

КОМПЛЕКС УНИВЕРСАЛЬНЫЙ РТУТЕМЕТРИЧЕСКИЙ УКР-1МЦ

**Проведение измерений
(Практическое руководство, быстрый старт)**



г. Москва

МЕТОДЫ ИЗМЕРЕНИЙ И ТЕХНИЧЕСКИЕ ВОЗМОЖНОСТИ	4
ИЗМЕРЕНИЯ КОНЦЕНТРАЦИИ ПАРОВ РТУТИ В ВОЗДУХЕ И ПРИРОДНОМ ГАЗЕ С ПРЕДВАРИТЕЛЬНЫМ НАКОПЛЕНИЕМ РТУТИ НА ОБРАТИМОМ КОЛЛЕКТОРЕ	5
ИЗМЕРЕНИЯ КОНЦЕНТРАЦИИ ПАРОВ РТУТИ В ВОЗДУХЕ БЕЗ НАКОПЛЕНИЯ, ПОИСК ИСТОЧНИКОВ ПАРОВ РТУТИ.....	6
ИЗМЕРЕНИЯ КОНЦЕНТРАЦИИ РТУТИ В ВОДЕ И ВОДНЫХ РАСТВОРАХ.....	7
ИЗМЕРЕНИЯ ВАЛОВОГО СОДЕРЖАНИЯ РТУТИ В ПОЧВАХ И ДР. ТВЕРДЫХ МИНЕРАЛЬНЫХ ОБЪЕКТАХ.....	8
ИСТОЧНИКИ ПИТАНИЯ	8
ЭКСПЛУАТАЦИОННЫЕ ОГРАНИЧЕНИЯ.....	9
ПОДДЕРЖКА GSM / GPRS.....	10
ПРОГРАММНОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ	10
УПРАВЛЕНИЕ. ИНДИКАЦИЯ И ВЫВОД РЕЗУЛЬТАТОВ	11
ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОНЦЕНТРАЦИИ ПАРОВ РТУТИ В ВОЗДУХЕ И ПРИРОДНОМ ГАЗЕ (РЕЖИМЫ «ВОЗДУХ», «АВТОМАТ», «МОНИТОР», «ГАЗ», «ПОИСК»).....	12
ПОДГОТОВКА АНАЛИЗАТОРА К ПРОВЕДЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ	13
<i>Загрязненность измерительного тракта анализатора ртутью</i>	<i>15</i>
ПРОВЕДЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ В РЕЖИМЕ «ВОЗДУХ»	16
ПРОВЕДЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ В РЕЖИМЕ «АВТОМАТ»	17
ПРОВЕДЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ В РЕЖИМЕ «МОНИТОР»	18
ПРОВЕДЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ В РЕЖИМЕ «ГАЗ»	18
ПРОВЕДЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ И ПОИСК СКРЫТЫХ ИСТОЧНИКОВ ПАРОВ РТУТИ В РЕЖИМЕ «ПОИСК»	19
ДОПОЛНИТЕЛЬНОЕ ОБСЛУЖИВАНИЕ ПРИБОРА ПОСЛЕ РАБОТЫ В ЗОНАХ АВАРИЙНОГО ЗАГРЯЗНЕНИЯ ..	21
ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ РТУТИ В ВОДЕ И ВОДНЫХ РАСТВОРАХ. РЕЖИМ «ПАР»	22
РАСТВОРЫ И РЕАГЕНТЫ.....	22
ДОПОЛНИТЕЛЬНОЕ ОБОРУДОВАНИЕ НЕ ВХОДЯЩЕЕ В КОМПЛЕКТ ПОСТАВКИ И ТРЕБОВАНИЯ К НЕМУ ..	23
ПОДГОТОВКА АНАЛИЗАТОРА К ПРОВЕДЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ	24
ПОДГОТОВКА ПРОБ ВОДЫ ДЛЯ АНАЛИЗА И КАЛИБРОВКИ В ДИАПАЗОНЕ 0,001 – 0,01 МГ/Л	25
ПОДГОТОВКА ПРОБ ВОДЫ ДЛЯ АНАЛИЗА И КАЛИБРОВКИ В ДИАПАЗОНЕ 0,00001 – 0,001 МГ/Л	27
ПРОВЕДЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ	28
ПРОВЕДЕНИЕ КАЛИБРОВКИ	28
<i>Рекомендованные повторности анализа, объемы добавок и получаемые массы ртути в градуировочном растворе для объема аликвоты 2 см³.....</i>	<i>29</i>
<i>Рекомендованные повторности анализа, объемы добавок и получаемые массы ртути в пробах для объема аликвоты 5 см³.....</i>	<i>29</i>
<i>Рекомендованные повторности анализа, объемы добавок и получаемые массы ртути в пробах для объема аликвоты 10 см³.....</i>	<i>30</i>
ВЫЧИСЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ.....	30
ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ РТУТИ В ПОЧВАХ И ТВЕРДЫХ МИНЕРАЛЬНЫХ ОБРАЗЦАХ. РЕЖИМ «УВН»	31
ПОДГОТОВКА К ПРОВЕДЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ.....	31
ПРОВЕДЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ	33
ПРОВЕДЕНИЕ КАЛИБРОВКИ	34
ПРИЛОЖЕНИЕ 1. ДЕРЕВО МЕНЮ АНАЛИЗАТОРА.....	35
ПРИЛОЖЕНИЕ 2. ПОРЯДОК ПРИГОТОВЛЕНИЯ РАСТВОРОВ.....	38
РАСТВОРЫ ДЛЯ МИНЕРАЛИЗАЦИИ	38
<i>Раствор перманганата калия.....</i>	<i>38</i>

<i>Раствор гидроксиламина соляно-кислого</i>	38
<i>Сернокислый бромный раствор (бромный раствор)</i>	38
РАСТВОРЫ ВОССТАНОВИТЕЛЯ.....	38
<i>1% раствор борогидрида натрия</i>	38
<i>2% раствор борогидрида натрия</i>	39
КАЛИБРОВОЧНЫЕ РАСТВОРЫ	39
<i>Раствор разбавления №1</i>	39
<i>Раствор разбавления №2</i>	40
<i>Калибровочный раствор с содержанием ртути $C_2 = 25 \text{ мкг/см}^3$</i>	40
<i>Калибровочный раствор с содержанием ртути $C_3 = 0,1 \text{ мкг/см}^3$</i>	40
<i>Калибровочный раствор с содержанием ртути $C_4 = 0,025 \text{ мкг/см}^3$</i>	40

Методы измерений и технические возможности

Универсальный ртутеметрический комплекс УКР-1МЦ (далее комплекс) состоит из трех блоков: переносного газоанализатора на пары ртути (далее анализатор, прибор) и двух стационарных лабораторных приставок, предназначенных для определения валового содержания ртути в жидких и твердых средах.

Действие анализатора основано на методе беспламенной атомно-абсорбционной спектроскопии. Источником излучения служит безэлектродная ртутная лампа. В качестве фотоприемников 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 реализовать два метода измерений.

Первый метод - измерения с предварительным накоплением ртути на обратимом коллекторе. В качестве коллектора ртути служит амальгамный биспиральный сорбент (золотая нить намотанная на нихромовую спираль). Данный метод измерений используется для количественного определения содержания паров ртути в воздухе и природном газе. Для этого предназначены режимы измерений: «Воздух», «Газ», «Автомат», «Монитор».

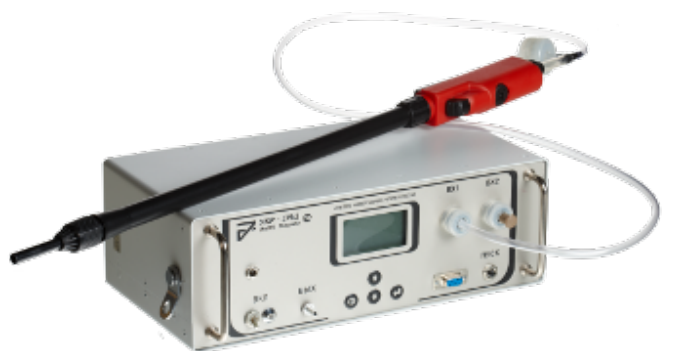
Второй метод – непрерывные измерения без накопления. Режимы измерений без накопления используются для быстрой оценки содержания паров ртути в воздухе и поиска скрытых источников паров ртути – режим «Поиск», а также для определения содержания ртути в жидких (режим «ПАР») и твердых образцах (режим «УВН»). В последнем случае для перевода ртути в газовую фазу используются вспомогательные блоки: приставка ПАР-3М и устройство УВН-1А, соответственно.

Измерения концентрации паров ртути в воздухе и природном газе с предварительным накоплением ртути на обратимом коллекторе

Во всех режимах использующих предварительное накопление «Воздух», «Автомат», «Монитор», «Газ» проба воздуха или природного газа (ПГ) заданного объема прокачивается через коллектор, на котором происходит обратимое поглощение паров ртути. Затем адсорбированная ртуть в результате нагрева коллектора десорбируется и в виде компактной пробы потоком воздуха или «0»-газа (режим «Газ») подается в измерительную кювету, где и происходит измерение концентрации. Варьирование объема пробы позволяет обеспечить диапазон измерений паров ртути в воздухе от 10 нг/м^3 до 50000 нг/м^3 . Дополнительное использование в режиме «Газ» «0»-газа позволяет снизить предел определения ртути в ПГ до 1 нг/м^3 . Диапазон измерений от 1 нг/м^3 до 50000 нг/м^3 .

Метод измерения концентрации паров ртути с предварительным накоплением ртути на обратимом коллекторе является прямым методом определения базирующемся на установленных при производстве параметрах оптического измерительного тракта и обратимого коллектора. Дополнительная калибровка прибора не требуется. Параметры оптического тракта и коллектора подлежат ежегодной проверке при проведении технического обслуживания на предприятии изготовителе или в специализированном сервисном центре.

Измерения концентрации паров ртути в воздухе без накопления, поиск источников паров ртути



При измерении концентрации паров ртути в воздухе без накопления в режиме «Поиск» исследуемый воздух непрерывно подается в измерительную кювету анализатора минуя коллектор. Измерения оптического поглощения проводятся с частотой 1 сек, относительно предустановленного «нулевого» уровня. Диапазон измерений в режиме «Поиск» от 1000 нг/м³ до 500000 нг/м³. Для исключения влияния дрейфа «нуля» на результат измерений периодически в процессе работы необходимо проводить корректировку «нуля».

Поиск скрытых и невидимых источников осуществляется с помощью поискового щупа. Отбор проб воздуха осуществляется непрерывно на расстоянии 1-2 см от обследуемой поверхности. Рекомендуемая скорость перемещения щупа относительно обследуемой поверхности от 2 до 5 м/мин.

Измерения без коллектора более чувствительны к мешающему воздействию паров воды, паров ароматических растворителей и других веществ присутствующих в воздухе. При работе в условиях высокой влажности рекомендуется устанавливать на вход анализатора фильтр с активированной окисью алюминия.

Режим «Поиск» базируется на установленных при производстве параметрах оптического измерительного тракта и не требует дополнительной калибровки. Подлежит ежегодной проверке при проведении технического обслуживания анализатора.

Измерения концентрации ртути в воде и водных растворах



В водных объектах ртуть может находиться в различных формах, в том числе: в виде солей одно и двух валентных ионов, комплексных соединений с неорганическими и органическими лигандами, разнообразных металлоорганических соединений, коллоидных форм металлической ртути и плохо растворимых солей. Реализованный в приборе метод атомной абсорбции «холодного пара» предусматривает перевод всех этих форм ртути в неорганические соединения путём окислительной минерализации проб, их последующее химическое восстановление до атомарного состояния и перенос атомарного пара ртути в измерительную кювету.

Процесс восстановления и перенос атомарных паров ртути в газовую фазу проводится с помощью приставки ПАР-3М. Приставка соединяется с входным штуцером прибора, формируя единый газо-воздушный тракт.

Анализатор позволяет проводить определение валового содержания ртути в воде и водных растворах, минерализатах пищевых продуктов и биоматериалов методом «холодного пара» в диапазоне 0,00001– 0,025 мг/дм³.

Управление измерительным процессом осуществляется с помощью ПК в программе «УКР-1МЦ аналитика», с формированием журнала измерений, хранением результатов измерений и калибровок в памяти ПК.

Метод атомной адсорбции «холодного пара» (режим «ПАР») реализованный в анализаторе является косвенным методом определения и требует проведения калибровки. Калибровка производится по стандартным образцам водных растворов ионов ртути Hg²⁺. Анализатор поставляется с загруженной в память калибровкой, полученной при тестировании на предприятии изготовителе.

Измерения валового содержания ртути в почвах и других твердых минеральных объектах

Определение валового содержания ртути в почвах и др. твердых минеральных объектах проводится с помощью устройства УВН-1А. Устройство УВН-1А снабжено нагревательной спиралью для нагрева образца до 700°C и обратимым амальгамным коллектором для отделения паров ртути от газообразных продуктов пиролиза. Поглощенная на коллекторе ртуть при нагреве коллектора десорбируется в воздушный поток и переносится воздушным потоком из устройства УВН-1А в измерительную кювету анализатора.

Анализатор позволяет проводить определение валового содержания ртути в пробах почв и твердых минеральных веществ в диапазоне 0,02 — 10,0 мг/кг. Масса анализируемой пробы от 2,5 до 50,0 мг.

Управление измерительным процессом осуществляется с помощью ПК в программе «УКР-1МЦ аналитика», с формированием журнала измерений, хранением результатов измерений и калибровок в памяти ПК.

Метод термической возгонки (режим «УВН») является косвенным методом определения и требует проведения калибровки. Калибровка производится по стандартным образцам почв или минеральным ртутьсодержащим порошкам. Анализатор поставляется с загруженной в память калибровкой, полученной при тестировании на предприятии изготовителе.

Источники питания

Анализатор снабжен встроенным литий-ионным аккумулятором. Аккумулятор заряжается от внешнего зарядного устройства 16,8 DC 5A. Полностью заряженный аккумулятор обеспечивает автономную работу прибора более 10 часов в режиме измерения, что эквивалентно более чем 500 измерениям с объемом пробы 1 л без подзарядки.

Система питания прибора обеспечивает:

- возможность подключения к сети переменного тока напряжением 110-230 В, с частотой 50/60 Гц через зарядное устройство;

- автоматическую подзарядку аккумуляторной батареи при работе от сети переменного тока;
- автоматическое выключение прибора при разряде батареи ниже допустимого уровня с сохранением в памяти результатов измерений;
- зарядку аккумуляторной батареи с помощью сетевого зарядного устройства при выключенном приборе.

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.

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.

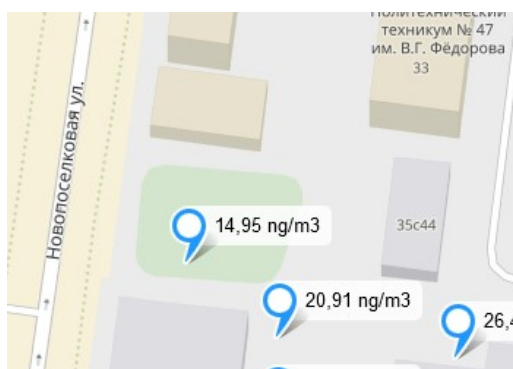
Параметры анализируемого воздуха в точке отбора пробы должны соответствовать условиям:

- концентрация пыли не более 40 мг/м³;
- температура от 10 до 35 °С;
- относительная влажность не более 80% при температуре 35 °С.

Напряжение автономного источника питания не должно опускаться ниже 13,5 В. В случае снижения напряжения ниже указанного уровня происходит автоматическое отключение анализатора с сохранением в памяти прибора результатов последних 500 измерений.

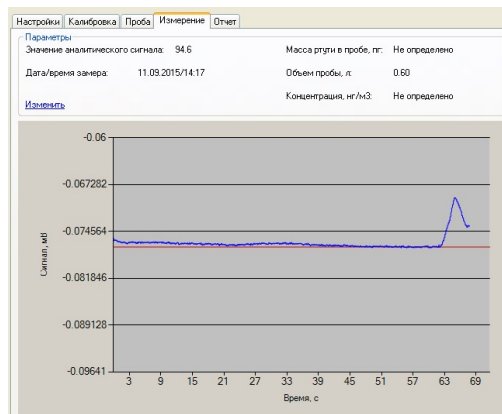
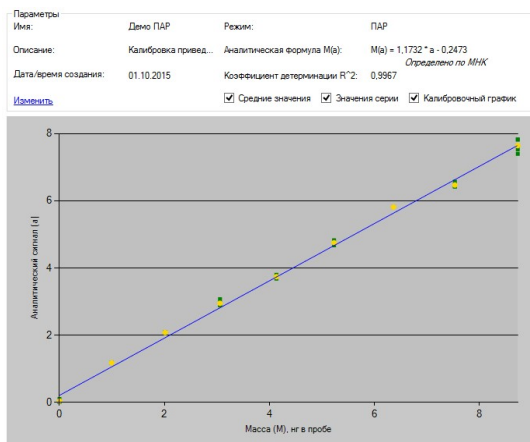
Работы в режимах «Газ», «ПАР», «УВН» проводятся в лаборатории. Помещение должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией.

Поддержка GSM / GPRS



Поддержка GPS / GSM-это дополнительная функция, доступная для заказа, которая позволяет пользователю запускать анализатор и получать результаты вместе с данными Геолокации через SMS и/или хранить эти данные в памяти для дальнейшей обработки.

Программное обеспечение



Анализатор ртути поставлен с программным обеспечением ПК, которое используется для калибровки, контроля и отчетности. Программа может быть свободно скачана с сайта. Ссылки для скачивания наиболее актуальных версий ПО доступны на странице <http://www.econ-hg.ru/products.htm>

Управление. Индикация и вывод результатов

Управление анализатором осуществляется с помощью 4-х кнопочной клавиатуры и отдельной кнопки «ПУСК». Вывод результатов измерений и служебной информации производится на графический монохромный дисплей с подсветкой. Результаты измерений выводятся на основное информационное табло измерений. Сохраненные в памяти прибора результаты выводятся на табло памяти. Служебная информация представлена в виде табло меню и табло настроек.

Кнопки клавиатуры «↑» и «↓» используются для перемещения по меню и изменения значений численных настроек.

Кнопка клавиатуры «←» используется для выхода из табло измерений в табло меню, для перехода в подменю, установки режима измерения и численных настроек.

Кнопка «Φ» используется для перехода на предыдущий (верхний) уровень меню, экстренной остановки измерения.

Кнопка «ПУСК» используется для запуска выбранного режима измерения.

Одновременным нажатием кнопок «Φ» и «ПУСК» запускается режим отжига сорбента.

В приложении 1 показано полное дерево меню анализатора. Некоторые из параметров могут быть скрыты и защищены кодом блокировки во избежание случайного изменения.

Основное информационное табло измерений условно разделено на несколько полей: основное информационное поле и дополнительные поля. Дополнительные информационные поля располагаются по контуру дисплея:

- В верхнем информационном поле всегда указывается установленный режим измерения.
- При работе со встроенным аккумулятором в правом верхнем углу табло индицируется значок аккумулятора и степень зарядки.
- Значок ПК указывает на соединение с компьютером.
- Значок телефона указывает на наличие подключения к мобильной сети с установленной SIM-картой.¹

¹ Иконка появится только в анализаторах с опцией GPS / GSM.

- Белая стрелка на черном фоне указывает, что GPS-модуль активен и пытается определить текущее местоположение. Черная стрелка на белом фоне указывает, что местоположение определено.²

Результаты измерения в режимах «Воздух», «Газ», «Автомат», «Поиск» и «Монитор» выводятся на табло измерений в нг/м^3 или в мг/м^3 в зависимости от значения результата.

Если результат измерения превысит 99999 нг/м^3 , анализатор автоматически переключится на шкалу мг/м^3 , т.е. анализатор покажет $0,1 \text{ мг/м}^3$ вместо 100000 нг/м^3 .

Если концентрация ниже 50 нг/м^3 , то результат выводится с одним десятичным знаком. Например, анализатор покажет $45,7 \text{ нг/м}^3$ вместо 46 нг/м^3 .

Результаты измерения в режимах ПАР и УВН указываются в нг. Чем ниже концентрация, тем больше десятичных знаков отображается в информационном поле.

Определение концентрации паров ртути в воздухе и природном газе (Режимы «Воздух», «Автомат», «Монитор», «Газ», «Поиск»)

Важно

Для режимов «Воздух», «Автомат», «Монитор» «Газ» входной штуцер ВХ1 должен быть закрыт заглушкой. Входной штуцер ВХ2 должен быть открыт.

Для режима «Поиск» входной штуцер ВХ1 должен быть открыт. Входной штуцер ВХ2 должен быть закрыт заглушкой.

Сброс воздуха производится на ртутепоглотительный фильтр, который присоединяется к штуцеру ВЫХ стрелкой вверх.

Определение концентрации паров ртути в воздухе, как правило, проводится в автономном режиме. Установленная в приборе аккумуляторная батарея обладает большим запасом емкости. Полностью заряженная батарея позволяет длительное время оставлять прибор включенным в режиме ожидания (до 50

² Иконка появится только в анализаторах с опцией GPS / GSM.

часов). Это позволяет проводить подготовку к проведению измерений до выхода на объект исследований в лаборатории или в зоне максимально удаленной от источника загрязнения, не выключать питание прибора до начала измерений и приступить к измерениям сразу по прибытии на объект.

Важно

Если до начала измерений анализатор был на холоде, а измерения нужно проводить в теплом помещении, необходимо дополнительное время, чтобы прибор вошел в тепловое равновесие с окружающей средой.

Все результаты измерений (до 500) выполненных в родственных режимах «Воздух», «Монитор», «Автомат» сохраняются в памяти прибора в разделе «Память» / «Воздух» в хронологическом порядке. В случае необходимости зафиксировать момент перехода из режима «Воздух» в режим «Монитор» или в режим «Автомат» можно перед запуском измерений в новом режиме полностью очистить память прибора в соответствующем окне (Последовательность перехода из главного меню: «Память», «←», «Воздух», «←», «Ф»). Если информацию о предыдущих измерениях требуется сохранить, то следует зафиксировать номер последнего измерения в режиме «Воздух» в окне результатов (Вертикальный столбец. Последовательность перехода из главного меню в окно результатов: «Память», «←», «Воздух», «←»).

Результаты измерений в режиме «Газ» сохраняются отдельно в разделе «Память» / «Газ».

Результаты измерений в режиме «Поиск» в памяти прибора не сохраняются.

Результаты измерений из памяти прибора могут быть считаны в ПК с помощью программы «Считывание данных».

Подготовка анализатора к проведению измерений

Подготовка к проведению измерений включает следующие операции:

- внешний осмотр;
- проверка состояния/замена фильтров Петрянова в штуцерах VX1 и VX2 ;
- включение и проверка работоспособности прибора;

- проверка/очистка измерительного тракта прибора от остаточного загрязнения ртутью;
- проверка степени зарядки аккумуляторной батареи;
- подготовка анализатору к транспортированию на объект.

При внешнем осмотре обращают внимание на наличие заглушек на входных и выходных штуцерах анализатора, наличие механических повреждений на корпусе и лицевой панели анализатора, на загрязненность корпуса и лицевой панели. Наличие загрязнений может существенно повлиять на результаты измерений.

Для проверки состояния фильтров в штуцерах ВХ1 и ВХ2 отвернуть и снять накидные гайки штуцеров вместе с входными патрубками. При наличии видимых загрязнений извлечь и заменить фильтры.

Для проверки работоспособности снять заглушки с входного штуцера ВХ2 и выходного штуцера, присоединить ртутепоглотительный фильтр к выходному штуцеру ВЫХ, подключить и включить сетевой адаптер и включить анализатор тумблером включения питания.

При включении анализатора производится ряд автоматических тестов. После их успешного прохождения анализатор останавливается в состоянии «Поджиг лампы». Время необходимое для поджига лампы может достигать 2 минут. Оно так же может быть более 2 минут, если прибором не пользовались длительное время или запуск прибора производится при температуре ниже 18°C. После успешного поджига лампы на табло прибора отображается главное меню.

Перевести прибор в режим измерений «Воздух» и установить объем пробы 1,0 л, для чего войти в меню «Режимы» и выбрать режим «Воздух», используя кнопки «↑» и «↓» и подтвердить выбор кнопкой «←». В верхнем информационном поле будет показано название режима измерения и установленный объем пробы воздуха. Если установленный объем пробы анализируемого воздуха составляет 1,0 л нажать кнопку ПУСК. Если объем пробы отличен от 1,0 л, нажать и удерживать кнопку ПУСК, затем используя кнопки «↑» и «↓», установить объем пробы 1,0 л, затем отпустить кнопку ПУСК. На информационном табло отобразится процесс измерения и после остановки компрессора высветится полученный результат измерения. Дать прибору прогреться в течение 5-10 минут. После чего можно приступать к проверке загрязненности измерительного тракта прибора ртутью.

Загрязненность измерительного тракта анализатора ртутью

Поскольку анализатор постоянно контактирует с парами ртути, определенная загрязненность измерительного тракта анализатора всегда имеет место. Для обеспечения качества измерений загрязненность анализатора не должна превышать предельных значений. Для большинства рутинных задач предельное значение устанавливается на уровне 50 нг/м³ при объеме пробы воздуха 1,0 л. При эксплуатации прибора нужно стремиться к поддержанию постоянного уровня загрязненности ниже предельного значения.

Проверку уровня загрязненности измерительного тракта анализатора ртутью следует проводить в «чистом» помещении с известным уровнем содержания паров ртути. Если такой возможности нет, установить на штуцер ВХ2 ртутепоглотительный фильтр стрелкой вниз. Повторить измерения в режиме «Воздух», объем пробы 1,0 л несколько раз до получения стабильного результата. Если полученный результат не превышает обычных для данного помещения значений или предельного значения (при использовании ртутепоглотительного фильтра), то анализатор можно считать готовым к проведению измерений.

Если при проведении проверки анализатор стабильно показывает значения выше предельного, то перед началом измерений необходимо провести принудительную очистку коллектора и измерительного тракта.

Очистка запускается одновременным нажатием кнопки «Ф» и кнопки «ПУСК». Анализатор выполнит одиночный цикл продувки кюветы и нагрева коллектора. Если после нескольких повторов цикла очистки не удастся вернуться к нормальным значениям загрязненности, то следует обратиться в сервисный центр.

Важно

Для предотвращения перегрева коллектора не используйте процедуру более 5 раз подряд.

Для проверки степени зарядки аккумуляторной батареи отсоединить сетевой адаптер сначала от сети, а затем от прибора. Степень зарядки батареи отображается графически в верхнем информационном поле. При недостаточной степени зарядки произвести подзарядку батареи.

Для транспортировки прибора на объект снять ртутепоглотительные фильтры, закрыть входной и выходной штуцеры заглушками и, не выключая питания, поместить прибор в транспортировочную сумку.

Проведение измерений в режиме «Воздух»

После того как прибор прошел процедуру подготовки к измерениям в нем установлен режим «Воздух» и объем пробы 1,0 л. Эти установки являются базовыми для проведения большинства санитарно-гигиенических исследований, в том числе при проведении контрольных обследований помещений, при оценке качества выполненных демеркуризационных работ и др. Поэтому, перед началом измерений достаточно снять заглушки с входного штуцера VX2 и выходного штуцера, присоединить ртутепоглотительный фильтр к выходному штуцеру и приступить к измерениям.

При проведении измерений прибор может размещаться на груди оператора, или помещается на любую твердую незагрязненную поверхность. Положение прибора не имеет значения. Начинать измерения следует с точек, максимально удаленных от возможного источника загрязнения. При значительных градиентах концентраций паров ртути на исследуемом объекте, при переходе из точки к точке, первые 1-2 результата измерений могут существенно отличаться от последующих. Поэтому их не следует учитывать.

При первичных обследованиях предположительно загрязненных ртутью объектов и при обнаружении значительных уровней загрязнения (тысячи нг/м^3) рекомендуется уменьшить объем пробы до 0,5 л.

Важно

Для быстрого изменения объема пробы, нажимайте стрелки «↑» и «↓», удерживая кнопку «Пуск». Одно нажатие уменьшает или увеличивает объем пробы на 0,5 л.

Измененная величина объема пробы отразится в верхней информационной строке. После того, как кнопка «Пуск» будет отпущена, начнется процесс измерения с установленным объемом пробы.

Измененная величина объема пробы отразится в верхней информационной строке. Отпустить кнопку «Пуск». Начнется процесс измерения с измененным объемом пробы.

Для оценки фонового загрязнения атмосферного воздуха в населенных пунктах объем пробы выбирают в интервале от 5,0 л до 10,0 л. В режиме «Воздух» в основном информационном поле выводится результат текущего

измерения, а в нижнем информационном поле результаты трех предыдущих измерений и их среднее значение.

Проведение измерений в режиме «Автомат»

Режим «Автомат» рекомендуется использовать при обследовании аварийно загрязненных объектов. Режим позволяет автоматически изменять объем пробы в зависимости от уровня загрязнения, что позволяет уменьшить время пребывания оператора в опасных зонах и предотвратить излишнее загрязнение прибора парами ртути.

Перед началом измерений снять заглушки с входного штуцера ВХ2 и выходного штуцера, присоединить ртутепоглотительный фильтр к выходному штуцеру. В меню Режим выбрать и установить режим «Автомат» и начать измерения. Объем пробы в режиме «Автомат» устанавливать не требуется.

После запуска измерения в режиме «Автомат» сначала включается краткий цикл предварительного измерения с объемом пробы 0,1 л. В зависимости от полученного результата предварительного измерения, возможны 3 варианта продолжения измерительного цикла:

- если результат предварительного измерения превышает $0,005 \text{ мг/м}^3$, измерение в режиме «Автомат» завершается, результат измерения высвечивается на дисплее анализатора. Оператору рекомендуется надеть средства защиты органов дыхания и принять решение о продолжении измерений, или о выходе из загрязненной зоны;
- если результат предварительного измерения находится в интервале $0,002\text{--}0,005 \text{ мг/м}^3$, то автоматически запускается процесс измерения с объемом пробы 0,5 л;
- если результат предварительного измерения меньше величины $0,002 \text{ мг/м}^3$, то автоматически запускается процесс измерения с объемом пробы 1,0 л.

Для прерывания измерения следует нажать кнопку «Ф».

Проведение измерений в режиме «Монитор»

Режим «Монитор» является вспомогательным режимом. Он позволяет проводить автоматический запуск измерений в режиме «Воздух» с выбранным интервалом между измерениями. При этом все установленные настройки режима «Воздух», в том числе и объем пробы в режиме «Монитор» сохраняются. Обычно если в процессе исследований возникает необходимость проследить за изменением во времени содержанием паров ртути в воздухе в данной конкретной точке, то переходят из режима «Воздух» в режим «Монитор». Для этого после остановки измерения в режиме «Воздух» перейти в меню «Режимы» и установить режим «Монитор».

Дополнительно в меню «Настройки/Монитор/Интервал» установить величину интервала (в секундах) между измерениями, а в меню «Настройки/Монитор/Ширина» ширину колонки гистограммы. После чего запустить измерения нажатием кнопки «Пуск».

При нажатии кнопки «Пуск» происходит запуск серии измерений с программируемым запуском. Результаты измерений выводятся на дисплей, в виде гистограммы. Численное значение максимального или текущего результата измерений и отображаются в нижней информационной строке.

Переход между отображениями максимального или текущего результата измерений в нижней информационной строке осуществляется с помощью кнопок «↑» и «↓».

При необходимости, измерения можно остановить нажатием кнопки «Ф» с сохранением гистограммы. При повторном нажатии кнопки «Пуск» измерения продолжатся.

Проведение измерений в режиме «Газ»

Определение содержания ртути в природном газе (ПГ) проводится в лаборатории. Образцы ПГ для анализа отбирают в пробоотборные пакеты объемом от 3 до 10 л.

Перед началом измерений в меню «Настройки»/«газ» выбрать опцию «Отбор газа», выставить величину относительной плотности исследуемого газа (справочные данные) и необходимый объем пробы (рекомендуемый объем 3 – 5 л) и время продувки газового тракта «0» газом (обычно 10 сек). Остальные

параметры: наклон, коррекция, смещение выставлены по результатам заводской калибровки по воздуху и защищены паролем.

В режиме «Газ» после завершения отбора пробы установленного объема анализатор останавливается для подключения к входному штуцеру линии «0» газа. При повторном нажатии кнопки «Пуск» начнется продувка измерительного тракта «0» газом и измерение.

Подсоединить ВХ2 анализатора к линии «0» газа и провести несколько измерений до получения стабильных результатов в диапазоне 1-5 нг/м³. Зафиксировать среднее значение начальных показаний C_0 нг/м³.

Подсоединить анализатор к пробоотборному пакету и отобрать пробу газа установленного объема. После остановки анализатора отсоединить пробоотборный пакет и подсоединить линию «0» - газа к ВХ2 анализатора, нажать кнопку «Пуск». По завершении процесса на основном табло анализатора отобразится результат измерения C_1 нг/м³. Повторить измерение несколько раз и определить среднее значение показаний C_E нг/м³.

Содержание ртути в ПГ СПГ нг/м³ вычислить как разность C_E и C_0 :

$$C = C_E - C_0$$

Проведение измерений и поиск скрытых источников паров ртути в режиме «Поиск»

При необходимости провести быстрые оценочные обследования аварийно загрязненного объекта рекомендуется использовать режим «Поиск». Также режим используется в процессе проведения демеркуризационных работ для поиска скрытых источников паров ртути.

Перед началом измерений снять заглушки с входного штуцера ВХ1 и выходного штуцера, присоединить ртутепоглотительный фильтр к входному штуцеру ВХ1 (Стрелка вниз) . В меню Режим выбрать и установить режим «Поиск» и нажать кнопку «Пуск». В течение 5 сек. автоматически будет производиться установка нуля. После выключения сообщения дисплея «Идет установка нуля» снять с входного штуцера ртутепоглотительный фильтр и начать измерения.

В процессе работы каждые 3-4 минуты следует корректировать «нулевые» показания. Для корректировки «нулевых» показаний установить на входной штуцер ртутепоглотительный фильтр и повторно нажать кнопку «Пуск».

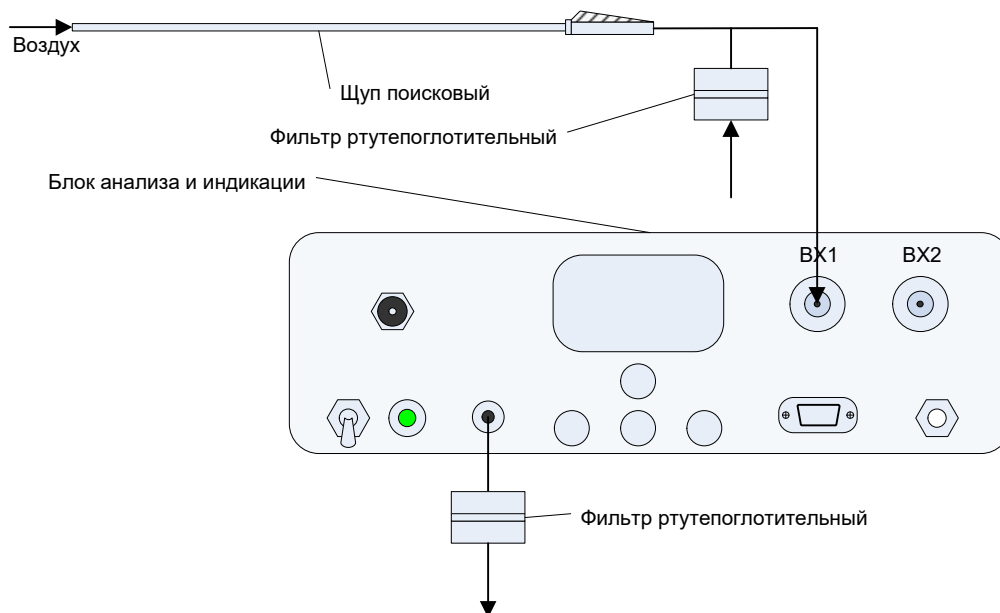
Результат измерения выдается на дисплей с частотой 1 раз в сек в единицах концентраций нг/м^3 . Если полученные значения превышают величину 99999 нг/м^3 , выдача результатов автоматически переходит в размерность мг/м^3 . В нижней строке дисплея одновременно показываются три текущих и среднее значение в текущей шкале концентраций. В левой границе дисплея выводится графическая шкала с максимальным значением соответствующим 20000 нг/м^3 .

При необходимости фиксации результата в точке, измерение может быть прервано нажатием кнопки «Ф» при этом прибор остается в режиме ожидания. Для продолжения измерений, следует вновь присоединить ртутепоглотительный фильтр к входному штуцеру ВХ1 и нажать кнопку «Пуск». После выключения сообщения дисплея «Идет установка нуля», снять с входного штуцера ртутепоглотительный фильтр и продолжить измерения.

Поиск скрытых источников паров ртути проводится с помощью поискового щупа, с присоединенным с ртутепоглотительным фильтром. Поисковый щуп подсоединяется к входному штуцеру ВХ1 с помощью шланга (см. рис. ниже). Для установки или корректировки «нулевых» показаний отсоединять щуп от штуцера ВХ1 не требуется, достаточно только сдвинуть на себя клавишу поискового щупа (клавиша отжата), а затем нажать кнопку «Пуск».

После завершения процесса установки нуля, нажать клавишу щупа (клавиша зафиксирована в нажатом положении) и начать поиск.

В процессе работы каждые 3-4 минуты следует корректировать «нулевые» показания.



Фиксация места расположения скрытого источника осуществляется по изменению частоты прерывистого звукового сигнала. При приближении к источнику паров ртути, частота сигналов нарастает и непосредственно в точке расположения источника звуковой сигнал становится непрерывным (соответствует величине концентрации паров ртути 20000 нг/м^3 и выше). Затем, после того как «облако паров» вокруг источника будет откачено прибором (2-3 сек) звуковой сигнал вновь становится прерывистым.

Дополнительное обслуживание прибора после работы в зонах аварийного загрязнения

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.

Определение содержания ртути в воде и водных растворах. Режим «ПАР»

Измерительный цикл в режиме «ПАР» состоит из двух стадий. На первой стадии в снятую реакционную ячейку вводится раствор восстановителя. Затем нажатием кнопки «Пуск» запускается прокачка. В течение заданного времени (меню «Настройки/ПАР/Продувка») происходит продувка восстановительного реагента воздухом и измерение начальных интегральной интенсивности светового потока. По завершении продувки восстановительного реагента, прокачка автоматически останавливается. По готовности пробы повторным нажатием кнопки «Пуск» вновь включается прокачка, и одновременно проба вводится непосредственно в барботер, 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 достижении максимального времени измерения или достижения начального уровня сигнала (Настройки/ПАР/Время измерения).

Процесс измерения отображается на дисплее ПК в программе «УКР-1МЦ аналитика».

Растворы и реагенты

При определении ртути используются различные способы минерализации. При выборе способа минерализации ключевое значение имеют чистота реагентов и возможность выделения мешающих определению летучих веществ при контакте с восстановителем. По комплексу этих показателей наиболее применимы методы минерализации с использованием сернокислых растворов перманганата калия и сернокислого бромного раствора. Метод минерализации с использованием сернокислого раствора перманганата калия чаще применяется для сильноокрашенных вод с высоким содержанием органических соединений при более высоком содержании ртути. Метод с сернокислотным бромным раствором более удобен при анализе природных вод открытых водоемов с низким содержанием ртути, вплоть до фонового содержания.

В качестве восстановителей ртути наибольшее распространение получили борогидрид натрия и двухлористое олово. При использовании борогидрида натрия восстановление ионов ртути проводится в щелочной среде.

Порядок приготовления растворов для минерализации (сернокислый раствор перманганата калия и сернокислый бромный раствор), раствора восстановителя (борогидрид натрия в гидроксиде натрия), калибровочных и вспомогательных растворов приведен в приложении 1.

Растворы и реагенты за исключением стандартного образца иона ртути в комплект поставки прибора не входят.

Дополнительное оборудование, не входящее в комплект поставки, и требования к нему

- Весы общего назначения 1-го класса с наибольшим пределом взвешивания 200г.
- Колбы мерные вместимостью 100 см³, 250 см³, 500 см³, 1000 см³, 2000 см³.
- Пипетки Мора 2 см³, 5 см³ и 10 см³.
- Цилиндры мерные вместимостью 25 см³, 50 см³, 500 см³.
- Колбы конические вместимостью 100 см³, 500 см³.
- Стаканы вместимостью 100 см³, 250 см³.

Требования к используемой в анализе посуде:

- Для отбора проб и их кратковременного хранения (несколько часов) применяется стеклянная или полиэтиленовая посуда.
- Для длительного хранения законсервированных проб рекомендуется использовать посуду из тефлона, кварца или пирекса.
- Всю посуду, используемую для отбора и анализа проб, следует вымыть хромовой смесью, промыть водопроводной водой, ополоснуть дистиллированной водой, высушить и закрыть крышками (пробками), упаковать в полиэтиленовые мешки для хранения до дальнейшего использования.

Подготовка анализатора к проведению измерений

Собрать приставку ПАР-3М и соединить ее с анализатором согласно схеме (Рис. 2).

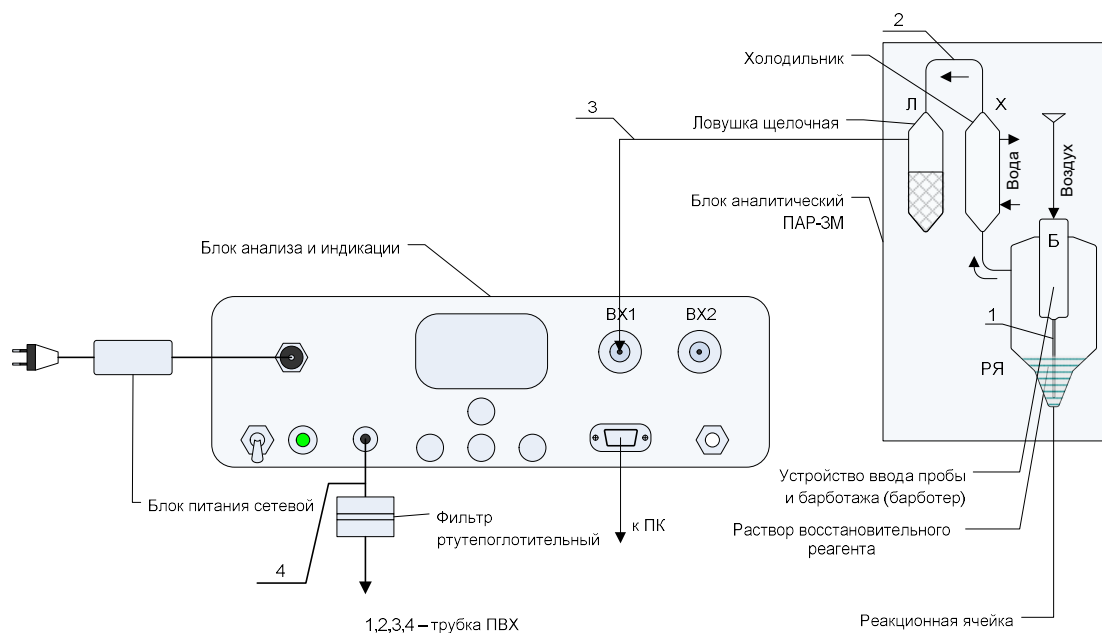


Рис. 2

- Входной штуцер ВХ2 закрыть заглушкой.
- Заполнить щелочную ловушку на 1/3 объема гранулированным гидроксидом натрия.
- Подсоединить к холодильнику шланги для подачи и отвода охлаждающей воды, включить подачу воды.
- Проверить наличие и чистоту фильтра во входном штуцере ВХ1, в случае необходимости фильтр заменить.
- Подсоединить ртутепоглощающий фильтр ФРП стрелкой вверх к выходному штуцеру анализатора.
- Подсоединить анализатор к ПК прилагающимся кабелем USB-COM, при необходимости подключить зарядное устройство к анализатору.

- Установить соединение между компьютером и анализатором.
Дополнительную информацию об установлении соединения см. в руководстве пользователя «УКР-1МЦ Аналитика».

Важно

Во время работы в режиме «ПАР» ВХ2 должен быть закрыт заглушкой.

Электронные дрейфы серьезно влияют на измерения, поэтому очень важно выдерживать достаточное время прогрева. Рекомендуемое время прогрева при работе в режиме «ПАР» - не менее 10 минут.

Включить тумблер питания. После прохождения теста установить режим «ПАР». Дать возможность прибору прогреться в течение 10 минут.

Запустить программу «УКР-1МЦ Аналитика», в разделе «Настройки» «Подключить» прибор к ПК, загрузить выбранную калибровку и установить рекомендованные время измерения и продувки.

Снять реакционную ячейку и пипеткой внести в нее 2 см³ раствора восстановителя. Установить ячейку и провести полный измерительный цикл. Вылить содержимое ячейки в емкость для слива и ополоснуть ячейку и барботер дистиллированной водой. Повторить процедуру несколько раз чтобы добиться устойчивых показаний прибора на уровне 0,000-0,010 единиц интегрального аналитического сигнала. Если показания превышают указанное значение, необходимо увеличить время продувки раствора восстановителя, например до 50 секунд.

Провести контроль погрешности измерений по одному градуировочному раствору в трехкратной повторности. Результат считается удовлетворительным при выполнении условия:

$$|N_{cp} - M| \leq 0,84 \cdot 0,20 \cdot M,$$

где N_{cp} – среднее значение измеренного содержания ртути в пробе, нг;

M – заданное содержание ртути в пробе, нг.

Подготовка проб воды для анализа и калибровки в диапазоне 0,001 – 0,01 мг/л

Метод минерализации с использованием сернокислого раствора перманганата калия чаще применяется для сильноокрашенных вод с высоким

содержанием органических соединений при более высоком содержании ртути. Например, пробы промышленных вод.

Для консервации проб промышленных сточных вод и вод, предназначенных для хозяйственно-бытовых нужд, используют раствор серной кислоты разбавленный в соотношении 1 : 3 по объему. Раствор кислоты добавляют из расчета 2,5 см³ на 100 см³ пробы.

Для анализа в коническую колбу вместимостью 250 см³ мерным цилиндром добавьте 100 см³ тщательно перемешанной консервированной пробы и 5 см³ рабочего раствора перманганата калия (приготовление раствора см. Приложение 1).

Параллельно готовят холостую пробу. Отмеряют 100 см³ дистиллированной воды в коническую колбу 250 см³, добавляют 2,5 см³ раствора кислоты и 5 см³ рабочего раствора перманганата калия.

Колбы нагревают на электрической плитке так, чтобы кипение наступило не позднее чем через 5-7 минут и кипятят в течение (10 ± 2) минуты, закрыв колбы коническими воронками для уменьшения испарения.

Если в процессе кипячения содержимое колбы потеряет розовую окраску или побуреет, минерализацию повторяют с удвоенным количеством перманганата калия. Тоже количество перманганата добавляют и в холостую пробу.

Дают колбам остыть при комнатной температуре. Для нейтрализации избытка окислителя порциями по 0,1 или 0,2 мл добавляют 10% раствор гидроксиламина солянокислого до полного обесцвечивания.

Минерализованную пробу переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доводят дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают.

Анализу подвергают аликвоту минерализованной пробы объемом 2 см³.

Важно

Рекомендуется проводить измерения с тем же объемом пробы и тем же количеством реагентов, которое использовалось при калибровке.

Подготовка проб воды для анализа и калибровки в диапазоне 0,00001 – 0,001 мг/л

Метод с сернокислотным бромным раствором более удобен при анализе природных вод открытых водоемов с низким содержанием ртути, вплоть до фонового содержания.

Пробы воды с содержанием ртути в диапазоне 0,00001 – 0,001 мг/дм³ сразу после отбора подвергают консервации. Для консервации используют бромный раствор (приготовление раствора см. в Приложении 1). Раствор добавляют из расчета 1 см³ на 100 см³ пробы.

Если для проведения калибровки использовали аликвоту 5 см³ и колбу 250 см³, то для анализа отмеряют 200 см³ и помещают отмеренный объем в мерную колбу вместимостью 250 см³.

Если для проведения калибровки использовали аликвоту 10 см³ и колбу 500 см³, для анализа отмеряют 400 см³, помещают отмеренный объем в мерную колбу вместимостью 500 см³.

Колбы закрывают пробкой, помещают в термостат и выдерживают при температуре (45 ± 5) °С в течение 3 ч. Если после выдержки произошло полное обесцвечивание раствора, добавляют дополнительное количество бромного раствора из расчета 1 см³ на каждые 100 см³ пробы и выдержку повторяют.

Параллельно готовят холостую пробу аналогично.

Холостая проба готовится для калибровки при каждой смене реактивов, или для новой серии измерений с измененным количеством бромного раствора.

Затем мерную колбу с ее содержимым охлаждают при комнатной температуре и нейтрализуют избыток брома раствором гидроксиламина солянокислого. Раствор добавляют в колбу дозами по 0,1 см³ или 0,2 см³, тщательно перемешивая, до полного обесцвечивания раствора. Затем доводят до метки дистиллированной водой

Анализу подвергают аликвоту минерализованной пробы объемом 5 или 10 см³, если для подготовки проб используются колбы 250 см³ и 500 см³ соответственно.

Важно

Рекомендуется проводить измерения с тем же объемом пробы и тем же количеством реагентов, которое использовалось при эталонной калибровке.

Проведение измерений

Снять реакционную ячейку и пипеткой внести в нее 2 см³ раствора восстановителя. Установить ячейку на место и нажать кнопку «Пуск». Контролируйте измерительный сигнал в программе «УКР-1МЦ Аналитика». После завершения продувки, анализатор остановится в режиме ожидания ввода пробы.

Отобрать пипеткой рабочую пробу, вставить кончик пипетки в барботер и нажать кнопку «Пуск». Одновременно открыть пипетку и начать ввод пробы в режиме свободного вытекания пробы (барботер не должен «захлебываться»). Если объем пробы не превышает 2 см³ для ввода пробы можно использовать пипет-дозатор.

После остановки компрессора, вылить содержимое ячейки в емкость для слива и ополоснуть ячейку и барботер дистиллированной водой.

Повторить процедуру несколько раз, чтобы добиться устойчивых показаний прибора.

Проведение калибровки

Для проведения калибровки используют раствор холостой пробы, в который последовательно вводят добавки калибровочного раствора (приготовление растворов см. в Приложении 2).

Каждый раз после введения очередной добавки, раствор необходимо тщательно перемешать. Для внесения добавок рекомендуется применять пипет-дозаторы фиксированного объема.

Для введения пробы в приставку ПАР рекомендуется использовать пипетки Мора с временем вытекания 10 – 20 сек. Ввод пробы должен обеспечивать равномерную работу компрессора прибора и подачу пробы в реакционную ячейку.

Рекомендованные повторности анализа, объемы добавок и получаемые массы ртути в растворе приведены в таблице ниже.

Рекомендованные повторности анализа, объемы добавок и получаемые массы ртути в градуировочном растворе для объема аликвоты 2 см³

- Аликвота: 2 см³.
- Мерная колба: 250 см³.
- Концентрация калибровочного раствора СЗ = 100 нг/см³.
- Восстановитель: 1% раствор борогидрида натрия.
- Объем восстановителя на одно определение: 2 см³.

Объем добавки, см ³ СЗ = 0,1 мг/см ³	Объем раствора с добавкой, см ³	Объем аликвоты, см ³	Масса ртути в пробе (2 см ³), нг	Количество взятых проб (2 см ³)	Объем отобранного раствора, см ³
0	250	2	0	5	10
2,0	242	2	1,652	3	6
2,0	238	2	3,320	3	6
4,0	236	2	6,754	3	6
4,0	234	2	9,960	3	6

Рекомендованные повторности анализа, объемы добавок и получаемые массы ртути в пробах для объема аликвоты 5 см³

- Аликвота: 5 см³.
- Мерная колба: 250 см³.
- Концентрация калибровочного раствора СЗ = 100 нг/см³.
- Восстановитель: 2% раствор борогидрида натрия.
- Объем восстановителя на одно определение: 2 см³.

Объем добавки, см ³ СЗ = 0,1 мг/см ³	Объем раствора с добавкой, см ³	Объем аликвоты, см ³	Масса ртути в пробе (2 см ³), нг	Количество взятых проб (2 см ³)	Объем отобранного раствора, см ³
0	250	5	0	5	25
0,4	225,4	5	0,89	3	15
0,4	210,8	5	1,83	3	15
0,4	196,2	5	2,86	3	15
0,4	181,6	5	3,97	3	15
0,4	167,0	5	5,17	3	15

Рекомендованные повторности анализа, объемы добавок и получаемые массы ртути в пробах для объема аликвоты 10 см³

- Аликвота: 10 см³.
- Мерная колба: 500 см³.
- Концентрация калибровочного раствора СЗ = 25 нг/см³.
- Восстановитель: 2% раствор борогидрида натрия.
- Объем восстановителя на одно определение: 2 см³.

Объем добавки, см ³ СЗ = 0,1 мг/см ³	Объем раствора с добавкой, см ³	Объем аликвоты, см ³	Масса ртути в пробе (2 см ³), нг	Количество взятых проб (2 см ³)	Объем отобранного раствора, см ³
0	500	10	0	5	50
0,2	450,2	10	0,11	5	50
0,2	400,4	10	0,24	4	40
0,2	360,6	10	0,38	3	30
0,2	330,8	10	0,53	3	30

Вычисление результатов измерений

После серии измерений необходимо рассчитать массовую концентрацию ртути в анализируемой пробе. Программа «УКР-1МЦ Аналитика» определяет массу ртути в образце в соответствии с калибровкой и рассчитывает концентрацию ртути в анализируемом образце, если объем образца (образца, помещенного в барботер) был занесен программу.

Массовую концентрацию ртути в анализируемой пробе X в мг/дм³ рассчитывают по формуле:

$$X = N_{cp} \cdot V_k / V \cdot V_a$$

Где N_{cp} - среднее арифметическое значение 3-кратного измерения; массы ртути в рабочей пробе из программы «УКР-1МЦ аналитика».

V_k - объем мерной колбы, используемой для минерализации пробы, см³;

V - объем анализируемой пробы, см³;

V_a - объем аликвоты пробы, взятый для анализа, см³;

Если объем анализируемой пробы был указан для серии измерений, то можно использовать и следующую формулу:

$$X = (X_{\text{cp}} * V_k) / V$$

Где X_{cp} – среднее значение концентрации ртути в анализируемом образце для серии измерений:

$$X_{\text{cp}} = N_{\text{cp}} / N_a$$

V_k - объем мерной колбы, используемой для минерализации пробы, см³;

V - объем анализируемой пробы, см³;

V_a - объем аликвоты пробы, взятый для анализа, см³;

Определение содержания ртути в почвах и твердых минеральных образцах. Режим «УВН»

Измерительный цикл в режиме «УВН» состоит из трех стадий: стадия пиролиза, стадия продувки и стадия измерения.

На первой стадии в электропечь (ЭП) устройства УВН-1А вносится кварцевая лодочка с пробой, включается нагрев ЭП и прокачка воздуха. Выделившаяся в процессе нагрева ртуть потоком воздуха переносится на коллектор устройства УВН-1А. Продолжительность первой стадии может быть установлена от 1 до 5 минут.

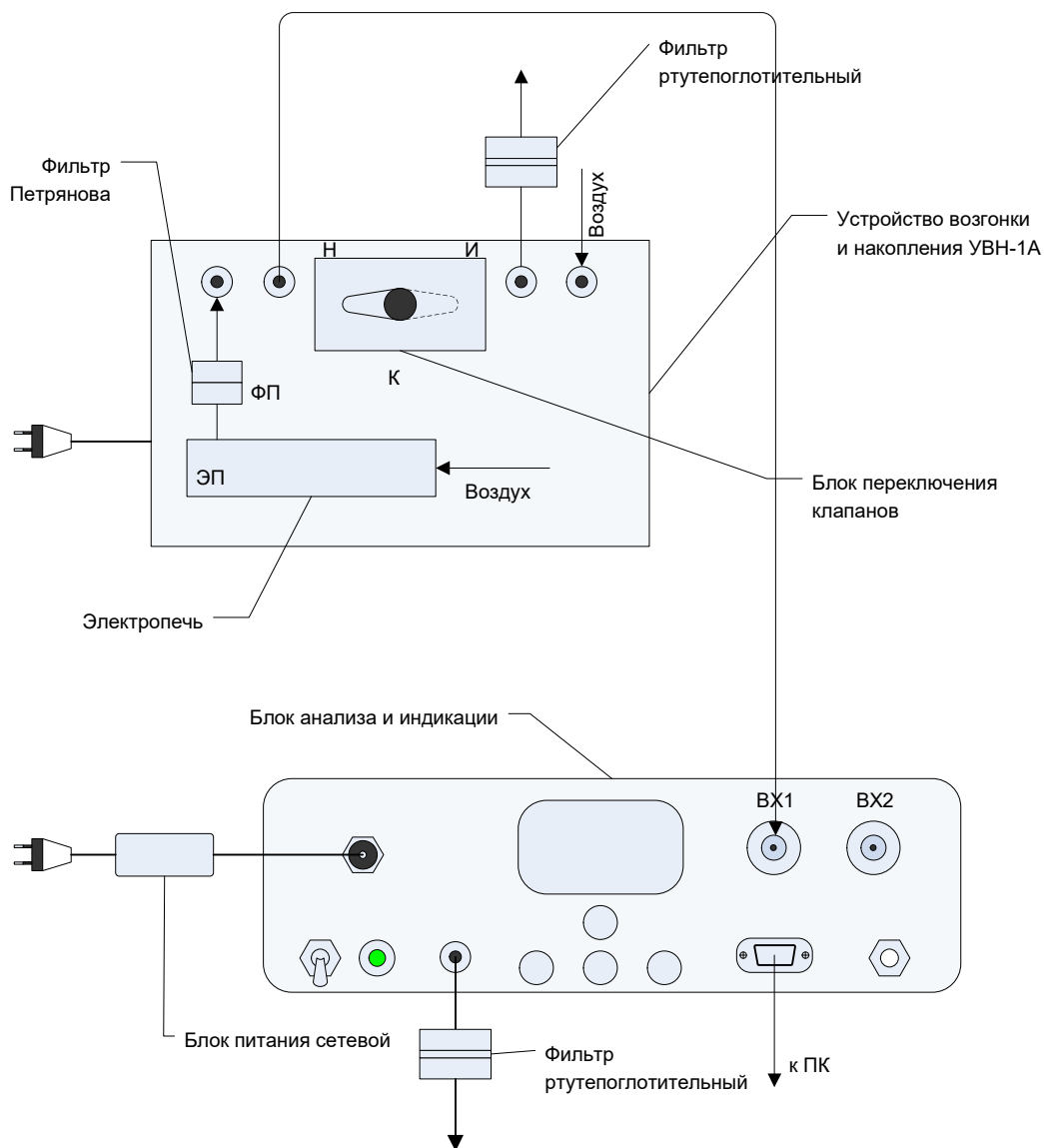
На второй стадии включается компрессор анализатора и происходит продувка единого воздушного тракта анализатора и устройства УВН-1А.

На третьей стадии происходит нагрев коллектора устройства УВН-1А, десорбция ртути, перенос газовой пробы в измерительную кювету анализатора и измерение интегрального снижения интенсивности светового потока.

Продолжительность второй и третьей стадий фиксирована и составляет 6 и 18 сек соответственно.

Подготовка к проведению измерений

- Соединить УВН-1А с анализатором согласно схеме:



- Проверить наличие и чистоту фильтров Петрянова во входных штуцерах ВХ1 и ВХ2 анализатора и на выходе из электродпечи УВН-1А. В случае необходимости фильтры заменить.
- Закрыть заглушкой штуцер ВХ2 и открыть ВХ1 анализатора.
- Подсоединить фильтр поглощения ртути к выходу анализатора Вых.
- Подсоединить фильтр поглощения ртути к входу измерительного тракта установки УВН-1А.

Важно

Во время работы в режиме УВН ВХ2 должен быть закрыт заглушкой.

Электронные дрейфы могут серьезно повлиять на измерения, поэтому важно выдерживать достаточное время прогрева. Рекомендуемое время прогрева не менее 10 минут.

Проведение измерений

Установить режим УВН в меню «Режимы».

Параметры калибровки могут быть изменены в меню анализатора или загружены в прибор через программу «УКР-1МЦ Аналитика».

Перед каждым измерением осуществляется сброс остатков ртути из измерительной системы и контроль фоновых значений содержания ртути в измерительной системе.

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.

Рукоятку блока переключения клапанов переместить в положение «И» (измерение), нажать кнопку «Пуск» анализатора. Подача звукового сигнала продолжается с 18-ой до 12-ой секунды. В момент появления сигнала нажать кнопку «ОТЖИГ НС» на лицевой панели УВН-1А. При этом загорается сигнальный светодиод.

Считать результат с программы «УКР-1МЦ аналитика». Повторить операции несколько раз до получения стабильных результатов в интервале 0,00 – 0,07 нг.

Поместить в лодочку навеску анализируемого вещества, взятую с точностью до 0,00005 г. Провести последовательно тот же цикл операций, что и с пустой лодочкой.

Результат единичного измерения автоматически рассчитывается в программе «УКР-1МЦ аналитика».

После каждого измерения с анализируемым образцом повторить цикл измерений с пустой ячейкой.

Для каждого анализируемого образца провести не менее 3 измерений и вычислить среднее значение концентрации $C_{ср}$, мг/кг.

Проведение калибровки

Калибровка анализатора осуществляется с использованием ГСО состава почв. Для калибровки берут не менее 6 проб, выбирая величину навесок таким образом, чтобы содержание ртути в пробе было приблизительно равно 1, 5 и 10 нг соответственно.

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.

Расчетные массы ртути для калибровочных образцов должны быть занесены в программу «УКР-1МЦ Аналитика». Все измерения с последующим созданием градуировки внесены в программу «УКР-1МЦ аналитика». Дополнительную информацию см. в руководстве пользователя «УКР-1МЦ аналитика».

Приложение 1. Дерево меню анализатора

Некоторые из параметров могут быть скрыты или защищены кодом блокировки во избежание случайного изменения.

Главное меню	Назначение
Режимы	Переход в меню доступных режимов измерения.
Настройки	Переход в меню настроек.
Память	Переход в режим просмотра сохраненных результатов измерений
Геолокация ³	Переход в режим просмотра данных о месте положения прибора

Режимы	Назначение
Воздух	Выбор режима измерения
Газ	
Автомат	
Поиск	
Монитор	
ПАР	
УВН	

Настройки	Назначение
Воздух	Переход в меню параметров режима «Воздух»
Газ	Переход в меню параметров режима «Газ»
ПАР	Переход в меню параметров режима «ПАР»
УВН	Переход в меню параметров режима «УВН»
Поиск	Переход в меню параметров режима «Поиск»
Монитор	Переход в меню параметров режима «Монитор»
Прокачка	Переход в меню параметров режима «Прокачка»
Служебное	Переход в меню служебных параметров

Настройки/Воздух	Назначение
Накопление	Объем пробы воздуха, л.
Наклон	Коэффициент чувствительности оптоэлектронной системы в режиме «Воздух»
Коррекция	Дополнительный поправочный коэффициент поглощения сорбента
Смещение	Смещение начальных показаний в режиме «Воздух»

³ Пункт меню геоданных присутствует только в анализаторах с опцией GPS / GSM.

Настройки / Газ подмену	Назначение
Подача газа	Подача газа от внешнего побудителя расхода
Отбор газа	Отбор газа компрессором прибора
Плотность	Относительная плотность газа по воздуху
Накопление	Объем пробы газа, л
Продувка	Время продувки газового тракта «0»-газом перед измерением
Наклон	Коэффициент чувствительности оптоэлектронной системы в режиме «ГАЗ»
Коррекция	Дополнительный поправочный коэффициент поглощения сорбента
Смещение	Смещения начальных показаний в режиме «Воздух»

Настройки/ПАР	Назначение
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
Наклон	Коэффициент чувствительности оптоэлектронной системы в режиме «ПАР»
Смещение	Смещение начальных показаний в режиме «ПАР»

Настройки/УВН	Назначение
Наклон	Коэффициент чувствительности оптоэлектронной системы в режиме «УВН»
Коррекция	Дополнительный поправочный коэффициент поглощения сорбента «УВН»
Смещение	Смещения начальных показаний в режиме «УВН»

Настройки/Поиск	Назначение
Установка нуля	Время установки нуля в секундах
Наклон	Коэффициент чувствительности оптоэлектронной системы в режиме Поиск
Настройки/Монитор	Назначение
Интервал	Время между запусками измерения в режиме «Воздух» с

	выбранным объемом пробы в секундах
Ширина	Ширина колонки гистограммы в пикселях

Настройки/ Прокачка	Назначение
Расход	Объем воздуха проходящий через измерительный тракт в единицу времени
Скорость	Скорость работы компрессора
Объем	Коэффициент чувствительности датчика расхода
Смещение	Смещение начальных показаний датчика расхода

Настройки/Служебные	Назначение
Яркость	Устанавливает яркость подсветки дисплея
Блокировка	Код для разблокировки калибровочных параметров воздушных измерений и параметров прокачки

Память	Назначение
Воздух	Просмотр / очистка сохраненных результатов измерений в режиме «Воздух»
Газ	Просмотр / очистка результатов измерений в режиме «Газ»
ПАР	Просмотр / очистка сохраненных результатов измерений в режиме ПАР
УВН	Просмотр / очистка сохраненных результатов измерений в режиме УВН

Кнопка «Ф» 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»

Приложение 2. Порядок приготовления растворов

Растворы для минерализации

Раствор перманганата калия

Растворяют 0,32 г перманганата калия (KMnO_4) в небольшом количестве дистиллированной воды, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доводят водой до метки. 25 см^3 полученного раствора пипеткой вносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3 и доводят до метки водой.

Раствор гидроксиламина солянокислого

Растворяют 10 г гидроксиламина солянокислого ($\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$) в небольшом количестве дистиллированной воды, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доводят до метки водой.

Серноокислый бромный раствор (бромный раствор)

Готовят бромид-броматный раствор путём растворения в 100 см^3 дистиллированной воды навески бромида калия массой 3,72 г и навески бромата калия массой 0,52 г. Раствор устойчив при хранении.

Готовят 10 н раствор серной кислоты путём разбавления 28 см^3 концентрированной кислоты дистиллированной водой и доведения объёма раствора до 100 см^3 .

Смешивают равные объёмы бромид-броматного раствора и раствора 10 н серной кислоты. Полученный бромный раствор должен иметь бурую окраску. Раствор используют в течение 1 суток.

Растворы восстановителя

1% раствор борогидрида натрия

1% раствор борогидрида натрия готовят следующим образом:

Помещают навеску гидроксида натрия массой 5,0 г в мерный стакан вместимостью 100 см³. Заполняют стакан до 2/3 объема дистиллированной водой и растворяют навеску.

Помещают в полученный раствор 1 таблетку боргидрида натрия массой 1,0 г, растворяют их и доводят объем раствора дистиллированной водой до метки.

Полученный раствор содержит 5% гидроксида натрия и 1% боргидрида натрия.

Раствор переливают в склянку с притертой крышкой и хранят в холодильнике до использования. Срок хранения раствора 1 мес.

2% раствор борогидрида натрия

2% раствор борогидрида натрия готовят следующим образом:

Помещают навеску гидроксида натрия массой 10,0 г в мерный стакан вместимостью 100 см³. Заполняют стакан до 2/3 объема дистиллированной водой и растворяют навеску.

Помещают в полученный раствор 2 таблетки боргидрида натрия массой 1,0 г, растворяют их и доводят объем раствора дистиллированной водой до метки.

Полученный раствор содержит 10% гидроксида натрия и 2% борогидрида натрия;

Раствор переливают в склянку с притертой крышкой и хранят в холодильнике до использования. Срок хранения раствора 1 мес.

Калибровочные растворы

Раствор разбавления №1

В мерную колбу вместимостью 200 см³ внести около 100 см³ дистиллированной воды. Отмерить пипеткой 10 см³ концентрированной азотной кислоты (осч или хч $d = 1,41 \text{ г/см}^3$) 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.

Раствор разбавления №2

В мерную колбу 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.

Калибровочный раствор с содержанием ртути C₂ = 25 мкг/см³

Поместить в мерную колбу вместимостью 100 см³ 30 см³ раствора разбавления №1. Вскрыть ампулу ГСО состава водного раствора ионов ртути (C₁=1 мг/см³) и внести 2,5 см³ этого раствора в ту же колбу. Довести колбу до метки раствором разбавления №1 при температуре (20±1)°С. Тщательно перемешать. В 1 см³ этого раствора содержится 25 мкг ртути. Раствор может храниться в течение 6 месяцев.

Калибровочный раствор с содержанием ртути C₃ = 0,1 мкг/см³

Поместить в мерную колбу вместимостью 250 см³ 50 см³ раствора разбавления №2 и 1 см³ раствора C₂=25 мкг/см³. Довести до метки раствором разбавления №2 при температуре (20 ± 1) °С. Тщательно перемешать. В 1 см³ этого раствора содержится 0,1 мкг ртути (100,0 нг).

Калибровочный раствор с содержанием ртути C₄ = 0,025 мкг/см³

Поместить в мерную колбу вместимостью 1000 см³ 50 см³ раствора разбавления №2 и 1 см³ раствора C₂ = 25 мкг/см³. Довести до метки раствором разбавления №2 при температуре (20 ± 1) °С. Тщательно перемешать. В 1 см³ этого раствора содержится 0,025 мкг ртути (25,0 нг).