

ООО «КОРТЭК»

ГЕНЕРАТОР РТУТНО–ГИДРИДНЫЙ «ГРГ–114»

Руководство по эксплуатации

ГКНЖ.88.000.000 РЭ

– 2018 –

ГКНЖ.88.000.000 РЭ

СОДЕРЖАНИЕ

ВВЕДЕНИЕ	4
1. ОПИСАНИЕ И РАБОТА ГЕНЕРАТОРА.....	5
1.1. НАЗНАЧЕНИЕ.....	5
1.2. ТЕХНИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ	6
1.2.1. Общая характеристика генератора	6
1.2.2. Основные параметры и метрологические характеристики	6
1.3. СОСТАВ ГЕНЕРАТОРА	6
1.4. УСТРОЙСТВО И РАБОТА ГЕНЕРАТОРА	7
1.4.1. Принцип действия	7
1.4.2. Устройство генератора.....	7
1.4.3. Режимы работы генератора.....	9
1.4.4. Маркировка и пломбирование	9
1.4.5. Упаковка.....	10
2. ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ПО НАЗНАЧЕНИЮ	11
2.1. ЭКСПЛУАТАЦИОННЫЕ ОГРАНИЧЕНИЯ	11
2.1.1. Давление сжатого газа (аргона).....	11
2.1.2. Растворы.....	11
2.2. ПОРЯДОК УСТАНОВКИ ГЕНЕРАТОРА	11
2.3. ПОДГОТОВКА ГЕНЕРАТОРА К ИЗМЕРЕНИЯМ.....	12
2.3.1. Меры безопасности.....	12
2.3.2. Внешний осмотр рабочего места и генератора	13
2.3.3. Порядок подготовки генератора к работе	13
2.4. ПРОВЕДЕНИЕ АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫХ ИЗМЕРЕНИЙ	13
2.5. ДЕЙСТВИЯ В ЭКСТРЕМАЛЬНЫХ УСЛОВИЯХ.....	15
3. ТЕХНИЧЕСКОЕ ОБСЛУЖИВАНИЕ ГЕНЕРАТОРА	15
3.1. МЕРЫ БЕЗОПАСНОСТИ.....	15
3.2. ПОРЯДОК ТЕХНИЧЕСКОГО ОБСЛУЖИВАНИЯ ГЕНЕРАТОРА.....	16
3.3. ПРОВЕРКА РАБОТОСПОСОБНОСТИ ГЕНЕРАТОРА	16
4. ТЕКУЩИЙ РЕМОНТ	17
ПРИЛОЖЕНИЕ	18
ПОРЯДОК ПРИГОТОВЛЕНИЯ РАСТВОРОВ ДЛЯ ПРОВЕРКИ РАБОТОСПОСОБНОСТИ И ОПРОБОВАНИЯ РТУТНО-ГИДРИДНОГО ГЕНЕРАТОРА ГРГ-114.....	18

ВВЕДЕНИЕ

Настоящее Руководство по эксплуатации предназначено для ознакомления пользователей генератора ртутно-гидридного «ГРГ–114» (в дальнейшем – генератор) с его назначением, устройством, принципом работы, указаниями по транспортированию и хранению, требованиями безопасности.

Лица, осуществляющие эксплуатацию генератора, должны пройти специальную подготовку и инструктаж:

- Знания в области общей химии и физики в объёме программы высшего или среднего специального учебного заведения;
- Правила и навыки работы с атомно-абсорбционным спектрометром типа «КВАНТ. Z»;
- Навыки выполнения методик количественного химического анализа;
- Знание допущенных к применению или опубликованных методик количественного химического анализа, предусматривающих использование генератора;
- Знание настоящего Руководства по эксплуатации.

Лица, допущенные к работе с генератором, должны пройти инструктаж по технике безопасности при работе с газовыми баллонами и химическими реактивами.

1. ОПИСАНИЕ И РАБОТА ГЕНЕРАТОРА

1.1. Назначение

Полное наименование и обозначение:

генератор ртутно-гидридный «ГРГ–114», ГКНЖ.88.000.000

Генератор предназначен для использования в качестве приставки к атомно-абсорбционному спектрометру «КВАНТ.Z» при проведении количественного определения содержания ртути.

Основные области применения генератора – анализ объектов окружающей среды (воды, воздуха, почв), анализ пищевых продуктов и продовольственного сырья, медицина, геология, научные исследования.

Рабочие условия эксплуатации:

- Температура окружающей среды, °С, _____ от +15 до +35;
- Максимальная относительная влажность при температуре +25°С, %, _____ 80;
- Атмосферное давление, кПа, _____ от 84 до 107.

Концентрации агрессивных и вредных веществ в атмосфере помещения, где работает генератор, не должна превышать санитарных норм для рабочей зоны, установленных ГОСТ 12.1.004.

1.2. Технические характеристики

1.2.1. Общая характеристика генератора

- 1.2.1.1. Управление работой генератора осуществляется от атомно-абсорбционного спектрометра «КВАНТ. Z» или непосредственно оператором (ручной режим).
- 1.2.1.2. Электрическое питание генератора осуществляется постоянным напряжением 12 В, подаваемого от атомно-абсорбционного спектрометра «КВАНТ.Z». Потребляемая мощность, $B \cdot A$, _____ не более 6.
- 1.2.1.3. Габаритные размеры, мм, _____ не более 235 × 215 × 320;
- 1.2.1.4. Масса изделия, кг, _____ не более 5.

1.2.2. Основные параметры и метрологические характеристики

- 1.2.2.1. Относительное значение систематической составляющей погрешности и средних квадратичных отклонений (СКО) результатов измерений концентрации ртути при использовании генератора с атомно-абсорбционным спектрометром «КВАНТ. Z» не должны превышать значений, указанных в таблице 1.

Таблица 1

Элемент	Концентрация ртути, мг/л	СКО, %	Систематическая составляющая погрешности, %
Ртуть	0,1 0,8	6 4	20 8

- 1.2.2.2. Расход образца на одно определение, мл _____ не более 20;
- 1.2.2.3. Расход восстановителя на одно определение, мл _____ 1,0 ÷ 1,5.

1.3. Состав генератора

В комплекте с генератором поставляются:

- спектральная лампа на ртуть;
- комплект сменных частей;
- комплект запасных частей;
- методические указания по определению ртути;
- реагент (олово двухлористое);
- ручной дозатор на 10 мл.

1.4. Устройство и работа генератора

1.4.1. Принцип действия

Аликвоту анализируемого раствора (5-20 мл) вводят в реактор генератора (рис. 1) ручным дозатором. При включении программы в реактор вводится необходимый объем восстановителя-раствора (двухлористого олова) и включается барботаж раствора аргоном. При интенсивном перемешивании раствора и раствора восстановителя происходит восстановление ртути и образование атомного пара ртути. Поток аргона атомный пар ртути переносится в специально обработанную графитовую печь. Эта графитовая печь изнутри покрыта слоем золота, адсорбирующего атомы ртути. Ртуть связывается золотом и накапливается в графитовой печи.

По окончании накопления ртути в графитовой печи следует атомизация, при которой происходит испарение ртути и атомно-абсорбционный спектрометр измеряет абсорбционность атомного пара ртути на резонансной спектральной линии 253,7 нм.

1.4.2. Устройство генератора

Внешний вид генератора представлен на рис. 1 и 2.

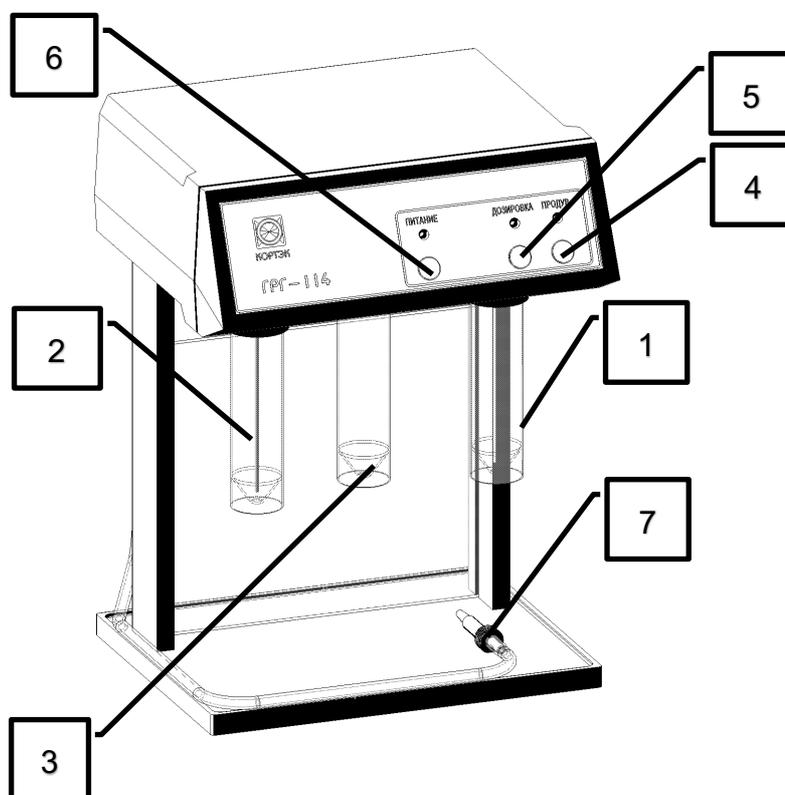


Рис. 1 Генератор. Вид спереди

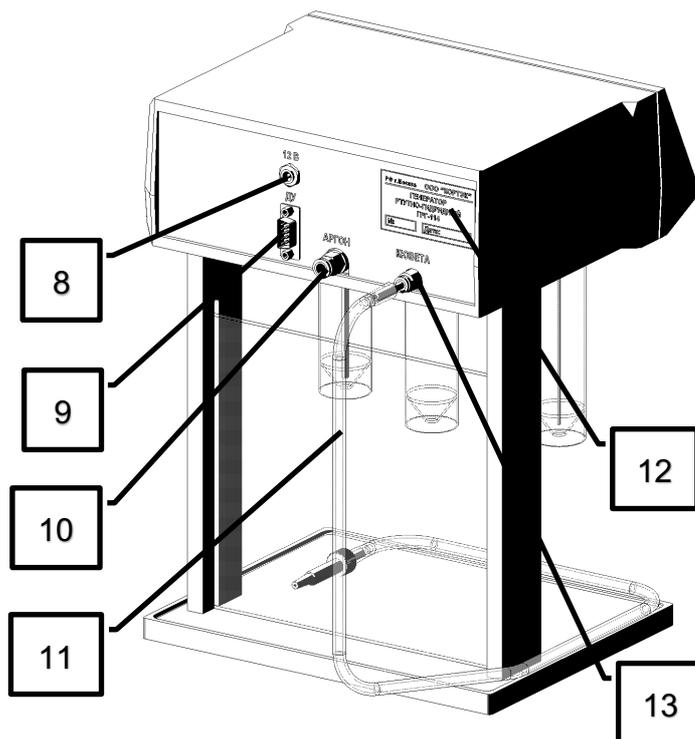


Рис. 2 Генератор. Вид сзади

На лицевой панели генератора (рис. 1) расположены:

- кнопка (6) "ПИТАНИЕ", предназначенная для подачи в генератор электрического напряжения, с индикационным светодиодом над кнопкой;
- кнопки (5 и 4) "ДОЗИРОВКА" и "ПРОДУВ" предназначенные для управления генератором в ручном режиме, а также, для проведения процедуры очистки генератора после окончания работы, с индикационными светодиодами над кнопками.

К нижней крышке корпуса генератора на быстросъемной резьбе крепятся: реакционный сосуд (1), сосуд (2) для восстановителя и сосуд - влагоотбойник (3).

На задней панели генератора расположены:

- штуцер (10) "Аргон" для подключения генератора к магистрали аргона;
- разъем (9) для подключения к спектрометру с помощью кабеля из комплекта монтажных частей;
- штуцер (13) "Кювета" для подключения трубки (11) с переходником (7) под наконечник для ввода паров ртути в графитовую печь;

- разъём (8) для подключения внешнего питания (+12 V).

1.4.3. Режимы работы генератора

Генератор может работать в двух режимах: автоматическом (основной) и ручном (вспомогательный).

- 1.4.3.1. В автоматическом режиме управление генератором осуществляется атомно-абсорбционным спектрометром «КВАНТ.Z». Оператор производит дозирование пробы с помощью ручного дозатора, вставляет наконечник в графитовую печь и включает программу нагрева графитовой печи. Дальнейшие процедуры (дозирование восстановителя, включение продува, выключение продува) производятся автоматически в соответствии с выбранной программой нагрева графитовой печи. Если спектрометр оборудован автоматическим дозатором типа УПП, то ввод наконечника в графитовую печь нагрева производится дозатором.
- 1.4.3.2. В ручном режиме управление генератором осуществляется оператором в соответствии с протеканием программы нагрева графитовой печи. Ручной режим предназначен для использования генератора с атомно-абсорбционными спектрометрами «КВАНТ.Z». Кроме того, ручной режим позволяет использовать генератор с другими типами электротермических атомно-абсорбционных спектрометров.

1.4.4. Маркировка и пломбирование

Маркировка (12) наносится на заднюю стенку генератора в виде таблички, которая содержит следующие данные:

- Товарный знак изготовителя;
- Тип изделия;
- Заводской номер;
- Год изготовления.

Пломбирование генератора осуществляется предприятием – изготовителем, а при эксплуатации лицом, производившим ремонт или поверку. Пломба устанавливается на боковой стенке корпуса генератора.

1.4.5. Упаковка

Упаковка генератора производится в индивидуальную тару в соответствии с указаниями и требованиями конструкторской документации и комплекта поставки, указанного в формуляре ГКНЖ.88.00.000 ФО. В тару вкладывается упаковочный лист, содержащий перечень вложенного имущества и документации с указанием даты упаковки и подписью ответственного за упаковку лица, тара пломбируется.

Маркировка транспортной тары выполнена по ГОСТ 14192. На стенках тары нанесены предупреждающие знаки "Верх", "Не кантовать", "Боится сырости" и "Осторожно, хрупкое".

2. ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ПО НАЗНАЧЕНИЮ

2.1. Эксплуатационные ограничения

При использовании генератора необходимо обращать особое внимание на перечисленные в данном пункте технические требования, несоблюдение которых недопустимо по условиям безопасности, может привести к выходу из строя генератора или отдельных его частей, либо ухудшать метрологические характеристики АА спектрометра «КВАНТ. Z» при работе с генератором.

2.1.1. Давление сжатого газа (аргона)

- Давление аргона на входе в генератор должно быть в диапазоне 2,8÷3,2 атм. Аргон подается с выхода регулятора давления, входящего в комплект поставки спектрометра «КВАНТ. Z».

2.1.2. Растворы

- Концентрация кислот в растворах образца и реагента должна быть не более 3 моль/л для соляной кислоты, 4 моль/л – для азотной кислоты;
- Объем олова двухлористого в стакане для восстановителя не должен превышать – 35 мл;
- Количество анализируемого раствора не должно превышать 30 мл.

Не соблюдение данных требований приводит к характерным поломкам генератора (наличие следов восстановителя или исследуемого образца в пневматических магистралях), которые будут являться не гарантийными.

2.2. Порядок установки генератора

- 2.2.1.** Все операции по подключению генератора к спектрометру проводить на выключенном спектрометре.
- 2.2.2.** Постановить генератор на правую верхнюю крышку спектрометра, правее отсека атомизатора.
- 2.2.3.** Подключить генератор к спектрометру. Для этого подключите кабель из комплекта поставки к разъему (9 на рис. 2) на задней панели генератора и к разъему «ГРГ» на задней панели спектрометра.
- 2.2.4.** Подключить генератор к магистрали аргона. Для этого подключите трубку ТРУ 6x4 из комплекта поставки в следующей последовательности:
 - к штуцеру (10) «АРГОН» на задней панели генератора ГРГ-114
 - к штуцеру «АРГОН» регулятора давления газа, установленного на задней стенке спектрометра «Квант.Z»
- 2.2.5.** Подключить трубку (11) к штуцеру (13) «КЮВЕТА»
- 2.2.6.** В позицию для влагоотбойника (3 на рис. 1) плотно, но, не прилагая чрезмерных

усилий, вкрутить чистый сухой пластмассовый стакан с резьбой, входящий в комплект генератора. Чистый сухой пластмассовый стакан с резьбой, входящий в комплект генератора, заполнить на 25-30 мл 10 %-м раствором двухлористого олова и плотно, но, не прилагая чрезмерных усилий, вкрутить в позицию для восстановителя (2 на рис. 1).

2.2.7. Отключение генератора проводить в обратном порядке.

2.3. Подготовка генератора к измерениям

2.3.1. Меры безопасности

- 2.3.1.1. Эксплуатация генератора должна производиться в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.019, а также "Правил технической эксплуатации установок потребителей" и "Правил техники безопасности при эксплуатации установок потребителей", утверждённых Госэнергонадзором.
- 2.3.1.2. Подключение к сжатым газам и эксплуатацию генератора производить в соответствии с ГОСТ 12.2.008, ГОСТ 12.2.095, а также с "Правилами устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением" и "Правилами безопасности в газовом хозяйстве", утверждёнными Госкотлонадзором.
- 2.3.1.3. Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности, ГОСТ 12.1.004, и иметь средства пожаротушения, ГОСТ 12.1.009.
- 2.3.1.4. Организация обучения работающих правилам безопасности труда, ГОСТ 12.0.004.
- 2.3.1.5. При выполнении анализов необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами, относящимися к третьему классу опасности, ГОСТ 12.4.021.

2.3.2. Внешний осмотр рабочего места и генератора

При выполнении осмотра генератора проверяют:

- Правильность подключения газоподводящих линий, электрических соединений, их целостность и отсутствие видимых повреждений;
- Отсутствие повреждений сосудов генератора;
- Отсутствие перегибов или обрыва в капиллярной и газовых трубках;
- Соответствие температуры и влажности рабочим условиям эксплуатации генератора (см. п. 1.1).

2.3.3. Порядок подготовки генератора к работе

- 2.3.3.1.** Приготовить рабочие растворы согласно Приложению 1 или выбранной методике количественного химического анализа.
- 2.3.3.2.** В соответствии с руководством по эксплуатации включить спектрометр, установить лампу с полым катодом на ртуть, входящую в комплект генератора, а в атомизатор установить покрытую золотом графитовую печь, входящую в комплект генератора. В программном обеспечении спектрометра загрузить калибровку на ртуть.
- 2.3.3.3.** Проверить программу нагрева графитовой печи, которая для определения ртути должна быть следующей:

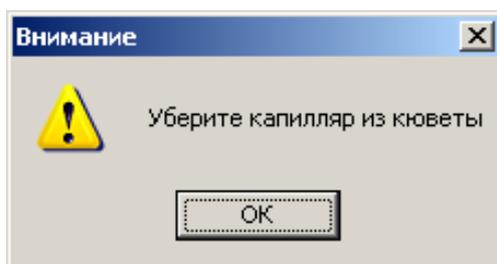
Стадия	Наращение	Выдержка	Температура	Газ
Испарение 21	0 с	0 с	40°C	закрыт
Испарение 2	0 с	0 с	40°C	закрыт
Пиролиз 1	0 с	0 с	40°C	закрыт
Пиролиз 2	0 с	0 с	20°C	закрыт
Атомизация	0	1000 мс	1000°C	закрыт
Очистка	0	1000 мс	1050°C	открыт

2.4. Проведение атомно-абсорбционных измерений

- 2.4.1.** Дозатором, входящим в комплект генератора, ввести в реакционный стакан аликвоту анализируемого раствора и плотно, но, не прилагая чрезмерных усилий, вкрутить его в соответствующую позицию (1 на рис. 1).
- 2.4.2.** Вставить переходник с наконечником на 100 мкл (7 на рис. 1) в дозировочное отверстие графитовой печи. При использовании в спектрометре устройства подачи проб типа УПП переходник необходимо установить в держатель, а на него надевается наконечник. Для удобства настройки попадания наконечника в

отверстие графитовой печи, ослабьте крепление трубки (11) в переходнике (7), отвернув головку переходника (7) на 1-2 оборота. Отъюстируйте «грубо» положение наконечника в отверстии графитовой печи, вращая переходник (7). Затем зафиксируйте обратно трубку (11) в переходнике (7), закрутив головку переходника до упора. Повторите «точно» юстировку наконечника. Ввод наконечника осуществляет сам УПП после нажатия на кнопку «ИЗМЕРЕНИЕ» в окне программы (см. п. 2.4.3.). Поэтому при работе с УПП этот пункт нужно исключить. **При работе с УПП отрегулируйте глубину погружения наконечника в печь на 50% интенсивности излучения.**

- 2.4.3. Нажать на кнопку «ИЗМЕРЕНИЕ» в окне программы. После завершения стадии Пиролиз 2 в рабочем окне программы появится сообщение:



При работе с УПП вышеуказанное сообщение не появляется. Программа протекает не прерываясь.

- 2.4.4. После нажатие на «ОК» сообщение появится повторно. При повторном нажатии «ОК» программа нагрева продолжится, и после ее завершения в текущем окне программы отобразятся результаты атомно-абсорбционного измерения.
- 2.4.5. Открутить реакционный стакан, вылить раствор и промыть стакан 20-30 мл дистиллированной воды.
- 2.4.6. Если необходимо, повторить измерение, действуя по п.п. 2.4.1. - 2.4.4.
- 2.4.7. Процедуры калибровки, уточнения калибровки, обработка результатов АА измерений при использовании генератора производятся в соответствии с руководством по эксплуатации на спектрометр.
- 2.4.8. После завершения измерений, если генератор не предполагается использоваться в течение 12 часов, необходимо подготовить генератор к выключению.
- 2.4.8.1. Открутить реакционный стакан и стакан с восстановителем, вылить остатки растворов из них, промыть дистиллированной водой.
- 2.4.8.2. Заполнить на 30 мл стакан для восстановителя дистиллированной водой и вкрутить его на место, а реакционный стакан поставить на нижний столик так, чтобы трубка оказалась внутри реакционного стакана.
- 2.4.8.3. Нажать кнопку «ДОЗИРОВКА» и удерживать ее до тех пор, пока не замигает светодиод этой кнопки. Вода из стакана для восстановителя будет переливаться в реакционный стакан.

- 2.4.8.4. После того, как вся вода из стакана для восстановителя перетечёт в реакционный стакан, повторно нажмите на кнопку «ДОЗИРОВКА». Дозировка прекратится, светодиод над кнопкой погаснет.
- 2.4.8.5. Слейте воду из реакционного стакана, остатки воды из стакана для восстановителя и нажмите кнопку «ПИТАНИЕ». Генератор выключен.
- 2.4.8.6. Действуя в соответствии с руководством по эксплуатации спектрометра, извлеките графитовую печь для определения ртути из атомизатора спектрометра, протрите съёмные контакты кусочком батиستا смоченном спиртом этиловым ректифицированным.

2.5. Действия в экстремальных условиях

Соблюдение правил эксплуатации генератора, изложенных в настоящем Руководстве, гарантирует безопасность на всех этапах его использования. Возникновение экстремальных ситуаций возможно либо при нарушении правил эксплуатации генератора, либо при возникновении аварийных условий в помещении, где находится генератор.

- 2.5.1. При возникновении пожара или возгорания в помещении, необходимо немедленно прекратить работу на приборе, отключить генератор и спектрометр от сети электропитания, закрыть вентиль газового баллона.

3. ТЕХНИЧЕСКОЕ ОБСЛУЖИВАНИЕ ГЕНЕРАТОРА

Техническое обслуживание генератора производится в процессе его эксплуатации на рабочем месте, тем же персоналом, который осуществляет использование прибора по назначению.

Выполнение рекомендаций по техническому обслуживанию, наряду с правилами установки и подготовки к работе, обеспечивает исправность прибора и его готовность к использованию.

3.1. Меры безопасности

В процессе технического обслуживания следует соблюдать те же меры безопасности, которые были рекомендованы для подготовки генератора к использованию (п. 2.3.1) и его использования (п. 2.4).

3.2. Порядок технического обслуживания генератора

Выполняемые в ходе технического обслуживания процедуры указаны в таблице 2.

Таблица 2

№п/п	Содержание процедуры	Способ и порядок выполнения	Периодичность
1.	Удаление пыли с наружных поверхностей	С помощью лоскута фланели	Ежедневно
2.	Удаление капель растворов, налёта солей и загрязнений наружных поверхностей	С помощью смоченной в растворе СМС поролоновой губки. Протереть насухо лоскутом фланели	Ежедневно
3.	Очистка реакционных стаканов	Промыть в растворе СМС, затем водой из под крана и дистиллированной водой, установить в сушку	В конце работы
4.	Очистка сосуда для восстановителя	Освободить от остатков раствора, промыть в растворе СМС, затем водой из-под крана и дистиллированной водой, установить в сушку	Каждый раз после использования, но не реже одного раза в неделю

3.3. Проверка работоспособности генератора

3.3.1. Включить генератор.

3.3.2. Установить стакан для восстановителя, заполненный дистиллированной водой объемом 30 мл и установить пустой реакционный стакан.

3.3.3. Однократно нажать на кнопку "ДОЗИРОВКА" и произвести пятикратную дозировку жидкости из стакана для восстановителя в реакционный стакан, каждый раз после дозировки на 5÷10 сек включая кнопку «Продув».

3.3.4. Объём воды с дозированной в реакционный стакан должен составлять от 5 до 7.5 мл.

3.3.5. Залить в реакционный стакан 10 мл дистиллированной воды. Нажать на кнопку «ПРОДУВ». В реакторе начнется барботирование. Заткнуть выходное отверстие переходника шланга для ввода в графитовую печь. Через 1 минуту барботаж должен прекратиться, что укажет на герметичность газовых магистралей. Освободить заглушенный шланг и нажать на кнопку «ПРОДУВ».

4. ТЕКУЩИЙ РЕМОНТ

Текущий ремонт генератора заключается в выявлении причин и устранении характерных неисправностей. Перечень этих неисправностей и рекомендации по их устранению приведены в таблице 3.

Таблица 3

Признаки неисправностей	Вероятная причина	Способ устранения неисправностей
Нестабильность дозировки, снижение объема дозировки	<ol style="list-style-type: none"> 1. Разгерметизация стакана для восстановителя 2. Несоответствие входного давления аргона номинальному значению 3. Засорение дозирующей капиллярной трубки 	<ol style="list-style-type: none"> 1. Плотнее завинтите стакан, проверьте нет ли на нём трещин. 3. Проверить входное давление аргона; должно быть 1 атм. 4. Промыть капиллярную трубку <u>согласно п.3.3.3.</u>
Снизилась чувствительность измерений, плохая сходимость измерений	<ol style="list-style-type: none"> 1. Графитовая печь для определения ртути потеряла активность 2. Печь подгорела 3. Снизилась активность раствора реагента, плохое качество реагента 4. Наконечник зонда упирается в дно печи 5. Снизилась интенсивность резонансной линии лампы с полым катодом 	<ol style="list-style-type: none"> 1. Заново активировать печь согласно п. 7 Приложения. 2. Заменить печь 3. Заменить раствор реагента или реагент 4. Подрезать наконечник зонда наискосок для обеспечения свободного выхода газа 5. Прочистить щупом оптические каналы атомизатора

Порядок приготовления растворов для проверки работоспособности и опробования ртутно-гидридного генератора ГРГ-114

1. **Оборудование, посуда и реактивы, используемые при приготовлении основных и контрольных растворов:**
 - 1.1. Весы лабораторные, 2-ой класс точности, с верхним пределом взвешивания 200 г. ГОСТ 24104;
 - 1.2. Меры массы (гири), 2-ой класс точности, ГОСТ 7328;
 - 1.3. Электроплитка бытовая с закрытой спиралью ГОСТ 14919;
 - 1.4. Колбы мерные наливные:

2 – 25 – 2;	ГОСТ 1770;
2 – 50 – 2;	
2 – 100 – 2;	
2 – 200 – 2;	
2 – 250 – 2;	
2 – 1000 – 2.	
 - 1.5. Пипетки мерные:

4 (5) – 1 – 1;	ГОСТ 20292;
4 (5) – 1 – 2;	
4 (5) – 1 – 5;	
4 (5) – 1 – 10;	
4 (5) – 1 – 20.	
 - 1.6. Стаканы:

Н – 1 – 10 ТХС;	ГОСТ 25336;
Н – 1 – 25;	
Н – 1 – 100.	
 - 1.7. Стаканчики для взвешивания: СВ, ГОСТ 25336;
 - 1.8. Колбы конические КН - 1 - 50 – 29/32 ТС ГОСТ 25336;
 - 1.9. Кислота азотная, ОСЧ, $d = 1,42 \text{ г/см}^3$, ГОСТ 4461;
 - 1.10. Кислота соляная, ОСЧ, $d = 1,19 \text{ г/см}^3$, ГОСТ 3118;
 - 1.11. Калий двуххромовокислый, х.ч., ГОСТ 4220-75;
 - 1.12. Олово двухлористое, х.ч., ГОСТ 3678;
 - 1.13. Фильтры обеззоленные “Синяя лента”.
 - 1.14. Вода дистиллированная ГОСТ 6709, или бидистиллированная.
 - 1.15. Синтетическое моющее средство для мытья лабораторной посуды (2 г СМС растворяется в 1 литре воды).
 - 1.16. Стандартные образцы состава раствора ионов ртути с массовой концентрацией $1,0 \text{ мг/см}^3$, ГСО 3497.

- 1.17. Границы относительной погрешности концентрации в указанном выше (п. п. 1.16) стандартном образце состава раствора ионов металла составляют $\pm 1\%$ при доверительной вероятности $P = 0,95$.
- 1.18. Допускается применение стандартного образца с другими значениями массовой концентрации иона металла при условии обеспечения погрешностей концентрации в полученных контрольных растворах, не более указанных в настоящей методике.
- 1.19. При использовании растворов стандартных образцов следует руководствоваться требованиями безопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.005 и ГОСТ 12.1.007. Отходы, которые могут оказать вредное действие на работающих и окружающую среду должны быть обезврежены.

2. Подготовка посуды

- 2.1. Новую или загрязненную посуду промыть раствором СМС (п.1.13), затем водопроводной водой: а после этого прополоскать дистиллированной водой. Непосредственно перед использованием посуду промыть азотной кислотой концентрацией 1 моль/дм³ (65 мл азотной кислоты поместить в мерную колбу вместимостью 1 литр и довести до метки дистиллированной водой).
- 2.2. Новую посуду, предназначенную для хранения растворов с концентрацией ионов металлов менее 1 мг/л промыть согласно п.2.1, заполнить раствором, подлежащим хранению, выдержать не менее 8 часов, слить раствор и ополоснуть 10 мл дистиллированной воды.

3. Приготовление фонового раствора двуххромовокислого калия

- 4.1. 4 г двуххромовокислого калия $K_2Cr_2O_7$ (п.1.11) растворить в 40 ÷ 50 мл дистиллированной воды в мерной колбе вместимостью 100 мл, затем довести объём раствора до метки дистиллированной водой.
- 4.2. Отобрать 50 мл концентрированной азотной кислоты (п.1.9) и 5 мл раствора п. 3.4.1, перенести в мерную колбу вместимостью 1 литр, довести объём раствора до метки дистиллированной водой, перемешать.

4. Приготовление стандартных растворов ртути

Приготовление стандартного раствора ртути с массовой концентрацией 50 мг/л

Вскрыть ампулу стандартного образца состава раствора ионов ртути (1,0 мг/см³), вылить в сухой стакан, мерной пипеткой отобрать 5 мл, перенести в мерную колбу вместимостью 100 мл довести до метки фоновым раствором двуххромовокислого калия, перемешать.

Срок хранения раствора – 3 месяца.

Приготовление стандартного раствора ртути с массовой концентрацией 0,2 мг/л

В пробирку Эппендорфа с помощью пипет-дозатора на 0,1-1 мл. поместить 995 мкл фонового раствора двуххромовокислого калия и 4 мкл стандартного раствора ртути с массовой концентрацией 50 мг/л, перемешать.

5. Приготовление калибровочных растворов

- 5.1. Для калибровки или уточнения калибровки спектрометра необходимо использовать растворы с известной концентрацией ртути (калибровочные растворы). В их числе, как правило, используется раствор, в который не вводится определяемый элемент ("нулевой" калибровочный стандарт).
- 5.2. Для оперативного приготовления калибровочных растворов можно разбавлять «сильный» стандартный раствор ртути фоновым раствором или дистиллированной водой непосредственно в реакционном стакане (1 на рис. 1). Фактически такая методика заключается в добавке в реактор, в который вводится фиксированная аликвота фонового раствора или воды (обычно 10 мл), определенной аликвоты «сильного» стандарта.
- 5.3. Если концентрация ртути в «сильном» стандартном растворе равна $C=200$ мкг/л, а аликвота фонового раствора равна $V=10$ мл, то для получения калибровочного раствора ртути с концентрацией $C_K=0,1$ мкг/л в реактор необходимо сдозировать $V_1=5$ мкл «сильного» стандарта. В общем случае, значение V_1 рассчитывается по формуле:

$$V_1 = 1000 \cdot V \cdot \frac{C_K}{C}$$

6. Приготовление раствора восстановителя

Приготовление 10% раствора двухлористого олова:

10 г двухлористого олова (п.1.15) растворить в 30 мл горячей концентрированной соляной кислоты (п.1.10), добавить 50 мл дистиллированной воды, выдержать не менее одного часа. При наличии осадка или взвешенных частиц отфильтровать, довести до 100 мл дистиллированной водой, перемешать. Хранить в полиэтиленовой посуде с крышкой.

Срок хранения 2÷3 месяца.

7. Подготовка (покрытие золотом) графитовой печи для определения ртути

Включить спектрометр и настроить его на определение ртути. Установить в спектрометр новую графитовую печь.

С помощью микродозатора с дозировать в печь 40 мкл раствора золота с концентрацией 0,9-1,1 г/л.

Нагреть графитовую печь по следующей программе:

Таблица 5

Стадия	Наращение	Выдержка	Температура	Газ
Испарение	3 с	45 с	100 град	Вкл
Пиролиз 1	3 с	45 с	120 град	Вкл
Пиролиз 2	3 с	20 с	600 град	Вкл
Атомизация	0 мс	3000 мс	1000 град	Вкл
Очистка	0 мс	3000 мс	1050 град	Вкл

Настроить спектрометр на определение ртути. Несколько раз провести цикл измерения пустой трубки, необходимо чтобы сигнал от пустой трубки не превышал 0,0100 Б.

Графитовая печь готова к работе. Следует отметить, что первые 2÷3 чувствительность измерений концентрации ртути может быть несколько завышена.

Графитовую печь следует использовать до тех пор, пока чувствительность её не уменьшится на 20%. В этом случае можно повторить цикл подготовки печи и использовать её снова.