

ЗАКАЗАТЬ

**ОБЩЕСТВО С ОГРАНИЧЕННОЙ ОТВЕТСТВЕННОСТЬЮ
НАУЧНО-ПРОИЗВОДСТВЕННОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ «ЭКОНИКС»
(ООО НПП «ЭКОНИКС»)**



ОКП 42 15 22

УТВЕРЖДАЮ

Генеральный директор
ООО НПП «ЭКОНИКС»

_____ Д.В. Красный

«____» _____ 2009 г.

**АНАЛИЗАТОРЫ ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКИЕ ЛАБОРАТОРНЫЕ
«ЭКОТЕСТ-АВЛ»**

РУКОВОДСТВО ПО ЭКСПЛУАТАЦИИ

КДЦТ.414314.014РЭ

**Москва
2009**

Заводской № _____

СОДЕРЖАНИЕ

1	ОПИСАНИЕ И РАБОТА	4
1.1	Назначение и область применения	4
1.2	Технические характеристики	5
1.3	Комплектность анализаторов	7
1.4	Устройство и принцип работы анализаторов	8
1.5	Маркировка и пломбирование	12
1.6	Упаковка	13
2	ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ПО НАЗНАЧЕНИЮ	14
2.1	Особенности эксплуатации	14
2.2	Подготовка анализатора к работе	14
2.3	Проверка работоспособности анализатора	16
2.4	Порядок работы	18
3	ТЕХНИЧЕСКОЕ ОБСЛУЖИВАНИЕ	21
3.1	Общие указания	21
3.2	Внешний осмотр	21
3.3	Проверка работоспособности анализатора	21
3.4	Автоматическая градуировка анализаторов	21
3.5	Требования к квалификации исполнителя	22
3.6	Указания по поверке анализатора	22
3.7	Указания мер безопасности	22
4	ТЕКУЩИЙ РЕМОНТ	22
4.1	Условия по ремонту	22
4.2	Возможные неисправности и способы их устранения	22
5	ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ	23
6	СВИДЕТЕЛЬСТВО О ПРИЕМКЕ	25
7	СВИДЕТЕЛЬСТВО О ПЕРВИЧНОЙ ПОВЕРКЕ	25
8	ГАРАНТИЙНЫЕ ОБЯЗАТЕЛЬСТВА	25
9	СВЕДЕНИЯ О РЕКЛАМАЦИЯХ	25
	Приложение А Методика приготовления растворов	25

ВВЕДЕНИЕ

Настоящее руководство по эксплуатации (далее РЭ) предназначено для ознакомления с устройством, принципом действия и правилами по эксплуатации анализаторов электрохимических лабораторных «ЭКОТЕСТ-АВЛ», в дальнейшем – анализаторы.

Анализаторы состоят из блока вторичного измерительного преобразователя (далее ИП), представляющего собой потенциостат/гальваностат со встроенным эквивалентом электрохимической ячейки, персонального компьютера (далее ПК) с установленным пакетом программного обеспечения и электрохимической ячейки.

Анализаторы могут работать с электрохимическими ячейками различных типов, по двух-, трех- и четырехэлектродной схеме поляризации. В качестве рабочих электродов могут быть использованы как классические стационарные или дисковые вращающиеся ртутные и ртутно-капельные электроды, так и твердые (графитовые, стеклоуглеродные, металлические и пр.), в том числе мембранные амперометрические электроды.

Конструктивные особенности анализаторов позволяют автоматизировать процессы выделения, идентификации и обработки аналитических сигналов и расчета концентраций с помощью компьютера, управляющего экспериментом.

В зависимости от режимов работы и технических характеристик анализаторы поставляются в трех модификациях: «ЭКОТЕСТ-АВЛ-В», «ЭКОТЕСТ-АВЛ-П1» и «ЭКОТЕСТ-АВЛ-П2».

Модификация «ЭКОТЕСТ-АВЛ-В» – обеспечивает работу в режиме переменноточковой квадратноволновой прямой и инверсионной вольтамперометрии с накоплением по одному измерительному каналу.

Модификации «ЭКОТЕСТ-АВЛ-П1» и «ЭКОТЕСТ-АВЛ-П2» – представляют собой универсальный одно- или двухканальный потенциостат/гальваностат с широким набором технических характеристик и режимов работ и могут быть использованы для электрохимических исследований электродных процессов в химических источниках тока, процессов осаждения и растворения металлов, для определения коррозионной стойкости различных материалов, вольтамперометрического и кулонометрического определения состава веществ. Данные модификации отличаются выходными параметрами.

Количество измерительных каналов, а также набор режимов работ и технических характеристик в модификациях «ЭКОТЕСТ-АВЛ-П1» и «ЭКОТЕСТ-АВЛ-П2» реализуются и поставляются с соответствующим программным обеспечением по отдельному заказу потребителя.

1 ОПИСАНИЕ И РАБОТА

1.1 Назначение и область применения

Анализаторы электрохимические лабораторные «ЭКОТЕСТ-АВЛ» предназначены для вольтамперометрического и кулонометрического определения количественного содержания электрохимически активных элементов и веществ в пробах воды, водных растворов или экстрактов, получаемых из различных материалов.

Анализаторы используются также для исследования процессов осаждения и растворения металлов, электродных процессов в химических источниках тока, определения коррозионной стойкости различных материалов.

1.1.1 С помощью анализаторов могут определяться электрохимически активные элементы и вещества: Zn, Cd, Pb, Cu, Sb, Sn, Bi, Mn, As, Co, Fe, Ni, I, Se, Au, Ag, Hg и т.д., а также йод, фенол, витамины, поверхностно-активные, лекарственные и биологически-активные вещества, метаболиты и другие органические и неорганические вещества.

Основные метрологические характеристики контролируются с помощью стандартных образцов (ГСО) и гарантируются в заданном диапазоне с погрешностями, установленными в ТУ для 4-х элементов - Zn, Cd, Pb, Cu.

Диапазоны измеряемых концентраций и погрешности определения для других электрохимически активных элементов и веществ устанавливаются в методиках выполнения измерений (МВИ), ГОСТах и других нормативных документах.

1.1.2 Объектами анализа могут быть: воды (очищенные, питьевые, сточные); продукты питания; корма для животных; почвы, торф, ил; медикобиологические объекты; медицинские препараты; химические реактивы; высокочистые вещества; руды, минералы; минеральные и органические удобрения, твердые, жидкие и газообразные отходы продуктов различных производств и другие материалы, которые могут быть переведены в раствор путем соответствующей пробоподготовки.

1.1.3 Анализаторы используются в химико-технологических, агрохимических, экологических, инспекционных, сертификационных, фармакологических, научно-исследовательских и аналитических лабораториях и центрах, в лабораториях предприятий и научно-исследовательских учреждений химической и других отраслей промышленности.

1.1.4 Рабочие условия применения анализатора:

- температура окружающего воздуха, °C от 5 до 40;
- относительная влажность, % до 90 при 25 °C;
- атмосферное давление, кПа от 84 до 106,7;
(мм рт. ст.) (от 630 до 800);
- механические воздействия отсутствуют.

1.2 Технические характеристики

1.2.1 Основные характеристики электронного блока (ИП) анализаторов соответствуют таблице 1.

Таблица 1

Характеристики	Модификация		
	ЭКОТЕСТ-АВЛ-В	ЭКОТЕСТ-АВЛ-П1*	ЭКОТЕСТ-АВЛ-П2*
1	2	3	4
Количество каналов измерения	1	1 (2*)	1 (2*)
Диапазон установки поляризирующего напряжения, В	от - 2,4 до +2,4	канал 1: от -5 до +5 канал 2: от -5 до +5	канал 1: от -5 до +5 канал 2: от -5 до +5
Пределы допускаемой абсолютной погрешности установки поляризирующего напряжения не более, мВ	± 5	канал 1: ± 10 канал 2: ± 10	канал 1: ± 10 канал 2: ± 10
Диапазоны установки скорости развертки поляризирующего напряжения, мВ/с	от - 100 до - 1; от + 1 до + 100	канал 1: от -100000 до -1 от +1 до +100000 канал 2: -	канал 1: от -100000 до -1 от +1 до +100000 канал 2: -
Пределы допускаемой относительной погрешности установки скорости развертки, не более, %	± 1	канал 1: ± 1 канал 2: -	канал 1: ± 1 канал 2: -
Диапазон измерения силы тока в цепи электрохимической ячейки	1 диапазон: от -500 до +500 мкА	5 диапазонов канал 1: от - 5 до +5 мкА от -50 до +50 мкА от -500 до +500 мкА от -5 до +5 мА от -50 до +50 мА канал 2: от -50 до +50 мА	7 диапазонов: канал 1: от -5 до +5 мкА от -50 до +50 мкА от -500 до +500 мкА от -5 до +5 мА от -50 до +50 мА от -500 до +500 мА от - 1 до +1 А канал 2: от -1 до +1 А
Пределы допускаемой приведенной погрешности измерения силы тока, нормированной относительно верхнего значения диапазона измерения, не более, %	± 1	± 5 - в диапазоне токов от -5 до + 5 мкА; ± 1 - в остальных диапазонах	± 5 - в диапазоне токов от - 5 до +5 мкА; ± 1 - в остальных диапазонах
* Характеристики по выбору потребителя			

1.2.2 Диапазоны измерения массовой концентрации в режиме квадратно-волновой вольтамперометрии для ионов, мкг/дм³:

- кадмия (Cd^{2+}), свинца (Pb^{2+}) от 0,5 до 200 мкг/дм³;
- меди (Cu^{2+}) от 1 до 200 мкг/дм³;
- цинка (Zn^{2+}) от 10 до 200 мкг/дм³.

1.2.3 Пределы допускаемой относительной погрешности измерения массовой концентрации ионов кадмия (Cd^{2+}), меди (Cu^{2+}), свинца (Pb^{2+}) и цинка (Zn^{2+}) не превышают в диапазоне массовых концентраций:

- от 0,5 до 10 мкг/дм³ ± 25 %;
- свыше 10 мкг/дм³ ± 20 %.

1.2.4 Селективность к ионам кадмия (Cd^{2+}) сохраняется при 100 – кратном избытке ионов свинца (Pb^{2+}) в анализируемом растворе по сравнению с концентрацией ионов кадмия.

1.2.5 Пределы допускаемого среднего квадратического отклонения случайной составляющей погрешности измерений массовой концентрации ионов не превышают 15 %.

1.2.6 Электронный блок ИП работает в комплекте с персональным компьютером ПК и электрохимической ячейкой.

В анализаторе осуществляется информационный обмен между ИП, ПК и электрохимической ячейкой одновременно по одному или двум измерительным каналам.

1.2.7 Время установления рабочего режима анализатора не более 15 мин.

1.2.8 Изменение показаний ИП за 8 ч непрерывной работы не превышает предела допускаемого значения абсолютной погрешности.

1.2.9 Питание электронного блока ИП осуществляется от источника постоянного тока напряжением:

- (9 $\pm$ 1) В - для модификации «ЭКОТЕСТ-АВЛ-В», потребляемый ток не выше 100 мА;
- (12 $\pm$ 1) В - для модификаций «ЭКОТЕСТ-АВЛ-П1» и «ЭКОТЕСТ-АВЛ-П2», потребляемый ток не выше 500 мА.

1.2.10 Электрод рабочий (ЭР) для работы в режиме квадратно-волновой вольтамперометрии в диапазоне поляризующих напряжений обеспечивает прохождение тока от минус 500 до плюс 500 мкА.

1.2.11 Масса отдельных составных частей анализатора, кг, не более:

- электронный блок (ИП) 1
- электрод измерительный (ЭР) в соответствии с паспортом
- электрод сравнения (ЭС) в соответствии с паспортом
- электрод вспомогательный (ЭВ) в соответствии с паспортом
- электрохимическая ячейка (датчик «Модуль ЕМ-04» или аналогичная) - в соответствии с паспортом.

1.2.12 Габаритные размеры отдельных составных частей анализатора, мм, не более:

- электронный блок (ИП) (длина×ширина×высота) 170×300×70;
- электрод рабочий (ЭР) в соответствии с паспортом;
- электрод сравнения (ЭС) в соответствии с паспортом;
- электрод вспомогательный (ЭВ) в соответствии с паспортом;
- электрохимическая ячейка (датчик «Модуль ЕМ-04» или аналогичная) – в соответствии с паспортом.

1.2.13 Средний срок службы электронного блока (ИП) не менее 8 лет.

Средний срок службы электродов и электрохимической ячейки – в соответствии с паспортами.

1.3 Комплектность анализаторов

Комплект поставки анализаторов «ЭКОТЕСТ-АВЛ» соответствует таблице 2.

Таблица 2

Наименование	Обозначение документа	Количество, шт.	Модификации		
			ЭКОТЕСТ-АВЛ-В	ЭКОТЕСТ-АВЛ-П1	ЭКОТЕСТ-АВЛ-П2
1	2	3	4	5	6
1 Электронный блок - вторичный измерительный преобразователь (ИП)	КДЦТ.414314.014	1	да	да	да
2 Персональный компьютер (ПК)	Процессор не ниже 333 МГц; видеокарта – не хуже VGA 800x600; операционная система Windows 98 и выше; Порт RS-232 или USB со специальным кабелем	1	да**	да**	да**
3 Электрохимический датчик «Модуль ЕМ-04» в составе*: - электроды *: электрод рабочий (ЭР) электрод сравнения (ЭС) типа ЭВЛ-1М4; электрод вспомогательный (ЭВ) типа ЭПВ-1*** - ячейка стеклоуглеродная или стеклянная	ТУ В92.04 – 93	1	да	да**	да**
	ТУ В92.04 - 93	1			
	ТУ 25.05.2181-77	1	да	да**	да**
	ТУ 25.05.2143-76	1			
	ТУ В92.04 - 93	1	да	да**	да**
4 Стандартные образцы состава водных растворов: цинка кадмия свинца меди	Паспорт ГСО 7770-2000 7773-2000 7778-2000 7764 –2000	по 1 упаковке 5 см ³	да	да**	да**
5 Кабель для соединения ИП с ПК	DB9M/DB9F	1	да	да	да
6 Кабели соединительные для градуировки прибора	КДЦТ.418853.001	3	да	да	да
7 Кабель для соединения ИП с модулем ЕМ-04 или аналогичной электрохимической ячейкой	КДЦТ.418853.002	1	да	да**	да**
8 Блок питания БПУ 9-0,1	Юв 2.087.028 ТУ	1	да	нет	нет
9 Блок питания БПН 12-0,5	ЭКМЮ.436230.001ТУ	1	нет	да	да
10 Программное обеспечение на CD-диске		1	да	да	да
11 Руководство по эксплуатации	КДЦТ.414314.014 РЭ	1	да	да	да

Окончание таблицы 2

1	2	3	4	5	6
12 Методика поверки	КДЦТ.414314.014 МП	1	да	да	да
13 Инструкция к программному обеспечению	КДЦТ.414314.014 ПО	1	да	да	да
14 Методики выполнения измерений (МВИ)		**	да**	да**	да**
15 Паспорт на электрохимическую ячейку («Модуль ЕМ-04» или аналогичную)		**	да	да**	да**
Примечания: * Допускается применение других стандартных электрохимических ячеек и электродов в соответствии с МВИ. ** Поставляются по отдельному заказу потребителя *** Поставляется в комплекте со стеклянной ячейкой					

1.4 Устройство и принцип работы анализаторов

1.4.1 Принцип метода измерений

Метод вольтамперометрического анализа основан на измерении тока, протекающего в цепи электрохимической ячейки, в зависимости от прикладываемого к ее электродам поляризующего напряжения. Зависимость тока от потенциала - вольтамперограмма - имеет вид волны - для постоянноточковой вольтамперометрии, или форму пика - для переменноточковой вольтамперометрии.

В режиме постоянноточковой вольтамперометрии на рабочий электрод подается электрический потенциал, изменяющийся во времени определенным образом (например, линейно). При этом на поверхности рабочего электрода происходят различные электрохимические реакции, в результате которых через электрохимическую ячейку протекает ток, величина которого пропорциональна концентрации определяемого компонента в анализируемом растворе. Режим используется во всех модификациях анализатора.

Режим квадратно-волновой инверсионной вольтамперометрии заключается в накоплении определяемых компонентов на поверхности рабочего электрода при заданном потенциале в ходе потенциостатической поляризации с последующей регистрацией величины максимального тока окисления накопленного компонента при последующей анодной развертке потенциала. При этом на растущий потенциал налагаются прямоугольные импульсы напряжения с заданными характеристиками по частоте и амплитуде, а на графике фиксируется зависимость изменения тока для каждой пары импульсов от текущего потенциала. Результирующая вольтамперограмма имеет вид пика. Такой способ измерения является более чувствительным и селективным и позволяет заметно снизить влияние электродной емкости и фонового тока на полученные зависимости. Величина (высота или площадь) пика пропорциональна концентрации вещества в растворе. Потенциал пика определяется, в основном, природой реагирующих веществ (определяемого компонента). Благодаря этому он может быть критерием для проведения качественного анализа.

При наличии в растворе нескольких элементов с достаточно разнесенными потенциалами пиков вольтамперограмма представляет собой совокупность анодных пиков, которую можно использовать для качественного и количественного анализа.

Метод дает возможность определения количественного содержания примесных компонентов в различных веществах на уровне от $10^{-7}\%$ до $10^{-3}\%$ и выше до 1% с использованием разбавления.

Пример вольтамперограммы контрольной пробы, содержащей ионы Cu^{2+} , Pb^{2+} , Cd^{2+} , Zn^{2+} , приведен на рисунке 1.

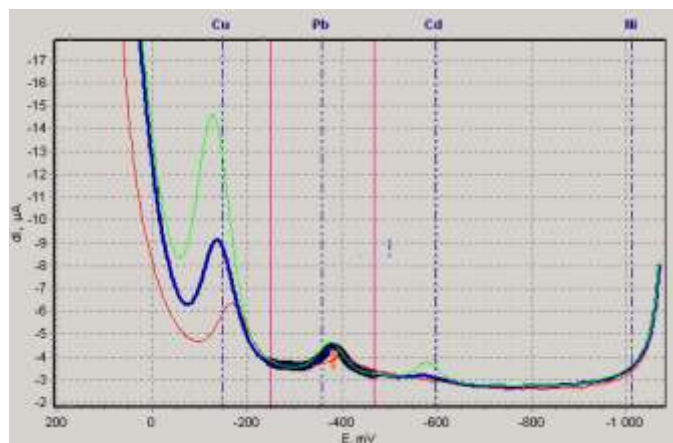


Рисунок 1 - Пример вольтамперограммы в контрольной пробе, содержащей двухвалентные ионы цинка, кадмия, свинца и меди: красная – фоновая кривая; синяя – проба; зеленая – проба с добавкой.

Режим используется в модификации анализатора «ЭКОТЕСТ-АВЛ-В», а в модификациях «ЭКОТЕСТ-АВЛ-П1», «ЭКОТЕСТ-АВЛ-П2» - по заказу потребителя.

В режиме квадратно-волновой прямой вольтамперометрии не проводится электронакопление определяемого компонента на поверхности рабочего электрода, а сразу осуществляется развертка потенциалов с наложением импульсов также квадратной формы. Такой режим позволяет определять концентрации определяемых компонентов в пределах от 10^{-3} до 1 % без разбавления. Режим используется в модификации анализатора «ЭКОТЕСТ-АВЛ-В», а в модификациях «ЭКОТЕСТ-АВЛ-П1», «ЭКОТЕСТ-АВЛ-П2» - по заказу потребителя.

В режиме циклической вольтамперометрии электрод поляризуется линейным меняющимся потенциалом во времени с переменным направлением развертки. При этом одна из ветвей вольтамперограммы описывает процесс окисления, а другая — восстановления исходных веществ. Такой метод особенно эффективен для изучения электродных реакций путем анализа полярографических кривых при различных скоростях развертки потенциала и различных концентрациях раствора. Причем использование высоких скоростей развертки обеспечивает регистрацию короткоживущих форм веществ.

Режим используется во всех модификациях анализатора.

Режим четырехэлектродной ячейки с использованием двух рабочих электродов в общей ячейке позволяет независимо поляризовать их и при этом один рабочий электрод выступает в роли генератора продукта, а второй - регистрирует его концентрацию методами вольтамперометрии. Данная технология широко используется в методике «диск с кольцом», а также при кулонометрическом титровании.

Такой режим используется только в модификациях анализатора «ЭКОТЕСТ-АВЛ-П1» и «ЭКОТЕСТ-АВЛ-П2» при наличии двух каналов измерения.

Режим регистрации изменения электрохимических характеристик на электроде позволяет регистрировать изменение потенциала или тока (для модификации «ЭКОТЕСТ-АВЛ-В» дифференциала тока) во времени, характеризующие протекание определенных реакций на поверхности рабочего электрода как в режиме потенциостатирования/гальваностатирования, так и при выключенной поляризации. При этом также возможно регистрировать величину прошедшего заряда (кулонометрия). Режим используется во всех модификациях анализатора.

1.4.2 Конструкция анализаторов

1.4.2.1 Анализаторы электрохимические лабораторные «ЭКОТЕСТ-АВЛ» представляют собой комплекс, состоящий из:

- электронного блока вторичного измерительного преобразователя (ИП);

- персонального компьютера (ПК) с установленным пакетом программного обеспечения;
 - электрохимической ячейки (датчика «Модуль ЕМ-04» или аналогичной), содержащей стек-
 лоуглеродный электрод рабочий (ЭР), электрод сравнения (ЭС), электрод вспомогательный
 (ЭВ) и стеклянную или стеклоуглеродную ячейку (в последнем случае отсутствует вспомо-
 гательный электрод).

Для модификаций «ЭКОТЕСТ-АВЛ-П1» и «ЭКОТЕСТ-АВЛ-П2» электрохимическая
 ячейка поставляется по требованию заказчика.

Блок-схема анализатора «ЭКОТЕСТ-АВЛ» приведена на рисунке 2.

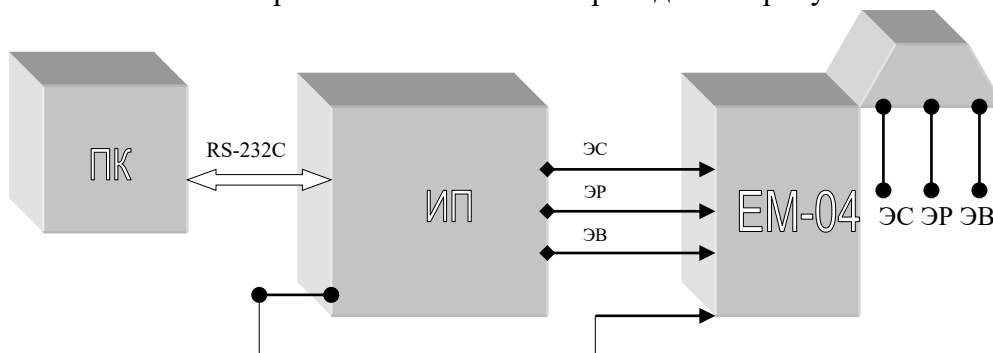


Рисунок 2 - Блок-схема анализатора «ЭКОТЕСТ-АВЛ» при использовании в качестве электрохимической ячейки датчика «Модуль ЕМ-04»

1.4.2.2 ИП подключается к ПК с помощью соединительного кабеля через интерфейс RS-232C (возможно подключение к порту USB при помощи специального кабеля) и к электрохимической ячейке с помощью разъемов типа BNC или RS.

На передней панели ИП расположены разъемы для подключения электродов, гнезда встроенного эквивалента электрохимической ячейки и светодиодный индикатор питания.

Разъемы для электродов обозначены «ЭР», «ЭС», «ЭВ», или «ЭР1», «ЭР2», «ЭС», «ЭВ» при наличии двух каналов измерения. Гнезда встроенного эквивалента обозначены «ЭР» и «ЭС+ЭВ» и расположены над надписью «Эквивалент».

На задней панели ИП расположены разъемы для подключения:

- электрохимической ячейки («ячейка»),
- питания («сеть»),
- прибора к ПК («RS 232») или («RS 232-1») и («RS 232-2») при наличии двух каналов измерения,
- гнездо встроенного эквивалента («П»), использующееся для подключения разъемов ИП электрода сравнения и вспомогательного электрода при поверке анализатора.

1.4.2.3 Блок вторичного измерительного преобразователя (ИП) представляет собой потенциостат/гальваностат со встроенным эквивалентом электрохимической ячейки. Структурная схема ИП приведена на рисунке 3.

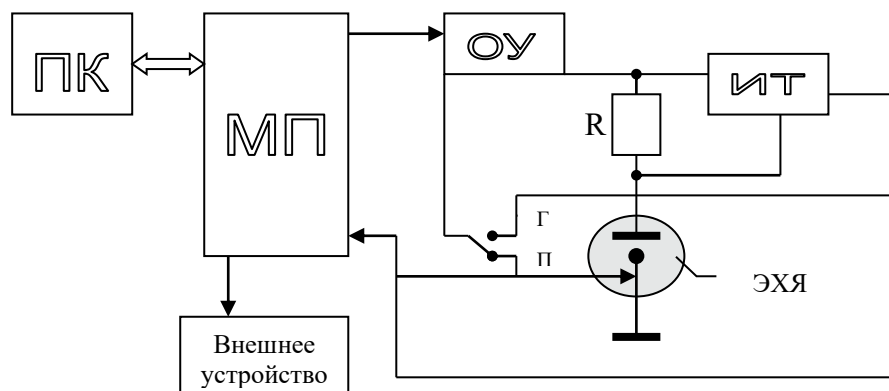


Рисунок 3 - Структурная схема ИП анализаторов «ЭКОТЕСТ-АВЛ»

ИП состоит из блока аналогового потенциостата и блока микропроцессора (МП).

В блок аналогового потенциостата входят:

- операционный усилитель (ОУ),
- измеритель тока (ИТ),
- встроенный резистор (R) и переключатель между режимами прибора (потенциостат (П)/гальваностат (Г)).

Блок аналогового потенциостата, работающий под управлением МП, выполняет функции поляризации электрохимической ячейки (ЭХЯ) в заданных режимах и получения первичной информации, которая в дальнейшем регистрируется на МП.

Блок микропроцессора (МП) включает в себя:

- устройство хранения данных,
- программатор,
- цифро-аналоговый (ЦАП),
- аналого-цифровой преобразователи (АЦП).

Микропроцессор МП обеспечивает управление исполнительными устройствами ИП:

- выбор необходимых условий поляризации,
- формирование программы поляризации (развертка, наложение тока или потенциала и т.д.),
- чтение из памяти аналитических сигналов,
- регистрацию сигнала тока (дифференциала тока) и потенциала в цепи рабочего электрода.

МП также осуществляет обмен данными с ПК и выполняет функцию управления другими внешними устройствами (осциллограф, мешалка и т. д.).

Программатор формирует аналоговый сигнал напряжения, пропорциональный задаваемому потенциалу (току). Этот сигнал подается на первый вход операционного усилителя, выходной ток которого поляризует рабочий электрод ячейки, вызывая сдвиг его потенциала E_w относительно неизменного потенциала электрода сравнения E_R .

В режиме «потенциостат» (П) разность потенциалов ($E_w - E_R$) по цепи обратной связи подается на второй вход операционного усилителя. Этот усилитель, регулируя выходной ток, обеспечивает равенство заданного и приходящего по цепи обратной связи потенциалов и, следовательно, поддержание требуемого значения потенциала рабочего электрода.

В режиме «гальваностат» (Г) сигнал обратной связи снимается с токоизмерительного резистора R, что обеспечивает поддержание заданного тока.

Для измерения потенциала и тока используется блок АЦП, формирующий цифровой 16-битный сигнал, передающийся микропроцессору.

1.4.2.4 Электрохимическая ячейка (датчик «Модуль ЕМ-04» или аналогичная), содержит:

- стеклоуглеродный рабочий электрод (ЭР),
- электрод сравнения (ЭС),
- электрод вспомогательный (ЭВ),
- стеклоуглеродную ячейку.

На верхней панели датчика «Модуль ЕМ-04» находятся кнопки управления двигателем вращения электрода, цифровой индикатор скорости вращения и светодиоды индикации состояния прибора.

Во время работы красный светодиод указывает на разрыв в цепи измерения, а зеленый отображает состояние последовательного порта датчика «Модуль ЕМ-04» и мигает во время обмена данными с ПК.

На цифровом индикаторе во время работы двигателя отображается текущая скорость вращения. Допускается отклонение скорости - до $\pm 5\%$.

Кнопки управления двигателем позволяют осуществить процесс управления вращением электрода. Две черные кнопки «+» и «-» позволяют менять скорость вращения с шагом 1 об/мин. При помощи красной кнопки можно включить/выключить двигатель.

На задней панели расположены:

- тумблер включения/выключения блока ячейки,
- разъемы для подключения электродов («ИЗМ», «СРАВН», «ВСП»),
- шнур для подключения блока к электропитанию и разъем для соединения блока с ИП («МЕШАЛКА»).

Отсек электрохимической ячейки находится в передней части «Модуля ЕМ-04».

На крышке электрохимической ячейки имеются отверстия для электрода сравнения и вспомогательного электрода, здесь же расположены кабели соединения электродов с ячейкой. С нижней стороны крышки расположен выступающий вал для подключения рабочего электрода.

1.4.2.5 Пакет программного обеспечения предназначен для формирования команды, передачи ее анализатору, организации последующей обработки и хранения результатов эксперимента. Работа программного обеспечения приведена в «Инструкции к программному обеспечению», входящему в комплект поставки.

1.4.2.6 Пример основных этапов измерения в режиме квадратно-волновой вольтамперометрии, их последовательность и функциональное содержание приведены в таблице 3.

Таблица 3

Наименование этапа	Содержание этапа
Подготовка пробы к проведению измерений	Разрушение органических веществ и ПАВ в пробе минерализацией или фотохимическим окислением. Удаление механических частиц фильтрацией. Приготовление раствора пробы. Этап выполняется перед внесением пробы в электрохимическую ячейку.
Электрохимическая очистка	Очистка поверхности рабочего электрода, перемешивание раствора.
Накопление	Электрохимическое концентрирование (накопление) определяемых компонентов на поверхности рабочего электрода из анализируемого раствора пробы, перемешивание раствора.
Успокоение	Успокоение раствора (10 – 15 с) после перемешивания перед регистрацией вольтамперограммы.
Развертка и регистрация	Регистрация, вывод вольтамперограмм (зависимость ток-потенциал) на устройство отображения информации.

Примечания

- 1 При измерениях по методу прямой вольтамперометрии этап накопления отсутствует.
- 2 При анализе с заменой растворов различные этапы могут проводиться в разных растворах, при этом могут добавляться новые этапы, например, накопление ртутной пленки на поверхности рабочего электрода, промывка и т.д. в зависимости от методики измерения.
- 3 Продолжительность и параметры отдельных этапов регламентируется МВИ для конкретных объектов анализа и устанавливаются с помощью ПК.

1.5 Маркировка и пломбирование

1.5.1 На ИП нанесены следующие маркировки.

На лицевой панели:

- товарный знак предприятия-изготовителя;
- условное обозначение анализатора «ЭКОТЕСТ-АВЛ».

На нижней панели:

- наименование предприятия-изготовителя;
- номер анализатора по системе нумерации предприятия-изготовителя, месяц и год выпуска;

- вид источника питания – обозначение постоянного тока;
- номинальное значение напряжения источника питания и максимальный входной ток – 9 В, 0,1 А для модификации «ЭКОТЕСТ-АВЛ-В»;
- 12 В, 0,5 А для модификаций «ЭКОТЕСТ-АВЛ-П1» и «ЭКОТЕСТ-АВЛ-П2».

На передней панели:

- «ЭР», «ЭС», «ЭВ» – разъемы для подключения соответствующих электродов в модификации с одним каналом измерения или «ЭР1», «ЭР2», «ЭС», «ЭВ» – в модификации с двумя каналами измерения;
- над надписью «Эквивалент» «ЭР», «ЭС» + «ЭВ» – разъемы встроенного эквивалента для подсоединения соответствующих разъемов ИП при градуировке прибора.

На задней панели:

- разъем «П» встроенного эквивалента для подсоединения разъемов «ЭС» и «ЭВ» ИП при поверке;
- разъем «ячейка» для подсоединения датчика «Модуль ЕМ-04» или аналогичной электрохимической ячейки;
- разъем «сеть» для подсоединения блока питания.

1.5.2 Знак утверждения типа средств измерений по ПР 50.2.009 нанесен на ИП анализатора и Руководство по эксплуатации.

Знак соответствия системы сертификации по ГОСТ Р 50460 нанесен на Руководство по эксплуатации.

Способ нанесения маркировки и размер шрифта соответствуют требованиям, указанным в конструкторской документации.

1.5.3 ИП, принятый ОТК и подготовленный к упаковке, пломбируется пластиковой пломбой в углубление для головки винта, скрепляющего между собой крышку и корпус преобразователя.

1.5.4 На упаковочной коробке указаны: товарный знак предприятия-изготовителя; условное обозначение анализатора.

1.5.5 Транспортная маркировка наносится согласно ГОСТ 14192.

1.6 Упаковка

1.6.1 Измерительный преобразователь ИП герметично упаковывается в полиэтиленовый чехол и помещаться в упаковочную картонную коробку.

В качестве упаковочного амортизационного материала используется гофрированный картон или полимерный «дутый» уплотнитель.

1.6.2 Электроды и стандартные образцы водных растворов в ампулах упаковываются в пластмассовый пенал.

1.6.3 Руководство по эксплуатации, Методика поверки, упаковочный лист и программное обеспечение на CD-диске вкладываются в конверт.

1.6.4 Пластмассовый пенал, конверт помещаются в картонную коробку вместе с электронным блоком ИП.

1.6.5 Персональный компьютер и электрохимическая ячейка упаковываются в соответствии с прилагаемой к ним документацией.

2 ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ПО НАЗНАЧЕНИЮ

2.1 Особенности эксплуатации

2.1.1 Работа с анализатором должна проводиться в условиях, которые не выходят за пределы рабочих условий применения.

2.1.2 Анализатор должен эксплуатироваться в помещении, имеющем общую принудительную вентиляцию по ГОСТ 12.4.021.

2.1.3 При работе с растворами, содержащими органические вещества, должна быть проведена подготовка пробы в соответствии с МВИ.

2.1.4 При определении низких концентраций (менее 10 мкг/дм³) должна быть исключена возможность попадания различных элементов из воздуха в анализируемые растворы.

2.2 Подготовка анализатора к работе

2.2.1 До начала работы с анализатором необходимо изучить настоящее руководство по эксплуатации, принцип работы и назначение органов управления, инструкцию к программному обеспечению, а также эксплуатационную документацию на электроды, электрохимический датчик «Модуль ЕМ-4», персональный компьютер, блок питания и т.д.

2.2.2 При хранении или транспортировании анализаторов при температуре ниже 10 °С перед работой выдерживают их при комнатной температуре не менее 3-х часов.

2.2.3 Сборка анализатора

2.2.3.1 Подключение ИП к блоку питания и персональному компьютеру ПК

Сетевой кабель блока питания присоединяют к гнезду «Сеть», расположенному на задней стенке ИП. Соединительный кабель интерфейса связи с компьютером DB9M/DB9F одним концом присоединяют к разъему «RS-232» на задней панели ИП, а вторым к соответствующему разъему на персональном компьютере ПК.

При поставке пакет программ настроен на работу через COM1. По возможности необходимо использовать его, либо любой другой порт, но в последнем случае потребуется изменить номер порта в программе.

Для модификаций с двумя каналами измерения подсоединяют разъемы на задней панели ИП «RS-232-1» и «RS-232-2» к соответствующим разъемам системного блока ПК (COM1 и COM2), либо к другим COM-портам с соответствующим изменением настроек в программе.

2.2.3.2 Подготовка к работе электрохимической ячейки

Подготовку используемых электрохимических ячеек и электродов производят в соответствии с их эксплуатационной документацией.

При использовании в качестве электрохимической ячейки датчика «Модуль ЕМ-04» подготовка осуществляется следующим образом:

- рабочий стеклоуглеродный электрод предварительно протирают фильтровальной бумагой и навинчивают на выступающий центральный штырь вала вращения;
- при использовании в работе стеклоуглеродной ячейки вставляют электрод сравнения в соответствующее отверстие, расположенное на ее крышке;
- при использовании стеклянной ячейки в отверстие, расположенное на крышке электрохимической ячейки вставляют электрод сравнения и вспомогательный платиновый электрод;
- заполненную рабочим раствором электрохимическую ячейку помещают во фторопластовое кольцо и поворотом кольца на 90° присоединяют к измерительному блоку.

2.2.3.3 Подключение к ИП электрохимической ячейки (датчик «Модуль ЕМ-04»)

Комплект соединительных кабелей датчика «Модуль ЕМ-04» подключают к разъемам на лицевой панели ИП:

- кабель, подсоединенный к гнезду рабочего электрода датчика «ИЗМ», подключается к разъему ИП «ЭР»,
- кабель, подсоединенный к гнезду электрода сравнения датчика «СРАВН», - к разъему ИП «ЭС»,
- кабель, подсоединенный к гнезду вспомогательного электрода датчика «ВСП», - к разъему ИП «ЭВ».

Подключают к ИП блок датчика «Модуль ЕМ-04». Для этого соединяют один конец красного кабеля с гнездом «МЕШАЛКА» на задней панели датчика «Модуль ЕМ-04», а второй конец с разъемом «ячейка», находящимся на задней панели ИП.

При подключении других электрохимических ячеек необходимо руководствоваться их эксплуатационной документацией.

2.2.4 Органы управления и индикации анализатора

2.2.4.1 Управление анализатором на всех этапах работы осуществляется от персонального компьютера с помощью программного обеспечения (см. Инструкцию к ПО) и с помощью кнопок на верхней панели датчика «Модуль ЕМ-04».

2.2.4.2 Тумблер «сеть» на задней панели датчика «Модуль ЕМ-04» предназначен для включения и выключения питания датчика.

2.2.4.3 Органы индикации представлены экраном монитора ПК и светодиодом «сеть» на передней панели ИП, а также цифровым дисплеем датчика «Модуль ЕМ-04», указывающим скорость вращения рабочего электрода.

2.2.5 Исходное положение органов управления анализатора:

- блок питания ИП выключен из розетки;
- тумблер «сеть», расположенный на задней панели датчика «Модуль ЕМ-04» в положении «Выкл.»;
- органы управления ПК и блока питания в соответствии с руководством по эксплуатации на указанные приборы.

2.2.6 Включение анализатора

2.2.6.1 Перед включением необходимо убедиться, что все переключатели анализатора находятся в исходном положении (2.2.5).

2.2.6.2 Перед включением анализатора включают персональный компьютер в соответствии с инструкцией по эксплуатации и дожидаются завершения загрузки операционной системы.

2.2.6.3 Для включения анализатора вилки сетевых шнуров блока питания ИП и датчика «Модуль ЕМ-04» включают в сеть. Затем тумблер «сеть» на задней панели Блока «Модуль ЕМ-04» устанавливают в положение вверх. При включении должны засветиться светодиодные индикаторы на ИП и датчике «Модуль ЕМ-04», а также монитор ПК.

2.2.7 Выключение анализатора осуществляется в последовательности: выключение тумблера «сеть» датчика «Модуль ЕМ-04», отключение блока питания ИП и датчика «Модуль ЕМ-04» от сети. ПК, внешнее управляемое устройство и т.д. выключаются согласно их эксплуатационной документации.

2.2.8 Установка программного обеспечения осуществляется с прилагаемого CD-диска (см. Инструкцию к ПО).

2.3 Проверка работоспособности анализатора

2.3.1 Проверка работоспособности анализатора проводится последовательно для каждого канала измерения.

2.3.2 Проверка наличия информационного обмена между ИП и КП

2.3.2.1 После выполнения операций по 2.2.1, 2.2.2, 2.2.3.1 и 2.2.6 соединяют разъемы для электродов с соответствующими гнездами встроенного эквивалента на передней панели ИП при помощи комплекта соединительных кабелей для градуировки прибора. Разъем «ЭР» соединяют с гнездом «ЭР» эквивалента. Для модификаций с двумя каналами поляризации разъемы «ЭР1» и «ЭР2» соединяют с соответствующими гнездами встроенного эквивалента «ЭР1» и «ЭР2». Разъемы «ЭС» и «ЭВ» соединяют с гнездом «ЭС+ЭВ» эквивалента с помощью соединенных вместе кабелей (рисунок 4).



Рисунок 4 - Соединение разъемов для электродов с гнездами встроенного эквивалента

2.3.2.2 Устанавливают программное обеспечение с прилагаемого CD-диска и запускают программу IPC2000, иконка вызова которой имеется в меню кнопки «Пуск» персонального компьютера в соответствующей папке (см. Инструкцию к ПО).

В программе устанавливают номер порта, к которому подключен ИП и активизируют связь с ИП, пользуясь Инструкцией к ПО. Для этого в главном меню программы выбирают пункт **Прибор\Настройки\Com Порт** и задают желаемый номер порта. Для ввода данных нажимают кнопку «**Ok**».

О готовности прибора к работе свидетельствует появление сообщения «**Яч. Выкл. Потенциостат**» в строке статуса программы, расположенной в нижнем левом углу главного окна программы, а также активизация пунктов меню и кнопок управления, расположенных в верхней части главного окна.

При получении сообщения «**Нет связи с прибором**» необходимо проверить правильность подключения интерфейса к разъёмам RS-232 и номер фактически используемого СОМ порта компьютера. Пользуясь главным меню программы следует выбрать пункт: **Прибор\Настройки\Com порт** и настроить пакет на работу с желаемым СОМ-портом. После нажатия кнопки **OK** в строке статуса программы будет показан результат подключения.

Причинами отсутствия информационного обмена ИП и ПК могут быть также:

- одновременный запуск нескольких экземпляров программы, в этом случае необходимо закрыть ошибочно вызванные экземпляры программы и повторить операции включения прибора и настройки связи;
- запущены какие-либо другие программы, использующие тот же СОМ-порт, что и программное обеспечение анализатора;
- неправильное подключение приборов в сеть;
- неисправность кабеля интерфейса или ИП.

2.3.3 Проверка задачи и поддержания потенциала в режиме поляризации

В главном окне программы выбирают пункт: **Прибор\Панель управления**, активизирующий виртуальную панель для ручного управления функциями прибора (рисунок 5). Эту панель можно также открыть при помощи кнопки , расположенной на инструментальной панели главного окна программы. Следует убедиться, что разъемы для электродов подключены к гнездам встроенного эквивалента (Рисунок 4).

На панели «**Управление**» виртуальный переключатель устанавливают в режим «**Потенциостат**», а селектор диапазонов тока с помощью мышки в положение «500 мкА» (При переключении слышен щелчок).

На закладке «**Задатчик**» устанавливают значение потенциала 100 мВ и активизируют мышкой кнопку «**ОК**».

При готовности задатчика потенциала цвет фона в окошке ввода значений изменяется с белого на кремовый.

Щелчком мыши по виртуальной кнопке «**Ячейка**» включается встроенный эквивалент электрохимической ячейки. При этом начнет мигать виртуальный световой индикатор, расположенный под кнопкой.

Величина измеренного потенциала отображается на виртуальной панели измерений, расположенной в главном окне программы над полем графиков. Сравнивают заданное значение потенциала (100 мВ) с реально поддерживаемым прибором на его встроенном эквиваленте.

Величина тока поляризации должна установиться на уровне около 10 мкА ($I = E/R = 0.1 \text{ В}/10 \text{ кОм} = 10 \text{ мкА}$). Величина тока на эквиваленте зависит от номинала резистора. Для диапазона 500 мкА используется резистор $R = 10 \text{ кОм}$).

Сменив знак задаваемого потенциала (-100 мВ) сравнивают заданное значение потенциала с реально поддерживаемым прибором на его встроенном эквиваленте.

Если отклонение измеренного потенциала от заданного не превышает 5 мВ, прибор нормально работает.

В противном случае проводят автоматическую градуировку прибора (раздел 4 настоящего РЭ).



Рисунок 5 – панель ручного управления

2.3.4 Проверка работы задатчика линейной развертки

В главном окне программы выбирают режим ручного управления (рисунок 5).

Устанавливают анализатор в режим «**Потенциостат**». Затем в главном окне программы выбирают тип осей графика «**Е-Т**» и режим «**Автомасштаб**», щелкнув мышкой по любой оси графика (6.1.2 Инструкция к ПО IPC2000).

На закладке «**Задатчик**» задают начальный потенциал $E = -500 \text{ мВ}$, нажимают кнопку «**ОК**». Активируют кнопку «**Ячейка**». На закладке «**Развертка**» задают скорость изменения развертки потенциалов 50 мВ/с и выбирают положительное направление развертки (стрелка вверх), после чего нажимают кнопку «**ОК**» для передачи данных в прибор.

Включают режим нанесения результатов на график щелчком мыши по виртуальной кнопке , расположенной в поле «**Нанести на график**» и фиксируют изменение потенциала во времени от минус 500 мВ до плюс 500 мВ.

После чего останавливают измерение кнопкой . Затем на закладке «**Развертка**» нажимают «**Сброс**» и отключают ячейку.

Находят наклон полученной прямой на графике. Для этого выбирают в главном окне программы раздел «**Обработка**» и пункт «**Наклон**». Выделяют на графике наклонный уча-

сток, соответствующий развертке, и нажимают кнопку «**Выполнить**». В открывшемся окне появится уравнение прямой. Значение коэффициента при переменной T соответствует измеренной величине скорости развертки.

Аналогично проверяют скорость развертки в обратном направлении от плюс 500 до минус 500 мВ со скоростью минус 50 мВ/с. При этом задают потенциал $E = 500$ мВ, скорость развертки минус 50 мВ/сек и выбирают отрицательное направление развертки (стрелка вниз). При смене направления развертки прибор должен реагировать сменой наклона прямой на противоположный.

Таким же образом может быть проверена работоспособность анализатора при других скоростях развертки.

Полученное значение скорости развертки сравнивают с задаваемой. Если полученная скорость развертки отличается от заданного значения более чем на 1 %, прибор нуждается в автоматической градуировке.

2.3.5 При проверке работоспособности двухканального ИП по 2.3.3, 2.3.4 программу IPC2000 для канала 1 запускают из подкаталога **Ch1**, для канала 2 – из подкаталога **Ch2**.

Проверка второго измерительного канала осуществляется при включенной поляризации на первом канале. Для этого запускают предварительно **...Ch1/IPC2000.exe** и задают в режиме ручного управления поляризацию напряжения $E=0$ мВ. После этого можно запускать программу **...Ch2/IPC2000.exe** и проводить проверку, выполняя операции по 2.3.3, 2.3.4.

2.3.6 Проверка работоспособности анализатора в комплекте с электрохимической ячейкой

Подключают к ИП электрохимическую ячейку (датчик «Модуль ЕМ-04» или аналогичную) по 2.2.3.2, 2.2.3.3. Запускают программу «Polina» из соответствующего каталога, расположенного в меню кнопки «Пуск». При установлении связи между включенным ИП и запущенной программой через СОМ-порт в левом верхнем углу программы должен мигать зеленый индикатор.

Помещают в ячейку 25 см³ разбавленного фонового раствора (Приложение А).

В программе анализа активизируют методику для измерения тяжелых металлов «**Четыре элемента**» (см. Инструкцию к ПО 6.2.4). Для этого в главном окне программы выбирают последовательно пункты **Прибор\Программатор**. И в открывшемся окне с помощью кнопки  открывают файл «**4 элемента**».

Запускают программу измерения в соответствии с 6.2.4 Инструкции к ПО «Polina». При правильном подключении электродов электрохимической ячейки к ИП будет произведено измерение и на мониторе ПК появится вольтамперограмма фонового раствора (рисунок 1).

Если вольтамперограмма не соответствует рисунку 1 и представляет собой прямую линию в районе $A = 0$ мкА необходимо проверить правильность подготовки и подключения электрохимической ячейки и электродов к ИП и правильность установки параметров выполнения измерений согласно МВИ.

2.4 Порядок работы

2.4.1 Проведение исследований с использованием различных электрохимических ячеек

Подключают электроды ячейки к соответствующим разъемам на передней панели ИП.

При работе по трехэлектродной схеме (рисунок 6): рабочий электрод ячейки подсоединяют к разъему «ЭР», вспомогательный электрод - к разъему «ЭВ», электрод сравнения – к разъему «ЭС»

Для опытов при заданном напряжении между электродами (например, классическая полярография) и во всех случаях, когда не используется электрод сравнения (гальваностатический режим без контроля потенциала), подключают ячейку по двухэлектродной схеме (рисунок 7): рабочий электрод ячейки подсоединяют к разъему «ЭР», вспомогательный электрод ячейки к соединенным вместе проводам от разъемов «ЭС» и «ЭВ».



Рисунок 6 -
трехэлектродная ячейка



Рисунок 7 -
двухэлектродная ячейка

Запускают программу IPC2000. Пользуясь настройками виртуальной панели ручного управления или автоматического программатора, задают рабочие режимы поляризации электродов, в зависимости от цели эксперимента. Приемы работы с органами настройки и рекомендации по проведению типовых измерений подробно описываются в файлах справочной службы (вызов по клавише F1) либо в инструкции к ПО IPC2000.

При необходимости исследовать поведение электрода без его поляризации (например, стационарный потенциал) присоединяют электроды к ячейке и проводят измерение (и запись) потенциала, не активизируя на панели ручного управления кнопку «Ячейка».

При необходимости проведения исследований с использованием двух рабочих электродов подключают электроды следующим образом: первый рабочий электрод к разъему «ЭР1», второй – к разъему «ЭР2», вспомогательный и сравнения – к соответствующим разъемам.

Запускают из меню кнопки «Пуск» программу IPC-TWIN и проводят желаемые исследования, пользуясь инструкцией к ПО IPC-TWIN.

2.4.2 Выполнение измерений массовой концентрации электрохимически активных элементов методом добавок в режиме инверсионной квадратно-волновой вольтамперометрии

2.4.2.1 Проводят подготовку пробы в соответствии с используемой МВИ.

2.4.2.2 Проводят подготовку ИП, электрохимической ячейки (датчика «Модуль ЕМ-04» или аналогичной), электродов и сборку анализатора в соответствии с 2.2.3.

2.4.2.3 Запускают программу «Polina».

2.4.2.4 Выбирают методику измерений в соответствии с 6.2.4.1 Инструкции к ПО «Polina».

Необходимые параметры измерений можно выбрать из ранее сохраненных методик измерения, хранящихся в файлах специального формата, поставляемых вместе с анализатором (или дополнительно заказанных у производителя), так и произвольно задать для методик, реализуемых пользователем. В первом случае при чтении методики из файла режимы и параметры устанавливаются программно, во втором случае необходимо самостоятельно подобрать и установить все параметры с помощью функций программы управления работой анализатора в соответствии с Инструкцией к ПО «Polina».

2.4.2.5 Проводят измерение в фоновом растворе.

В ячейку (стакан) вносят необходимое количество фонового раствора в соответствии с методикой выполнения измерений (МВИ). Запускают программу измерения фона, руководствуясь 6.2.4 Инструкции к ПО «Polina» и МВИ.

2.4.2.6 Проводят обработку полученных вольтамперограмм в соответствии с 6.2.3 Инструкции к ПО «Polina».

2.4.2.7 Проводят измерение содержания определяемых элементов в пробе.

В другую ячейку вносят необходимое количество анализируемого раствора, подготовленного согласно МВИ, и запускают программу измерения определяемого элемента, руководствуясь 6.2.4 Инструкции к ПО «Polina» и МВИ.

2.4.2.8 Проводят операцию обработки полученных вольтамперограмм для определяемого элемента в анализируемой пробе в соответствии с 6.2.3 Инструкции к ПО «Polina».

2.4.2.9 Проводят измерение содержания определяемых элементов в пробе с добавкой.

В ячейку с анализируемым раствором последовательно вносят добавки стандартных растворов определяемых элементов в соответствии с МВИ и проводят измерение и обработку полученных вольтамперограмм, руководствуясь 6.2.3, 6.2.4. Инструкции к ПО «Polina».

2.4.2.10 Вычисление массовой концентрации элементов в анализируемом растворе производят программно, пользуясь 6.4 Инструкции к ПО «Polina», либо по формулам:

$$C_x^{яч.} = \frac{(H_x - k \cdot H_\phi) \cdot C_\phi \cdot V_\phi}{(H_\phi - H_x) \cdot V_\Sigma}, \text{мкг/дм}^3;$$

$$C_x^{ан.р-р} = \frac{(H_x - k \cdot H_\phi) \cdot C_\phi \cdot V_\phi}{(H_\phi - H_x) \cdot V_x}, \text{мкг/дм}^3;$$

$$X = \frac{(H_x - k \cdot H_\phi) \cdot C_\phi \cdot V_\phi \cdot V_\kappa \cdot 100}{(H_\phi - H_x) \cdot V_x \cdot m \cdot 10^6}, \%$$

$$\text{где } k = \frac{V_x}{V_\phi + V_x};$$

$C_x^{яч.}$, $C_x^{ан.р-р}$ — концентрация определяемого металла соответственно в полярографической ячейке и анализируемом растворе мкг/дм³;

C_ϕ — концентрация определяемого вещества в его стандартном растворе, мкг/дм³;

X — содержание определяемого вещества в пробе, % мас.;

H_ϕ , H_x , H_ϕ — высоты пиков определяемого вещества соответственно в полярографируемом растворе фона, в растворе фона с добавкой объема V_x анализируемого раствора и в фоне с добавкой анализируемого раствора и объема стандартного раствора V_ϕ ;

V_x — объем анализируемого вещества, внесенный в ячейку с фоновым раствором, см³;

V_ϕ — объем фонового раствора в полярографической ячейке, см³;

V_κ — объем анализируемого раствора пробы, приготовленной в мерной колбе, см³;

V_ϕ — объем добавки стандартного раствора, см³;

m — масса анализируемой пробы, г.

При программном вычислении массовой концентрации ионов используют встроенный в программу модуль для расчета концентраций определяемых ионов (п. 6.4 Инструкции к ПО «Polina»). Для этого заносят в поле «Фон» величины пиков, полученных в фоновом растворе, в поле «Проба» — величины пиков, снятых в анализируемом растворе и в поле «Добавка» — снятых в анализируемом растворе с добавкой стандартного раствора. Нажимают кнопку «Расчет концентрации», заполняют поле «Объем» соответствующими цифрами. При этом расчет концентрации определяемого иона производится автоматически.

2.4.2.11 По завершению работы закрывают управляющую программу и выключают питание прибора.

3 ТЕХНИЧЕСКОЕ ОБСЛУЖИВАНИЕ

3.1 Общие указания

Техническое обслуживание анализаторов во время эксплуатации подразделяется на три вида: внешний осмотр; проверка работоспособности; автоматическая градуировка; поверка.

Первые три вида технического обслуживания выполняют самостоятельно. Периодичность их проведения не регламентируется и диктуется, в основном, интенсивностью использования анализатора.

Поверка выполняется органами Государственной метрологической службы или уполномоченными на этот вид работы организациями.

3.2 Внешний осмотр

Внешний осмотр проводится непосредственно перед использованием анализатора и заключается в определении целостности корпуса, разъемов, ячейки, электродов, соединительных кабелей и правильности их подключения.

3.3 Проверка работоспособности анализатора

Перед работой проверяют работоспособность анализатора по 2.3 настоящего Руководства по эксплуатации.

3.4 Автоматическая градуировка анализаторов

3.4.1 Цель градуировки прибора заключается в автоматической коррекции режимов работы прибора таким образом, чтобы обеспечить наименьшую погрешность по каналам задачи/регистрации потенциала и тока, а также настроить скорости линейной развертки для всех диапазонов прибора. На величину погрешности оказывает влияние множество факторов, главным из которых является температурный режим, поэтому перед началом работы и, особенно, перед проведением градуировки необходимо прогреть прибор не менее 30 минут.

Автоматическая градуировка анализаторов различной модификации проводится с использованием соответствующего программного обеспечения.

3.4.2 Перед началом градуировки соединяют разъемы для электродов с гнездами встроенного эквивалента при помощи комплекта кабелей для градуировки прибора в соответствии с 2.3.2.1 настоящего РЭ.

3.4.3 Градуировка анализаторов модификации «ЭКОТЕСТ-АВЛ-В» проводится в соответствии с 6.2.4.2 Инструкции к ПО «Polina».

3.4.4 Градуировка анализаторов модификаций «ЭКОТЕСТ-АВЛ-П1» и «ЭКОТЕСТ-АВЛ-П2» проводится в одноканальном режиме работы в соответствии с 6.4 Инструкции к ПО «IPC2000».

3.4.5 При двухканальном режиме работы градуировка проводится отдельно для каждого канала в соответствии с 6.4 Инструкции к ПО «IPC2000», а затем данные этих градуировок объединяют при помощи программы «TwinINIs», входящей в общий пакет поставляемого ПО «IPC-Twin».

Открывают файл **...Ch1(2)\IPC_2000.exe** (в зависимости от номера градуируемого канала), находящийся в меню кнопки «Пуск» в папке «IPC-Twin». Запускают программу и выбирают в главном меню опцию **Прибор/Настройка/Градуировка** или соответствующую кнопку с инструментальной панели. Проводят градуировку каждого из каналов в соответствии с указаниями программы «IPC2000», а также пользуясь файлом помощи, вызываемым кнопкой **F1**.

После завершения градуировки каждого канала программу «IPC2000» закрывают и запускают программу **TwinINIs.exe**, находящуюся в главном каталоге папки «IPC-Twin». В открывшемся окне активизируют кнопку **«Выполнить»**. После этого данные градуировки будут применены к градуируемому анализатору.

3.5 Требования к квалификации исполнителя

К выполнению измерений и обработке результатов допускаются лица, имеющие опыт работы в химической лаборатории с квалификацией «лаборант» и выше, иметь соответствующую техническую квалификацию в области вольтамперометрии.

3.6 Указания по поверке анализатора

Поверке подлежат все вновь выпускаемые, выходящие из ремонта и находящиеся в эксплуатации анализаторы.

3.7 Указания мер безопасности

3.7.1 По требованиям безопасности анализаторы должны удовлетворять требованиям ГОСТ Р 52319, ГОСТ Р 51522.

3.7.2 При проведении испытаний и измерений должны соблюдаться требования безопасности по ГОСТ 12.1.005, ГОСТ 12.3.019.

3.7.3 При работе с анализатором должны тщательно заземляться корпус измерительного преобразователя и персонального компьютера.

3.7.4 Лица, допускаемые к работе, должны иметь соответствующую техническую квалификацию и подготовку, ежегодно проходить проверку знаний техники безопасности.

4 ТЕКУЩИЙ РЕМОНТ

4.1 Условия по ремонту

Анализаторы являются сложными электронными приборами, поэтому к их ремонту допускается квалифицированный персонал предприятия - изготовителя или официальных представителей на условиях сервисного обслуживания.

При ремонте анализаторов следует принимать меры безопасности в соответствии с 3.7 настоящего руководства.

После ремонта обязательна поверка анализаторов в соответствии с 3.6 настоящего руководства.

4.2 Возможные неисправности и способы их устранения

Перечень некоторых наиболее часто встречающихся или возможных неисправностей анализаторов, их признаки и способы устранения приведен в таблице 4.

Таблица 4

Неисправность	Причина и способ ее устранения
1	2
При работе программы появляется сообщение об отсутствии связи с прибором	Отсутствие связи ИП с ПК. Необходимо проверить: - надежность крепления кабеля интерфейса, его целостность и правильность присоединения к компьютеру. - не запущены ли на данном компьютере другие приложения, использующие обращение к СОМ-порту, используемому прибором. - настройки программы на работу с фактически используемым СОМ-портом, вызвав опцию: Прибор/СОМ порт. Если после изменения настройки в строке состояния не появится информация о связи с компьютером, необходимо закрыть программу, выключить прибор, через 5 - 10 сек включить повторно и перезапустить программу.
В процессе измерения возникает сбой, выражающийся в «подвисании» работы прибора или заведомо ошибочных результатов	Нарушена синхронизации приема и передачи данных от прибора к компьютеру. Необходимо перезагрузить прибор (кратковременным отключением питания) и управляющую программу и проверить корректность подключения к СОМ-порту (см. предыдущий пункт)

Окончание таблицы 4

1	2
При включенной поляризации отсутствует ток и регистрируется высокий потенциал или выводится сообщение о перегрузке по напряжению	Возможен разрыв в цепи рабочего или вспомогательного электродов. Необходимо выключить поляризацию, проверить состояние электродов, контактов и проводов, повторно включить ячейку.
При включении поляризации регистрируется какое-либо значение тока, однако потенциал в потенциостатическом режиме не достигает заданной величины	Возможно перепутаны электроды при подключении ячейки, что нарушает условие потенциостатирования. Также следует убедиться, что выходное напряжение и ток лежат в границах возможностей прибора.
Наблюдается большая погрешность между заданными и отрабатываемыми величинами параметров поляризации	Возможна неисправность прибора. Необходимо присоединить электроды к встроенному эквиваленту и проверить исправность прибора. При необходимости провести градуировку прибора.
Вольтамперограмма значительно искажена либо представляет собой прямую линию в районе нулевых значений тока	Измерительный электрод неплотно накручен на вал вращения либо загрязнена поверхность вала в месте подсоединения электрода. Необходимо снять электрод, протереть вал спиртом и плотно прикрутить электрод к валу. Также возможно ухудшение контакта в цепи измерительного электрода. Для исправления необходимо снять фторопластовый колпачок на блоке вращения измерительного электрода, осмотреть контактные щетки. Если они сильно изношены, заменить щетки. Также может быть неисправен измерительный электрод и он требует замены.
График вольтамперограммы проходит в пределах очень высоких токов. Пики либо отсутствуют, либо слишком малы, независимо от концентрации добавок.	Увеличилось сопротивление измерительного электрода и требуется перешлифовка электрода пастой Cr_2O_3 или замена электрода.

5 ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

5.1 Транспортирование анализаторов производится в упаковочной таре в закрытом транспорте любого вида в условиях, не превышающих предельных заданных значений:

- температура окружающего воздуха от минус 25 °С до плюс 55 °С;
 - относительная влажность окружающего воздуха до 95 % при 25 °С;
 - атмосферное давление, кПа (мм рт.) 84 -106 (630-800);
 - транспортная тряска:
- | | |
|----------------------------------|-----------|
| число ударов в минуту | 80 - 120; |
| максимальное ускорение, м/с | 30; |
| продолжительность воздействия, ч | 1. |

5.2 Хранение анализаторов до введения в эксплуатацию производится на складах в упаковке предприятия-изготовителя при температуре окружающего воздуха от 5 °С до 40 °С и относительной влажности до 90 % при температуре 25 °С.

Хранение анализаторов без упаковки производится при температуре окружающего воздуха от 10 °С до 35 °С и относительной влажности до 80 % при температуре 25 °С.

В помещении для хранения не должно быть пыли, паров кислот и щелочей, агрессивных газов и других вредных примесей, вызывающих коррозию.

6 СВИДЕТЕЛЬСТВО О ПРИЕМКЕ

Анализатор электрохимический лабораторный ЭКОТЕСТ-АВЛ____,
Заводской номер _____ соответствует техническим условиям
ТУ 4215-014-41541647-2009.

Дата выпуска _____ 20 ____ г.

Представитель ОТК _____
 (подпись)

М.П.

7 СВЕДЕНИЯ О ПЕРВИЧНОЙ ПОВЕРКЕ

Анализатор электрохимический лабораторный ЭКОТЕСТ-АВЛ____,
Заводской номер _____ по результатам первичной поверки признан годным
для эксплуатации.

Дата первичной поверки _____
 (число, месяц, год)

Поверитель _____
 (подпись) (поверительное клеймо)

8 ГАРАНТИЙНЫЕ ОБЯЗАТЕЛЬСТВА

8.1 Гарантийный срок эксплуатации устанавливается 24 месяца со дня ввода анализатора в эксплуатацию или по истечению гарантийного срока хранения.

8.2 Гарантийный срок хранения - 6 месяцев со дня приемки представителем ОТК.

8.3 Срок службы анализатора - 8 лет.

8.4 Безвозмездный ремонт или замена анализатора в течение гарантийного срока эксплуатации производится предприятием-изготовителем при условии потребителем правил и условий эксплуатации, транспортирования, хранения и сохранности пломбы.

8.5 В случае устранения неисправности в изделии (по рекламации) гарантийный срок эксплуатации продлевается на время, в течение которого анализатор не использовался из-за обнаружения неисправностей.

8.6 Продолжительность установленных гарантийных сроков не распространяется на блок питания, персональный компьютер, стандартные электроды. Претензии на указанные изделия предъявляются к их предприятиям-изготовителям.

9 СВЕДЕНИЯ О РЕКЛАМАЦИЯХ

При неисправности анализатора в период гарантийного срока потребителем должен быть составлен акт с указанием признаков неисправностей анализатора.

Акт с указанием точного адреса и N телефона потребителя высылается предприятию-изготовителю по адресу:

119071, Россия, г. Москва, Ленинский пр., д. 31, корп. 4, ИФХЭ РАН, НПП ЭКОНИКС

Тел.: (495) 730-5126; 958-2830, 952-6584; Факс (495) 958-2830.

Все предъявленные рекламации и их краткое содержание регистрируются.

Приложение А

Методика приготовления растворов**А.1 Приготовление насыщенного раствора хлористого калия**

В 500 см³ бидистиллированной воды растворяют при нагревании до закипания 175 г хлорида калия. Раствор фильтруют, охлаждают до комнатной температуры и хранят в контакте с небольшим количеством кристаллов соли.

А.2 Приготовление раствора кислоты соляной концентрацией 1 моль/дм³

82,6 см³ концентрированной соляной кислоты вносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят до метки бидистиллированной водой и перемешивают.

А.3 Приготовление раствора ртути азотнокислой концентрацией 0,01 моль/дм³

Навеску 0,343 г моногидрата нитрата ртути $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ помещают в колбу вместимостью 100 см³, растворяют в нескольких каплях соляной кислоты, доводят до метки бидистиллированной водой и перемешивают.

А.4 Приготовление концентрированного фонового раствора

В мерную колбу вместимостью 200 см³ помещают 100 см³ насыщенного раствора хлорида калия, 10 см³ раствора соляной кислоты концентрацией 1 моль/дм³ и 80 см³ бидистиллированной воды. После перемешивания добавляют 5 см³ раствора азотнокислой ртути, доводят раствор до метки бидистиллированной водой и снова тщательно перемешивают.

А.5 Приготовление разбавленного фонового раствора

200 см³ концентрированного фонового раствора помещают в колбу вместимостью 1000 см³ и доводят до метки бидистиллированной водой.