

Концентратомер ЭКРОС-5700

Паспорт

Руководство по эксплуатации

БКРЕ.414213.019РЭ

Версия 1.3 от 01.03.2024

Номер по каталогу:
1.10.25.10.0000



Санкт-Петербург
2024

Содержание

1. ОБЩИЕ СВЕДЕНИЯ	1
2. НАЗНАЧЕНИЕ	1
3. ОСНОВНЫЕ СВЕДЕНИЯ И ТЕХНИЧЕСКИЕ ДАННЫЕ	1
3.1 Сведения о производителе	1
3.2 Сведения об утверждении типа.....	1
3.3 Технические характеристики	2
4. УСЛОВИЯ ЭКСПЛУАТАЦИИ.....	3
5. КОМПЛЕКТ ПОСТАВКИ.....	3
6. УСТРОЙСТВО И ПРИНЦИП РАБОТЫ	3
6.1 Принципы измерений.....	3
6.2 Конструктивное исполнение	4
7. МЕРЫ БЕЗОПАСНОСТИ ПРИ РАБОТЕ С КОНЦЕНТРАТОМЕРОМ.....	6
7.1 Меры индивидуальной защиты	6
7.2 Меры эксплуатационной безопасности.....	6
8. ВВОД В ЭКСПЛУАТАЦИЮ И ВКЛЮЧЕНИЕ КОНЦЕНТРАТОМЕРА	7
8.1 Подготовка к эксплуатации.....	7
8.2 Панель управления.....	7
8.3 Включение прибора.....	7
9. ПОДГОТОВКА К РАБОТЕ, ГРАДУИРОВКА И ПРОВЕДЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ	8
9.1 Подготовка к работе	8
9.2 Первое включение, калибровка 0 - 100, контроль чистоты кюветы	9
9.3 Пробоподготовка.....	10
9.4 Контроль растворителя	15
9.5 Выполнение измерений.....	15
9.6 Архив измерений.....	16
9.7 Линеаризация	16
9.8 Настройки.....	17
10. СВЕДЕНИЯ ОБ УТИЛИЗАЦИИ	17
11. ПРАВИЛА ХРАНЕНИЯ И ТРАНСПОРТИРОВАНИЯ	17
12. ГАРАНТИЙНЫЕ ОБЯЗАТЕЛЬСТВА	18
13. СВЕДЕНИЯ О РЕКЛАМАЦИЯХ.....	18
14. СВИДЕТЕЛЬСТВО О ПРИЕМКЕ.....	18
15. СВЕДЕНИЯ О ПРОИЗВЕДЁННЫХ РЕМОНТАХ	19

1. Общие сведения

Настоящий паспорт, объединённый с руководством по эксплуатации, предназначен для ознакомления с конструкцией и правилами эксплуатации концентратомера ЭКРОС-5700 (далее по тексту – концентратомер). В связи с продолжением работ по совершенствованию устройств, в конструкцию могут вноситься незначительные изменения, не ухудшающие технические характеристики концентратомера.

2. Назначение

Концентратомер ЭКРОС-5700 предназначен для измерения содержания суммарных углеводородов, жиров и НПАВ в питьевых и сточных водах в лабораториях промышленных предприятий, научно-исследовательских учреждений, органов контроля, учебных заведений и т. д.

В концентратомере реализованы следующие функции:

- измерение содержания нефтепродуктов, жиров, НПАВ в различных средах;
- контроль чистоты используемых растворителей;
- проверка точности градуировки;
- графический цифровой дисплей с выводом результатов измерений;
- сохранение результатов измерений;

3. Основные сведения и технические данные

3.1 Сведения о производителе

Концентратомер ЭКРОС-5700 изготовлен ООО «ЭКРОСХИМ»

Юридический адрес: 196006, Санкт-Петербург, ул. Коли Томчака, д. 25 Литера Ж

Почтовый адрес: 199178, Санкт-Петербург, 18-я линия В.О., д. 29, корп. А, оф. А603

Телефон/Факс: (812) 322-9600, 449-3122, 449-3123

E-mail: info@ecohim.ru

URL: <https://ecohim.ru/>

3.2 Сведения об утверждении типа

Концентратомер ЭКРОС-5700 зарегистрирован в Государственном реестре средств измерений под № 77795-20.



3.3 Технические характеристики

Таблица 1

Наименование параметра	Значение параметра
Диапазон показаний массовой концентрации нефтепродуктов, жиров, НПАВ в экстрактах, мг/дм ³	от 0 до 150
Диапазон измерений массовой концентрации нефтепродуктов в экстрактах, мг/дм ³	от 0 до 100
Диапазон измерений массовой концентрации жиров в экстрактах, мг/дм ³	от 0 до 100
Диапазон измерений массовой концентрации НПАВ в экстрактах, мг/дм ³	от 0 до 100
Пределы основной абсолютной погрешности концентратометра при измерении массовой концентрации: - нефтепродуктов - жиров - НПАВ	$\pm (0,5 + 0,04 \cdot K) \text{ мг/дм}^3$ $\pm (0,5 + 0,04 \cdot K) \text{ мг/дм}^3$ $\pm (1,0 + 0,04 \cdot K) \text{ мг/дм}^3$ где K – значение массовой концентрации вещества в экстрагенте
Используемый экстрагент	CCl ₄ , C ₂ Cl ₄
Полезный объем стандартной измерительной кюветы, мл	4,25
Вывод данных	Графический дисплей
Напряжение питания, В	От 207 до 253
Частота питающего напряжения, Гц	50±1
Потребляемая электрическая мощность, Вт, не более	10
Габаритные размеры: • высота, мм, не более • длина, мм, не более • ширина, мм, не более	70 220 180
Масса концентратометра, кг, не более	2,3
Срок службы, лет	5
Время средней наработки на отказ, ч	10000

4. Условия эксплуатации

Прибор предназначен для эксплуатаций в лабораторных условиях. Он должен устанавливаться на прочном горизонтальном основании в месте, исключающем воздействие вибрации, прямых солнечных лучей, сильных электрических или магнитных полей, резких перепадов температуры.

Основные эксплуатационные параметры:

- температура окружающего воздуха, °С от 10 до 35
- относительная влажность воздуха при 25 °С, % до 80
- атмосферное давление, кПа от 84 до 107
- напряжение питания, В от 207 до 253
- частота питающего напряжения, Гц 50±1

5. Комплект поставки

- Концентратомер ЭКРОС-5700 (основной блок) 1 шт.
- Измерительная кювета 1 шт.
- Сетевой кабель 1 шт.
- Штатив для хроматографических колонок 1 шт.
- Хроматографические колонки 6 шт.
- Стандартный образец состава раствора нефтепродуктов (углеводородов) в четыреххлористом углероде ГСО 7248-96 1 шт.
- Комплект ЗИП 1 шт.
- Паспорт и Руководство по эксплуатации 1 шт.
- МП-242-2329-2019 Методика поверки 1 шт.

6. Устройство и принцип работы

6.1 Принципы измерений

Концентратомер ЭКРОС-5700 является оптическим фотометром, работающим на фиксированной длине волны $\lambda_{изм} = 3,42 \text{ мкм}$ (2924 см^{-1}). Принцип измерения концентрации нефтепродуктов основан на абсорбции инфракрасного излучения молекулами углеводородов нефти, жиров и НПАВ на указанной длине волны. Пробоподготовка включает в себя экстракцию анализируемого вещества из исследуемых образцов органическими растворителями. Далее элюатом заполняется измерительная кювета и производится измерение оптической плотности. Вывод о концентрации нефтепродуктов в элюате делается на основании вычисления отношения интенсивности световых потоков без измерительной кюветы и после измерения элюата.

Функциональная схема концентратомера приведена на рисунке ниже (Рисунок 1).

Концентратомер работает следующим образом. Генератор тока (1), управляемый микроконтроллером (5) задает импульсный режим работы излучающего светодиода. Инфракрасное излучение проходит через кювету (2) и попадает на фотоприемник (3), на котором смонтирован фильтр на рабочую длину волн. На фотоприемнике формируются импульсы напряжения пропорциональные величине световых потоков. Импульсы напряжения усиливаются усилителем. Усиленные сигналы поступают на аналого-цифровой преобразователь (4), где преобразуются в цифровой код. Затем оцифрованные сигналы поступают на микроконтроллер, который вычисляет значение концентрации нефтепродуктов в исследуемой пробе. Величина концентрации отображается на дисплее, команды пользователя поступают в микроконтроллер со встроенной клавиатуры (6).

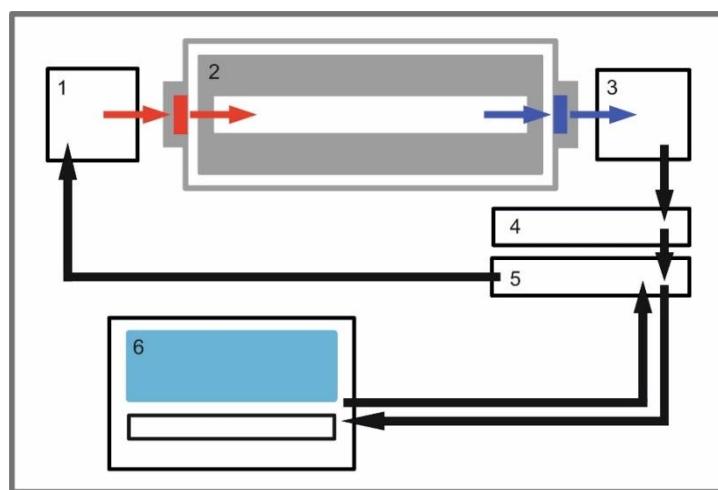


Рисунок 1

6.2 Конструктивное исполнение

Концентратомер ЭКРОС-5700 (Рисунок 2) представляет собой стационарный настольный лабораторный прибор, состоящий из оптического и электронного узлов, установленных в едином корпусе, и кюветы, размещаемой в предназначенном для этого кюветном отделении в верхней части корпуса. Кюветное отделение закрывается двумя фторопластовыми крышками.



Рисунок 2

На наклонной передней панели концентратомера находится графический экран и панель управления, обеспечивающие функции ввода и вывода необходимой информации. На задней панели прибора (Рисунок 3) расположены: гнездо для подключения сетевого кабеля, выключатель, разъём USB-B, разъём DB-9, ручка кюветы.

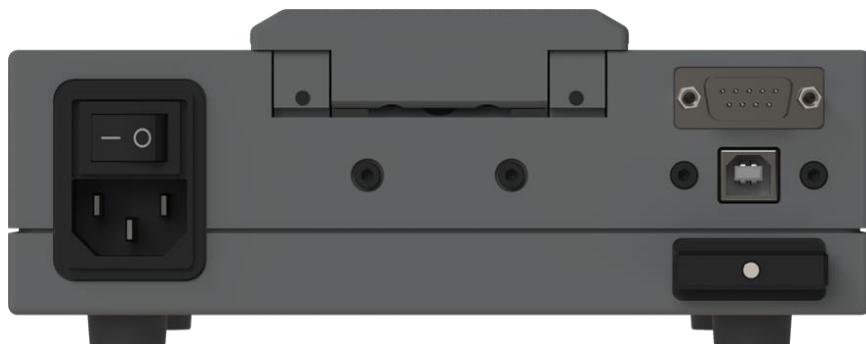


Рисунок 3

Ручка кюветы хранится в задней панели прибора, и вынимается перед началом работы (Рисунок 4).



Рисунок 4

Результаты измерений выводятся на экран концентратомера в виде значения массовой концентрации. В кюветном отделении смонтирована оптическая система прибора, имеющая в своём составе:

- излучающий блок - инфракрасный светодиод с рефлектором, формирующим параллельный пучок света.
- приемный блок - фотоприемник с интерференционным фильтром.

Устанавливаемая в кюветное отделение кювета представляет параллелепипед из алюминия с окнами из стекла CaF_2 на боковых торцах. Объем кюветы 4,25 мл, толщина поглощающего слоя 37,6 мм. В верхней части кюветы находятся отводы для заполнения кюветы анализируемым раствором. В верхнюю часть кюветы ввинчивается убираемая ручка. При наличии значительных загрязнений допускается очистка поверхностей мягкой тканью или ватным тампоном, смоченным чистым растворителем.

ВНИМАНИЕ! НЕ ДОПУСКАЕТСЯ ОЧИСТКА КЮВЕТЫ И ОПТИЧЕСКИХ ЭЛЕМЕНТОВ ПРИБОРА ВОДОЙ! Сборка/разборка кюветы для проведения периодической чистки выполняется по схеме (Рисунок 5).

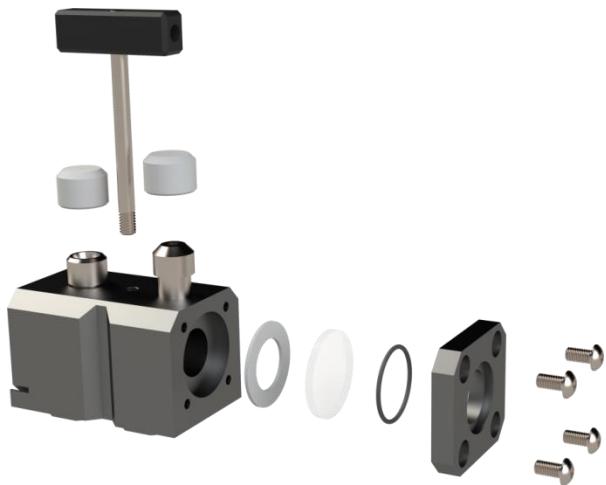


Рисунок 5

7. Меры безопасности при работе с концентратомером

7.1 Меры индивидуальной защиты

- Во избежание поражения электрическим током используйте для подключения концентратомера только электрическую розетку, имеющую заземляющий контакт. При отсутствии заземления техническая неисправность может стать причиной летального исхода.
- При работе в химической лаборатории необходимо соблюдать рекомендации производителя и требования техники безопасности по ГОСТ 12.1.007-76 «Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности».
- **ВНИМАНИЕ!** Работа с концентратомером должна производиться в помещении, оборудованном вытяжной вентиляцией. Подготовка экстрагента, приготовление растворов и заполнение кюветы должны осуществляться ТОЛЬКО В ВЫТЯЖНОМ ШКАФУ. Пары органических растворителей токсичны!
- При попадании растворителя на кожу немедленно смойте его большим количеством воды.
- При попадании на слизистую оболочку глаза интенсивно промойте глаз большим количеством воды и обратитесь к врачу.

7.2 Меры эксплуатационной безопасности

- По способу защиты человека от поражения электрическим током концентратомер соответствует классу I ГОСТ 12.2.007.0. При работе с прибором должны соблюдаться «Правила технической эксплуатации электроустановок потребителей» и «Правила техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителей», утвержденные Госэнергонадзором, и требования ГОСТ 12.2.007.0.
- К работе с концентратомером должны допускаться лица, имеющие необходимую квалификацию, обученные правилам техники безопасности и изучившие данный документ.
- Присоединение концентратомера к контуру заземления осуществляется с помощью двухполюсной розетки и вилки с заземляющим контактом. Категорически запрещается работать с незаземлённым устройством.

- Перед включением концентратомера в сеть убедитесь в отсутствии механических повреждений шнура электропитания.
- Немедленно удаляйте капли жидкости, попадающие на поверхность прибора, корпус прибора не является водонепроницаемым.
- Не допускается работа с концентратомером во взрывоопасных зонах. Корпус концентратомера негерметичен, и проникающие внутрь газы могут воспламениться от электрической искры или в результате коррозийных процессов.
- Обслуживание концентратомера должно производиться только сервисной службой, авторизованной производителем.

8. Ввод в эксплуатацию и включение концентратомера

8.1 Подготовка к эксплуатации

- Перед вводом прибора в эксплуатацию проверяют его упаковку, комплектность, маркировку путем внешнего осмотра и сличения концентратомера с сопроводительными документами.
- Рабочее место должно иметь достаточные размеры для размещения посуды с экстрагентом, растворами на основе ГСО и другого оборудования, необходимого для проведения измерений.
- Концентратомер должен устанавливаться на горизонтальной поверхности в положении, обеспечивающим подключение концентратомера к сети, свободный доступ к выключателю «СЕТЬ» и клавиатуре.

8.2 Панель управления

На панели управления концентратомера расположены следующие кнопки:

- «Меню» – используется для входа в меню выбора режима измерения.
- «Измерение» – начинает анализ концентрации исследуемого вещества в залитой в кювету пробе.
- «Ввод» и «Отмена» – вход и выход в пункты меню, выбор режимов меню.
- «↑↓» - перемещение между пунктами.

8.3 Включение прибора

- После транспортировки при температуре ниже +10 °C концентратомер необходимо выдержать при комнатной температуре не менее 5 часов. В случае температуры транспортировки более +10 °C рекомендуется выдержать прибор при комнатной температуре не менее 1 часа.
- Перед включением концентратомера убедитесь в целостности сетевого кабеля и в его правильном подключении к прибору.
- Включите питание концентратомера выключателем «СЕТЬ». Начнётся процесс подготовки к работе (Рисунок 6).



Рисунок 6

- После включения проходит проверка целостности программного обеспечения. В случае отрицательного результата прохождения проверки на экране появляется сообщение «Некорректная версия программного обеспечения».
- После прохождения подготовки на дисплее появится главное меню (Рисунок 7), из которого осуществляется выбор режима измерения, градуировок и настройка основных параметров.

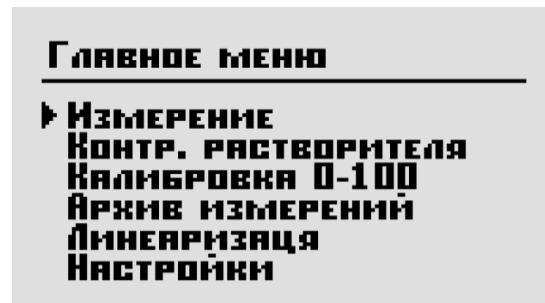


Рисунок 7

9. Подготовка к работе, градуировка и проведение измерений

9.1 Подготовка к работе

Концентратомер ЭКРОС-5700 предназначен для определения массовой концентрации нефтепродуктов, жиров и НПАВ в воде. Для каждого из типов определяемых веществ в памяти прибора хранится отдельная градуировка. В стандартном исполнении концентратомер отградуирован для определения нефтепродуктов в воде. Дополнительно, концентратомер может быть отградуирован для определения жиров и НПАВ, о чем в руководстве по эксплуатации имеется особая отметка в Таблице 2, пункт 14 «Свидетельство о приемке». Выбор градуировки, соответствующей определяемому веществу, производится в меню «Режим», в которое можно перейти из любого пункта меню кроме «Настройки» по нажатию кнопки «МЕНЮ» на клавиатуре (Рисунок 8).



Рисунок 8

9.2 Первое включение, калибровка 0 - 100, контроль чистоты кюветы

В начале работы на приборе, прежде всего, нужно провести калибровку 0-100 по заранее подготовленным контрольным растворам (Рисунок 9).

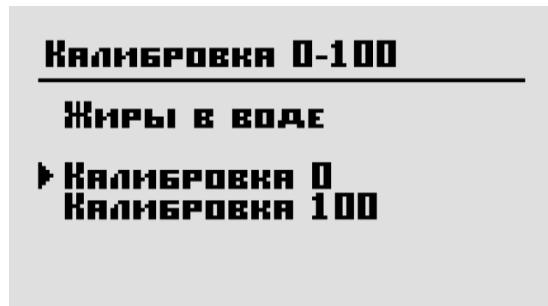


Рисунок 9

Внесение 0 и контроль чистоты кюветы:

- 1) В «Главном меню» выбрать пункт «Калибровка 0-100».
- 2) Дважды промыть кювету контрольным раствором и залить в неё контрольный раствор, закрыть входное и выходное отверстия крышками.
- 3) Выбрать пункт «Калибровка 0», нажать клавишу «ИЗМЕР» и следовать указаниям прибора.
- 4) Выйти в «Главное меню», нажав клавишу «ОТМЕНА», выбрать пункт «Измерение».
- 5) Заново залить контрольный раствор в кювету, закрыть входное и выходное отверстия крышками.
- 6) Нажать клавишу «ИЗМЕР», следовать указаниям прибора.
- 7) Если показания концентрации последнего залитого в кювету контрольного раствора меньше, чем внесённого в калибровку в пункте 3, повторять пункты 5 и 6, пока показания двух последовательно залитых в кювету контрольных растворов не будут различаться менее чем на 0,5 мг/л, после чего выполнить внесение в калибровку ноля (пункты 1 и 3).

Внесение 100:

- 1) В «Главном меню» выбрать пункт «Калибровка 0-100».
- 2) Дважды промыть кювету контрольным раствором концентрации 100 мг/л и залить в неё этот же контрольный раствор, закрыть входное и выходное отверстия крышками.
- 3) Выбрать пункт «Калибровка 100», нажать кнопку «ИЗМЕР» и следовать указаниям прибора.
- 4) Выйти в «Главном меню», нажав клавишу «ОТМЕНА», выбрать пункт «Измерение».
- 5) Заново залить контрольный раствор концентрации 100 мг/л в кювету, закрыть входное и выходное отверстия крышками.
- 6) Нажать клавишу «ИЗМЕР», следовать указаниям прибора.
- 7) Если показания концентрации контрольного раствора отличаются от внесённого в калибровку в пункте 3 больше чем на 4,5 мг/л, повторять пункты 5 и 6, пока пока-

зания концентрации двух последовательно залитых в кювету контрольных растворов не будут отличаться менее чем на 4,5 мг/л. После чего выполнить внесение в калибровку 100 (пункты 1 и 3).

Повторную калибровку 0-100 необходимо производить раз в день при начале работы или при смене бутылки экстрагента.

9.3 Подготовка к проведению измерений

9.3.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование, материалы и реактивы

Концентратомер ЭКРОС-5700, с комплектацией, указанной в п. 5.

Весы лабораторные общего назначения, наибольший предел взвешивания – 200 г, 2-ого класса точности.

Гири 200 г, класс точности F₂ по ГОСТ 7328.

Колбы мерные 2-го класса точности по ГОСТ 1770 с притертой пробкой.

Цилиндры мерные 2-го класса точности по ГОСТ 1770.

Пипетки с одной отметкой 2-го класса точности по ГОСТ 29169.

Пипетки градуированные 2-го класса точности по ГОСТ 29227.

Воронки делительные по ГОСТ 25336, вместимостью 1-2 дм³. Шлифованные поверхности крана и пробки не должны иметь смазки. Кран и пробка могут быть фторопластовыми.

Колбы плоскодонные по ГОСТ 25336, типа П-1.

Экстрактор любого типа с частотой вращения не менее 1500 мин⁻¹.

Емкости стеклянные с пришлифованными или фторопластовыми пробками или завинчивающимися крышками с прокладками из металлической фольги или фторопласта для отбора и хранения проб.

Установка для перегонки экстрагента, состоящая из круглодонной колбы типа К-1 по ГОСТ 25336, дефлегматора по ГОСТ 25336, холодильника типа ХТП или ХШ по ГОСТ 25336, аллонжа АИ по ГОСТ 25336, приемной колбы типа К-1 или П-1 по ГОСТ 25336. Элементы установки соединяются нормальными шлифами.

Воронка лабораторная по ГОСТ 25336.

Стаканы термостойкие по ГОСТ 25336, исполнения В-1.

Чашки фарфоровые по ГОСТ 9147 или чашки кварцевые по ГОСТ 19908.

Эксикаторы по ГОСТ 25336.

Колбы конические типа Кн-1 по ГОСТ 25336 с пришлифованной пробкой.

Стаканчики для взвешивания (бюксы) по ГОСТ 25336.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Сорбент: оксид алюминия для хроматографии, 0,10-0,25 мм.

Натрий сернокислый безводный по ГОСТ 4166, х. ч. или ч. д. а.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233, х. ч. или ч. д. а.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 или серная кислота по ГОСТ 4204, х. ч.

Уголь активированный.

Стекловата или вата хлопковая по ГОСТ 5556.

Устройство для нагревания колб или плитка электрическая с закрытой спиралью по ГОСТ 14919.

Бумага индикаторная универсальная.

Холодильник бытовой любой марки.

Муфельная печь для прокаливания при температуре 500 °C-600 °C.

Сушильный шкаф, обеспечивающий рабочую температуру до 200 °C.

9.3.2 Пробоподготовка

Пробоподготовка и экстракция органическим растворителем для каждого из анализируемых веществ проводится в соответствии со следующими методиками выполнения измерений:

- Нефтепродукты в сточных, питьевых водах: ГОСТ Р 51797-2001.
- Жиры в сточных, питьевых водах: ПНД Ф 14.1:2.189-02 (ФР.1.31.2017.26184).
- НПАВ в сточных, питьевых водах ПНД Ф 14.1:2:4.256-09 (ФР.1.31.2017.26185).

Для отбора, хранения и транспортирования проб используют только стеклянные бутыли. Перед использованием бутыли промыть моющими средствами, затем водопроводной водой, ополоснуть дистиллированной водой и высушить. Использованные бутыли необходимо подвергать указанной обработке после каждого анализа.

Запрещается смазывать шлифы и краны делительной воронки органическими смазками всех видов

9.3.3 Отбор проб

Объем проб, отбираемый для определения концентрации нефтепродуктов, указан в таблице 1.

Таблица 1

Предположительная концентрация нефтепродуктов, мг/дм ³	Объем отбираемой пробы, дм ³
0,05 – 0,5	2
0,5 – 2,0	1
Свыше 2,0	0,5

Определение нефтепродуктов в пробах проводят в течение 4 ч с момента отбора пробы. Пробы, подкисленные раствором соляной или серной кислоты до pH не менее 2, хранят при температуре не более 6 °C в течение 24 ч. При невозможности проведения анализа в указанный срок или при высоком содержании в пробе нефтепродуктов (явный запах нефтепродуктов, появление пленки после отстаивания пробы в течение нескольких часов) подкисленную пробу консервируют. Для этого на каждые 0,5 дм³ пробы добавляют экстрагент, применяемого при анализе, объемом от 20 до 30 дм³, и интенсивно перемешивают. Законсервированные пробы хранят в герметичной стеклянной емкости при температуре не более 6 °C в течение одного месяца. Объем добавленного экстрагента учитывают при дальнейшем анализе пробы.

9.3.4 Приготовление вспомогательных растворов

Раствор соляной или серной кислоты, разбавленной 1:1, готовят:

определенный объем концентрированной соляной или серной кислоты осторожно, порциями, при сильном перемешивании добавляют к такому же объему дистиллированной воды. Срок хранения не ограничен.

Безводный сернокислый натрий, готовят:

сернокислый натрий выдерживают в сушильном шкафу при 120 °C—150 °C в течение 5—6 ч, охлаждают и хранят в герметичном сосуде.

9.3.5 Приготовление градуировочных растворов

Раствор нефтепродуктов в экстрагенте концентрации 500 мг/дм³, готовят:

1,0 см³ ГСО состава раствора нефтепродуктов в четыреххлористом углероде концентрации 50 мг/см³ переносят в сухую мерную колбу вместимостью 100 см³ и разбавляют до метки экстрагентом, применяемым при экстракции нефтепродуктов из проб. Срок хранения раствора — 6 мес. при 4 °C—6 °C.

Растворы нефтепродуктов в экстрагенте концентрации 5, 10, 25, 50 и 100 мг/дм³, готовят: в пять мерных колб вместимостью 100 см³ помещают 1,0; 2,0; 5,0; 10,0 и 20,0 см³ раствора нефтепродуктов массовой концентрации 500 мг/дм³ и разбавляют до метки экстрагентом, применяемым для анализа.

Срок хранения растворов — 2 мес. при 4 °C-6 °C. Растворы готовят заново в случае смены партии экстрагента.

9.3.6 Подготовка кювет

Кювету не менее трех раз ополаскивают экстрагентом, заполняют им и помещают в измерительный канал прибора. Регистрируют интенсивность спектра поглощения экстрагента в области 2750-3150 см⁻¹. После этого кювету вновь заполняют порцией экстрагента и регистрируют интенсивность спектра поглощения. Если наблюдается уменьшение интенсивности спектра поглощения по сравнению с первым измерением, операцию промывания кюветы повторяют до получения одинаковых показаний прибора при двух последовательных измерениях. После этого кювету плотно закрывают крышкой и используют в качестве кюветы для канала сравнения.

Кювету, помещаемую в канал образца, ополаскивают. Для контроля чистоты кюветы регистрируют оптическую плотность в диапазоне 2750—3150 см⁻¹ экстрагента, находящегося в этой кювете, относительно подготовленной кюветы канала сравнения. Максимальное значение оптической плотности экстрагента в этом диапазоне не должно превышать 0,02. Если наблюдается превышение указанного значения, то процедуру промывания кюветы канала образца повторяют. Если измеренное значение будет отрицательным, т. е. пропускание в канале образца выше, чем в канале сравнения, то необходимо заново промыть и заполнить кювету канала сравнения, после чего повторить процедуру промывания кюветы канала образца. Экстрагент наливают непосредственно из емкости в кювету, минуя промежуточные сосуды и воронки.

9.3.7 Подготовка экстрагента

Экстрагент не должен содержать примеси, адсорбирующиеся на оксидах алюминия.

Уменьшение значения оптической плотности экстрагента после пропускания через хроматографическую колонку с сорбентом по сравнению с экстрагентом, не подвергшимся обработке, должно быть не более 0,02. Максимальное значение оптической плотности экстрагента должно быть от 2750 до 3150 см^{-1} , измеренное относительно незаполненной кюветы канала сравнения, не должно превышать 0,05.

Экстрагент, не удовлетворяющий указанным требованиям, подлежит обязательной очистке. Для этого экстрагент встрихивают в течение 5 мин с оксидом алюминия из расчета 20 г оксида алюминия на 2 дм^3 экстрагента, после полной седиментации оксида алюминия жидкость декантируют и перегоняют при нормальном давлении, собирая фракцию, кипящую при температуре $46\text{ }^{\circ}\text{C} - 47\text{ }^{\circ}\text{C}$ (1,1,2-трихлор-1,2,2-трифторметан) или при $76\text{ }^{\circ}\text{C} - 77\text{ }^{\circ}\text{C}$ (четыреххлористый углерод). При перегонке добавляют активированный уголь из расчета 10—15 г на 1 дм^3 экстрагента. Первые и последние 10 % отгона отбрасывают.

9.3.8 Подготовка сорбента

Оксид алюминия промывают экстрагентом, применяемым при экстракции, высушивают в вытяжном шкафу, прокаливают в фарфоровой или кварцевой чашке в муфельной печи при температуре $500\text{ }^{\circ}\text{C}$ - $600\text{ }^{\circ}\text{C}$ в течение 4 ч и охлаждают в печи до $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ - $200\text{ }^{\circ}\text{C}$, после чего помещают в эксикатор и охлаждают до комнатной температуры.

Перед использованием взвешивают необходимое количество сухого оксида алюминия в герметичном сосуде и добавляют 3 % (по массе) дистиллированной воды, плотно закрывают, встрихивают несколько минут и используют не ранее чем через 24 ч. Если при прокаливании оксид алюминия приобретает желтую окраску, то берут новую порцию оксида, дважды отмывают и затем прокаливают, как описано выше. Срок хранения в герметичной таре — 1 мес.

9.3.9 Подготовка хроматографической колонки

В нижнюю (оттянутую) часть колонки помещают немного стекловаты (ваты), предварительно промытой экстрагентом и подсушенной.

6 г оксида алюминия насыпают в подготовленный стаканчик. Допускается отмерять $6,5\text{ см}^3$ оксида алюминия мерным цилиндром или пробиркой вместимостью 10 см^3 . В стаканчик наливают несколько кубических сантиметров экстрагента, взбалтывают и образовавшуюся суспензию переносят в колонку. Стаканчик ополаскивают 1-2 раза небольшим количеством экстрагента и его также переносят в колонку. Первую порцию прошедшего через колонку экстрагента (около 5 см^3) отбрасывают.

После этого элюат собирают в чистый стаканчик или непосредственно в измерительную кювету. Если для заполнения кюветы требуется больший объем элюата, увеличивают объем экстрагента, пропускаемого через колонку. Регистрируют оптическую плотность элюата в диапазоне по 5.3.1 относительно экстрагента, не пропущенного через колонку. Максимальная оптическая плотность не должна превышать 0,02. При превышении указанного значения колонку промывают новыми порциями экстрагента. Если на промывание колонки уходит более 20 см^3 экстрагента, рекомендуется заново отмыть стекловату (вату) и подготовить оксид алюминия, а затем заполнять колонку.

9.3.10 Экстракция

Проба должна быть иметь $\text{pH} < 2$. Если пробу не консервировали при отборе, ее подкисляют раствором соляной или серной кислоты в соответствии с п. 9.3.3. Пробу переносят в делительную воронку или емкость аппарата для экстракции, добавляют в расчете на 1 dm^3 пробы 40 г хлорида натрия. Промывают сосуд, в котором находилась проба, 30—40 cm^3 экстрагента, который также переносят в делительную воронку или емкость аппарата для экстракции. Делительную воронку интенсивно встряхивают 3-5 мин, периодически открывая пробку для выпускания паров. По окончании экстракции пробу отстаивают для расслоения водной и органической фаз (в течение 10 мин). После того как смесь расслоится, экстракт переносят в коническую колбу с притертой пробкой, в которую добавлен безводный сернокислый натрий, подготовленный по 9.3.4, из расчета 2 г сернокислого натрия на 10 cm^3 экстракта. Время обезвоживания экстракта составляет 10-20 мин. Экстракт декантируют или фильтруют через стекловату (вату) в другую колбу, промывают осушитель небольшим объемом экстрагента, который присоединяют к экстракту. При применении аппарата для экстракции, используя руководство по эксплуатации устройства, проводят перемешивание пробы в течение 2-3 мин. в зависимости от скорости вращения. По окончании экстракции пробу отстаивают для расслоения водной и органической фаз (в течение 10 мин). Слой экстрагента с остатками водной фазы (органический слой) переносят в делительную воронку, где проводят окончательное разделение слоев. Затем органический слой сливают в коническую колбу и обрабатывают его безводным сернокислым натрием, как описано выше. Если до экстракции не был точно известен объем анализируемой пробы воды, то оставшийся после экстракции водный слой сливают в мерный цилиндр и измеряют его объем. Примечание — Допускается для осушения экстракта пропускать его через слой безводного сернокислого натрия высотой 10 мм.

9.3.11 Удаление полярных соединений

Экстракт, полученный по 9.3.10, переносят порциями в подготовленную хроматографическую колонку, следя, чтобы уровень жидкости не опускался ниже верхнего уровня слоя сорбента. Первые 3-4 cm^3 очищенного экстракта (элюата) отбрасывают, а оставшуюся часть элюата собирают в колбу с притертой пробкой. После пропускания всего экстракта колонку промывают экстрагентом объемом 5-7 cm^3 и присоединяют его к основному элюату.

Измеряют точный объем элюата мерным цилиндром вместимостью 50 cm^3 . Полученные элюаты хранят в стеклянной посуде с тщательно притертой пробкой в темном месте при 4 °C-6 °C не более 6 мес.

После использования колонку необходимо промыть экстрагентом согласно 9.3.9. Если оптическая плотность элюата удовлетворяет требованиям, то колонка пригодна для повторного использования. Если оптическая плотность превышает требуемое значение, то колонку необходимо заполнить новой порцией оксида алюминия.

Рекомендуется использовать подготовленную колонку не более пяти раз.

9.4 Контроль растворителя

Для повышения точности измерения концентраций нефтепродуктов, жиров и НПАВ необходимо проводить компенсацию чистоты растворителя после экстракции.

Для этого вместе с экстракцией проб проводят «холостую» экстракцию чистого экстрагента – четыреххлористого углерода.

- 1) В «Главном меню» необходимо выбрать пункт «Контроль растворителя»
- 2) Дважды промыть кювету холостой пробой и залить в неё холостую пробу, закрыть входное и выходное отверстия крышками.
- 3) Нажать кнопку «ИЗМЕР» и следовать указаниям прибора.
- 4) Значение «загрязнения» растворителя в холостой пробе на экране обновится.

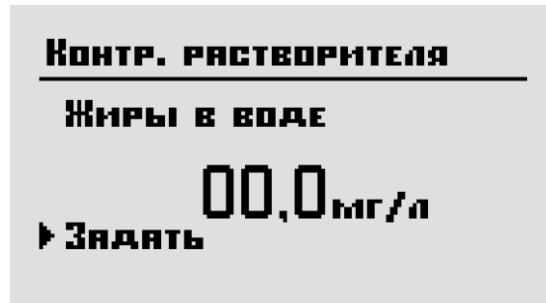


Рисунок 10

Также возможен ввод значения «загрязнения» растворителя вручную. Для этого в меню «Контроль растворителя» нажмите клавишу «ВВОД». Загорится разряд десятков значения «загрязнения». Клавишами со стрелками меняйте значения разряда, а клавишей «ВВОД» сам разряд (Рисунок 10). Таким способом можно ввести компенсацию «загрязнения» до значения 60 мг/л.

9.5 Выполнение измерений

После проведения пробоподготовки и экстракции, измерительная кювета заполняется элюатом и производится измерение оптической плотности. Далее прибор, по внесённой ранее калибровке, рассчитывает концентрацию экстрагированной пробы. Алгоритм проведения измерений аналогичен для всех анализируемых веществ и включает следующие шаги:

- 1) В «Главном меню» выбрать пункт «Измерение».
- 2) Перейти в меню выбора режима, нажав клавишу «МЕНЮ».
- 3) Выбрать тип анализируемого вещества, и подтвердить выбор, нажатием клавиши «ВВОД».
- 4) Дважды промыть кювету измеряемым элюатом и залить в неё этот же элюат, закрыть входное и выходное отверстия крышками.
- 5) Нажать кнопку «ИЗМЕР» и следовать указаниям прибора.
- 6) После того, как прибор обновит показания концентрации на дисплее (Рисунок 11), можно вынуть кювету с элюатом из кюветного отделения. Последнее измерение автоматически запишется в память и будет доступно в архиве измерений.



Рисунок 11

9.6 Архив измерений

В приборе имеется архив 100 последних измерений для каждого из режимов. При внесении калибровок, изменении значения «загрязнения» растворителя или изменения значения точек линеаризации, результаты предыдущих измерений в памяти будут пересчитаны.

Для того что бы посмотреть историю предыдущих измерений в «Главном меню» выберите пункт «Архив измерений». В самом архиве навигация осуществляется с помощью клавиш со стрелками (Рисунок 12).

Архив Страница: 1/9	
► 1 : 100,0	7 : 0,0
2 : 0,0	8 : 0,0
3 : 0,0	9 : 0,0
4 : 0,0	10 : 0,0
5 : 0,0	11 : 0,0
6 : 0,0	12 : 0,0

Рисунок 12

9.7 Линеаризация

В приборе осуществлена возможность внесения изменений пользователем в кривую зависимости концентрации от пропускания. Изначально, зависимость уже линеаризована по поверенной методике. Кривая зависимости представлена кусочно-линейной функцией с точками перелома в концентрациях 1, 2, 5, 10, 25 и 50 мг/л.

Для переопределения точек линеаризации необходимо:

- 1) Выбрать в «Главном меню» пункт «Линеаризация».
- 2) Клавишами со стрелками выбрать переопределяемую концентрацию.

Линеаризация	
► 1: 63959 (97,60%)	
2: 62517 (95,39%)	
5: 59023 (90,6%)	
10: 53485 (81,61%)	
25: 39469 (60,23%)	
50: 19479 (29,72%)	

Рисунок 13

- 3) Дважды промыть кювету контрольным раствором с переопределяемой концен-

трацией и залить в неё этот же контрольный раствор, закрыть входное и выходное отверстия крышками.

- 4) Нажать клавишу «ИЗМЕР» и следовать указаниям прибора.
- 5) После измерения точка перелома кусочно-линейной функции, выраженная в процентах, будет пересчитана прибором и обновится.

Также возможно переопределять точки вручную без измерений, вводя поразрядно значение от 0 до 65535, соответствующее 0% и 100% соответственно. Для начала переопределения нужно нажать клавишу «ВВОД», клавишами со стрелками осуществляется увеличение/уменьшение значения разряда на 1, переход на другой разряд осуществляется клавишей «ВВОД» (Рисунок 13).

9.8 Настройки

Меню настроек (Рисунок 14) включает следующие пункты:

«Настройки экрана» - настройка контрастности и инверсии цвета экрана.

«Выключение звука» - включает/выключает звуковое сопровождение нажатия клавиш и событий прибора.

«Очистка истории» - стирает всю историю измерений для выбранной методики.

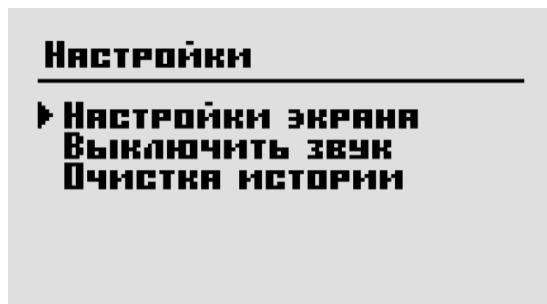


Рисунок 14

10. Сведения об утилизации

После окончания срока эксплуатации концентратомер не представляет опасности для жизни, здоровья людей или окружающей среды и не требует специальных способов утилизации.

Порядок утилизации определяет организация, эксплуатирующая концентратомер.

11. Правила хранения и транспортирования

Концентратомер должен храниться в закрытом помещении в заводской упаковке при температуре воздуха от +5 °C до +40 °C и относительной влажности воздуха не более 80 %. В помещениях для хранения концентратомера содержание пыли, паров кислот и щелочей, агрессивных газов и других вредных примесей, вызывающих коррозию, не должно превышать содержание коррозионно-активных агентов для атмосферы типа 1 по ГОСТ 15150-69.

Хранение прибора без упаковки следует производить при температуре окружающего воздуха от +10 °C до +35 °C и относительной влажности до 80 %.

Концентратомер может транспортироваться всеми видами транспорта в крытых транспортных средствах в диапазоне температур от -40 °C до +50 °C и относительной влажности не более 95 %.

12. Гарантийные обязательства

ООО «ЭКРОСХИМ» гарантирует соответствие концентратомера характеристикам, указанным в пункте 3.3 настоящего документа при соблюдении потребителем условий эксплуатации, транспортирования и хранения.

Гарантийный срок эксплуатации концентратомера составляет 12 месяцев со дня отгрузки потребителю, определяемого товарно-транспортной накладной.

Гарантийное обслуживание производится только авторизованными сервисными центрами производителя.

В течение гарантийного срока производится безвозмездный ремонт или замена прибора. Гарантийный срок эксплуатации изделия продлевается на время, в течение которого оно не использовалось из-за обнаруженных недостатков.

13. Сведения о рекламациях

В случае выявления неисправностей в период гарантийного срока эксплуатации, а также обнаружения некомплектности при распаковывании изделия, потребителю следует направить рекламационный акт по адресу производителя:

199178, Санкт-Петербург, 18-я линия В.О., д. 29, корп. А, оф. А603

Телефон/Факс: (812) 322-9600, 449-3122, 449-3123

E-mail: info@ecohim.ru; URL: <https://ecohim.ru/>

Рекламацию на изделие не предъявляют:

- по истечении гарантийного срока;
- при нарушении потребителем правил транспортирования, хранения, эксплуатации, предусмотренных эксплуатационной документацией.

14. Свидетельство о приемке

Концентратомер ЭКРОС-5700 заводской номер **5К7Е** _____ проверен в соответствии с требованиями технических условий БКРЕ.414213.019ТУ, обязательными требованиями государственных стандартов и признан годным к эксплуатации.

Таблица 2

Диапазон	Значение параметра	Наличие градуировки
Диапазон измерений массовой концентрации нефтепродуктов в экстрактах, мг/дм ³	от 0 до 100	_____
Диапазон измерений массовой концентрации жиров в экстрактах, мг/дм ³	от 0 до 100	_____
Диапазон измерений массовой концентрации НПАВ в экстрактах, мг/дм ³	от 0 до 100	_____

Дата выпуска _____

Штамп ОТК

Контролёр _____

15. Сведения о произведённых ремонтах