ф» набирается значение смещение равное $0 +000$. Нажатием кнопки «←» нулевое смещение вводится в память прибора.

3.4. Проверка начальных показаний прибора.

Установить пустую ячейку в рабочее положение и нажать кнопку «ПУСК». По окончании измерительного цикла снять показания с табло результатов. Если полученные показания находятся в пределах $(-0,15)\div(+0,15)\text{ нг}$ измерения можно продолжить. Если показания выходят за установленные пределы, необходимо увеличить время прогрева и вновь произвести контроль.

3.5. Контроль раствора восстановителя.

Снять реакционную ячейку и ввести в нее 2 см³ раствора восстановителя. Установить ячейку в рабочее положение и нажать кнопку «ПУСК». По окончании измерительного цикла снять показания с табло результатов. Если полученные показания находятся в пределах (-0,15)÷(+0,15) нг измерения можно продолжить. Если результат выходит за установленные пределы, повторно нажать кнопку «ПУСК» и вновь снять показания. В случае если нормальные начальные показания устанавливаются только со второго раза, предварительную продувку и контроль раствора восстановителя следует проводить перед каждым измерением. Как правило, отклонения в первом цикле измерения наблюдаются на свежеприготовленном растворе восстановителя или после его хранения в холодильнике и нормализуются через 30-60 минут нахождения раствора при комнатной температуре и снятой пробке.

3.6. Контроль содержание ртути в пробе раствора разбавления №2.

После установления нормальных начальных показаний и продувки раствора восстановителя, не снимая реакционной ячейки с раствором восстановителя, после остановки прокачки отобрать пипеткой 2 см³ раствора разбавления №2, ввести в реактор через барботер и нажать кнопку «ПУСК». По окончании измерения снять показания с табло анализатора N₀.

3.7. Снять реакционную ячейку и слить раствор из ячейки в сосуд для слива отработанных проб. Промыть ячейку и барботер дистиллированной водой.

3.8. Повторить измерения по п.п. 3.5 – 3.7 несколько раз и вычислить среднее значение N₀, ср. При достаточно прогревом приборе и качественных реактивах среднее значение N₀, ср не должно быть больше 0,3 нг. Если величины N₀ колеблются в пределах (-0,15)÷(+0,15) нг, величина N₀, ср принимается равной 0 и в дальнейших расчетах не используется.

3.9. Определить содержание ртути в пробах рабочих градуировочных растворов.

Ввести в реакционную ячейку блока аналитического ПАР-3М 2 см³ раствора восстановителя и установить ячейку в штатив. В случае необходимости провести дополнительный контроль раствора восстановителя по п. 3.5. Нажать кнопку «ПУСК». После окончания цикла продувки ввести 2 см³ пробы в реакционную ячейку. Нажать кнопку «ПУСК». По окончании измерения снять показания N_i [нг] с индикаторного табло.

3.10. Снять реакционную ячейку и слить раствор из ячейки в сосуд для слива отработанных проб. Промыть ячейку и барботер дистиллированной водой.

3.11. Провести измерения по п.п. 3.9 –3.10 для градуировочных растворов С6-С5-С4 в трехкратной повторности для каждого раствора.

3.12. Вычислить значение градуировочного коэффициента K₀ по формуле:

$$K_0 = \frac{\sum(N_i) \cdot M_i}{\sum N_i^2},$$

где M_i – заданное содержание ртути в 2 см³ градуировочного раствора, нг.

3.13. Выбрать пункт Меню «Настройки/ПАР/Наклон».

На дисплее появляется табло установки численных значений. В левом дополнительном информационном поле отображается надпись «Наклон», а в основном поле три разряда, в которые с помощью кнопок клавиатуры «↑», «↓» и «Ф» набрать найденное численное значение K₀. Нажатием кнопки «←» градуировочный коэффициент вносится в память прибора.

3.14. Пример выполнения.

3.14.1. Собираем прибор согласно п.4.2. Заполняем ловушку гранулированным гидроксидом натрия, включаем охлаждение, включаем питание прибора, устанавливаем градуировочный коэффициент равным 1,00, смещение равным 000. Нажимаем кнопку «Пуск» - первое полученное значение -0,25. Даем прибору прогреться 5 минут, вновь нажимаем «Пуск» - полученное значение -0,012. Еще через 5 минут последовательно

нажимая «Пуск» получаем значения $-0,005$, $+0,002$, $+0,008$, $-0,009$. Результат отличный - существенно ниже допустимых значений.

3.14.2. Снимаем ячейку и вводим в нее 2 см^3 раствора восстановителя. Устанавливаем ячейку и нажимаем «Пуск». Полученное значение « $-0,118$ » находится в пределах допустимого, но мы решаем еще раз продуть раствор восстановителя в ячейке и повторно нажимаем кнопку «Пуск» - результат - « $-0,008$ ». Принимаем решение дополнительно продуть раствор восстановителя перед последующими измерениями.

3.14.3. Нажимаем кнопку «Пуск». По окончании цикла продувки отбираем пипеткой 2 см^3 раствора разбавления №2 вводим пробу в барботер и нажимаем «Пуск». Полученный результат « $0,018$ ».

Сливаем раствор из реактора и повторяем цикл измерения. Продувка раствора восстановителя – « $-0,033$ », раствор разбавления - « $-0,008$ ».

Все полученные значения существенно ниже допустимых пределов, раствор восстановителя стабилизировался после хранения, можно приступать к работе с рабочими растворами без дополнительной продувки раствора восстановителя. Содержание ртути в растворе разбавления принимаем равным нулю.

3.14.4. Начинаем градуировку с раствора С6. Вводим в реактор раствор восстановителя и нажимаем кнопку «Пуск». После прекращения продувки отбираем пипеткой 2 см^3 раствора С6 вводим раствор в барботер. Нажимаем «Пуск». Полученный результат « $1,91$ ». Повторяем измерения еще два раза. Полученные результаты « $1,88$ » и « $1,92$ ».

Аналогично проводим измерения с растворами С5 и С4. Получаем, соответственно, для С5: « $9,56$ », « $9,75$ », « $9,63$ » и для С4: « $18,9$ », « $19,5$ », « $19,1$ ».

3.14.5. Вносим полученные результаты в таблицу:

M_i	N_i	$N_i M_i$	N_i^2
2,0	1,91	3,82	3,65
2,0	1,88	3,76	3,53
2,0	1,92	3,84	3,69
10,0	9,56	95,6	91,39
10,0	9,75	97,5	95,06
10,0	9,63	96,3	92,74
20,0	18,9	378	357,21
20,0	19,5	390	380,25
20,0	19,1	382	364,81
		1450,82	1392,33

и рассчитываем градуировочный коэффициент $K_0 = 1450,82/1392,33 = 1,042$, заносим коэффициент $1,04$ в память прибора.

ПРИМЕЧАНИЕ 2. Градуировка комплекса может проводиться с использованием компьютерной программы «УКР-Аналитика». Подсоединение компьютера осуществляется через специальный разъем на лицевой панели блока анализа и индикации с помощью кабеля RS-232.

4. Утилизация растворов, содержащих ртуть

Ввиду высокой токсичности ртути и ее соединений использованные стандартные растворы следует обезвреживать. С этой целью растворы необходимо сливать в специальный сосуд вместимостью 3 дм^3 , содержащий 250 см^3 подкисленного 5%-ного раствора KMnO_4 . В этот сосуд после его наполнения добавить 10%-ный раствор Na_2SO_3 в 20%-ном растворе NaOH до исчезновения малиновой окраски и прекращения выпадения осадка. Осадок отделить декантацией и собрать в стеклянную банку, которую после наполнения следует

подвергнуть захоронению в специально отведенном месте для токсичных отходов или сдать на специализированное предприятие по переработке ртутисодержащих отходов.

ПРИЛОЖЕНИЕ 3

ПОРЯДОК ПРОВЕДЕНИЯ ГРАДУИРОВКИ КОМПЛЕКСА В РЕЖИМЕ «УВН»

Градуировка комплекса УКР-1МЦ осуществляется с использованием ГСО состава почв.

1. Подготовить комплекс к работе по п.п. 5.2.1–5.2.7.
2. Повести операции по п.п. 5.3.1–5.3.5 с использованием навесок не менее чем двух типов ГСО, выбирая величину навесок таким образом, чтобы содержание ртути в них составляло около 1, 5 и 10 нг в пробе.
3. Массу ртути M_i [нг] в единичной анализируемой навеске ГСО рассчитать по формуле:

$$M_i = C_i \cdot m_i,$$

где C_i – концентрация ртути в образце ГСО, нг/мг;

m_i – масса навески ГСО, мг.

4. Полученные экспериментальные данные обработать по методу наименьших квадратов, вычислить среднее значение коэффициента градуировочной характеристики по формуле:

$$K_o = \frac{\sum(N_i - N_o) \cdot M_i}{\sum(N_i - N_o)^2},$$

где N_i – показание прибора при анализе единичной навески ГСО, нг;

N_o – показание прибора в соответствующем холостом опыте, нг;

M_i – масса ртути в единичной анализируемой навеске ГСО, нг.

5. Выбрать пункт Меню «Настройки/УВН/Наклон».

На дисплее появляется табло установки численных значений. В левом дополнительном информационном поле отображается надпись «Наклон», а в основном поле три разряда, в которые с помощью кнопок клавиатуры «↑», «↓» и «Φ» следует записать найденное численное значение K_o . Нажав кнопку «←», ввести градуировочный коэффициент в память прибора.

ПРИМЕЧАНИЕ 1. Если в память прибора ранее уже был внесен градуировочный коэффициент, то новый вводится с учетом имеющегося, как результат умножения ранее установленного коэффициента на рассчитанный по результатам градуировки.

ПРИМЕЧАНИЕ 2. Градуировка комплекса может проводиться с использованием компьютерной программы «УКР-Аналитика». Подсоединение компьютера осуществляется через специальный разъем на лицевой панели блока анализа и индикации с помощью кабеля RS-232. При работе с программой дисплей анализатора автоматически отключается.