ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
ПО ОХРАНЕ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

УТВЕРЖДАЮ
Заместитель Председателя
Государственного комитета РФ
по охране окружающей среды
А.А.Соловьянов
апреля 1998г.

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

gost.e-ecolog.ru

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 количественно. химического анализа проб очищенных сточных , пресных природных питьевой вод для определения в них массовой концентрации ионов хром железа, висмута, марганца, кобальта, никеля, меди, цинка, свинца, ртути (дал по тексту ионов тяжелых металлов (ТМ)) рентгенофлуоресцентным методом дисперсией по длинам волн, выполняемую на комплексе «ИНЛАН - РФ».

Диапазон измеряемых концентраций индивидуальных ионов ТМ от 0,0(до 0,1 мг/дм^3.

Нерастворимые формы металлов устраняются при фильтрации проб Если сумма измеряемых ионов ТМ в пробе объемом 200 см^3 выше 1 мг/дм применяется процедура предварительного разбавления анализируемой проб Требуемая кратность разбавления устанав- ливается при адаптации методики объекту контроля.

МВИ не применима для проб, в которых содержатся следующи 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 (пр доверительной вероятности P=0,95)

Таблица 1

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

3. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

3.1. Средства измерений

— рентгенофлуоресцентный спектрометр типа
РЛП-1— ТУ И1.550.126
или РЛП-1—В ТУ И1.550.126
или «Спектроскан» ТУ (СП.000.000) или любой другой с алогичными 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/см^3) ГОСТ 11125-77
— Кислота хлороводородная (соляная) концентрированная (плотность 1,19 г/см^3) ГОСТ 3118-77
— Аммоний ацетат, хч, ГОСТ 3117-78
— Кислота уксусная (ледяная), хч, ГОСТ 61-75
— Кислота азотная (стандарт-титр 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 см^3 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 рентгенофлуо- ресцентным 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 излуче рентгеновской трубки, пропорциональна содержанию элемента в пробе.

5. ТРЕБОВАНИЯ ТЕХНИКИ БЕЗОПАСНОСТИ

5.1. Рентгенофлуоресцентный спекрометр, поставляемый в компле «ИНЛАН-РФ», может представлять опасность как источник рентгеновск излучения и высокого напряжения.

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

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

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

Размещение спектрометров в подвальных помещениях и жилых здани не допускается.

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

6. ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРА

К выполнению измерений и обработке результатов может быть допущ специалист, имеющий опыт работы с рентгенофлуорес-центны спектрометрами. Подготовку проб к анализу может выполнять специалис имеющий опыт работы в химической лаборатории и освоивший данну методику.

7. УСЛОВИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

- температура окружающей среды (20±5) ^{0}C;
- относительная влажность окружающей среды (30-80) %;
- атмосферное давление (760±20) мм рт.ст.
- напряжение сети переменного тока 220 В ± 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 $см^3$ дистиллированной воды, переводят раствор в мерную колбу вместимостью 500 $см^3$, доводят раствор до метки дистиллированной водой и переносят в химический стакан вместимостью 1000 $см^3$.

8.1.2. Приготовление раствора уксусной кислоты.

Отмеряют 60 $см^3$ ледяной уксусной кислоты, переводят его в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ 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 $дм^3$ (для контроля правильности результатов измерения концентрации ТМ необходимо 2 $дм^3$)

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 патр(П-1 задатчика потока водной пробы (3ПВП, рис. 1 №6).

8.3.2. Перед фильтрованием отобранная проба воды предварители встряхивается в течение 2х минут. После этого в мерный цилиндр отбирае 1 дм^3 воды.

8.3.3. Отмеренный объем пробы заливается в делительную воро((рис.1) 3ПВП. В пробоотборном устройстве ПУ-1Э , входящем в компл(комплекса «ИНЛАН-РФ», создается максимальное разряжение, для ч включаются все рычаги расходов. На 3ПВП кран 5 (рис.1) закрыт.

8.3.4. По мере прекращения прохождения водной пробы через филь фильтр меняют. Для этого кран 3 3ПВП закрывают, а кран 5 открывают, по(чего меняют фильтр.

Подобным образом поступают до тех пор, пока не будет от-фильтров вся проба.

8.3.5. Отфильтрованный раствор используется для дальнейшего анализ

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

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

В случае законсервированных, сильно кислых проб pH пробы доводи до 4,5-5,5 солью уксуснокислого аммония, добавляя ее к анализируемо раствору небольшими порциями. Величину pH проверяют после добавлен каждой порции уксуснокислого аммония. Если произойдет выпадение осад то его отфильтровывают на фильтре Петрянова согласно п. 8.3. Зат добавляют 10 см^3 буферного раствора.

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

8.4.3. Включают пробоотборное устройство ПУ-1Э на скорос 20 дм^3/час и открывают двухходовой кран 3 емкости 1 (рис.1) задатчика пото водной пробы. Анализируемый раствор будет поступать на ИП-ТМ-Д.

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

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

8.5. После прохождения всей пробы через ИП-ТМ-Д откру-чива 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 х 300 мм).

Высушенные ИП-ТМ-Д готовы к измерению сконцентрирован-ной 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 λ=1936 мА (FeKα).

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.

Длины волн (мА), по которым проводятся измерения

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

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

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

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

При переходе предприятия-поставщика на другие типы измерительн преобразователей переградуировка осуществляется изготовителем компле за свой счет.

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

Проводят измерение 2-3 градуировочных образцов.

Градуировочную характеристику считают стабильной при выполне условия:

$$\frac{C_i - C_o}{C_o} \leq 0{,}1, \text{ где} \qquad (1)$$

C_o - 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 методи ионов ТМ, осажденных на фильтрах ИП-ТМ-Д, не превышает 1 мг, то ана можно не продолжать.

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

Если анализ показал, что:

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

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

9.8. Анализ показал, что сумма масс всех ТМ, осажденных на фильтр ИП-ТМ-Д при втором фильтровании, превышает 1 мг. В этом случае ана следует повторить, взяв 200 $см^3$ пробы. Если сумма масс ТМ, считываема прибора, меньше 1 мг, то анализ считается действительным.

Если анализ показал, что сумма ТМ в 200 $см^3$ пробы превышает 1 $мг/дм^3$, то пробу необходимо разбавить дистиллированной водой в 10 раз и взять на анализ 200 $см^3$. 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

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

для прибора
типа «Спектроскан»

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

где X_i - концентрация ТМ в пробе, $мг/дм^3$

$X_{пр.i}$ - сумма масс или концентраций одноименных ТМ
(в $мкг/дм^3$ —для РЛП-1-3;
в мг/пробе —для «Спектроскана»);

V —объем взятой пробы (для «Спектроскана»), $дм^3$

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

Результаты измерений представляют в виде:

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

где $\Delta = \frac{\delta * X}{100}$, $мг/дм^3$ (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 характерист проводится в соответствии с п. 9.4.

11.2. Контроль погрешности результатов КХА выполняют в соответст с планом внутрилабораторного контроля. Обязательно проведение контр погрешности при адаптации методики применительно к новому объе 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 объе необходимому для проведения анализа по методике.

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

Решение об удовлетворительной погрешности принимают при выполнен условия:

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

Норматив оперативного контроля погрешности К , мг/кг, рассчитыва по формулам:

- при проведении внутрилабораторного контроля (P = 0.90):

$$K = 0{,}84 \sqrt{(\Delta x_1)^2 + (\Delta_{X2})^2}\ , \text{ мг/дм}^3 \qquad (6)$$

- при проведении внешнего контроля (P = 0.95):

$$K = \sqrt{(\Delta x_1)^2 + (\Delta_{X2})^2}\ , \text{ мг/дм}^3 , \qquad (7)$$

где Δx_1 и Δ_{X2} (мг/кг) - характеристики погрешности, соответствующ содержанию определяемого компонента в рабочей пробе и рабочей пробе добавкой.

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

ПРИЛОЖЕНИЕ 1

ПРИГОТОВЛЕНИЕ ВОДЫ СПЕЦИАЛЬНОЙ ОЧИСТКИ

1. Взять 1 $дм^3$ дистиллированной воды, прибавить 10 $см^3$ 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 IBM-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 копьютера 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. Выжидают 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 помо клавиши «Вправо», «Влево» перемещают рамку выбора на пункт м «Измерение», нажимают «Enter». При этом происходит автоматичес включение прибора, а затем на экране дисплея появляется иллюстра выполняемой операции.

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

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

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

2.6. По истечении 40 минут прогрева спектрометра в режиме 40 включают периферийные блоки компьютера, а затем процессор. По окончан загрузки компьютера на экране монитора появляется две панели Nor 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 монит появится основное меню программы. Входят в него, нажав клавишу «F10».

2.10. Нажимают копку «RESET» на лицевой панели пульта управлен спектрометра.

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

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

2.13. Установить в пробозагрузочное устройство блока сканиро- ван прибора кювету с реперным образцом, поставляемым с комплексом. Ввес пробозагрузочное устройство в зону измерения прибора.

2.14. В случае необходимости с помощью клавиши управлен переместить рамку выбора на пункт меню «Измерение», нажать «Enter». При этом происходит автоматическое включение прибора, затем на экране дисплея появляется иллюстрация выполняемой операции.

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

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

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

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 еустройство блока сканиро- вания 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 нижней строке и нажать клавишу «Пробел». О включении вывода на нужное устройство свидетельствует знак «х» 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 сканиро- вания прибора кювету с анализируемым фильтром.

2.26. Нажать клавишу «Ins» (появится 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 автомати- чес включение спектрометра и на экране появится таблица проводимых измерен

2.29. После выполнения измерений анализируемого фильтра на эк монитора (и, если используется, принтер) выдаются полученные содержа элементов.

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

3. Выключение измерительного оборудования

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

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

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

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

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

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

3.7. Еще через 15 сек отжать кнопку «СЕТЬ» на задней панели пуль 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.

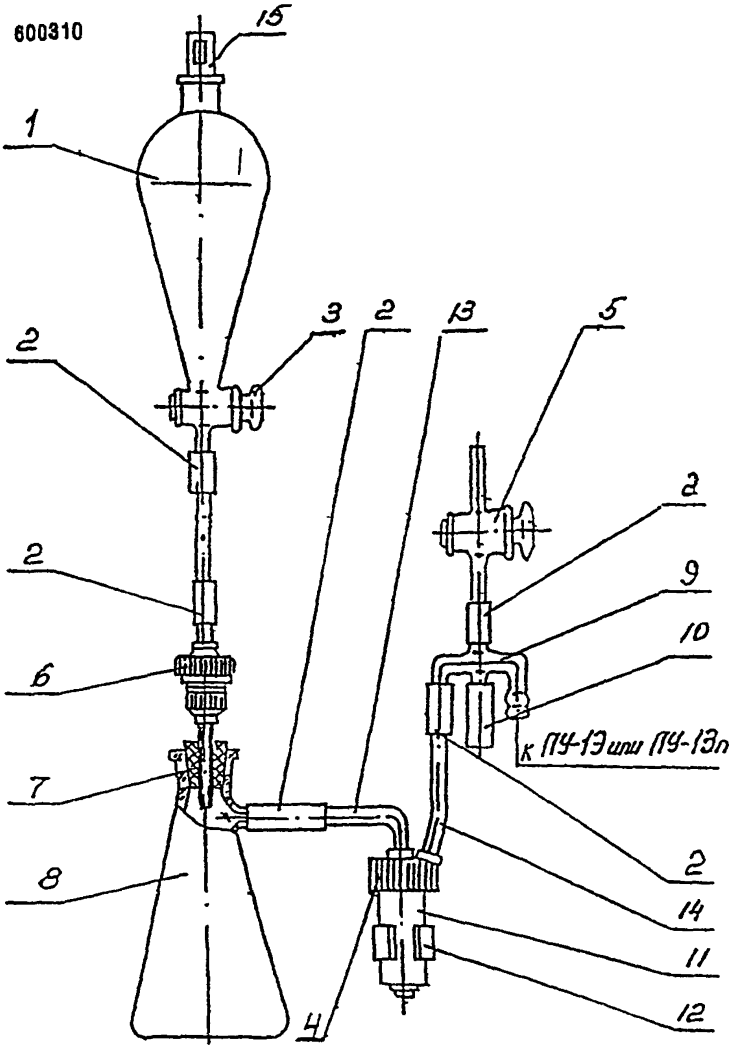
* Включить процессор ЭВМ.

* Наблюдать на дисплее две панели.

* Набором клавиши на дисплее установить маркер на надпись «Arconc exe».

* Нажать клавишу «Enter».

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



ЗАДАТЧИК ЗПВП

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/дм³	Границы относительной погрешности (P=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) - $K \le 0,1$.

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

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

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

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

где ΔX_1, ΔX_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
ПРЕДПРИЯТИ
"ВНИИМ им.Д.И.Мен

Государственный сертифик
испытательный центр средст

19 Moskovsky pr.
St.Petersburg
198005, Russia

Fax (812) 113 01 14
Phone (812) 251 76 01
(812) 259 97 59
E-mail gost.e-ecolog.ru

198005
Санкт-Петербург
Московский пр., 19

Факс (
Телефон (
(
Телетайп 8
E-mail hal@onti.

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 ИНЛАН-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 ИП-ТМ-Д рентгенофлуоресцентным методом на комплексе "ИНЛАН-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 декабрь 2002 г.

Руководитель лаборатории
Государственных эталонов в
области аналитических измерений Р.А.Конопелько

gost.e-ecolog.ru