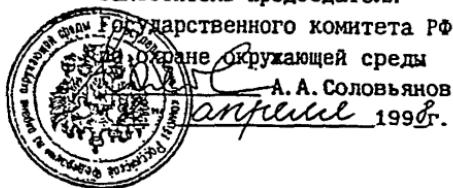


ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
ПО ОХРАНЕ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель Председателя



КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ВОД

МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВЫХ КОНЦЕНТРАЦИЙ
ИОНОВ ХРОМА, ЖЕЛЕЗА, ВИСМУТА, МАРГАНЦА, КОБАЛЬТА, НИКЕЛЯ,
МЕДИ, СВИНЦА, ЦИНКА, РТУТИ
В ВОДНЫХ СРЕДАХ

С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ПРЕОБРАЗОВАТЕЛЯ ИП-ТМ-Д
РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНЫМ МЕТОДОМ НА КОМПЛЕКСЕ "ИНЛАН-РФ"

ПНД Ф 14.1:2:4.133-98

Методика допущена для целей государственного
экологического контроля.

МОСКВА
1997

Право тиражирования и реализации принадлежит разработчику и ГУАК Госкомэкологии России.

Методика рассмотрена и одобрена Главным управлением аналитического контроля и метрологического обеспечения природоохранной деятельности (ГУАК) и Главным метрологом Госкомэкологии России.

Разработчик: ЗАО НПФ Аналитинвест

Адрес: 129226, Москва, ул. Сельскохозяйственная, 12^а

Телефон: 181-60 12

1. НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий документ устанавливает методику количественного химического анализа проб очищенных сточных, пресных природных питьевой вод для определения в них массовой концентрации ионов хрома, железа, висмута, марганца, кобальта, никеля, меди, цинка, свинца, ртути (далее по тексту ионов тяжелых металлов (ТМ)) рентгенофлуоресцентным методом дисперсией по длинам волн, выполняемую на комплексе «ИИПАН - РФ».

Диапазон измеряемых концентраций индивидуальных ионов ТМ от 0,0 до 0,1 мг/дм³.

Нерастворимые формы металлов устраняются при фильтрации проб. Если сумма измеряемых ионов ТМ в пробе объемом 200 см³ выше 1 мг/дм³ применяется процедура предварительного разбавления анализируемой пробы. Требуемая кратность разбавления устанавливается при адаптации методики объекту контроля.

МВИ не применима для проб, в которых содержатся следующие мешающие вещества:

щелочные металлы	свыше 200 мг/дм ³
щелочно-земельные металлы	свыше 20 мг/дм ³
нефтепродукты	свыше 1 мг/дм ³
поверхностно-активные вещества	свыше 1 мг/дм ³
фенолы	свыше 1 мг/дм ³

2. ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОГРЕШНОСТИ ИЗМЕРЕНИЯ

Настоящая методика обеспечивает получение результатов анализа погрешностями, не превышающими значений, приведенных в табл. 1 (при доверительной вероятности Р=0,95)

Таблица 1

Определяемый компонент	Диапазон определяемых концентраций, мг/дм ³	Границы относительной погрешности (Р=0,95), %
1	2	3
Hg ²⁺	0,005 — 0,01	±35
Hg ²⁺	0,011 — 0,1	±10
Cr ³⁺ , Mn ²⁺ , Fe ³⁺ , Co ²⁺ , Ni ²⁺ , Cu ²⁺ , Zn ²⁺ , Pb ²⁺ , Bi ³⁺	0,005 — 0,01	±50
Cr ³⁺ , Mn ²⁺ , Fe ³⁺ , Co ²⁺ , Ni ²⁺ , Cu ²⁺ , Zn ²⁺ , Pb ²⁺ , Bi ³⁺	0,011 — 0,1	±25

3. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

3.1. Средства измерений

- рентгенофлуоресцентный спектрометр типа РЛП-1— ТУ И.550.126 или РЛП-1—В ТУ И.550.126 или «Спектроскан» ТУ (СП.000.000) или любой другой с аналогичными техническими характеристиками (входящий в комплекс «ИНЛАН-РФ», выпускаемый предприятиями «Аналит-Инвест» и «ИНЛАН»);
- комплект измерительных преобразователей ИП-ТМ-Д (поставляется изготовителем комплекса со свидетельством о метрологической аттестации);
- государственные стандартные образцы (ГСО) растворов ионов соответствующих металлов с погрешностью аттестованного значения не более 2% (при $P=0,95$).
- Пипетки мерные 4(5)-1—2(2), 6(7)-1—(10) ГОСТ 29227-94
- Колбы мерные 2—(100, 200, 250, 500, 1000)-2 ГОСТ ГОСТ 1770-74Е

3.2. Реактивы и материалы

- Кислота азотная концентрированная (плотность 1,4 г/см³) ГОСТ 11125-77
- Кислота хлороводородная (соляная) концентрированная (плотность 1,19 г/см³) ГОСТ 3118-77
- Аммоний ацетат, хч, ГОСТ 3117-78
- Кислота уксусная (ледяная), хч, ГОСТ 61-75
- Кислота азотная (стандарт-тигр 0,1 N) ТУ 6-09-2540-72
- Универсальная индикаторная бумага ТУ 6-09-1181-71
- Фильтры «синяя лента» ТУ 6-09-1678-86
- Ткань Петрянова ТУ 6-16-2813-84
- Дистиллированная вода ГОСТ 6709-72.

3.3. Химическая посуда и вспомогательное оборудование

- Химические стаканы ВН 50; 100; 500; 1000 см³ ГОСТ 1770-74Е
- Задатчик потока водной пробы ЕВКН. 471.012 ТУ или ПВП-1 ЕВКН 4.471.024 ТУ. (рис.1)
- Воронки стеклянные ГОСТ 25336-82Е.

4. ПРИНЦИП МЕТОДА

Измерение концентраций ионов ТМ проводят рентгенофлуоресцентным методом с дисперсией по длинам волн после концентрирования ионов ТМ на фильтрах ИП-ТМ-Д за счет образования устойчивых комплексов ТМ с функциональными группировками химически модифицированной целлюлозы

при фильтровании пробы.

Интенсивность излучения рентгеновской флуоресценции каждого определяемых элементов, возникающего под действием излучения рентгеновской трубы, пропорциональна содержанию элемента в пробе.

5. ТРЕБОВАНИЯ ТЕХНИКИ БЕЗОПАСНОСТИ

5.1. Рентгенофлуоресцентный спектрометр, поставляемый в комплекте «ИНЛАН-РФ», может представлять опасность как источник рентгеновского излучения и высокого напряжения.

Эксплуатация спектрометра должна осуществляться в соответствии с требованиями, изложенными в «Основных санитарных правилах работы с радиоактивными веществами и другими источниками ионизирующего излучения «ОСП-72/87 и «Санитарных правилах работы с источником низкоэнергетического рентгеновского излучения» СП 5170-90.

5.2. Помещения и спектрометры до начала их эксплуатации должны быть проверены комиссией в соответствии с действующими НД.

5.3. Работа со спектрометром разрешается только в помещениях, указанных в санитарном паспорте, который оформляется на основании акта приемки комиссией помещения и спектрометра.

Размещение спектрометров в подвальных помещениях и жилых зданиях не допускается.

5.4. Помещение для приготовления буферного раствора должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией. При работе должны соблюдаться правила техники безопасности обращения с химическими реактивами по ГОСТ 12.4.019-75 и электробезопасности при работе электроустановками по ГОСТ 12.1.019-79. Организация обучения работающих по вопросам безопасности труда по ГОСТ 12.0.004-79.

6. ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРА

К выполнению измерений и обработке результатов может быть допущен специалист, имеющий опыт работы с рентгенофлуоресцентными спектрометрами. Подготовку проб к анализу может выполнять специалист, имеющий опыт работы в химической лаборатории и освоивший данную методику.

7. УСЛОВИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

- температура окружающей среды $(20 \pm 5)^\circ\text{C}$;
- относительная влажность окружающей среды (30-80) %;
- атмосферное давление (760 ± 20) мм рт.ст.
- напряжение сети переменного тока 220 В $\pm 10\%$
- частота переменного тока (50 ± 1) Гц

8. ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

8.1. Приготовление буферного раствора pH 4,5-5,5.

Буферный раствор pH 4,5-5,5 готовится смешением раствора ацетата аммония и раствора уксусной кислоты.

8.1.1. Приготовление раствора ацетата аммония

На технических весах взвешивают 38,54 г. соли ацетата аммония, растворяют навеску в 400 см³ дистиллированной воды, переводят раствор в мерную колбу вместимостью 500 см³, доводят раствор до метки дистиллированной водой и переносят в химический стакан вместимостью 1000 см³.

8.1.2. Приготовление раствора уксусной кислоты.

Отмеряют 60 см³ ледяной уксусной кислоты, переводят его в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доводят объем до метки дистиллированной водой.

8.1.3. Проверяют pH раствора ацетата аммония с помощью индикаторной бумаги и доводят pH раствора с помощью р-ра уксусной кислоты до 4,5-5,5.

8.1.4. Буферный раствор очищается от измеряемых металлов двухкратным пропусканием через ИП-ТМ-Д.

8.2. Отбор, транспортирование, консервирование и хранение анализируемой воды.

Объем пробы — 1 дм³ (для контроля правильности результатов измерения концентрации ТМ необходимо 2 дм³)

Срок хранения проб без консервации не должен превышать 12 часов.

8.2.1. Сточные воды.

Анализируемая сточная вода отбирается, транспортируется, консервируется и хранится в соответствии с «Инструкцией по отбору проб для анализа сточных вод» НВН 33-5.3.01-85.

8.2.2. Пресные природные воды

Анализируемые природные воды отбираются, транспортируются и хранятся в соответствии с ГОСТ 17.1.5.04-81 «Приборы и устройства для отбора, первичной обработки и хранения проб природных вод», консервируются по ГОСТ 24481-80 «Вода питьевая. Отбор проб».

8.2.3. Питьевые воды

Анализируемая питьевая вода отбирается, транспортируется, консервируется и хранится в соответствии с ГОСТ 24481-80 «Вода питьевая. Отбор проб».

8.3. Фильтрация проб воды.

Фильтрация проб воды осуществляется следующим образом:

8.3.1. Фильтр из ткани Петрянова $d=25$ мм помещают на дно патрона-задатчика потока водной пробы (ЗПВП, рис. 1 №6).

8.3.2. Перед фильтрованием отобранная пробы воды предварительно встряхивается в течение 2х минут. После этого в мерный цилиндр отбирают 1 dm^3 воды.

8.3.3. Отмеренный объем пробы заливается в делительную воронку (рис.1) ЗПВП. В пробоотборном устройстве ПУ-1Э, входящем в комплекс «ИНЛАН-РФ», создается максимальное разряжение, для чего включаются все рычаги расходов. На ЗПВП кран 5 (рис.1) закрыт.

8.3.4. По мере прекращения прохождения водной пробы через фильтр меняют. Для этого кран 3 ЗПВП закрывают, а кран 5 открывают, посредством чего меняют фильтр.

Подобным образом поступают до тех пор, пока не будет отфильтрована вся пробы.

8.3.5. Отфильтрованный раствор используется для дальнейшего анализа.

8.4. Концентрирование ионов ТМ на ИП-ТМ-Д.

8.4.1. С помощью индикаторной бумаги измеряется pH отфильтрованного раствора. Если pH раствора равно 4,5-5,5, к нему добавляется 10 cm^3 буферного раствора, после чего приступают к концентрированию ТМ на ИП-ТМ-Д.

В случае законсервированных, сильно кислых проб pH пробы доводят до 4,5-5,5 солью уксуснокислого аммония, добавляя ее к анализируемому раствору небольшими порциями. Величину pH проверяют после добавления каждой порции уксуснокислого аммония. Если произойдет выпадение осадка, то его отфильтровывают на фильтре Петрянова согласно п. 8.3. Затем добавляют 10 cm^3 буферного раствора.

8.4.2. Отфильтрованный раствор заливают в делительную воронку задатчика потока водной пробы (рис.1). На дне патрона 6 размещают дно фильтра ИП-ТМ-Д.

8.4.3. Включают пробоотборное устройство ПУ-1Э на скорость 20 $\text{dm}^3/\text{час}$ и открывают двухходовой кран 3 емкости 1 (рис.1) задатчика потока водной пробы. Анализируемый раствор будет поступать на ИП-ТМ-Д.

8.4.4. Анализируемый раствор объемом 1 dm^3 должен пройти через ИП-ТМ-Д за 1 - 1,5 часа. Скорость прохождения раствора через ИП-ТМ-Д регулируют краном 5 (рис.1).

8.4.5. Контролировать скорость прохождения раствора можно с помощью секундомера. Указанная скорость прохождения раствора через ИП-ТМ-Д соответствует скорости каплепадения 110-130 капель в минуту.

8.5. После прохождения всей пробы через ИП-ТМ-Д открывают крышку патрона и извлекают оба ИП-ТМ-Д.

Разделяют ИП-ТМ-Д и просушивают их отдельно между двумя листами фильтровальной бумаги.

Перед окончанием сушки помещают ИП-ТМ-Д вместе с фильтровальной бумагой под пресс (например, лист органического или обыкновенного стекла размером не менее 300 x 300 мм).

Высушенные ИП-ТМ-Д готовы к измерению сконцентрированной на них массы ионов ТМ.

9. ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

При выполнении измерений массы ионов ТМ, сорбированных на фильтрах ИП-ТМ-Д, выполняют следующие операции:

9.1. Включают прибор в соответствии с инструкцией по его эксплуатации.

Высокое напряжение на рентгеновскую трубку подается последовательно. Например, для прибора «Спектроскан» сначала подают напряжение 20 кВ и через 20 мин еще 20 кВ, доводя напряжение до 40 кВ. Прямое включение режима измерений 40 кВ может привести к выходу рентгеновской трубки из строя.

9.2. Убедившись в работоспособности спектрометра, проводят калибровку прибора.

Для спектрометра «Спектроскан» в пробозагрузочное устройство помещается образец, входящий в комплект прибора, с высоким содержанием химического элемента, по которому осуществляется калибровка. Как правило, используется образец железа (станд.), рекомендуемая длина волны $\lambda=1936$ мА (FeK α).

Для прибора РЛП 1-3 в качестве калибровочного образца используют медь.

Калибровка остальных аналитических линий элементов осуществляется автоматически.

Длины волн определяемых элементов приведены в табл. 2

Таблица 2.

о Длины волн (мА), по которым проводятся измерения

NN п.п.	Элемент	Длина волны мА	Серия линий	NN п.п.	Элемент	Длина волны мА	Серия линий
1.	Хром	2290	K α	6.	Медь	1540	K α
2.	Марганец	2102	K α	7.	Цинк	1435	K α
3.	Железо	1936	K α	8.	Ртуть	1241	La
4.	Кобальт	1788	K α	9.	Свинец	1175	La
5.	Никель	1657	K α	10.	Висмут	1144	La

9.3. В процессе работы калибровка спектрометра может постепенно сбиваться, поэтому рекомендуется примерно через каждые два часа работы проводить новую калибровку.

9.4. Режим «Измерения» спектрометра используется после калибровки и обеспечивает сбор и обработку информации.

Установление градуировочной характеристики для обработки результатов измерений осуществляется на предприятии - поставщиком комплекса «ИНЛАН-РФ».

При переходе предприятия-поставщика на другие типы измерительных преобразователей переградуировка осуществляется изготовителем комплекса со своей счет.

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводится с использованием комплекта градуировочных образцов, охватывающих диапазоны определяемых по МВИ металлов. Постановка комплектов образцов осуществляется изготовителем комплекса «ИНЛАН-РФ».

Проводят измерение 2-3 градуировочных образцов.

Градуировочную характеристику считают стабильной при выполнении следующих условий:

$$\frac{C_i - C_0}{C_0} \leq 0,1, \text{ где} \quad (1)$$

C_0 - аттестованная характеристика градуировочного образца, мг;

C_i - измеренное содержание определяемого металла, мг.

9.5. В пробозагрузочное устройство спектрометра помещаются с высушенных фильтра ИП-ТМ-Д.

9.6. Если в результате анализа сумма масс определяемых по методу ионов ТМ, осажденных на фильтрах ИП-ТМ-Д, не превышает 1 мг, то анализ можно не продолжать.

9.7. Если в результате анализа сумма масс определяемых по методу ионов ТМ незначительно превышает или равна 1 мг, то проверяется полнота сорбции ТМ при фильтровании через ИП-ТМ-Д. Для этого анализируется фильтрат, полученный после первого фильтрования.

Если анализ показал, что:

а) в фильтрате ТМ нет, то первый полученный результат считается действительным;

б) в фильтрате обнаружен один или несколько ТМ и сумма масс «прокочивших» ТМ не превышает 1 мг. В этом случае массы одноименных ТМ, высаженных при первом и втором фильтровании и считываемые прибора, следует сложить.

9.8. Анализ показал, что сумма масс всех ТМ, осажденных на фильтре ИП-ТМ-Д при втором фильтровании, превышает 1 мг. В этом случае анализ следует повторить, взяв 200 см³ пробы. Если сумма масс ТМ, считываемая прибора, меньше 1 мг, то анализ считается действительным.

Если анализ показал, что сумма ТМ в 200 см³ пробы превышает 1 мг/дм³, то пробу необходимо разбавить дистиллированной водой в 10 раз и взять на анализ 200 см³. В дальнейшем процедуру разбавления при необходимости повторяют с кратностью.

Более подробно порядок выполнения измерения на спектрометре «Спектроскан» изложен в приложении 2, на приборе РЛП-1-3 - в приложении 3.

10. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЯ

10.1. Концентрацию каждого измеренного ТМ в анализируемой водной среде находят по формулам:

для прибора
типа РЛП-1-3

$$X_i = \frac{X_{\text{пр.и}}}{1000}, \text{ мг/дм}^3 \quad (2)$$

для прибора
типа «Спектроскан»

$$X_i = \frac{X_{\text{пр.и}}}{V}, \text{ мг/дм}^3, \quad (3)$$

где X_i - концентрация ТМ в пробе, мг/дм³

$X_{\text{пр.и}}$ - сумма масс или концентраций одноименных ТМ
(в мкг/дм³ — для РЛП-1-3;

в мг/пробе — для «Спектроскана»);

V — объем взятой пробы (для «Спектроскана»), дм³

10.2. При разбавлении пробы (по п.9.8.) в расчете следует учитывать коэффициент разбавления.

Результаты измерений представляют в виде:

$$X_i \pm \Delta, \text{ мг/кг} \quad \text{при } P = 0,95,$$

$$\text{где } \Delta = \frac{\delta * X}{100}, \text{ мг/дм}^3 \quad (4)$$

Результат измерений должен оканчиваться тем же десятичным разрядом, что и погрешность. Результаты измерений оформляют записью в журнале.

11. ОПЕРАТИВНЫЙ КОНТРОЛЬ ПОГРЕШНОСТИ

11.1. Контроль стабильности градуировочной характеристики проводится в соответствии с п. 9.4.

11.2. Контроль погрешности результатов КХА выполняют в соответствии с планом внутрилабораторного контроля. Обязательно проведение контроля погрешности при адаптации методики применительно к новому объему анализа, а также при проведении многократного разбавления пробы (см. 9.8.).

Образцами для контроля являются рабочие пробы вод. Об отобранной для контроля пробы должен соответствовать удвоенному объему необходимому для проведения анализа по методике.

Отобранный объем пробы делят на две равные части, первую из которых анализируют в точном соответствии с прописью методики (п. 9) и получают результат анализа исходной пробы - X_1 , а во вторую часть добавляют добавку анализируемого металла (или металлов), используя ГСО или аттестованные растворы, приготовленные из ГСО. Анализируют эту пробу и получают результат анализа рабочей пробы с добавкой - X_2 . Оба образца КХА получают по возможности в одинаковых условиях, (т. е. их получают один аналитик с использованием одного набора мерной посуды, одной партии реактивов и т.д.)

Решение об удовлетворительной погрешности принимают при выполнении следующих условий:

$$|X_1 - X_2 - C| \leq K \quad (5)$$

Норматив оперативного контроля погрешности K , мг/кг, рассчитывают по формулам:

- при проведении внутрилабораторного контроля ($P = 0.90$):

$$K = 0,84 \sqrt{(\Delta x_1)^2 + (\Delta x_2)^2}, \text{ мг/дм}^3 \quad (6)$$

- при проведении внешнего контроля ($P = 0.95$):

$$K = \sqrt{(\Delta x_1)^2 + (\Delta x_2)^2}, \text{ мг/дм}^3, \quad (7)$$

где Δx_1 и Δx_2 (мг/кг) - характеристики погрешности, соответствующие содержанию определяемого компонента в рабочей пробе и рабочей пробе с добавкой.

При превышении норматива контрольное определение повторяют. При повторном превышении норматива выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и устраняют их.

ПРИЛОЖЕНИЕ 1

ПРИГОТОВЛЕНИЕ ВОДЫ СПЕЦИАЛЬНОЙ ОЧИСТКИ

1. Взять 1 дм³ дистиллированной воды, прибавить 10 см³ буферного раствора.
2. Залить ее в емкость 1 задатчика водного потока.
3. Поместить 1 шт. ИП-ТМ-Д в патрон задатчика водного потока.
4. Поступить как при концентрировании водных проб на ИП-ТМ-Д.
5. Операции по п.п. 2, 3, 4 повторить 2 раза.

Примечание: при очистке буферного раствора поступить по п.п. 2, 3, 4 настоящего приложения.

ПРИЛОЖЕНИЕ 2

ПОРЯДОК РАБОТЫ НА СПЕКТРОМЕТРЕ РЕНТГЕНОВСКОМ СКАНИРУЮЩЕМ КРИСТАЛЛ-ДИФРАКЦИОННОМ ПОРТАТИВНОМ «СПЕКТРОСКАН», СОВМЕЩЕННОМ С ИВМ-СОВМЕСТИМЫМ КОМПЬЮТЕРОМ

1. Подготовка к работе

- 1.1. Установить блоки спектрометра и компьютера на рабочем месте так, чтобы они не нагревались от внешних источников тепла и не испытывали толчков и ударов.
- 1.2. Производят подстыковку кабеля между блоком сканирования и пультом управления прибора.

ВНИМАНИЕ! Заземление блока сканирования и пульта управления спектрометра НЕ ПРОВОДИТЬ.

- 1.3. Производят стыковку блоков компьютера согласно описанию на него.
- 1.4. Проводят подстыковку кабеля между пультом управления спектрометра и последовательным портом компьютера.
- 1.5. Подключают шнур питания прибора и компьютера к электросети.

2. Включение измерительного оборудования

- 2.1. Убеждаются что на всех блоках спектрометра кнопки отжаты, а компьютер отключен.
- 2.2. Включают спектрометр, нажав кнопку «СЕТЬ» на задней панели пульта управления; при этом должен загореться светодиод. Выждают 5 мин.
- 2.3. Подают высокое напряжение (20 кВ) на рентгеновскую трубку, нажав кнопку TVBL (красная) на левой панели блока сканирования прибора; при этом

должен загореться светодиод (красный). Выжидают 20 мин. С помощью клавиши «Вправо», «Влево» перемещают рамку выбора на пункт меню «Измерение», нажимают «Enter». При этом происходит автоматическое включение прибора, а затем на экране дисплея появляется иллюстрация выполняемой операции.

2.4. После прогрева устанавливают режим 40 кВ, нажав кнопку T1 (серая). Выжидают еще 40 мин.

ВНИМАНИЕ! Прямое включение режима 40 кВ может привести к выходу рентгеновской трубки из строя.

2.5. При выполнении п.п. 2.3 и 2.4 по показаниям верхнего стрелочного индикатора блока сканирования убедиться в наличии напряжения порядка 20 кВ или 40 кВ на рентгеновской трубке. Величина анодного тока трубки постоянно отображается на нижнем стрелочном индикаторе блока сканирования.

2.6. По истечении 40 минут прогрева спектрометра в режиме 40 кВ включают периферийные блоки компьютера, а затем процессор. По окончании загрузки компьютера на экране монитора появляется две панели Navigator Commander.

2.7. Находят каталог ANALYS и входят в него («Enter»).

2.8. Находят подкаталог SPEKTR 1, входят в него («Enter»).

2.9. Находят файл Shtc.p.exe, входят в него («Enter»). На экране монитора появляется основное меню программы. Входят в него, нажав клавишу «F10».

2.10. Нажимают кнопку «RESET» на лицевой панели пульта управления спектрометра.

2.11. В случае необходимости с помощью клавиши управления «Вправо» и «Влево» переместить рамку выбора на пункт меню «Настройка», нажать «Enter».

2.12. При необходимости с помощью клавиши управления «Верх» и «Вниз» переместить рамку выбора на пункт «Поиск реперной линии», нажать «Enter»; при этом на экране монитора выводится меню режима «Поиск реперной линии».

2.13. Установить в пробозагрузочное устройство блока сканирования кювету с реперным образцом, поставляемым с комплексом. Ввес пробозагрузочного устройства в зону измерения прибора.

2.14. В случае необходимости с помощью клавиши управления переместить рамку выбора на пункт меню «Измерение», нажать «Enter».

При этом происходит автоматическое включение прибора, а затем на экране дисплея появляется иллюстрация выполняемой операции.

2.15. По окончании операции поиска реперной линии раздается звуковой сигнал, а на экране появляется мигающая надпись ESC-Выход. Нажимают клавишу «ESC» дважды, вынимают кювету с реперным образцом из пробозагрузочного устройства спектрометра.

2.16. С помощью клавиши «Влево», «Вправо» перемещают рамку выбора на пункт меню «Анализ кол.», нажимают «Enter».

2.17. С помощью клавиши «Вверх», «Вниз» перемещают рамку выбора на

пункт «Анализ», нажимают «Enter». На экране появится меню этого режима.

2.18. С помощью клавиши «Влево», «Вправо» переместить рамку выбора на пункт «Измерения» и нажать «Enter». На экране появится файловая оболочка.

2.19. При необходимости с помощью клавиши управления «Вверх», «Вниз» установить рамку выбора на пункт FILTER. GSM и нажать «Enter». На экране появится табличка, в которой будет выделен пункт «КО» (контрольный образец).

2.20. Установить в пробозагрузочно устройство блока сканирования прибора кювету с контрольным образцом, поставляемым с комплексом.

Примечание. Для обеспечения высокой точности анализа необходимо каждый раз пытаться устанавливать контрольный образец в одном и том же положении.

2.21. Нажать клавишу «F10», при этом на экране возникает панель настройки устройств вывода результатов измерений. В ней находится курсор, управляемый клавишами со стрелками «Вверх», «Вниз». Чтобы включить вывод результатов измерений на то или иное устройство, следует подвести курсор к нужной строке и нажать клавишу «Пробел». О включении вывода на нужное устройство свидетельствует знак «x» в квадратных скобках напротив имени устройства вывода.

ВНИМАНИЕ! Вывод на дисплей должен быть включен всегда. Если указан вывод результатов на принтер, то к началу печати принтер должен быть заправлен бумагой и находиться в режиме «ONLINE», в противном случае может произойти сбой программы.

Завершив настройку устройств вывода, следует выделить с помощью клавиши управления «Вверх», «Вниз» пункт «Сохранить» для сохранения изменений и «Отменить» для отказа от изменений параметров вывода и нажать «Enter».

2.22. Нажать клавишу «F9». При этом происходит автоматическое включение спектрометра и на экране появляется таблица проводимых измерений.

2.23. После выполнения измерений контрольного образца, нажать клавишу «ESC», при этом в таблице рамка выбора будет установлена на «Enter». Вынуть кювету с контрольным образцом из пробозагрузочного устройства спектрометра.

2.24. Разместить анализируемый фильтр ИП-ТМ-Д в держателе (поставляется с комплексом) и вставить его в измерительную кювету

2.25. Установить в пробозагрузочное устройство блока сканирования прибора кювету с анализируемым фильтром.

2.26. Нажать клавишу «Ins» (появятся три звездочки). Набрать шифр анализируемого фильтра (3 символа), нажать «Enter».

2.27. При необходимости выполнить п. 2.21.

Примечание 2. Если состав устройств вывода результатов измерений при анализе фильтров не изменяется, то выполнение п. 2.21. можно опустить.

2.28. Нажать клавишу «F9». При этом происходит автоматическое включение спектрометра и на экране появится таблица проводимых измерений.

2.29. После выполнения измерений анализируемого фильтра на экране монитора (и, если используется, принтер) выдаются полученные содержательные элементы.

2.30. Нажать клавишу «Esc», вынуть кювету с проанализированным фильтром. Дальнейшие измерения выполнить по п.п. 2.20.-2.30.

3. Выключение измерительного оборудования

3.1. После выполнения всех необходимых измерений нажать клавиши «Esc» 4 раза.

3.2. Одновременно нажать клавиши «Alt» и «X».

3.3. С помощью клавишей «Вверх», «Вниз» и «Enter» выйти в Navigator Commander.

3.4. Последовательно выключить процессор и периферийные блоки компьютера согласно описанию на них.

3.5. Отжать кнопку Tube (серая) на лицевой панели блока сканирования прибора.

3.6. Через 15 сек отжать кнопку Tube (красная) на лицевой панели блока сканирования прибора.

3.7. Еще через 15 сек отжать кнопку «СЕТЬ» на задней панели пульта управления спектрометра.

ПРИЛОЖЕНИЕ

ИЗМЕРЕНИЕ МАССЫ ТМ НА ИП-ТМ-Д С ПОМОЩЬЮ РЛП-1-3

* Включить РЛП-1-3 согласно БИ.550.126-01 ПС.

* Разместить высушенные ИП-ТМ-Д в контейнер. См. рис. 2 (два ИП-ТМ-Д один на другой).

* Поместить контейнеры с ИП-ТМ-Д в транспортер (см. рис. 2).

* Включить дисплей.

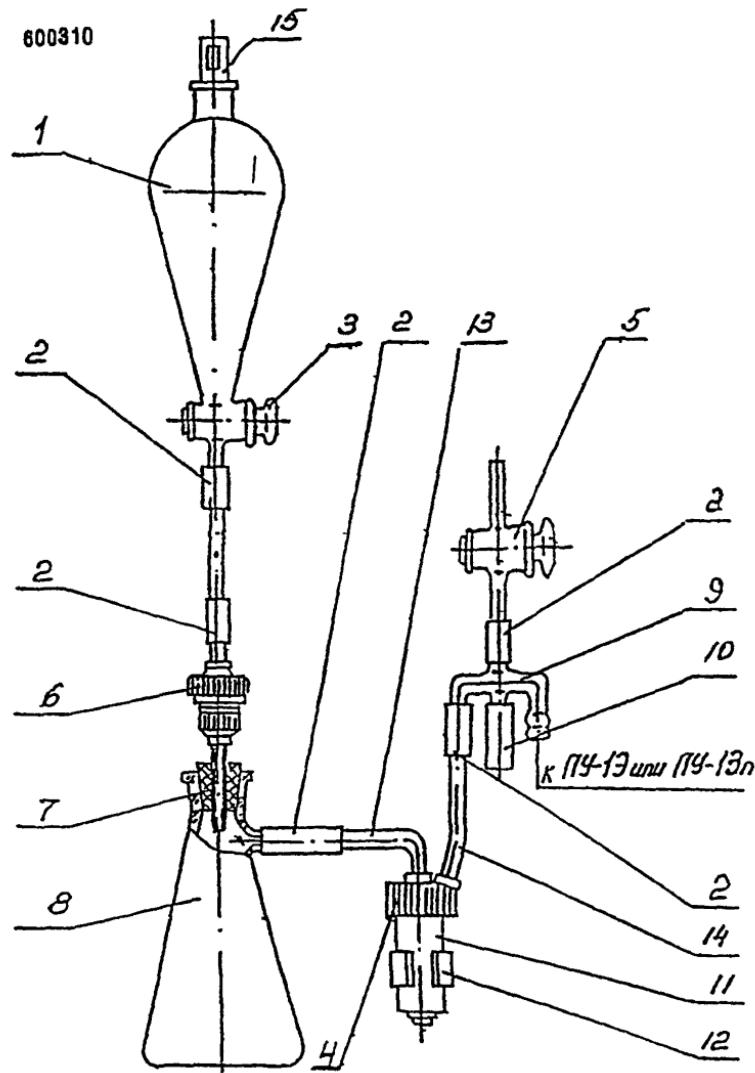
* Включить процессор ЭВМ.

* Наблюдать на дисплее две панели.

* Набором клавиши на дисплее установить маркер на надпись «Argon conc ex».

* Нажать клавишу «Enter».

* Ответить на вопросы дисплея, нажимая на соответствующие цифры и буквы. Номер задачи 9.



ЗАДАТЧИК ЗПБП

- 1 - Воронка делительная ВД-1000-ХС; 2 - муфта ПВХ; 3 - кран К1Х-1-22-1,6;
 4 - крышка КО-2; 5 - кран К1Х-32-2,5; 6 - патрон П-1; 7 - пробка 45;
 8 - колба с тубусом 1-1000; 9 - соединительная трубка ТС-В-6; 10 - заглушка
 контрольной точки; 11 - каплеотбойник КО-2; 12 - держатель для КО-2;
 13 - вход КО-2; 14 - выход КО-2; 15 - пробка.

Рис. 1

**Метрологические характеристики МВИ
и нормативы оперативного контроля точности результатов измерений:**

Таблица 1

Определяемый компонент	Диапазон измерений, мг/дм ³	Границы относительной погрешности (Р=0,95), %
Cr ³⁺	от 0,005 до 0,01 от 0,011 до 0,1	± 50 ± 25
Mn ²⁺	от 0,005 до 0,01 от 0,011 до 0,1	± 50 ± 25
Fe ³⁺	от 0,005 до 0,01 от 0,011 до 0,1	± 50 ± 20
Co ²⁺	от 0,005 до 0,01 от 0,011 до 0,1	± 50 ± 25
Ni ²⁺	от 0,005 до 0,01 от 0,011 до 0,1	± 50 ± 25
Cu ²⁺	от 0,005 до 0,01 от 0,011 до 0,1	± 50 ± 25
Zn ²⁺	от 0,005 до 0,01 от 0,011 до 0,1	± 50 ± 25
Pb ²⁺	от 0,005 до 0,01 от 0,011 до 0,1	± 50 ± 25
Bi	от 0,005 до 0,01 от 0,011 до 0,1	± 50 ± 25
Hg	от 0,05 до 0,01 от 0,011 до 0,1	± 35 ± 10

1. Норматив контроля стабильности градуировочной характеристики (по п.9.4 МВИ) - $K \leq 0,1$.

2. Норматив оперативного контроля погрешности (по п.11.2 МВИ)
- при проведении внутрилабораторного контроля (Р=0,90):

$$K = 0,84 \sqrt{(\Delta X_1)^2 + (\Delta X_2)^2}, \text{ мг/дм}^3$$

-при проведении внешнего контроля (Р=0,95):

$$K = \sqrt{(\Delta X_1)^2 + (\Delta X_2)^2}, \text{ мг/дм}^3$$

где $\Delta X_1, \Delta X_2$, (мг/дм³) - характеристики погрешности, соответствующие содержанию определяемого компонента в рабочей пробе и рабочей пробе с добавкой.

Мешающие компоненты:

щелочные металлы	свыше 200 мг/л
щелочно-земельные металлы	свыше 20 мг/л
нефтепродукты	свыше 1 мг/л
поверхностно-активные вещества	свыше 1 мг/л
фенолы	свыше 1 мг/л

Ведущий инженер

Осипова Л.В.

КОМИТЕТ
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ

D.I.MENDELEYEV INSTITUTE FOR
METROLOGY
(VNIIM)

State Centre for Measuring
Instrument Testing and Certification



ГОСУДАРСТВЕНН
ПРЕДПРИЯТИИ
"ВНИИМ" им.Д.И.Менделеева

Государственный сертификационный испытательный центр средств

19 Moskovsky pr.
St.Petersburg
198005, Russia
Fax (812) 113 01 14
Phone (812) 251 76 01
(812) 259 97 59
E-mail hal@onti.vniim.spb.su

198005
Санкт-Петербург
Московский пр., 19

Факс (111)
Телефон (111)

Телстайк 8
E-mail hal@onti.vniim.spb.su

СВИДЕТЕЛЬСТВО
CERTIFICATE
OF COMPLIANCE

№ _____
О Метрологической аттестации
2420/32-97

Методика выполнения измерений массовой концентрации ионов тяжелых металлов в питьевой, природной, поверхностной и очищенной сточной воде, разработанная ЗАО НПФ "Аналитинвест" и регламентированная в ИИЛАН-РФ МВИ-01-97 "Методика выполнения измерений массовых концентраций ионов хрома, железа, висмута, марганца, кобальта, никеля, меди, свинца, цинка, ртути в водных средах с использованием преобразователей ИГ-ГМ-Д рентгенофлуоресцентным методом на комплексе "ИИЛАН-РФ" аттестована в соответствии с ГОСТ 8.563-96.

Аттестация осуществлена по результатам метрологической экспертизы материалов по разработке МВИ и экспериментальных исследованиях методом шифрованных проб. В результате аттестации МВИ установлено, что методика выполнения измерений соответствует предъявленным к ней метрологическим требованиям и обладает основными метрологическими характеристиками, приведенными на оборотной стороне свидетельства.

Дата выдачи свидетельства декабрь 1997 г.

Срок действия свидетельства на МВИ до декабря 2000 г.

Руководитель лаборатории
Государственных эталонов в
области аналитических измерений

