

ЗАКАЗАТЬ

ОКП 421524



ООО "Нефтехимавтоматика – СПб"

АНАЛИЗАТОР СОДЕРЖАНИЯ НЕФТЕПРОДУКТОВ
В ВОДЕ ЛАБОРАТОРНЫЙ
АН-2

Руководство по эксплуатации

АИП 2.840.056 РЭ

Заведующий отделом 1

 А.В.Косарев

2011г.

СОДЕРЖАНИЕ

I. Назначение анализатора	4
2. Технические характеристики	5
3. Состав анализатора	6
4. Устройство и работа анализатора	7
5. Маркирование и пломбирование	11
6. Общие указания по эксплуатации	12
7. Указания мер безопасности	13
8. Порядок установки	14
9. Подготовка к работе	15
10. Порядок работы	18
II. Проверка технического состояния	22
12. Возможные неисправности и способы их устранения	23
13. Техническое обслуживание	24
14. Правила хранения	25
15. Упаковка и транспортирование	26
16. Комплект поставки.	27
17. Свидетельство о приемке.	28
18. Свидетельство об упаковывании	39
19. Гарантии изготовителя	30
20. Сведения о рекламации	31
Лист регистрации изменений	32

Настоящее Руководство по эксплуатации содержит сведения об устройстве, принципе действия, технических характеристиках анализатора содержания нефтепродуктов в воде АН-2 и указания, необходимые для его правильной и безопасной эксплуатации, технического обслуживания, ремонта, хранения и транспортирования.

Перед началом эксплуатации анализатора персонал, допущенный к его обслуживанию, должен изучить настоящее РЭ.

Анализатор обслуживается одним лаборантом с квалификацией не ниже III разряда.

СОСТАВ РЭ

1. АИП 2.840.056 РЭ Руководство по эксплуатации.

Перечень дополнительных документов, необходимых для изучения и эксплуатации анализатора:

1. АИП 2.840.056 Д1 Методика поверки.
2. АИП 2.840.056 И1 Инструкция по промывке.

ТЕРМИНЫ И ОПРЕДЕЛЕНИЯ

ЭКСТРАГЕНТ - растворитель, при помощи которого осуществляется экстракция нефтепродуктов из сточной воды – четыреххлористый углерод (CCl_4) или тетрахлорэтилен (C_2Cl_4).

ЭКСТРАКЦИЯ - процесс извлечения нефтепродуктов из воды путем перемешивания анализируемой воды с экстрагентом, при этом нефтепродукты и полярные соединения растворяются в экстрагенте.

ЭКСТРАКТ - раствор нефтепродуктов и полярных соединений в экстрагенте, получившийся в результате экстракции.

ЭЛЮАТ - раствор нефтепродуктов в экстракте, пропущенный через хроматографическую колонку с окисью алюминия и не содержащий полярных соединений.

1. НАЗНАЧЕНИЕ АНАЛИЗАТОРА

1.1. Анализатор содержания нефтепродуктов в воде лабораторный АН-2 (далее "анализатор") предназначен для определения содержания нефтепродуктов в воде. По своим характеристикам анализатор соответствует требованиям ГОСТ 27384-2002.

Для определения содержания нефтепродуктов могут быть использованы методики:

- ФР.1.31.2011.11313 «Количественный химический анализ вод. Методика измерений массовой концентрации нефтепродуктов в воде на анализаторе АН-2»

№ АИП 2.840.056.1.

- ФР.1.31.2011.11314 «Количественный химический анализ. Методика измерений массовой концентрации нефтепродуктов в пробах почв и донных отложений на анализаторе АН-2 № АИП 2.840.056.2.

- ФР.1.31.2011.11315 «Количественный химический анализ вод. Методика измерений массовой концентрации жиров и нефтепродуктов в воде на анализаторе АН-2 № АИП 2.840.056.3.

- ПНД Ф. 14.1:2.5-95 "Методика выполнения измерений массовой концентрации нефтепродуктов в природных и сточных водах методом ИКС" (Министерство охраны окружающей среды и природных ресурсов Российской Федерации. М., издание 2004г.).

- ПНД Ф 16.1:2.2.22-98 «Методика выполнения измерений массовой доли нефтепродуктов в минеральных, органических, органоминеральных почвах и донных отложениях методом ик-спектрометрии.

- ГОСТ Р 51797-2001 "Вода питьевая. Метод определения содержания нефтепродуктов". (Госстандарт России, М., 2001г.)

- РД 52.24.476-2007 "Массовая концентрация нефтепродуктов в водах. Методика выполнения измерений ИК-фотометрическим методом". (Федеральная служба по гидрометеорологии и мониторингу окружающей среды, Ростов-на-Дону, 2007г.).

- МУК 4.1.1956-05 "Определение концентрации нефти в почве методом инфракрасной спектрофотометрии. Методические указания". (Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование Российской Федерации, М., 2006г.).

- Методика выполнения измерений содержания нефтепродуктов в воде с использованием в качестве экстрагентов тетрахлорэтилена (C_2Cl_4) и четыреххлористого углерода (CCl_4) изложена в настоящем РЭ.

1.2. Область применения - контроль степени загрязнения вод нефтепродуктами.

1.3. Условия эксплуатации.

1.3.1. Параметры окружающей среды:

- температура от 10 до 35°C;

- относительная влажность не более 80% при 25°C.

1.3.2. Наличие вредных веществ - в концентрациях, оговоренных нормами главной государственной инспекции для химических лабораторий в соответствии с СН-245-71.

Технические показатели анализатора обеспечиваются при эксплуатации в лабораторных помещениях.

1.3.3. Температура контролируемой среды - от 10 до 35°C.

1.3.4. Рабочая среда для анализатора:

природные, питьевые, технологические и сточные воды.

1.3.5. Допустимое воздействие внешних вибраций:

диапазон частот до 25 Гц с амплитудой не более 0,1 мм.

1.3.6. Параметры питания:

электропитание от сети переменного тока частотой (50±1) Гц

и напряжением (220±22) В или постоянного тока напряжением 12В.

2. ТЕХНИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ

2.1. Диапазон измерения содержания нефтепродуктов в экстрагенте - от 2 до 100 мг/л, что обеспечивает измерение содержания нефтепродуктов в воде в 4-х поддиапазонах:

- 1) от 0,04 до 1,0 мг/л включительно;
- 2) свыше 1,0 до 10,0 мг/л вкл.;
- 3) св. 10,0 до 100,0 мг/л вкл.;
- 4) св. 100,0 до 1000,0 мг/л вкл.

2.2. Предел допускаемого значения основной абсолютной погрешности концентратомера при измерении содержания нефтепродуктов в экстрагенте равен ± 2 мг/л.

Пределы допускаемого значения основной относительной погрешности анализатора при измерении содержания нефтепродуктов в воде не превышают значений, указанных в ГОСТ 27384-2002.

2.3. Время экстрагирования нефтепродуктов из пробы воды экстрагентом в экстракторе составляет (300 ± 10) с.

2.4. Продолжительность прогрева анализатора не превышает 0,5 ч.

2.5. Потребляемая электрическая мощность:

- концентратомера при питании от 12В - не более 5 ВА;
- концентратомера при питании от сети 220В через адаптер и и подключенных двух экстракторов - не более 16 ВА.

2.6 Габаритные размеры и масса:

-концентратомер	220×210×100 мм	1,9 кг;
-экстрактор	265×90×280 мм	2,4 кг
-делительная воронка с краном	150×95×340мм	1,4 кг;
-блок хроматографических колонок	80×180× 180мм	0,8 кг.

2.7. Вероятность безотказной работы за время 1000 ч должна быть не менее 0,9.

2.8. Среднее время восстановления Тв должно быть не более 4-х ч.

2.9. Срок службы Тсл должен быть не менее 6-ти лет.

3. СОСТАВ АНАЛИЗАТОРА

В состав основной комплектации анализатора входят:

- концентратомер АИП 5.184.052	1 шт.;
- кювета АИП 5.999.094	1 шт.;
- экстрактор АИП 5.889.047-01	2 шт.;
- воронка делительная АИП 6.412.077	2 шт.;
- блок хроматографических колонок АИП 5.184.043	1 шт.;
- адаптер +12/~220В	1 шт.

Допускается изменять по желанию заказчика количество экстракторов и делительных воронок в комплекте поставки.

4. УСТРОЙСТВО И РАБОТА АНАЛИЗАТОРА

4.1. Принцип действия.

В основу работы анализатора положен экстракционно-фотометрический метод определения содержания нефтепродуктов в воде. Извлечение полярных соединений и неполярных углеводородов производится путем экстрагирования из анализируемой пробы воды экстрагентом. На хроматографической колонке с окисью алюминия очищают экстракт от полярных соединений и получают элюат. Фотометрическим методом в инфракрасной области спектра определяют содержание нефтепродуктов в элюате, которое характеризует с учетом объемов пробы воды и экстрагента содержание нефтепродуктов в пробе воды.

4.2. Устройство анализатора.

4.2.1. Устройство и работа концентратомера.

Концентратомер предназначен для определения содержания нефтепродуктов в элюате (рисунок 1).



Рисунок 1. Концентратомер. Внешний вид.

Все узлы концентратора конструктивно объединены в одном корпусе. К основанию корпуса крепятся элементы оптической и электрической систем. На крышке корпуса укреплен откидывающийся заслонка кюветного отсека. В кюветном отсеке устанавливается кювета с рабочей толщиной 40 мм, положение которой фиксируется направляющими и нижней плоскостью кюветного отсека.

Кювета представляет собой цилиндрический корпус, в котором установлены кварцевые круглые пластины, являющиеся окнами кюветы. На корпусе кюветы укреплены две трубки: одна служит для заливки в кювету анализируемого продукта, другая - для выхода воздуха из кюветы. Заливка анализируемого продукта в кювету производится с помощью воронки, устанавливаемой в отверстие заливной трубки. Рекомендуется после заливки кюветы закрыть отверстия в трубках фторопластовыми заглушками.

На лицевой стороне концентратора расположены:

- цифровые индикаторы шкалы;
- три кнопки ЭКСТРАКТОРЫ для включения экстракторов и соответствующие им три светодиода;
- кнопка переключения диапазонов ДИАПАЗОН;
- три светодиода, имеющие обозначение 1 мг/л, 10 мг/л, 100 мг/л, соответствующие диапазонам измерения от 0,04 до 1,0 мг/л, от 1,0 до 10,0 мг/л и от 10,0 до 100,0 мг/л. При отсутствии свечения светодиодов установлен диапазон измерения от 100,0 до 1000,0 мг/л;
- кнопка НОЛЬ для установки нулевого значения шкалы;
- кнопка КАЛИБР для установки конца диапазона измерения.

На задней стороне концентратора расположены:

- разъемы 1,2,3 для подключения экстракторов;
- предохранитель 2.0 А;
- тумблер СЕТЬ для включения электропитания концентратора;
- гнездо 12В для подключения адаптера.

4.2.2. Устройство и работа экстракторов.

Экстракторы предназначены для извлечения нефтепродуктов из анализируемой пробы воды экстрагентом (рисунок 2).

Экстрактор (рисунок 2^б) рассчитан на максимальный объем пробы воды 500 мл.

Экстракторы подключаются к концентратору через разъемы, расположенные на задней стенке концентратора.

Включение экстракторов производится нажатием соответствующей кнопки ЭКСТРАКТОРЫ, расположенной на передней панели концентратора. Во время работы экстракторов горит светодиод, расположенный слева от кнопки. Постоянное свечение светодиода происходит во время экстракции, прерывистое свечение - во время отстоя.

Основной, функциональной частью экстрактора является вращающаяся бутылка.

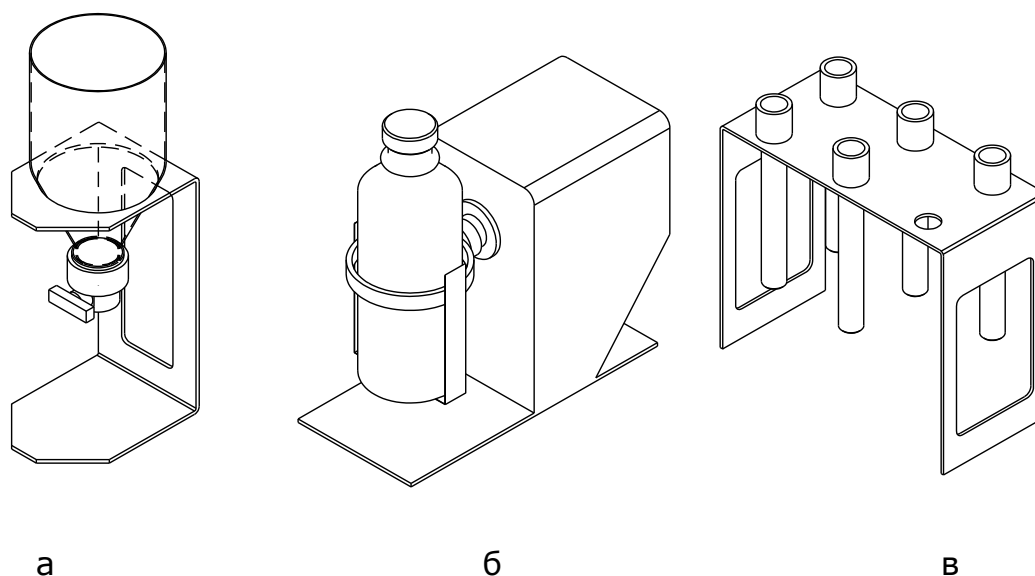


Рисунок 2. а – делительная воронка, б – экстрактор, в – блок хроматографических колонок.

Вращение бутылки осуществляется от двигателя. Анализируемую пробу воды и экстрагент заливают в бутылку. Бутылку закрывают закручивающейся капролоновой крышкой с резиновой прокладкой и закрепляют в экстракторе. После окончания работы экстрактора и прекращения вращения содержимое бутылки переливают в воронку (рисунок 2^а).

ВНИМАНИЕ!

После окончания процесса экстракции поворачивать бутылку горлышком вверх следует плавно без резких усилий во избежание поломки редуктора двигателя.

Воронка представляет собой стеклянный сосуд с фторопластовым краном в нижней части. Кран служит для слива экстракта после окончания процесса отстоя. Воронка закреплена на стойке.

4.2.3. Устройство блока хроматографических колонок (рисунок 2^в)

Блок хроматографических колонок предназначен для отделения полярных соединений от экстракта и получения элюата.

Блок представляет собой стойку с шестью отверстиями для установки фторопластовых хроматографических колонок с сорбентом и установки стаканов или пробирок для сбора элюата, располагающихся под хроматографическими колонками.

5. МАРКИРОВАНИЕ И ПЛОМБИРОВАНИЕ

5.1. Маркировка анализатора.

5.1.1. Маркировка должна содержать наименование предприятия изготовителя, шифр анализатора, наименование блока, заводской порядковый номер анализатора, год выпуска и знак утверждения типа.

5.1.2. Маркировка наносится на табличку, которая крепится на задней стороне концентратора.

5.2. Пломбирование анализатора

5.2.1. Пломбирование делается на одном из винтов крышки концентратора.

5.2.2. Распломбирование допускается при ремонте с последующим пломбированием после ремонта.

6. ОБЩИЕ УКАЗАНИЯ ПО ЭКСПЛУАТАЦИИ

6.1. Особенности обращения с анализатором.

6.1.1. При эксплуатации анализатора необходимо соблюдать правила работы с токсичными веществами.

6.1.2. Все работы с анализатором и приготовление градуировочных растворов необходимо производить в вытяжном шкафу.

6.2. Распаковка.

6.2.1. При получении анализатора в транспортной таре следует осмотреть упаковку и убедиться в отсутствии повреждения тары. В случае повреждения тары необходимо составить акт и предъявить его транспортной организации.

6.2.2. Чтобы не повредить блоки анализатора при распаковке, необходимо располагать ящики крышкой вверх.

6.2.3. После транспортировки при отрицательных температурах анализатор перед расконсервацией должен быть выдержан в отапливаемом помещении не менее 24 ч.

6.3. Внешний осмотр анализатора.

6.3.1. При проведении внешнего осмотра необходимо убедиться в отсутствии внешних дефектов и механических повреждений анализатора. При наличии повреждений, влияющих на работоспособность анализатора необходимо составить акт.

6.3.2. Проверить комплектность.

7. УКАЗАНИЯ МЕР БЕЗОПАСНОСТИ

7.1. Предосторожности при подготовке анализатора к работе и во время работы.

7.1.1. К работе с анализатором допускаются лица, имеющие квалификацию не ниже лаборантов 3 разряда, изучившие настоящее техническое описание и инструкцию по эксплуатации, правила эксплуатации электроустановок и правила работы с токсичными веществами.

7.1.2. Место установки анализатора должно быть обеспечено вытяжной вентиляцией. Заливка экстрагента, экстракта или элюата в кювету концентратомера, в бутылки экстракторов и хроматографические колонки должна проводиться в вытяжном шкафу. Там же должны находиться посуда, используемая при работе, и плотно закрытые емкости с экстрагентом и дренажом.

7.1.3. Работать с экстрагентом разрешается только в резиновых перчатках и при включенной вытяжной вентиляции.

7.2. Предосторожности при техническом обслуживании.

7.2.1. К техническому обслуживанию допускаются лица, изучившие настоящее техническое описание и инструкцию по эксплуатации, правила эксплуатации электроустановок и правила работы с токсичными веществами.

7.2.2. Работы, связанные с механическим ремонтом анализатора, необходимо проводить при снятом напряжении, отключив анализатор от сети питания.

7.3. Безопасность работы.

При эксплуатации и техническом обслуживании анализатора необходимо соблюдать положение местной инструкции по безопасным методам работы. Такая инструкция, учитывающая специфику местных условий, должна быть разработана и вывешена в непосредственной близости от анализатора.

8. ПОРЯДОК УСТАНОВКИ

8.1. Требования к месту установки анализатора.

8.1.1. Место установки анализатора должно быть оборудовано вытяжной вентиляцией и иметь достаточные размеры для размещения анализатора, стеклянной посуды, дренажной емкости, емкостей с экстрагентом, сточной водой, дистиллированной водой и калибровочными растворами.

8.2. Требования к расположению анализатора.

8.2.1. Все блоки анализатора должны устанавливаться на горизонтальной поверхности в положении, обеспечивающем свободный доступ к органам управления и настройки, удобство монтажа и подключение анализатора к сети.

Как правило, концентратомер с экстракторами располагаются на лабораторном столе в непосредственной близости от вытяжного шкафа.

8.3 Монтаж анализатора.

8.3.1. Концентратомер подключается к сети переменного тока напряжением 220 В, 50 Гц через адаптер +12/~220В. Экстракторы подключаются к разъемам, расположенным на задней стенке концентратомера, при отключенном питании концентратомера.

9. ПОДГОТОВКА К РАБОТЕ

9.1. Общие требования к подготовке анализатора.

9.1.1. Подготовьте для работы с анализатором следующие реактивы и посуду:

Углерод четырёххлористый х. ч. для экстракции из водных сред по ТУ 2631-027- 44493179-98 или х.ч. по ГОСТ 20288, очищенный путем экстракции в течение 300с дистиллированной водой при соотношении объемов CCl_4 и воды 4:1. или тетрахлорэтилен (перхлорэтилен) о.с.ч. по ТУ 2631-030-44493179-99, х.ч. по ТУ 2631-031-44493179-99 или х.ч. для АВП по ТУ 2631-101-44493179-06, очищенный путем двукратной экстракции по 300с дистиллированной водой при соотношении объемов C_2Cl_4 и воды 4:1. Очищенный C_2Cl_4 хранят в герметичных емкостях в холодильнике и используют в течение 2-х месяцев;

алюминий окись ч.д.а. или для хроматографии по МРТУ 6-09-5296;

кислота серная по ГОСТ 4204 разбавленная в соотношении 1:10 по объему;

натрий серноокислый безводный по ГОСТ 4166 х.ч. или ч.д.а.

волокно стеклянное по ГОСТ 10727 или вата медицинская гигроскопическая по ГОСТ 5556;

раствор нефтепродукта в CCl_4 или C_2Cl_4 с концентрацией 100 мг/л, приготовленный по Методике поверки АИП 2.840.056 Д1;

пипетки 6-2-10 по ГОСТ 20292;

цилиндры 1-10-2, 1-50-2, 1-500-2, 1-100-2 по ГОСТ 1770;

стаканы Н-1-10 и пробирки П1-12-60 по ГОСТ 25336;

емкости для слива.

Во время работы с анализатором может быть использована и другая посуда.

9.1.2. Промойте экстрагентом внутренние рабочие поверхности анализатора в соответствии с инструкцией по промывке АИП 2.840.056 И1.

Промойте чистым экстрагентом стеклянную посуду, используемую при работе с анализатором.

Слейте использованный экстрагент в дренажную ёмкость. Высушите промытые рабочие поверхности анализатора и посуду.

9.2. Подготовка концентромера к работе.

9.2.1. Установите тумблер СЕТЬ в положение выключено.

9.2.2. Подключите адаптер +12/~220В к разъему 12В концентромера.

9.2.3. Включите концентромер и прогрейте его в течение 0,5 ч.

9.2.4. Установите кнопкой ДИАПАЗОН положение 100 мг/л.

9.2.5. Залейте в кювету экстрагент (CCl_4 или C_2Cl_4), предварительно ополоснув им кювету три раза, и дайте заполненной кювете отстояться не менее 10 секунд.

9.2.6. Поместите кювету в кюветный отсек. Снятие показаний по цифровому табло следует проводить после появления устойчивых цифровых значений шкалы.

9.2.7. Установите кнопкой НОЛЬ нулевое показание.

На цифровом табло установится устойчивое нулевое показание.

9.2.8. Выньте кювету из кюветного отсека и вылейте из неё экстрагент. На цифровом табло появятся контрольное показание условного нуля.

9.2.9. Залейте в кювету раствор нефтепродукта в экстрагенте с

концентрацией $C=100,0$ мг/л, предварительно промыв её тем же раствором три раза, и дайте раствору в кювете отстояться не менее 10 секунд.

9.2.10. Установите кювету в кюветный отсек после появления устойчивого значения условного нуля.

9.2.11. Установите кнопкой КАЛИБР показание 100,0.

Для этого нажмите кнопку КАЛИБР и удерживайте ее нажатой в течение 1-2 секунд. На цифровом табло появится устойчивое показание 100,0.

9.2.12. Выньте кювету из кюветного отсека, промойте её.

9.2.13. Запишите показание цифровой шкалы при отсутствии кюветы. Это показание является контрольным показанием условного нуля для последующих измерений при использовании данной партии экстрагента. Повторная установка кюветы в кюветный отсек проводится только после появления устойчивого значения ранее полученного контрольного показания условного нуля.

9.2.14. При переходе работы на новую партию экстрагента или при использовании другой кюветы повторите операции по п.п.9.2.4 - 9.2.7, 9.2.13.

9.3. Подготовка экстракторов к работе.

9.3.1. Отключите концентратомер от сети и подключите экстракторы к любому из трех разъемов, расположенных на задней стенке концентратомера.

9.3.2. Снимите бутыл с экстрактора

9.3.3. Отверните крышку бутылки.

9.4. Подготовка блока хроматографических колонок к работе.

9.4.1. Подготовьте окись алюминия для заполнения хроматографических колонок.

Окись алюминия марки "для хроматографии" необходимо промыть экстрагентом. Для этого в колбу I - 1,5 л засыпают 0,5 кг окиси алюминия и заливают 0,5 л очищенного экстрагента. Колбу устанавливают в аппарат для перемешивания. Перемешивание ведут 15 ч. Через 5 и 10 часов заменяют в колбе экстрагент. После перемешивания экстрагент сливают, а окись алюминия выдерживают 10 ч под тягой для испарения оставшегося экстрагента.

Перед использованием окиси алюминия марки "ч.д.а." необходимо проверить ее чистоту по методике п.9.4.2. - 9.4.6.

Если приращение содержания нефтепродуктов в элюате составляет не более 3 мг/л, то дальнейшую очистку окиси алюминия можно проводить в собранной хроматографической колонке. В противном случае необходимо осуществить подготовку окиси алюминия марки "ч.д.а." по процедуре приготовления окиси алюминия марки "для хроматографии".

Активацию окиси алюминия марки ч.д.а. и "для хроматографии" производите при температуре 200 - 250°C в течение 8 ч.

9.4.2. Поместите в нижнюю часть хроматографических колонок медицинскую вату или стекловолокно слоем 2 - 3 мм, предварительно промытую экстрагентом и высушенную.

9.4.3. Засыпьте в колонки окись алюминия (до широкой части колонки).

9.4.4. Поставьте хроматографические колонки в блок хроматографических колонок и закройте их ватой, предварительно

промытой экстрагентом и высушенной.

9.4.5. Подставьте под хроматографические колонки стаканчики или пробирки.

9.4.6. Проверьте чистоту хроматографической колонки. Для этого в подготовленную к работе колонку залейте 4 мл чистого экстрагента. Проведите измерение содержания нефтепродуктов в полученном элюате.

Хроматографическая колонка будет считаться чистой, если приращение содержания нефтепродуктов в элюате составляет не более 1,5 мг/л. В противном случае повторите промывку колонки новой порцией экстрагента до получения требуемого результата.

9.5. Очистка экстрагента.

Для очистки экстрагента можно использовать заполненные активным углём стеклянные трубки с оттянутым концом длиной ≈ 400 мм и диаметром ≈ 15 -20 мм, или бюретки со стеклянными кранами. Очистка экстрагента производится активным углём, находящимся внутри трубки или бюреток.

9.6. Проверка чистоты экстрагента.

9.6.1. Установите при пустой кювете концентратомера кнопкой НОЛЬ нулевое показание.

9.6.2. Выньте кювету из кюветного отсека, залейте в нее проверяемый экстрагент и установите кювету в кюветном отсеке. Установившееся показание на цифровом табло покажет значение, характеризующее степень загрязнения экстрагента.

9.6.3. При использовании CCl_4 в качестве экстрагента показание по цифровому табло должно быть меньше 35.

При использовании C_2Cl_4 в качестве экстрагента показание по цифровому табло должно быть меньше 80.

В противном случае необходимо провести очистку экстрагента (CCl_4 или C_2Cl_4).

9.6.4. Установите нулевое показание шкалы концентратомера по методике п.п.9.2.4 - 9.2.7.

10. ПОРЯДОК РАБОТЫ.

10.1. Состав обслуживающего персонала.

10.1.1. Регламентное обслуживание должно обеспечиваться слесарем КИП квалификацией не ниже 5 разряда.

10.1.2. Вид обслуживания - периодический. Периодичность не реже 1 раза в квартал.

10.1.3. Квалификация лиц, работающих с анализатором - лаборант 3 разряда.

10.2. Проведение анализа.

Отбор и хранение проб по ГОСТ 17.1.4.01.

10.2.1. Проведение анализа включает в себя следующие стадии:

- получение экстракта,
- получение элюата,
- определение содержания нефтепродуктов в пробе воды.

Для получения экстракта используется экстрактор

Для получения элюата применяются хроматографические колонки.

Содержание нефтепродуктов в пробе воды определяется концентратомером при измерении концентрации нефтепродуктов в экстракте или элюате.

10.2.2. Получение экстракта.

10.2.2.1. При экстракции нефтепродуктов из пробы воды необходимо для каждого диапазона измерения соблюдать соотношения между объемом пробы воды и объемом экстрагента, указанные в таблице 1.

Таблица 1

диапазон измерения, мг/л	0,04-1,0	1,0-10,0	10,0-100,0	100,0-1000,0
Объем пробы воды, мл	500	100	20	5
Объем экстрагента, мл	10	10	20	50
Соотношения объемов пробы воды и экстрагента	50:1	10:1	1:1	1:10

Требуемый диапазон устанавливается кнопкой ДИАПАЗОН.

Показания концентратомера соответствуют содержанию нефтепродуктов в анализируемой пробе воды только при соблюдении указанных в таблице 1 соотношений. В противном случае следует воспользоваться рекомендациями, изложенными в п. 10.2.7.

10.2.2.2. Для получения необходимых объемов проб воды и экстрагента используйте мерную посуду.

Дозировку пробы воды 500 мл проводите цилиндром 1-500, 100 мл - цилиндром 1-100; 50 и 20 мл - цилиндром 1-50; 5 мл - цилиндром 1-10.

Дозировку объема экстрагента 5, 10 и 20 мл осуществляйте пипеткой 6-2-10, 50 мл - цилиндром 1-50.

10.2.2.3. Залейте в бутыль экстрактора требуемые для выбранного диапазона измерения объемы пробы воды и экстрагента (см. табл. 1).

На диапазонах измерения 10,0-100,0 и 100,0-1000,0 мг/л после дозирования воды в экстракторы промойте использованную мерную посуду дозированным объемом экстрагента и слейте его в экстрактор. Для

диапазонов измерения 0,04-1,0 и 1,0 -10,0 мг/л промывка такой посуды дозой экстрагента не является обязательной. С помощью завинчивающейся крышки с резиновой прокладкой загерметизируйте бутылку экстрактора.

При анализе вод с концентрацией нефтепродуктов в воде от 0,04 мг/л до 0,1 мг/л с целью повышения точности рекомендуется выполнить два параллельных определения. Если среднеарифметический результат определения превышает 0,06 мг/л, его принимают за результат анализа. В противном случае рекомендуется провести ещё два определения и принять за результат анализа среднеарифметический результат четырёх определений.

10.2.2.4. Установите бутылку, заполненную пробой воды и экстрагентом, в экстрактор .

10.2.2.5. Посмотрите, к какому номеру разъема концентратомера подключен экстрактор. Нажмите и отпустите кнопку того же номера включения экстракторов. При этом должен загореться световой индикатор включения соответствующего экстрактора, бутылка экстрактора должна вращаться.

Во время экстракции световой индикатор имеет постоянное свечение, а затем, после окончания экстракции в течение 5 мин, прерывистое.

10.2.2.6. При работе с экстрактором после окончания процесса экстракции перелейте содержимое бутылки экстрактора в воронку.

После отстоя в течение 5-10 мин слейте, открыв кран воронки, нижний слой экстракта в количестве 6-8 мл в пробирку, стакан или цилиндр вместимостью 10 мл, не допуская попадания капель воды в экстракт.

Внимание!

При выполнении операции по п. 10.2.2.6. после окончания процесса экстракции поворачивать бутылку горлышком вверх следует плавно во избежание поломки редуктора.

10.2.2.7. Если в полученном экстракте содержится стойкая водная эмульсия или попала капля воды, внесите в этот экстракт 0,5-1,0 г безводного сернокислого натрия, встряхните емкость с экстрактом, после этого дайте отстояться. Затем осветленным экстрактом можно заполнить кювету концентратомера.

10.2.2.8. Если количество полученного экстракта недостаточно, проведите повторно экстракцию с новой порцией анализируемой пробы воды и экстрагента. Соберите в приемной посуде экстракт, полученный в результате двух экстракций.

10.2.3. Получение элюата.

10.2.3.1. Необходимость получения элюата отсутствует в том случае, когда содержание полярных органических соединений пренебрежимо мало по сравнению с содержанием нефтепродуктов в анализируемой пробе воды.

10.2.3.2. Вылейте полученный ранее экстракт в хроматографическую колонку и соберите элюат в приемной посуде, расположенной под хроматографической колонкой.

Если полученного элюата недостаточно, проведите повторно экстракцию с новой порцией анализируемой пробы воды и экстрагента. Получите экстракт и далее элюат так, чтобы общее количество элюата

было достаточно для проведения измерений на концентратомере Окись алюминия в хроматографической колонке используется один раз.

10.2.4. Определение содержания нефтепродуктов в пробе воды.

10.2.4.1. Включите и прогрейте концентратомер в течение 0,5 ч.

10.2.4.2. Выньте кювету из кюветного отсека.

10.2.4.3. Установите требуемый диапазон измерения последовательным нажатием кнопки ДИАПАЗОН. Первые три диапазона измерения высвечиваются световой индикацией.

10.2.4.4. Ополосните внутреннюю поверхность кюветы небольшим количеством анализируемого экстракта (элюата).

10.2.4.5. Залейте в кювету (до полного заполнения) экстракт (элюат) и после 10 сек. времени отстоя установите ее в кюветный отсек концентратомера.

10.2.4.6. Установившееся показание цифрового табло концентратомера покажет концентрацию нефтепродуктов в пробе воды.

10.2.4.7. Выньте кювету из кюветного отсека и вылейте в приемную посуду содержимое кюветы.

10.2.4.8. Промойте кювету экстрагентом для обеспечения чистоты анализа при последующих измерениях.

10.2.5. Если результат измерения превышает верхний предел соответствующего диапазона более, чем в 1,2 раза, экстракт (элюат) разбавляют в "n" раз ($n=5 \div 10$) экстрагентом, проводят измерение на том же диапазоне и рассчитывают концентрацию нефтепродуктов в пробе воды C_B , мг/л по формуле:

$$C_B = n C_u$$

где C_u , мг/л - показания шкалы концентратомера при измерении разбавленного в "n" раз экстракта (элюата).

10.2.6. При измерении малых содержаний нефтепродуктов в воде (до 0,25 мг/л) необходимо нулевое показание цифрового табло концентратомера согласно п.п. 9.2.4-9.2.7 установить по элюату, полученному после анализа воды (дистиллированной или бидистиллата), не содержащей примесей нефтепродуктов более 0,01 мг/л.

10.2.7. Допускается проводить анализ в тех случаях, когда объем пробы воды отличается от указанных в таблице 1 значений в пределах $\pm 20\%$. Для получения экстракта по п. 10.2.2 используют указанные в таблице 1 объемы экстрагента, элюат получают по п. 10.2.3.

Кнопкой ДИАПАЗОН устанавливают на концентратомере диапазон 100мг/л, проводят измерение элюата и определяют показание цифрового табло $C_э$, мг/л.

Концентрацию нефтепродуктов в пробе воды рассчитывают по формуле:

$$C_B = C_э * V_э / V_B,$$

где $V_э$ и V_B , мл – объемы экстрагента и воды, соответственно.

10.3. Порядок приведения анализатора в исходное состояние.

10.3.1. Использованный CCl_4 или C_2Cl_4 для промывки и определения содержания нефтепродуктов в воде вылейте в отстойник или дренажную емкость.

10.3.2. Высыпьте содержимое хроматографической колонки, промойте её экстрагентом и просушите.

10.3.3. Использованный для промывки экстрагент, вылейте в дренажную ёмкость.

10.3.4. Подготовьте хроматографические колонки согласно п.9.4. – 9.6.

10.4. Содержание работ, проводимых с анализатором после его применения.

10.4.1. Залейте 500 мл дистиллированной или водопроводной воды, не содержащей примеси нефтепродуктов и других органических соединений, в бутылку экстрактора .

Влейте в бутылку 5 мл экстрагента.

10.4.2. Проведите операции согласно п.10.2.2.4 и 10.2.2.5, слейте экстракт в отстойник, воду - в дренажную емкость.

10.4.3. Снимите бутылку экстрактора I, просушите внутреннюю рабочую полость и установите бутылку на место.

10.4.4. Убедитесь в том, что световой индикатор режима работы экстрактора не светится.

10.4.5. Установите тумблер СЕТЬ концентратора в положение отключено и убедитесь в отсутствии свечения цифровых индикаторов шкалы.

10.4.6. Отсоедините адаптер от сети питания.

10.4.7. Промойте экстрагентом кювету и все емкости, которые использовались при работе, и просушите.

10.4.8. Установите кювету в кюветный отсек концентратора.

11. ПРОВЕРКА ТЕХНИЧЕСКОГО СОСТОЯНИЯ

11.1. Проверка технического состояния проводится с целью определения пригодности анализатора для дальнейшей эксплуатации.

11.2. Порядок и содержание проверок устанавливается таблице 2.

Таблица 2. Порядок и содержание проверок

Что проверяется, при помощи чего. Методика	Периодичность	Технические требования
Отсутствие подтекания анализируемого продукта и экстрагента в экстракторе, кювете. Визуально, осмотром	Ежедневно	Отсутствие следов подтекания
Проверка диапазона измерения по п.6.3.1 АИП 2.840.056 Д1	1 раз в 3 месяца и после ремонта концентратомера, в случае смены экстрагента и при необходимости	Стабильность показаний при работе с одним и тем же экстрагентом
Определение основной абсолютной погрешности концентратомера и времени экстрагирования	1 раз в год	В соответствии с АИП 2.840.056 Д1

12. ВОЗМОЖНЫЕ НЕИСПРАВНОСТИ И СПОСОБЫ ИХ УСТРАНЕНИЯ

Наиболее часто встречающиеся неисправности приведены в таблице 3.

Таблица 3. Виды неисправности и методы их устранения

Наименование неисправности, внешнее проявление, дополнительные признаки	Вероятная причина	Метод устранения
1. При включении концентратора не загораются цифровые индикаторы	Сгорел предохранитель "2,0А" концентратора Отсутствует питание концентратора	Заменить предохранитель Проверить исправность адаптера и соединительного шнура
2. Не вращается бутылка экстрактора, при этом горит световой индикатор	Не подается питание на двигатель экстрактора	Проверить исправность соединительного шнура

13. ТЕХНИЧЕСКОЕ ОБСЛУЖИВАНИЕ

13.1. При эксплуатации анализатора должен быть заведен журнал, в котором фиксируется проведение работы по техническому обслуживанию, результаты проверки технического состояния и проводимые ремонтные работы.

13.2. Виды обслуживания приведены в таблице 4.

Таблица 4. Порядок и содержание обслуживания

Виды технического обслуживания	Периодичность
Промывка кюветы и экстракторов	Перед каждым измерением
Ремонт анализатора	При отказе

14. ПРАВИЛА ХРАНЕНИЯ

14.1. Хранение анализатора проводится в отапливаемых и вентилируемых складских помещениях при температуре от 5 до 40 °С и относительной влажности, не превышающей 80% при температуре 25 °С.

14.2. Воздух в помещениях не должен содержать примесей, вызывающих коррозию деталей прибора.

14.3. Анализатор в упаковке может храниться без замены отдельных частей в течение всего срока службы (6 лет).

15. УПАКОВКА И ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ

15.1. При упаковке анализатор комплектуется в соответствии с руководством по эксплуатации АИП 2.840.056 РЭ.

15.2. Перед упаковкой из кюветы и экстракторов удаляется жидкость, в кювету устанавливаются заглушки.

15.3. Анализатор, ЗИП и эксплуатационная документация должны быть упакованы в один ящик. Упаковка должна проводиться в соответствии с чертежами на упаковку.

15.4. Эксплуатационная документация вкладывается в водонепроницаемую упаковку.

15.5. Маркировка тары производится в соответствии с ГОСТ 14192.

15.6. Климатические условия при транспортировании: температура от минус 30 до плюс 50°С и относительной влажности 95 % при температуре плюс 35°С.

15.7. Транспортирование может производиться в закрытых железнодорожных вагонах, автотранспортом с защитой от дождя и снега, водным транспортом (в трюме).

16. КОМПЛЕКТ ПОСТАВКИ

16.1. В основной комплект анализатора входят:

-концентратор АИП 5.184.052	- 1 шт.;
-адаптер +12~/220В	- 1 шт.;
-кювета АИП 5.999.094	- 1 шт.;
-экстрактор АИП 5.889.047-01	- 2 шт.;
-блок колонок хроматографических АИП 5.184.043	- 1 шт.;
-воронка делительная АИП 6.412.077	- 2 шт.;
-изделия по ведомости АИП 2.840.056 ЗИ	- 1 комплект;
-эксплуатационные документы по ведомости АИП 2.840.056 ЭД	- 1 комплект.

16.2. Допускается по желанию заказчика изменять количество экстракторов и делительных воронок в комплекте поставки.

16.3. По требованию Заказчика могут дополнительно поставляться поверочные растворы нефтепродуктов в CCl_4 или C_2Cl_4 .

Комплектации анализатора нефтепродуктов АН-2

Состав комплекций	миним альная	1	2	2 без колонок	3	2+ЭГ	4
Концентраномер	1	1	1	1	1	1	1
Кювета	1	1	1	1	1	1	1
Блок хроматографических колонок	-	1	1	-	1	1	1
Раствор ТКС в четырёххлористом углероде или тетрахлорэтилене (по запросу)	1	1	1	1	1	1	1
Экстрактор для воды с делительной воронкой	-	-	1	1	2	1	2
Экстрактор для грунтов ЭГ	-	-	-	-	-	1	1
ЗИП	-	-	-	-	1	-	1
Руководство по эксплуатации анализатора АН-2 со свидетельством о поверке	1	1	1	1	1	1	1
Методика поверки	1	1	1	1	1	1	1
Комплект методик выполнения измерений	1	1	1	1	1	1	1
Руководство по эксплуатации экстрактора для грунтов ЭГ	-	-	-	-	-	1	1

ЗАКАЗАТЬ