

Анализатор вольтамперметрический 884 Professional VA/CVS



Руководство по эксплуатации
8.884.8001EN / 30.06.2015 г.



Компания «Metrohm AG»
CH-9100 г. Херизау
Швейцария
Телефон +41 71 353 85 85
Факс +41 71 353 89 01
info@metrohm.com
www.metrohm.com



884 Professional VA

Руководство по эксплуатации

Техническая документация
Компания «Metrohm AG»
CH-9100 г. Херизау
techdoc@metrohm.com

Настоящий документ охраняется авторским правом. Все права сохранены.

Настоящий документ подготовлен с максимальной тщательностью. Однако полностью исключить ошибки невозможно. Комментарии по поводу обнаруженных ошибок направляйте по адресу, указанному выше.

Содержание

1.	Введение	1
1.1.	Описание прибора	1
1.2.	Версии моделей.....	2
1.3.	Использование по назначению	2
1.4.	О документе	3
1.4.1.	Рисунки.....	3
1.4.2.	Дополнительная информация и литератора	3
1.4.3.	Символы и условные обозначения	4
1.5.	Инструкции по технике безопасности	5
1.5.1.	Общие указания по технике безопасности	5
1.5.2.	Электротехническая безопасность	5
1.5.3.	Безопасность персонала	6
1.5.4.	Жидкая ртуть.....	7
1.5.5.	Соединение трубок и трубок-капилляров	7
1.5.6.	Переработка и утилизация	8
2.	Общее описание прибора	9
2.1.	Лицевая панель	9
2.2.	Задняя панель	10
2.3.	Измерительная головка MME.....	12
2.3.1.	Общий вид измерительной головки MME	12
2.3.2.	Соединительная пластина измерительной головки и вставка измерительной головки.....	13
2.3.3.	Соединители для трубок (манипулятор измерительной головки)	17
2.4.	Измерительная головка RDE.....	18
2.4.1.	Общий вид измерительной головки RDE.....	18
2.4.2.	Соединительная пластина измерительной головки и вставка измерительной головки.....	19
2.4.3.	Соединители для трубок (манипулятор измерительной головки)	23
3.	Установка	24
3.1.	Подготовка прибора.....	24
3.1.1.	Упаковка	24
3.1.2.	Проверка	24
3.1.3.	Размещение.....	24
3.2.	Оснастка измерительной головки MME.....	24
3.2.1.	Подготовка измерительной головки MME.....	26
3.2.2.	Подготовка электродов и их установка в измерительную головку MME	30
3.2.3.	Установка измерительной головки MME.....	40
3.2.4.	Подключение источника инертного газа.....	41
3.3.	Оснастка измерительной головки RDE	43
3.3.1.	Подключение впуска газа	45
3.3.2.	Подготовка электродов и их установка в измерительную головку RDE	45
3.4.	Монтаж соединений трубок	53

3.4.1.	Установка четырехходовой микро-дозировочной насадки	53
3.4.2.	Установка трубок-капилляров	55
3.4.3.	Установка ФЭП трубок.....	58
3.5.	Электрическое подключение приборов.....	64
3.5.1.	Подключение прибора 884 Professional VA	64
3.5.2.	Подключение дозирующего устройства 800 Dosino	66
3.5.3.	Подключение устройства обработки проб	70
3.5.4.	Подключение внешнего насоса	72
3.5.5.	Подключение USB-устройств напрямую к измерительному прибору	74
4.	Ввод в эксплуатацию	75
5.	Конфигурации системы	79
5.1.	Прибор 884 Professional VA для вольтамперометрического определения следовых количеств	79
5.1.1.	Процедура вольтамперометрического определения следовых количеств в ручном режиме	79
5.1.2.	Процедура вольтамперометрического определения следовых количеств в полуавтоматическом режиме	79
5.1.3.	Процедура вольтамперометрического определения следовых количеств в автоматическом режиме	83
5.2.	Прибор 884 Professional VA для анализа методом CVS	91
5.2.1.	Процедура анализа методом CVS в ручном режиме.....	91
5.2.2.	Процедура анализа методом CVS в полуавтоматическом режиме.....	92
5.2.3.	Процедура анализа методом CVS в автоматическом режиме.....	96
6.	Эксплуатация и техническое обслуживание	105
6.1.	Технический уход.....	105
6.2.	Техническое обслуживание, выполняемое сервисной службой компании «Metrohm»	106
6.3.	Замена измерительной головки	106
6.4.	Обслуживание многорежимного электрода MME pro	109
6.5.	Процедура тестирования с контрольной ячейкой	109
6.6.	Процедура тестирования со свинцом в стандартном растворе	111
6.7.	Замена кабелей электродов	114
6.8.	Регулировка иглы ввода проб в устройстве обработки проб	115
6.9.	Калибратор	116
6.10.	Перемещение прибора 884 Professional VA	117
6.11	Услуги по управлению качеством и квалификации, предоставляемые компанией «Metrohm»	118
7.	Поиск и устранение неисправностей	119
7.1.	Перечень неисправностей	119
7.1.1.	Распространенные проблемы.....	119

7.1.2.	Использование прибора 884 Professional VA для вольтамперометрического определения следовых количеств	120
7.1.3.	Использование прибора 884 Professional VA для анализа методом CVS	128
7.1.4.	Периферийные устройства.....	130
7.2.	Устранение неисправностей, возникающих в ходе вольтамперометрического определения следовых количеств веществ	132
7.3.	Общие правила вольтамперометрического определения следовых количеств	139
8.	Приложение	142
8.1.	Длина трубок в манипуляторе измерительной головки	142
8.2.	Светодиод «Status» – различные состояния прибора.....	142
9.	Технические спецификации	143
9.1.	Режимы работы	143
9.2.	Потенциостат	143
9.3.	Гальваностат	144
9.4.	Измерение температуры.....	144
9.5.	Вводные данные измерения	144
9.6.	Точность	144
9.7.	Разрешающая способность.....	145
9.8.	Калибратор.....	145
9.9.	Смеситель.....	145
9.10.	Аппаратное обеспечение.....	146
9.11.	Источник питания.....	146
9.12.	Требования к безопасности	146
9.13.	Электромагнитная совместимость (ЭМС).....	147
9.14.	Температура окружающего воздуха	147
9.15.	Расчетные условия	148
9.16.	Параметры корпуса	148
10.	Принадлежности	149
	Алфавитный указатель	150

Рисунок 51.	Ручной режим работы – Электрическое соединение	79
Рисунок 52.	Полуавтоматический режим работы - Электрическое соединение	80
Рисунок 53.	Полуавтоматический режим работы – Схема соединений трубок с двумя дозаторами	81
Рисунок 54.	Полуавтоматический режим работы – Схема соединений трубок – Прибор 884 Professional VA	82
Рисунок 55.	Автоматический режим работы – Электрическое соединение	84
Рисунок 56.	Автоматический режим работы – Схема соединения трубок с 2 дозирующими устройствами Dosino	86
Рисунок 57.	Автоматический режим работы – Схема соединений трубок – Прибор 884 Professional VA	87
Рисунок 58.	Автоматический режим работы – Схема соединений трубок – Дозировочные устройства 800 Dosino	88
Рисунок 59.	Автоматический режим работы – Схема соединений трубок – Ввод промывочного раствора и откачивание отработанного раствора	89
Рисунок 60.	Автоматический режим работы – Схема соединений трубок – Промывочный раствор и отработанный раствор – Прибор 884 Professional VA	90
Рисунок 61.	Автоматический режим работы – Конфигурация трубок – Измерительная головка	91
Рисунок 62.	Ручной режим работы – Электрическое соединение	91
Рисунок 63.	Полуавтоматический режим работы - Электрическое соединение	92
Рисунок 64.	Полуавтоматический режим работы – Схема соединений трубок с двумя дозаторами	93
Рисунок 65.	Полуавтоматический режим работы – Схема соединений трубок с четырьмя дозаторами	94
Рисунок 66.	Полуавтоматический режим работы – Схема соединений трубок – Прибор 884 Professional VA	95
Рисунок 67.	Автоматический режим работы – Электрическое соединение	97
Рисунок 68.	Автоматический режим работы – Схема соединений трубок – Общий вид	99
Рисунок 69.	Автоматический режим работы – Схема соединений трубок – Прибор 884 Professional VA	100
Рисунок 70.	Автоматический режим работы – Схема соединений трубок – Дозирующее устройство 800 Dosino	101
Рисунок 71.	Автоматический режим работы – Схема соединений трубок – Устройство обработки проб 858 Professional – Направляющая цепь	102
Рисунок 72.	Автоматический режим работы – Схема соединений трубок – Ввод промывочного раствора и откачивание отработанного раствора	103
Рисунок 73.	Автоматический режим работы – Схема соединений трубок – Промывочный раствор и отработанный раствор – Прибор 884 Professional VA	104
Рисунок 74.	Снятие измерительной головки	107
Рисунок 75.	Соединитель «WASTE» на задней панели	107
Рисунок 76.	Не трогайте приводной диск	108
Рисунок 77.	Тестирование с контрольной ячейкой – Идеальная прогрессия кривой	110
Рисунок 78.	Замена кабелей электродов	114
Рисунок 79.	Регулировка иглы ввода проб в устройстве обработки проб	115

1. Введение

1.1. Описание прибора

Прибор **884 Professional VA** представляет собой вольтамперометрический измерительный прибор с управлением от ПК. Совместно с компьютерным программным обеспечением **viva** он образует систему измерения, специально предназначенную для вольтамперометрического определения следовых количеств веществ (с измерительной головкой MME) и определения добавок в гальванических ваннах методом циклической инверсионной вольтамперометрии (CVS) (с измерительной головкой RDE). В сочетании с измерительной головкой MME прибор позволяет проводить проверку или количественное определение материалов низких концентраций с помощью вольтамперометрии/полярографии. В сфере гальванического производства определение примесей (с использованием измерительной головки RDE) является незаменимым этапом технологического процесса и играет значительную роль в обеспечении качества. Количественное определение примесей можно проводить методом циклической инверсионной вольтамперометрии – CVS.

Прибор 884 Professional VA имеет компактные размеры и требует небольшого пространства для работы. Измерительная головка извлекается из прибора и устанавливается на место вручную с помощью простого действия. Это позволяет Вам быстро заменять измерительную головку с любыми электродами и гибкими трубками. Благодаря чему Вы можете легко адаптировать оборудование прибора для других режимов применения. Манипулятор измерительной головки откидывается вперед, обеспечивая удобство установки измерительного сосуда в держатель.

Измерительный прибор основан на потенциостатическом трехэлектродном принципе действия. Такой принцип действия означает, что потенциал на рабочем электроде подгоняется к предварительно заданному значению уставки с помощью электрода сравнения, к которому ток не подводится. Ток проходит через отдельный вспомогательный электрод. Электрод MME pro – многорежимный электрод, объединяющий в себе ртутный капельный электрод (DME/SMDE) и ртутный электрод типа висячая капля (HMDE) в одной конструкции, используется в качестве рабочего электрода. Вращающийся дисковый электрод (RDE) может использоваться вместо электрода MME pro. Далее в документе приводится описание измерительной головки и с электродом MME pro, и с электродом RDE.

Прибор 884 Professional VA может применяться для определения единичных проб и серий проб. Для данного измерительного прибора подходят различные устройства обработки проб. Кроме того, Вы можете автоматизировать добавление реактивов и вспомогательных растворов с помощью дозирующих устройств типа 800 Dosino.

Включение, эксплуатация и управление прибором 884 Professional VA осуществляется с помощью компьютерного программного обеспечения **viva**. Обмен данными между измерительным прибором и ПК выполняется посредством соединения USB. По завершении каждого определения данные (диаграмма вольтамперометрии, результаты и т.д.) сохраняются в базе данных.

В настоящем руководстве приводится описание аппаратного обеспечения прибора 884 Professional VA (установка, наладка и т.д.). Инструкции по эксплуатации с помощью компьютерного программного обеспечения **viva** изложены в документации к программному обеспечению (онлайн-справка и практические инструкции по процедурам вольтамперометрии /циклической инверсионной вольтамперометрии (CVS)). В документе *Многорежимный электрод MME pro* приводится описание применения электрода MME pro (8.110.8018XX).

1.2. Версии моделей

Имеются следующие версии прибора **884 Professional VA**:

2.884.0010	Прибор Professional VA	Без измерительной головки
2.884.0110	Прибор Professional VA с ручным режимом работы для ММЕ	С измерительной головкой ММЕ
2.884.0210	Прибор Professional VA с ручным режимом работы для CVS	С измерительной головкой для CVS
2.884.1110	Прибор Professional VA с полуавтоматическим режимом работы для ММЕ	С измерительной головкой ММЕ и 2 дозаторами Dosino
2.884.1210	Прибор Professional VA с полуавтоматическим режимом работы для CVS	С измерительной головкой для CVS и 2 дозаторами Dosino



ПРИМЕЧАНИЕ

Принадлежности для данной версии модели могут быть перечислены в формате списка PDF на веб-сайте <http://partslists.metrohm.com> (см. Главу 10, с. 148).

1.3. Использование по назначению

Прибор 884 Professional VA с измерительной головкой ММЕ предназначен для вольтамперометрического/полярографического определения проб как часть определения следовых количеств. Далее перечислены возможные области применения:

- Определение переходных металлов с помощью полярографии или инверсионной вольтамперометрии
- Вещественный анализ

Прибор 884 Professional VA с измерительной головкой RDE предназначен для использования в анализе электролитических ванн для количественного определения органических примесей. Основные области применения – следующие виды электролитических ванн:

- Кислотные ванны меднения
- Ванны лужения
- Оловянно-свинцовые ванны
- Щелочные цинковые ванны
- Никелевые ванны

Данный прибор подходит для обработки различных химических веществ и горючих образцов. Поэтому эксплуатация прибора 884 Professional VA требует от пользователя базовых знаний и опыта в обращении с токсичными и едкими веществами. Кроме того, необходимы знания о применении противопожарных мер, предписанных для лабораторий.

1.4. О документе



ВНИМАНИЕ

Внимательно прочитайте настоящий документ перед вводом прибора в эксплуатацию. В документе изложены указания и предостережения, которые пользователь должен соблюдать для обеспечения безопасного функционирования прибора.

1.4.1. Рисунки

Прибор можно использовать и для вольтамперометрического определения следовых количеств веществ (с измерительной головкой MME), и для определения присадок (с измерительной головкой RDE). Поэтому в настоящем документе приводится описание использования прибора и с измерительной головкой MME, и с измерительной головкой RDE. Для удобства на рисунках представлена только одна версия измерительной головки. Содержание рисунков применимо также и для второй измерительной головки.

1.4.2. Дополнительная информация и литература

Дополнительную информацию о приборе 884 Professional VA Вы можете найти в следующих публикациях:

- Практические инструкции по процедурам циклической инверсионной вольтамперометрии(8.103.8010XX)
- Практические инструкции по процедурам вольтамперометрии) (8.103.8033XX)
- Мультимедийное руководство «Электроды в вольтамперометрии» (A.717.0002)
- Онлайн-справка по компьютерному программному обеспечению **viva**
- Монография «Методы вольтамперометрического анализа в процессах гальванического покрытия» (8.108.5002XX)
- Многорежимный электрод MME pro (8.110.8018XX)
- Правила обращения с ртутью (8.000.5054XX)

1.4.3. Символы и условные обозначения

В настоящем документе используются следующие символы и форматирование:

(5-12)	Перекрестная ссылка на обозначение рисунка Первый номер соответствует номеру рисунка, второй – обозначению детали прибора на рисунке.
1	Действие согласно инструкции Эти действия следует выполнять в указанной последовательности.
Method	Текст диалогового окна, параметр в программе
File ► New	Меню или пункт меню
[Next]	Кнопка или клавиша
	ОСТОРОЖНО Данный символ указывает на потенциальную угрозу для жизни или опасность травмирования.
	ОСТОРОЖНО Данный символ указывает на потенциальную опасность, связанную с электрическим током.
	ОСТОРОЖНО Данный символ указывает на потенциальную опасность, связанную с высокой температурой или горячими деталями прибора.
	ОСТОРОЖНО Данный символ указывает на потенциальную биологическую опасность.
	ВНИМАНИЕ Данный символ указывает на возможное повреждение прибора или деталей прибора.
	ПРИМЕЧАНИЕ Данный символ обозначает дополнительную информацию и рекомендации.

1.5. Инструкции по технике безопасности

1.5.1. Общие указания по технике безопасности



ОСТОРОЖНО

Эксплуатацию данного прибора можно осуществлять только с соблюдением спецификаций, предписанных в настоящем документе.

Данный инструмент поставляется с завода в безупречном состоянии с точки зрения технической безопасности. Для поддержания такого состояния и обеспечения безопасной эксплуатации прибора необходимо точно придерживаться следующих указаний.

1.5.2. Электротехническая безопасность

Электротехническая безопасность при работе с прибором обеспечивается согласно международному стандарту IEC 61010.



ОСТОРОЖНО

Только персонал, квалифицированный компанией «Metrohm», уполномочен выполнять сервисное обслуживание электронных компонентов.



ОСТОРОЖНО

Запрещается вскрывать корпус прибора. В результате этого прибор может быть поврежден. Кроме того, существует опасность получения тяжелых травм при контакте с компонентами под напряжением.

Внутри прибора не имеется деталей, требующих обслуживания или замены пользователем.

Сетевое напряжение



ОСТОРОЖНО

Неверное сетевое напряжение может привести к повреждению прибора.

Эксплуатацию прибора осуществлять можно только с предписанным сетевым напряжением (см. на задней панели прибора).



Защита от электростатических зарядов



ОСТОРОЖНО

Электронные компоненты чувствительны к электростатическим зарядам и могут быть повреждены в случае разрядов.

Не забывайте достать вилку кабеля из розетки сетевого питания перед наладкой или отсоединить штекеры из электрических разъемов на задней панели прибора.

1.5.3. Безопасность персонала



ОСТОРОЖНО

Обращение с опасными веществами

Опасные вещества могут привести к травмированию персонала.

Используйте защитные очки и рабочую одежду, предназначенную для лабораторных работ.



ОСТОРОЖНО

Случайное разбрызгивание реактивов

Разбрызгивание реактивов может привести к травмированию.

Используйте прибор 884 Professional VA только с установленной измерительной головкой и с закрытым манипулятором измерительной головки.

1.5.4. Жидкая ртуть



ОСТОРОЖНО

Ртуть представляет собой тяжелый жидкий металл. Высокотоксичные пары ртути образуются даже при комнатной температуре. Вдыхание паров ртути представляет риск развития хронического отравления ртутью. Поэтому соблюдайте следующие указания при обращении с электродом ММЕ рго, содержащим ртуть.

- Не вдыхайте пары ртути.
- Работайте только с открытыми контейнерами ртути, расположенными в вытяжном шкафу.
- Избегайте контакта кожи с ртутью.
- Запрещается хранить ртуть в открытых контейнерах.
- Обеспечьте постоянную эффективную вентиляцию лабораторной зоны, где проводятся работы с ртутью.
- Используйте метод амальгамации для сбора разлитой ртути. Запрещается использовать веник или пылесос.
- Для утилизации ртути привлекайте только профессионалов. Запрещается выбрасывать ртуть вместе с хозяйственными или бытовыми отходами.



ПРИМЕЧАНИЕ

Подробную информацию можно найти в *Правилах обращения с ртутью* (8.000.5054XX).

1.5.5. Соединение трубок и трубок-капилляров



ВНИМАНИЕ

Утечки в соединениях трубок и трубок-капилляров представляют угрозу для безопасности. Вручную плотно затяните все соединения. Не применяйте чрезмерное усилие при затягивании соединений трубок. Повреждение концов трубок может привести к возникновению утечки. Для ослабления соединений можно использовать специальные инструменты.

Регулярно проверяйте соединения на предмет утечки. Если прибор обычно используется в автоматическом режиме, необходимо организовать еженедельные проверки.



1.5.6. Переработка и утилизация



Данный продукт попадает под действие Европейской Директивы 2002/96/ЕС WEEE – Об отходах электрического и электронного оборудования.

Надлежащая утилизация Вашего старого оборудования поможет предотвратить негативное воздействие на окружающую среду и здоровье людей.

Более подробные сведения об утилизации Вашего старого оборудования можно получить в местных органах управления, в компаниях по утилизации отходов или у Вашего регионального представителя.

Электрод ММЕ рго содержит токсичную ртуть, запрещается выбрасывать его вместе с хозяйственным мусором. Более подробная информация о переработке и утилизации ртути приводится в *Правилах обращения с ртутью* (8.000.5054XX).

2. Общее описание прибора

На следующих рисунках представлена общая схема деталей прибора 884 Professional VA.

2.1. Лицевая панель

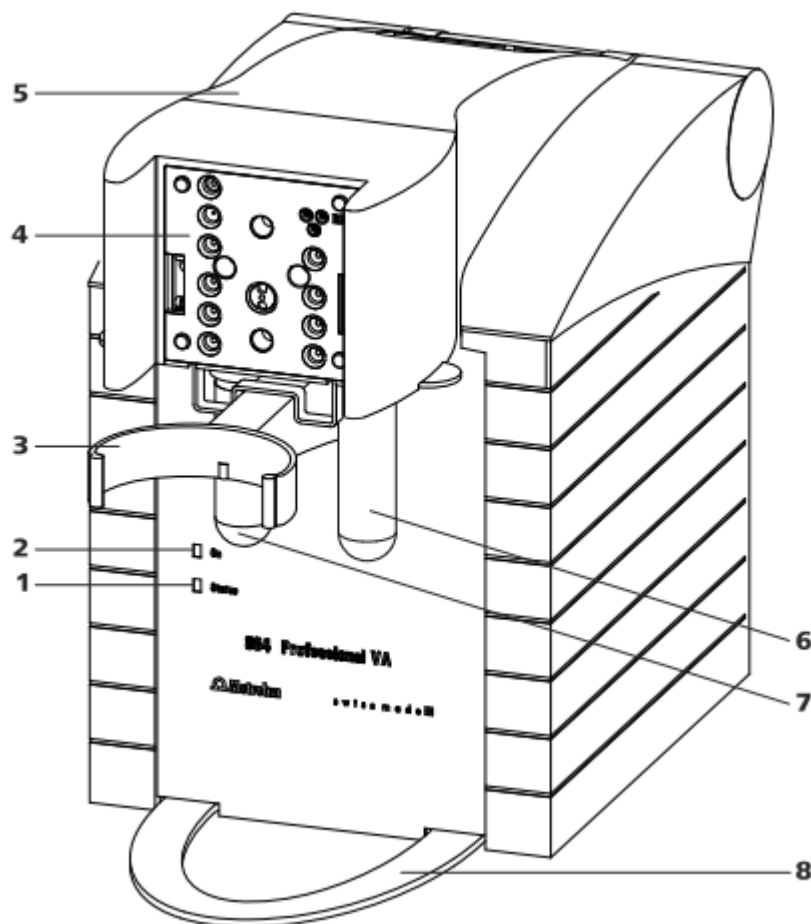


Рисунок 1. Лицевая панель прибора 884 Professional VA

1 Светодиод индикации статуса «Status»
Непрерывно горит, когда прибор готов к работе. Периодически мигает во время эксплуатации прибора. Мигает по схеме «длительное вкл. – кратковременное выкл. – длительное вкл. – кратковременное выкл. и т.д.»: К электродам подводится резервный потенциал – Не отсоединяйте кабели электродов!

2 Светодиод индикации включения «On»
Загорается, когда к прибору 884 Professional VA подводится электропитание.

3	Держатель измерительного сосуда Для установки измерительного сосуда.	4	Соединительная пластина манипулятора измерительной головки Для установки измерительной головки.
5	Манипулятор измерительной головки (откидной)	6	Стакан промывки газа (6.2405.030) Для увлажнения инертного газа.
7	Сосуд для декантирования (6.2405.030) Для осаждения твердых материалов, которые могут образовываться (например, ртуть электрода) в полностью автоматическом режиме.	8	Подставка для поддона Для установки поддона для сбора капель.

2.2. Задняя панель

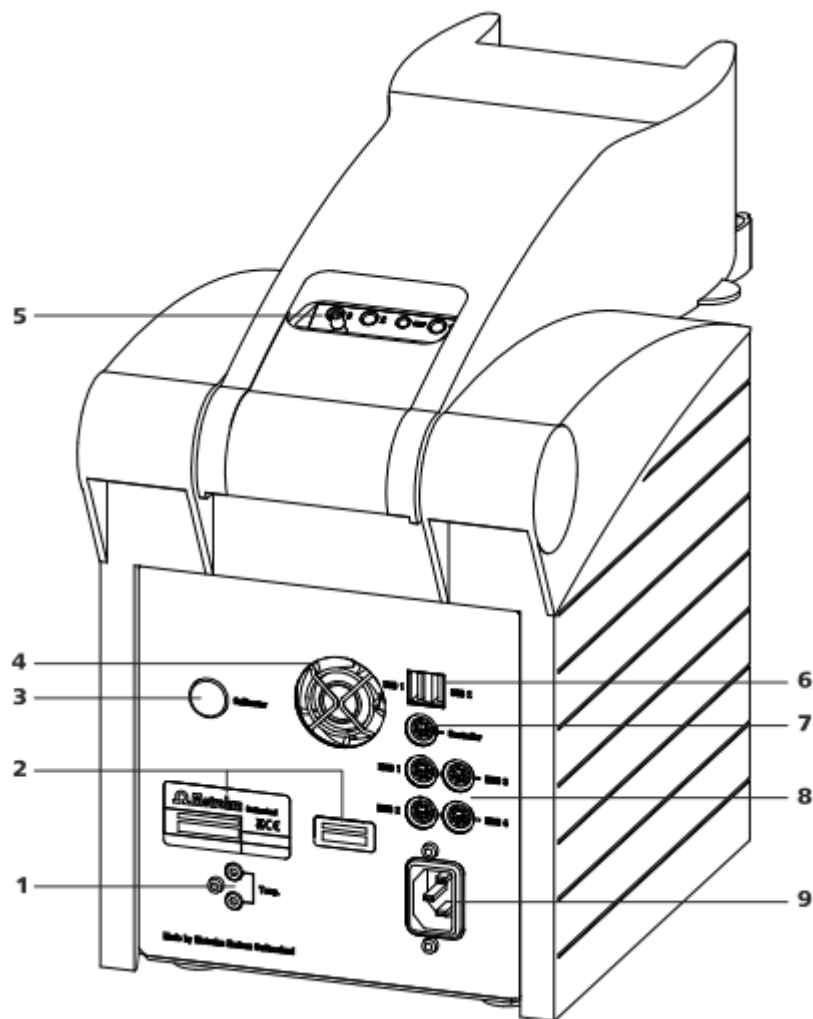


Рисунок 2. Задняя панель прибора 884 Professional VA

1 Разъемы для датчика температуры «Temp» Для подключения датчика температуры типа Pt1000. Два гнезда типа В, 2 мм.	2 Типовые таблички С серийным номером.
---	---

3 Крышка измерительной головки Для защиты от электромагнитных помех.	4 Фиксатор-защелка Для крышки измерительной головки.
5 Заглушка (6.2709.100) Для запечатывания отверстия для пипетирования (5-22).	

2.3.2. Соединительная пластина измерительной головки и вставка измерительной головки

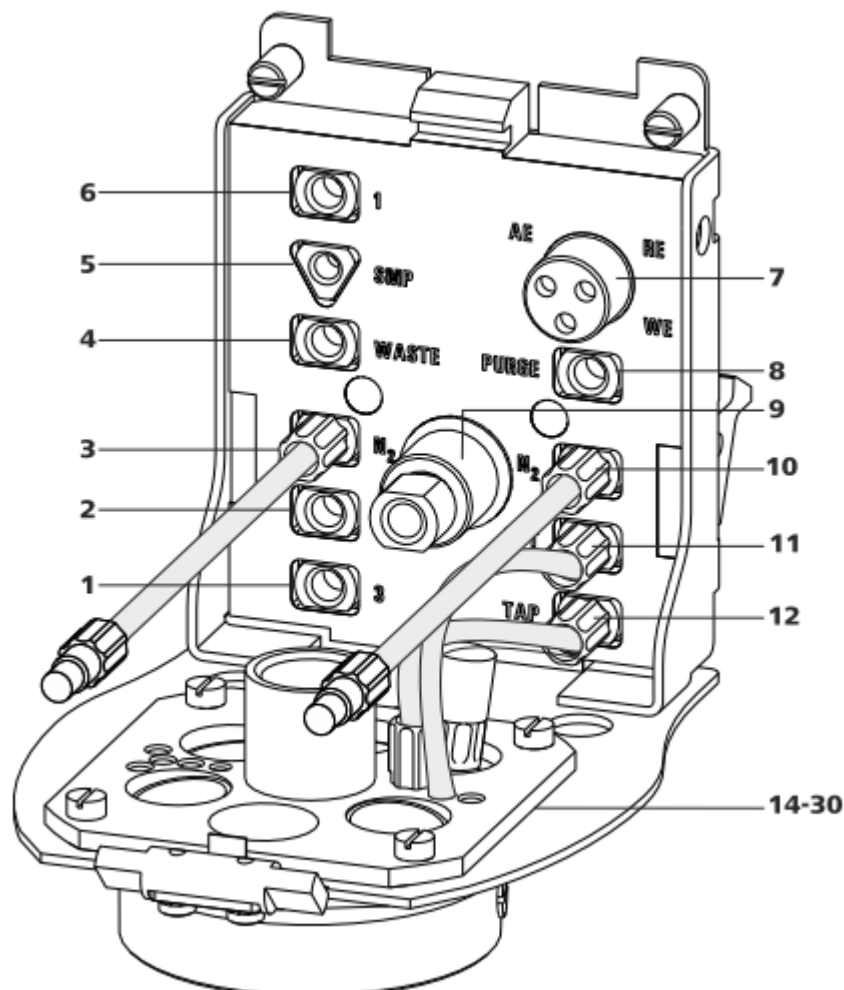


Рисунок 4. Соединительная пластина измерительной головки

1 Резьбовое отверстие М6 (3) Для ввода или аспирации растворов. Может соединяться с одним из отверстий 24 – 27 (фторэтиленпропиленовая (ФЭП) трубка от 6.1829.070).	2 Резьбовое отверстие М6 (2) Для ввода или аспирации растворов. Может соединяться с одним из отверстий 24 – 27 (ФЭП трубка от 6.1829.070).
3 Резьбовое отверстие М6 («N₂») Для подключения источника инертного газа (N ₂). Соединяется напрямую с рабочим электродом. Трубка смонтирована предварительно.	4 Резьбовое отверстие М6 для отходов («WASTE») Для аспирации раствора измерения. Может соединяться с одним из отверстий 24 – 27 (ФЭП трубка от 6.1829.070).

5	Резьбовое отверстие UNF 10/32 («SMP») Для автоматического ввода проб. Должно соединяться с отверстием 28 (полиэфирэфиркетонная (ПЭЭК) трубка-капилляр 6.1831.020).	6	Резьбовое отверстие M6 (1) Для ввода или аспирации растворов. Может соединяться с одним из отверстий 24 – 27 (ФЭП трубка от 6.1829.070).
7	Разъемы для электродов (AE, RE, WE) С кабелями электродов, для подключения электродов.	8	Резьбовое отверстие для продувки («PURGE») Для соединения трубки с отверстием 19 – впуск газа в раствор измерения.
9	Гибкий приводной вал для смесителя	10	Резьбовое отверстие M6 («N₂») Для подключения источника инертного газа («N ₂ »). Соединяется напрямую с рабочим электродом. Трубка смонтирована предварительно.
11	Резьбовое отверстие для выпуска («OUT») С предварительно смонтированным соединением трубки с отверстием 18 – выпуск газа.	12	Резьбовое отверстие M6 («TAP») С предварительно смонтированным соединением трубки с отверстием 17 – впуск газа в механизм отвода жидкости.
14 – 30: см. следующий рисунок			

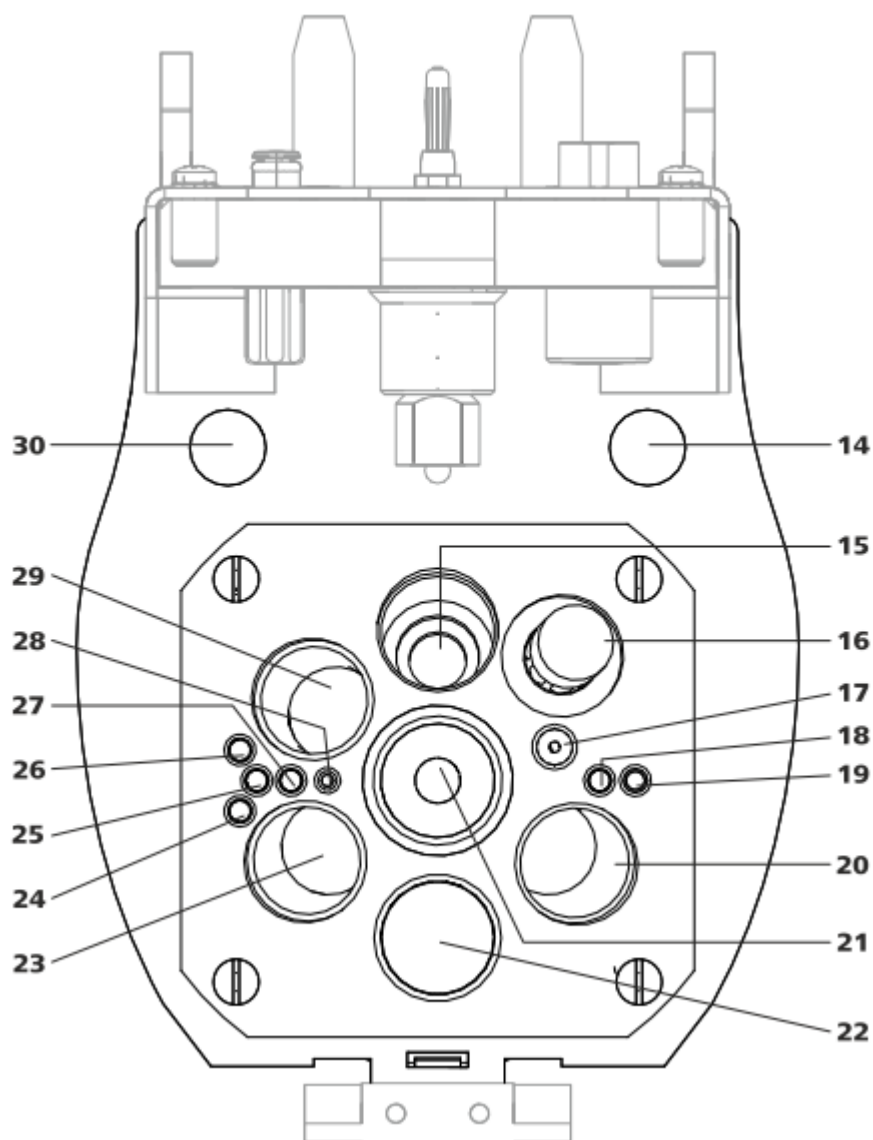


Рисунок 5. Вставка измерительной головки

14 Отверстие Для сквозной вставки четырехходовой микро-дозировочной насадки (6.1824.000) снизу.	15 Отверстие Для установки смесителя.
16 Резьбовое отверстие С предварительно смонтированным винтовым ниппелем и заглушкой. Может оборудоваться четырехходовой микро-дозировочной насадкой (6.1824.000).	17 Резьбовое отверстие М6 С предварительно смонтированным соединением трубки с отверстием 12 («ТАР») – впуск газа в механизм отвода жидкости.
18 Отверстие С предварительно смонтированным соединением трубки с резьбовым отверстием 11 («OUT») – выпуск газа.	19 Отверстие Для соединения трубки с резьбовым отверстием 8 («PURGE») – впуск газа в раствор измерения.

3 4 5

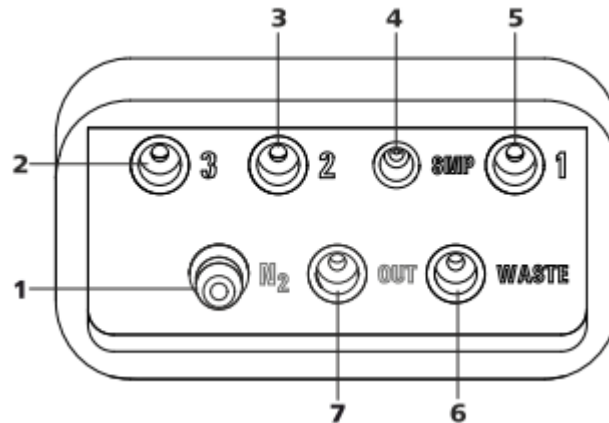


Рисунок 6. Соединители для трубок
(манипулятор измерительной головки)

1 Ниппель («N₂») Для подключения источника инертного газа. Соединяется с резьбовыми отверстиями «TAP», «PURGE» и «N₂» посредством манипулятора измерительной головки.	2 Резьбовое отверстие М6 (3) Для соединения трубки для аспирации или ввода растворов.
3 Резьбовое отверстие М6 (2) Для соединения трубки для аспирации или ввода растворов.	4 Резьбовое отверстие UNF 10/32 («SMP») Для соединения трубки-капилляра для автоматического ввода проб.
5 Резьбовое отверстие М6 (1) Для соединения трубки для аспирации или ввода растворов.	6 Резьбовое отверстие М6 («WASTE») Для соединения трубки для аспирации раствора измерения.
7 Резьбовое отверстие М6 («OUT») Для компенсации давления в измерительном сосуде.	

2.4. Измерительная головка RDE

2.4.1. Общий вид измерительной головки RDE

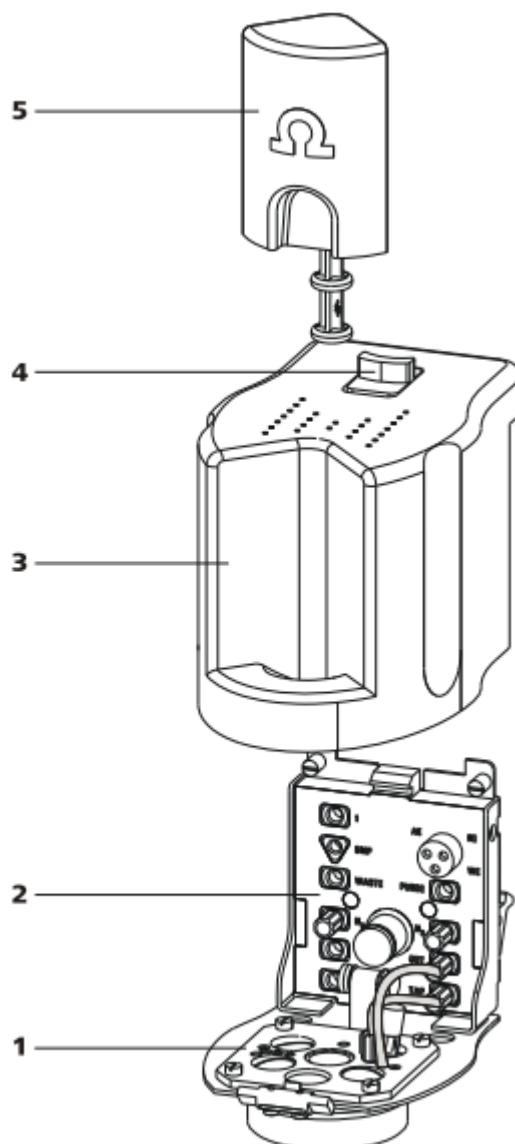


Рисунок 7. Измерительная головка RDE – Общий вид

- 1 Вставка измерительной головки**
С отверстиями для установки электродов и соединениями для трубок (см. Рисунок 9, с. 21).

- 2 Соединительная пластина измерительной головки**
Для подключения измерительной головки RDE к соединительной пластине манипулятора измерительной головки (1-4).
Для подключения электродов и трубок (см. Рисунок 8, с. 19).

3 Крышка измерительной головки Для защиты от электромагнитных помех.	4 Фиксатор-защелка Для крышки измерительной головки.
5 Заглушка (6.2709.100) Для запечатывания отверстия для пипетирования (9-22).	

2.4.2. Соединительная пластина измерительной головки и вставка измерительной головки

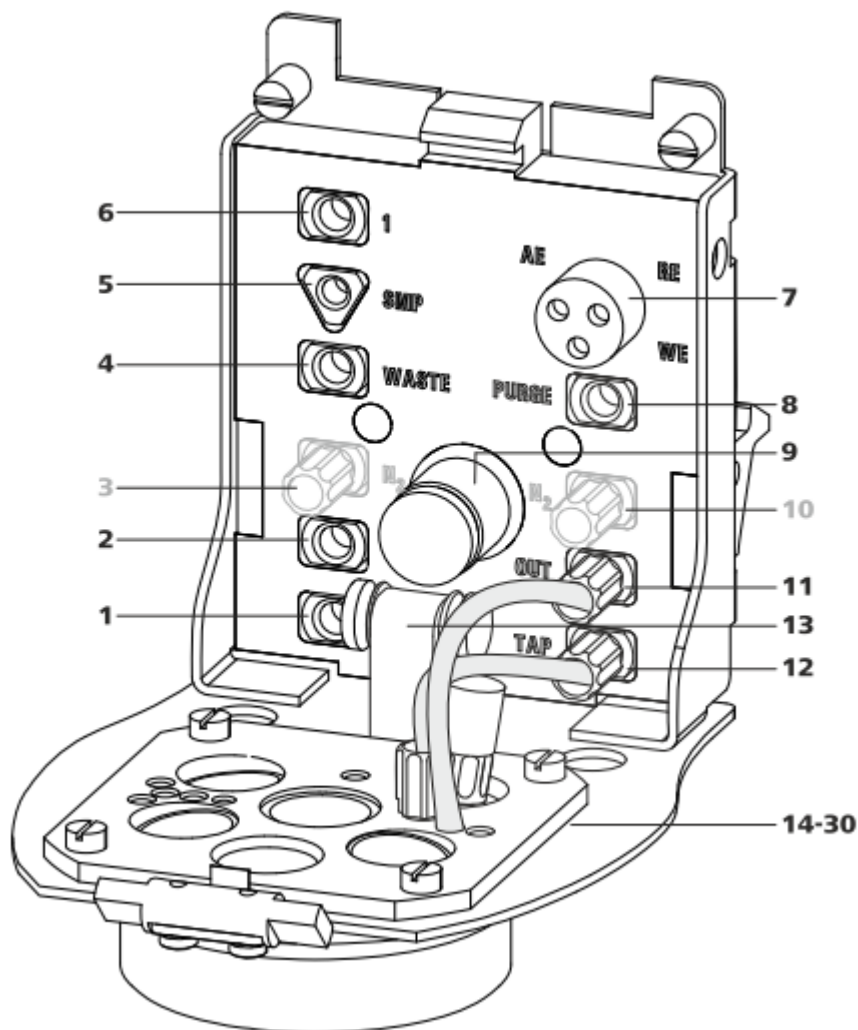


Рисунок 8. Соединительная пластина измерительной головки

1 Резьбовое отверстие М6 (3) Для ввода или аспирации растворов. Может соединяться с одним из отверстий 24 – 27 (ФЭП трубка от 6.1829.070).	2 Резьбовое отверстие М6 (2) Для ввода или аспирации растворов. Может соединяться с одним из отверстий 24 – 27 (ФЭП трубка от 6.1829.070).
3 Резьбовое отверстие М6 («N₂») С предварительно установленной заглушкой. Не применяется в исследованиях с RDE.	4 Резьбовое отверстие М6 для отходов («WASTE») Для аспирации раствора измерения. Может соединяться с одним из отверстий 24 – 27 (ФЭП трубка от 6.1829.070).

884 Professional VA

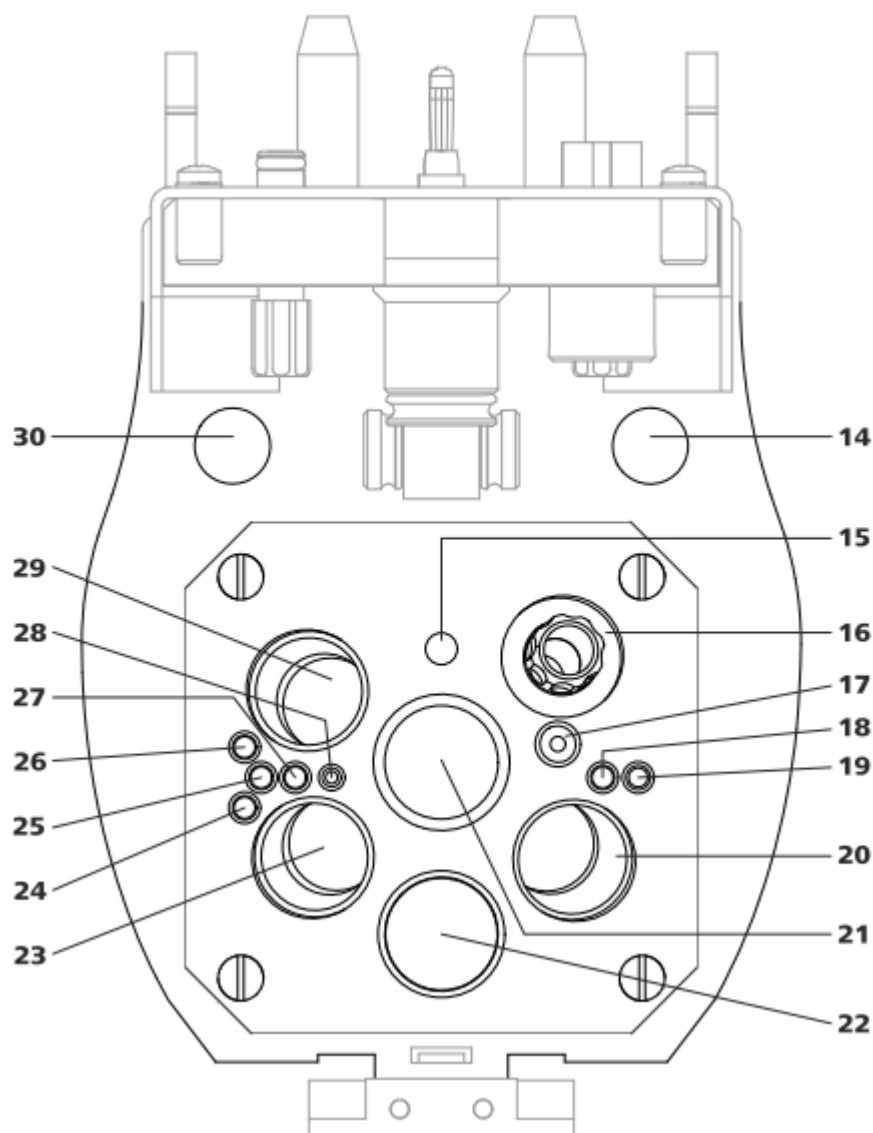


Рисунок 9. Вставка измерительной головки

14 Отверстие

Для сквозной вставки четырехходовой микро-дозировочной насадки (6.1824.000) снизу.

16 Резьбовое отверстие

С предварительно смонтированным винтовым ниппелем и заглушкой. Может оборудоваться четырехходовой микро-дозировочной насадкой (6.1824.000).

18 Отверстие

С предварительно смонтированным соединением трубки с резьбовым отверстием **11** («OUT») – выпуск газа. Для вольтамперометрических исследований, не применяется для анализов методом CVS.

15 Отверстие

Для установки приводной оси.

17 Резьбовое отверстие М6

С предварительно смонтированным соединением трубки с отверстием **12** («TAP») – впуск газа в механизм отвода жидкости. Для вольтамперометрических исследований, не применяется для анализов методом CVS.

19 Отверстие

Для соединения трубки с резьбовым отверстием **8** («PURGE») – впуск газа в раствор измерения. Для вольтамперометрических исследований, не применяется для анализов методом CVS.

20	Отверстие для электрода Для установки электрода сравнения (RE).	21	Отверстие для электрода Для установки приводной оси электрода RDE (рабочий электрод – (WE)).
22	Отверстие для пипетирования Для дозирования растворов вручную. Закрывается заглушкой 6.2709.100 (7-5).	23	Отверстие для электрода Для установки вспомогательного электрода (AE).
24	Отверстие Для ввода или аспирации растворов. Может соединяться с одним из резьбовых отверстий 1, 2, 3 или «WASTE» (ФЭП трубка от 6.1829.070).	25	Отверстие Для ввода или аспирации растворов. Может соединяться с одним из резьбовых отверстий 1, 2, 3 или «WASTE» (ФЭП трубка от 6.1829.070).
26	Отверстие Для ввода или аспирации растворов. Может соединяться с одним из резьбовых отверстий 1, 2, 3 или «WASTE» (ФЭП трубка от 6.1829.070).	27	Отверстие Для ввода или аспирации растворов. Может соединяться с одним из резьбовых отверстий 1, 2, 3 или «WASTE» (ФЭП трубка от 6.1829.070).
28	Отверстие Для автоматического ввода проб. Должно соединяться с резьбовым отверстием 5 («SMP») (ПЭЭК трубка-капилляр 6.1831.020).	29	Отверстие для датчика Для установки датчика температуры (Pt1000).
30	Отверстие Для протягивания кабелей датчика температуры сверху.		

2.4.3. Соединители для трубок (манипулятор измерительной головки)

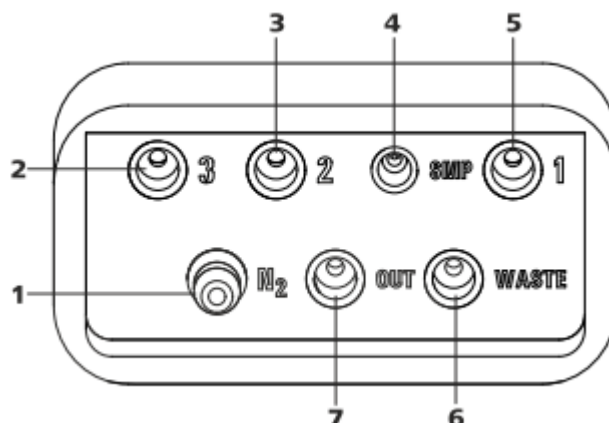


Рисунок 10. Соединители для трубок
(манипулятор измерительной головки)

1 Ниппель («N₂») Соединяется с резьбовыми отверстиями «TAP», «PURGE» и «N₂» посредством манипулятора измерительной головки. Для вольтамперометрических исследований, не применяется для анализов методом CVS.	2 Резьбовое отверстие М6 (3) Для соединения трубки для аспирации или ввода растворов.
3 Резьбовое отверстие М6 (2) Для соединения трубки для аспирации или ввода растворов.	4 Резьбовое отверстие UNF 10/32 («SMP») Для соединения ПЭЭК трубки-капилляра для автоматического ввода проб.
5 Резьбовое отверстие М6 (1) Для соединения трубки для аспирации или ввода растворов.	6 Резьбовое отверстие М6 («WASTE») Для соединения трубки для аспирации раствора измерения.
7 Резьбовое отверстие М6 («OUT») Для компенсации давления в измерительном сосуде.	

3. Установка

3.1. Подготовка прибора

3.1.1. Упаковка

Прибор поставляется в очень прочной специальной защитной упаковке вместе с отдельно упакованными принадлежностями. Сохраните эту упаковку, поскольку только она может обеспечить безопасную транспортировку прибора.

3.1.2. Проверка

Сразу после получения проверьте поставленный груз на предмет комплектности и отсутствия повреждений, сверив с товарной накладной.

3.1.3. Размещение

Прибор разработан для эксплуатации в помещении и не может использоваться во взрывоопасных средах.

Поместите прибор в части лаборатории, которая предназначена для его эксплуатации, не подвержена действию вибраций и обеспечивает защиту от коррозии и загрязнения химическими веществами.

Прибор должен быть защищен от воздействия высоких колебаний температуры и прямых солнечных лучей. Запрещается устанавливать прибор рядом с выпускным каналом кондиционера воздуха.

3.2. Оснастка измерительной головки ММЕ

Отверстия и соединения в измерительной головке прибора 884 Professional VA оснащаются разными способами, в зависимости от выбора рабочего электрода (MME pro или RDE). Если Вы используете прибор для вольтамперометрического определения следовых количеств веществ, выполните следующие действия. Если Вы используете прибор для анализа методом CVS, следуйте процедуре для измерительной головки RDE (см. раздел 3.3, с. 43).



ПРИМЕЧАНИЕ

Для оснастки мы рекомендуем закрепить измерительную головку ММЕ в держателе измерительной головки и только после этого устанавливать ее на манипулятор измерительной головки.

Подготовка измерительной головки

Измерительная головка поставляется в комплекте со смонтированной крышкой измерительной головки. Сначала необходимо снять крышку. Для этого выполните следующие действия:

- 1 Извлеките заглушку (3-5) из отверстия для пипетирования.

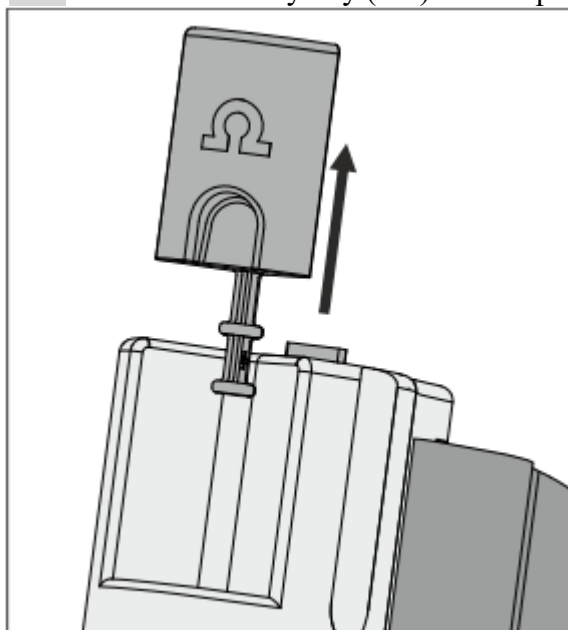


Рисунок 11. Извлечение заглушки из отверстия для пипетирования

- 2 Передвиньте к себе фиксатор-защелку (3-4) на крышке измерительной головки, одновременно с этим приподнимите крышку измерительной головки под углом приблизительно 45° и снимите ее.

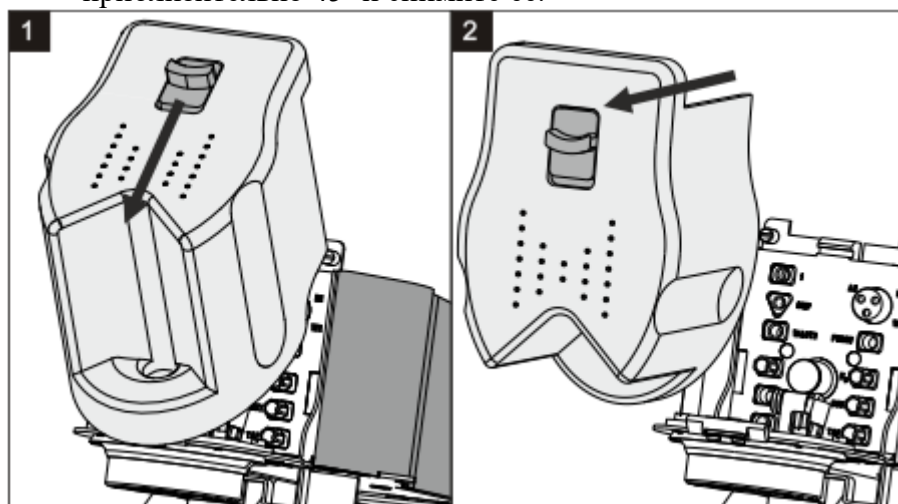


Рисунок 12. Снятие крышки измерительной головки

3



ОСТОРОЖНО

Перемещение измерительной головки вниз без должной осторожности может привести к травмированию рук.

Не допускайте попадания пальцев между манипулятором измерительной головки и корпусом прибора.

Снова опустите манипулятор измерительной головки.



ВНИМАНИЕ

Вставка измерительной головки (см. Рисунок 5, с. 15) изготовлена из политетрафторэтилена (ПТФЭ). Запрещается использовать острые предметы во избежание повреждения материала.

3.2.1. Подготовка измерительной головки ММЕ

1 Подключение впуска газа

- Вставьте ПТФЭ трубку для подачи газа в раствор (6.1829.030) через отверстие (5-19).
- Вытяните прозрачную внутреннюю трубку как можно дальше.
- Убедитесь, что зеленая защита от излома проходит по всей длине трубки.

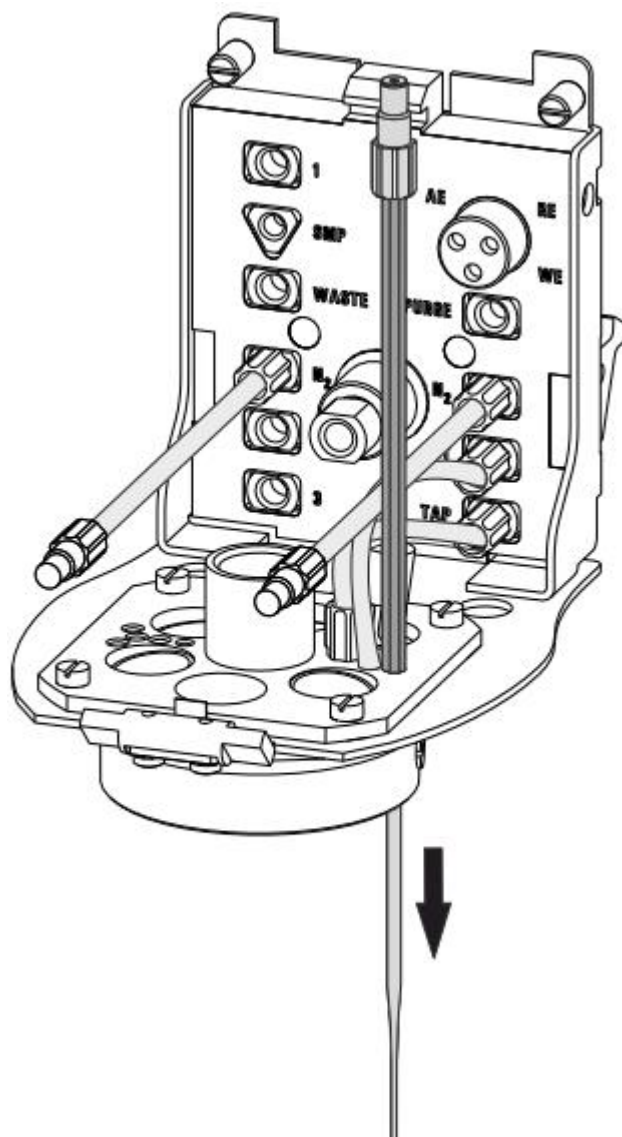


Рисунок 13. Соединение впуска газа

- Соедините трубку с резьбовым отверстием продувки PURGE (4-8) и затяните вручную.
- В завершении затяните ниппель трубки с помощью гаечного ключа, входящего в поставку (6.2739.000).

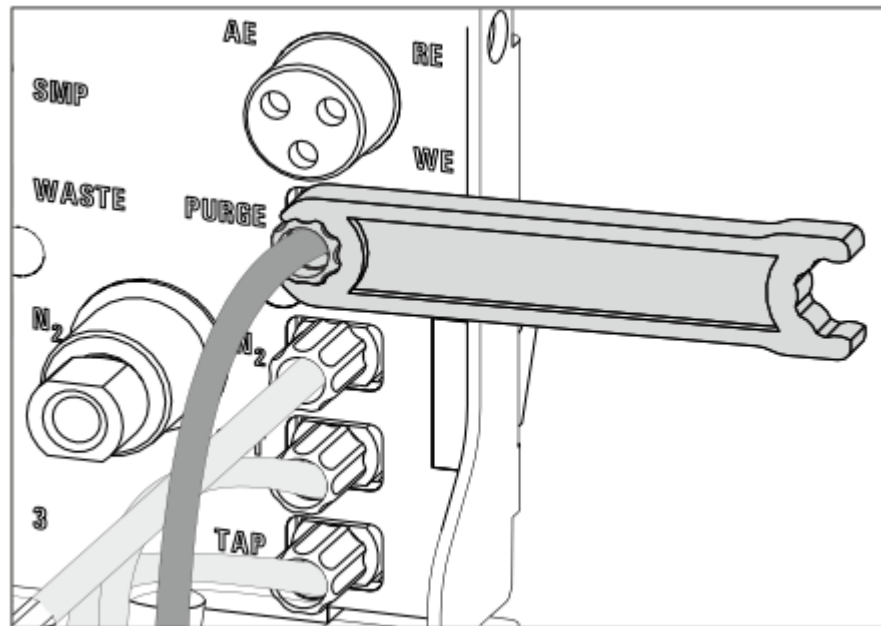


Рисунок 14. Соединение впуска газа

2 Установка смесителя

- Закрепите один конец гибкого вала к смесителю стяжным винтом. При закреплении гибкого вала вставьте его как можно дальше.
- Затяните гибкий вал. Для этого завинтите стяжной винт гибкого вала в смеситель с помощью двух гаечных ключей (6.2739.000). В процессе проследите, чтобы не возникали изломы гибкого вала.

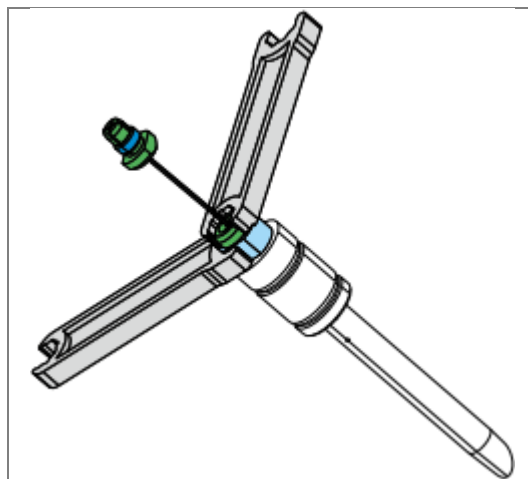


Рисунок 15. Крепление гибкого вала винтами

- Установите смеситель в отверстие (5-15) и прижмите как можно плотнее.

- Закрепите второй конец гибкого вала к приводному валу двумя стяжными винтами (4-9). При этом вставьте гибкий вал так, чтобы он образовывал плавный изгиб. Гибкий вал может быть поврежден или сломан в случае возникновения излома на гибком вале или воздействия на гибкий вал натяжения.
- Завинтите стяжной винт для закрепления гибкого вала к приводному валу с помощью двух гаечных ключей (6.2739.000). В процессе проследите, чтобы не возникали изломы гибкого вала.

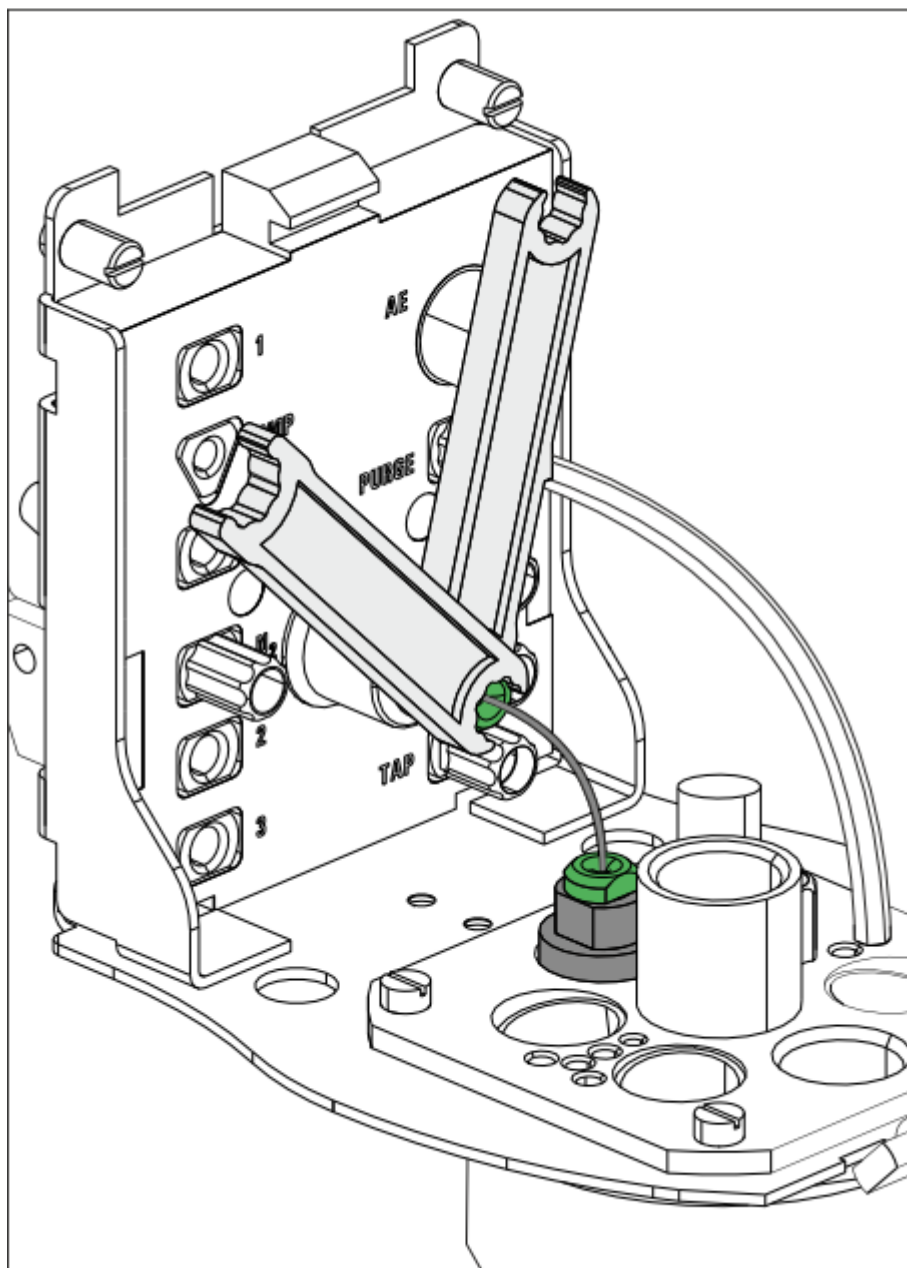


Рисунок 16. Установка и подсоединение смесителя

3 Установка заглушек

- Если отверстия (5-24)–(5-28) не требуются (для работы в ручном режиме), запечатайте их заглушками, входящими в поставку (6.2709.110).



ПРИМЕЧАНИЕ

Заглушки, изображенные на рисунке светло-синим цветом, имеют меньший диаметр, чем диаметр других заглушек. Учитывайте это при установке заглушек.

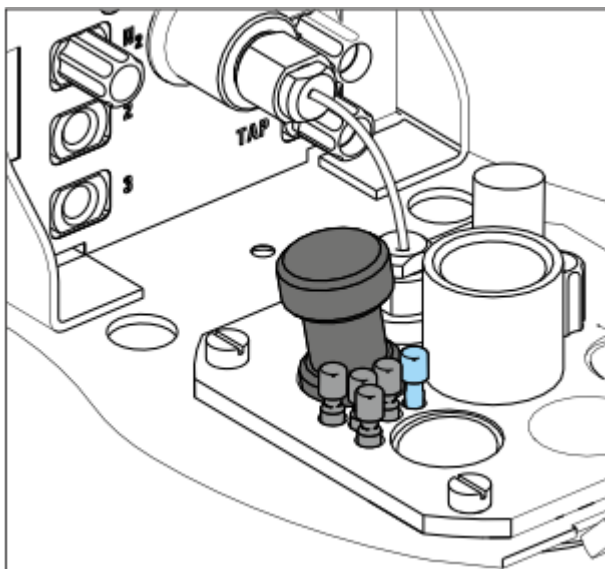


Рисунок 17. Установка заглушек

3.2.2. Подготовка электродов и их установка в измерительную головку ММЕ

Прибор 884 Professional VA основан на трехэлектродном принципе действия. Используются следующие электроды:

- Многорежимный электрод – Multi-Mode Electrode pro (MME pro) в качестве рабочего электрода (WE)
- Электрод сравнения (RE)
- Вспомогательный электрод (AE)



ПРИМЕЧАНИЕ

Соблюдайте также указания, изложенные в брошюрах к электродам, предоставляемых вместе с электродами. Кроме того, Вы можете ознакомиться с рекомендуемыми способами обращения с электродами в мультимедийном руководстве (A.717.0002).

Подробную информацию об использовании многорежимного электрода ММЕ pro можно найти в документе «Многорежимный электрод ММЕ pro» (8.110.8018XX).

3.2.2.1. Рабочий электрод (WE)

Подготовка и установка рабочего электрода

Выполните следующие действия:

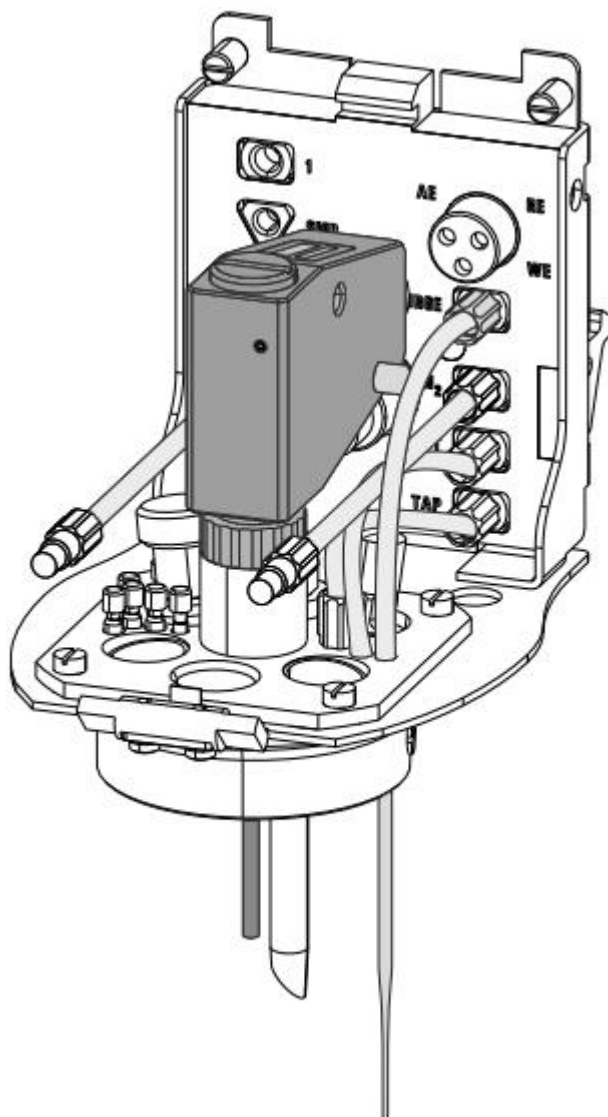
1 Подготовка рабочего электрода

Подготовьте рабочий электрод в соответствии с инструкциями, изложенными в документе «Многорежимный электрод ММЕ pro» (8.110.8018XX). При подготовке выполните следующие задачи:

- Установите трубку-капилляр.
- Вставьте иглу.
- Залейте ртуть.

2 Установка рабочего электрода во вставку измерительной головки

- Поместите пустой измерительный сосуд в держатель (1-3).
- Аккуратно вставьте электрод в отверстие (5-21) вставки измерительной головки. Нижняя часть трубки-капилляра не должна соприкасаться с измерительной головкой после вставки.



3 Подсоединение рабочего электрода



ВНИМАНИЕ

Кабели электрода сравнения, рабочего электрода и вспомогательного электрода идентичны. Соблюдайте маркировки на вилках, чтобы не перепутать эти три кабеля при подключении.

Подключите кабель электрода (4-7) с маркировкой **WE** к разъему на металлическом контакте рабочего электрода.

4 Подключение впуска инертного газа

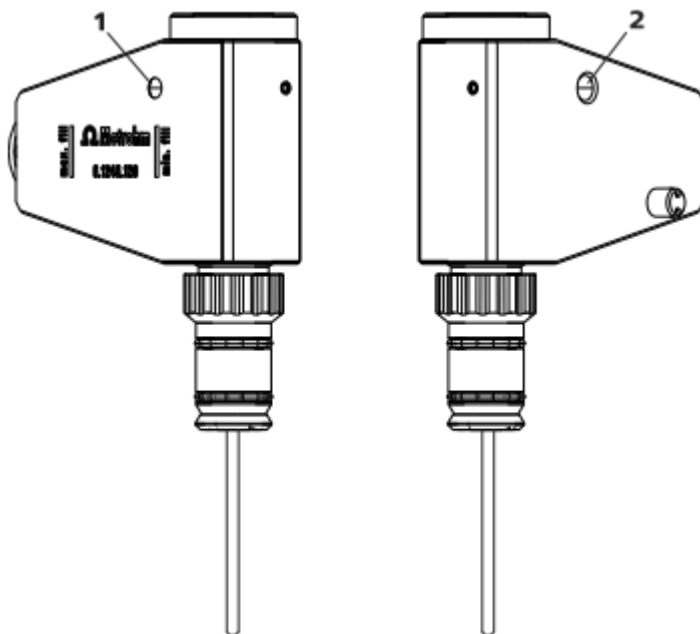


Рисунок 19. Подключение впуска инертного газа

1 Соединение подвода инертного газа, слева

2 Соединение подвода инертного газа, справа

- Привинтите ФЭП трубку к впуску инертного газа («N₂» (4-3)), к соединению (19-1) для электрода ММЕ pro.
- Привинтите ФЭП трубку к впуску инертного газа («N₂» (4-10)), к соединению (19-2) для электрода ММЕ pro.



ПРИМЕЧАНИЕ

Соблюдайте указания (см. Раздел 3.2.4, с. 41) по подсоединению источника инертного газа.

5 Регулировка игольчатого клапана

Отрегулируйте игольчатый клапан в соответствии с инструкциями, изложенными в документе «Многорезимный электрод ММЕ pro» (8.110.8018XX) и в мультимедийном руководстве «Электроды в вольтамперометрии» (A.717.0002).

6 Тестирование функционирования электрода

Проверьте функционирование электрода в соответствии с инструкциями, изложенными в документе «*Многорезжимный электрод MME pro*» (8.110.8018XX).

3.2.2.2. Электрод сравнения (RE)

Электрод сравнения состоит из следующих двух частей:

- Электрод сравнения, наполненный эталонным электролитом (например, 6.0728.120).
- Сосуд для электролита, наполненный электролитом для солевого мостика (например, 6.1245.010).

Подготовка и установка электрода сравнения

Выполните следующие действия:

- 1** Достаньте электрод сравнения из контейнера для хранения.

Электрод сравнения, являющийся частью комплекта принадлежностей, уже наполнен эталонным электролитом ($c(\text{KCl}) = 3$ моль/л).

- 2** Наполните сосуд для электролита электролитом для солевого мостика (например, $c(\text{KCl}) = 3$ моль/л) в соответствии с указаниями, изложенными в брошюре, приложенной к электроду.

- 3** Дождитесь реакции электрода для солевого мостика с сосудом для электролита, то есть, пропитывания диафрагмы электролитом для солевого мостика.

- 4** Поместите электрод сравнения в наполненный электролитом сосуд и закрепите его на месте.

Раствор электролита, вытесняемый из сосуда для электролита, откачивается из отверстий деаэрации.

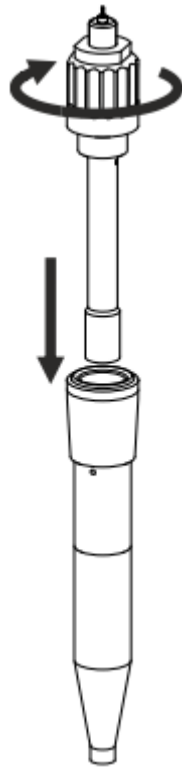


Рисунок 20. Сборка электрода сравнения и сосуда для электролита

- 5** Промойте установленный электрод сравнения сверхчистой водой.
- 6** Вставьте собранный электрод сравнения в отверстие (5-20) вставки измерительной головки.

7



ВНИМАНИЕ

Кабели электрода сравнения, рабочего и вспомогательного электрода идентичны. Соблюдайте маркировки на вилках, чтобы не перепутать эти три кабеля при подключении.

Подключите кабель электрода (4-7) с маркировкой **RE** к разъему на металлическом контакте электрода сравнения.

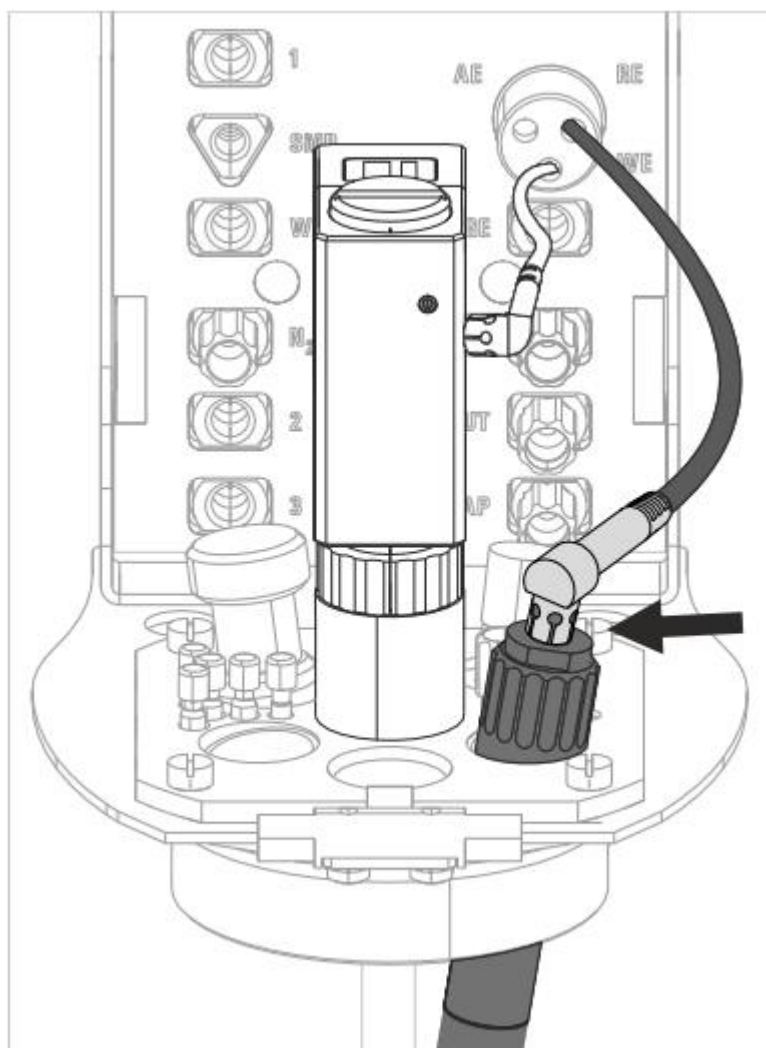


Рисунок 21. Подсоединение электрода сравнения

3.2.2.3. Вспомогательный электрод (АЕ)

В качестве вспомогательных электродов (АЕ) можно использовать следующие электроды:

- **Вспомогательный платиновый (Pt) электрод (6.0343.100):** Входит в стандартный комплект поставки.
- **Держатель электрода (6.1241.120) и стеклоуглеродный (GC) стержень (6.1247.000):** Поставляется в комплекте со вспомогательным стеклоуглеродным электродом, предлагаемым в качестве опции.

Вспомогательный Pt электрод (6.0343.000), входящий в стандартный комплект поставки, может быть установлен напрямую в измерительную головку. Вспомогательный стеклоуглеродный электрод, предлагаемый в качестве опции, необходимо сначала собрать.

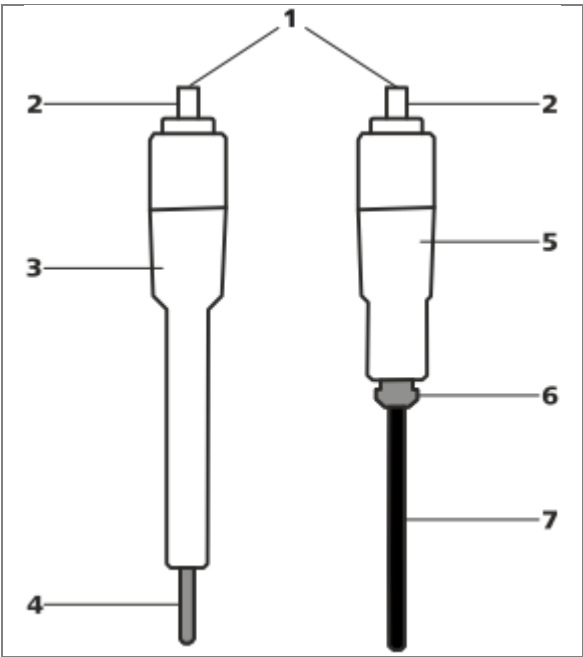


Рисунок 22. Конструкция вспомогательных электродов

1	Вспомогательный электрод	2	Электрический разъем для кабеля АЕ
3	Вспомогательный платиновый (Pt) электрод (6.0343.100)	4	Платиновый (Pt) стержень (установлен стационарно).
5	Держатель электрода (6.1241.120)	6	Фиксирующее кольцо
7	Стеклоуглеродный (GC) стержень (6.1247.000)		

Сборка вспомогательного стеклоуглеродного электрода

Для сборки предлагаемого в качестве опции вспомогательного стеклоуглеродного электрода выполните следующие действия:

1

ВНИМАНИЕ

Стеклоуглерод представляет собой ломкий, очень хрупкий материал; при установке в держатель и перемещении действуйте очень осторожно. В случае поломки стеклоуглеродного стержня оставшуюся в держателе часть можно извлечь, потянув за фиксирующее кольцо (22-6).

Вставьте стеклоуглеродный стержень (22-7) через фиксирующее кольцо (22-6) в держатель электрода (22-5) как можно дальше.

Установка вспомогательного электрода (платиновый или стеклогуглеродный вспомогательный электрод)

Для установки вспомогательного электрода в измерительную головку выполните следующие действия:

- 1 Вставьте вспомогательный электрод в отверстие (5-23) вставки измерительной головки.

2



ВНИМАНИЕ

Кабели электрода сравнения, рабочего электрода и вспомогательного электрода идентичны. Соблюдайте маркировки на вилках, чтобы не перепутать эти три кабеля при подключении.

Подключите кабель электрода (4-7) с маркировкой **AE** к разъему на металлическом контакте вспомогательного электрода.

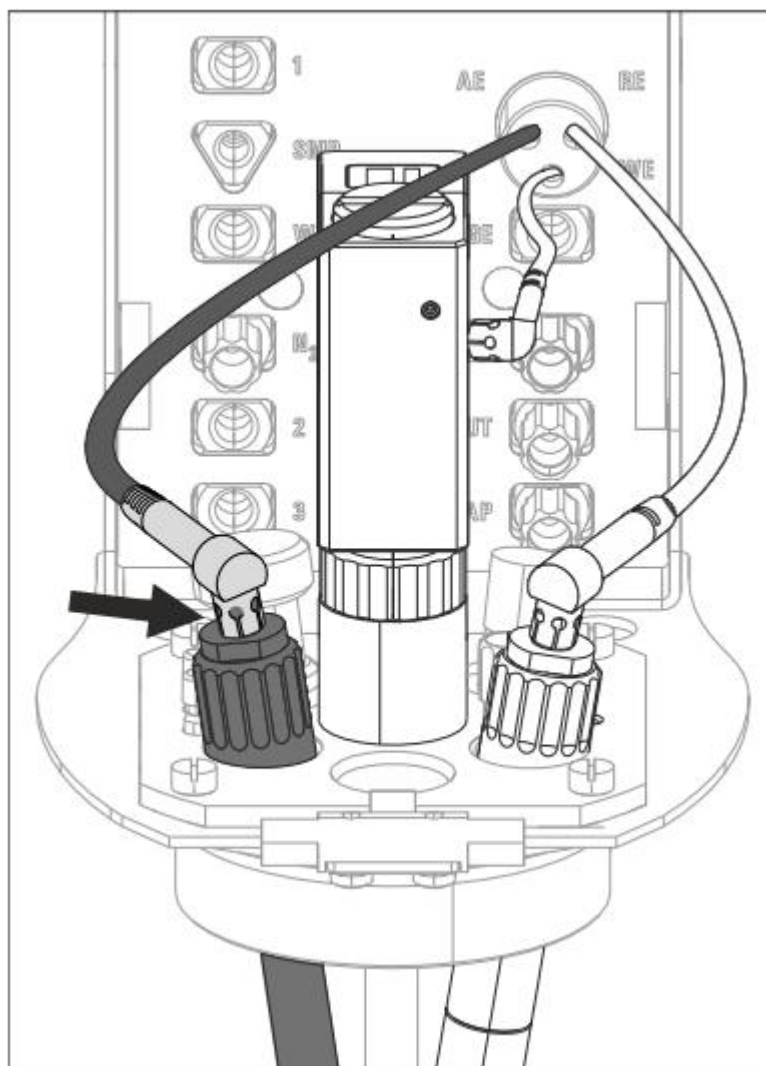


Рисунок 23. Подсоединение вспомогательного электрода

3.2.4. Подключение источника инертного газа

Как правило, в качестве инертного газа для деаэрации раствора измерения и для приведения в действие электрода ММЕ рго используется азот (N_2). Для этого можно использовать только азот достаточно высокой чистоты.

Для общей полярографии/вольтамперометрии:

- 4,5 ($w(N_2) = 99,995\%$)

При проведении анализов в органических растворителях: для определений, в результате которых возникают токи большой величины (например, в ходе измерения очень малых концентраций без предварительного осаждения)

- 5,0 ($w(N_2) = 99,999\%$)

1 Наполнение стакана промывки газа

- Выверните стакан промывки газа (1-6) из манипулятора измерительной головки.
- Наполните стакан промывки газа следующим образом:
 - Стандартная процедура: Наполните стакан промывки газа наполовину дистиллированной водой.
 - Для длительного измерения с использованием фоновых электролитов, таких как буферный раствор уксусной кислоты/ацетата или буферный раствор аммиака/хлорида аммония, добавьте фоновый электролит.
 - Для измерений в органических растворителях добавьте используемый растворитель.
- Установите стакан промывки газа на место в манипулятор измерительной головки.

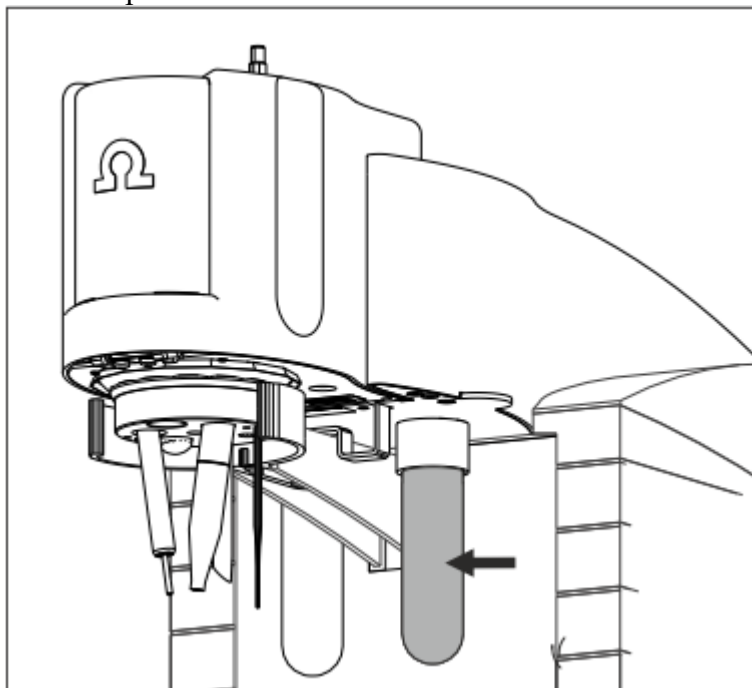


Рисунок 26. Стакан промывки газа

3.3. Оснастка измерительной головки RDE

Мы рекомендуем выполнять оснастку измерительной головки RDE непосредственно в манипуляторе измерительной головки.

Подготовка измерительной головки

Измерительная головка поставляется в комплекте со смонтированной крышкой измерительной головки. Сначала установите измерительную головку на манипулятор измерительной головки. Для этого выполните следующие действия:

1 Откиньте манипулятор измерительной головки вверх.

2



ВНИМАНИЕ

Не нажимайте с силой на приводной диск соединительной пластины на манипуляторе измерительной головки, поскольку при этом может быть поврежден двигатель смесителя.

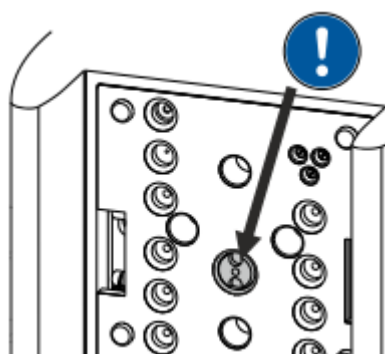


Рисунок 27. Не трогайте приводной диск

Одной рукой удерживая манипулятор измерительной головки сзади, второй рукой установите измерительную головку в соединительную пластину на манипуляторе измерительной головки.

Установка измерительной головки на месте должна сопровождаться щелчком.

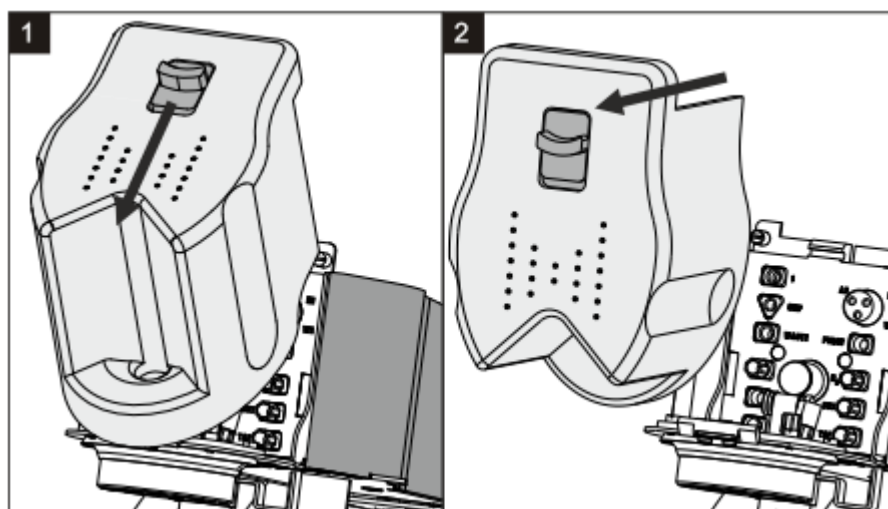


Рисунок 30. Снятие крышки измерительной головки

5



ОСТОРОЖНО

Перемещение измерительной головки вниз без должной осторожности может привести к травмированию рук. Не допускайте попадания пальцев между манипулятором измерительной головки и корпусом прибора.

Снова опустите манипулятор измерительной головки.



ВНИМАНИЕ

Вставка измерительной головки (см. Рисунок 9, с. 21), изготовлена из политетрафторэтилена (ПТФЭ). Запрещается использовать острые предметы во избежание повреждения материала.

3.3.1. Подключение впуска газа

Описание процедуры см. в Разделе 3.2.1, с. 26, Действие 1 (не применяется для анализов методом CVS).

3.3.2. Подготовка электродов и их установка в измерительную головку RDE

Прибор 884 Professional VA основан на потенциостатическом трехэлектродном принципе действия. Используются следующие электроды:

- Вращающийся дисковый электрод (RDE) в качестве рабочего электрода (WE)
- Электрод сравнения (RE)
- Вспомогательный электрод (AE)

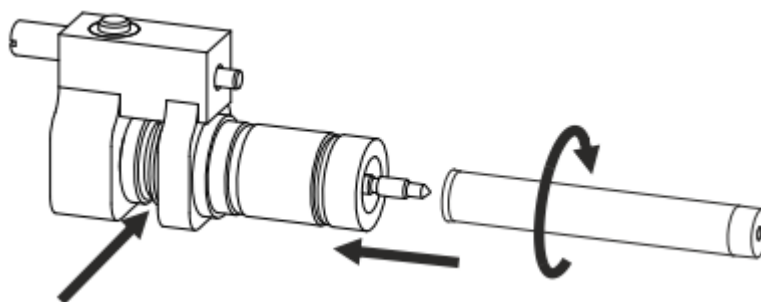


Рисунок 32. Закрепление насадки электрода к приводной оси

3 Установка рабочего электрода во вставку измерительной головки

Вставьте рабочий электрод в отверстие (9-21) во вставке измерительной головки.

Убедитесь, что штифт в нижней части приводной оси расположен в отверстии (9-15) вставки измерительной головки.

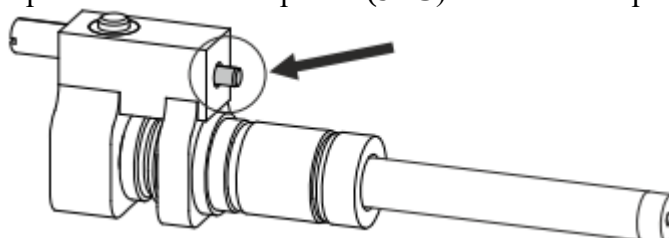


Рисунок 33. Рабочий электрод установлен

4 Закрепление приводного ремня

- Наденьте приводной ремень (6.1244.050) на приводной вал (8-9).
- Заправьте его с обеих сторон в направляющий ролик (8-13) снизу.
- Протяните его над рабочим электродом и закрепите в приводном диске приводной оси.

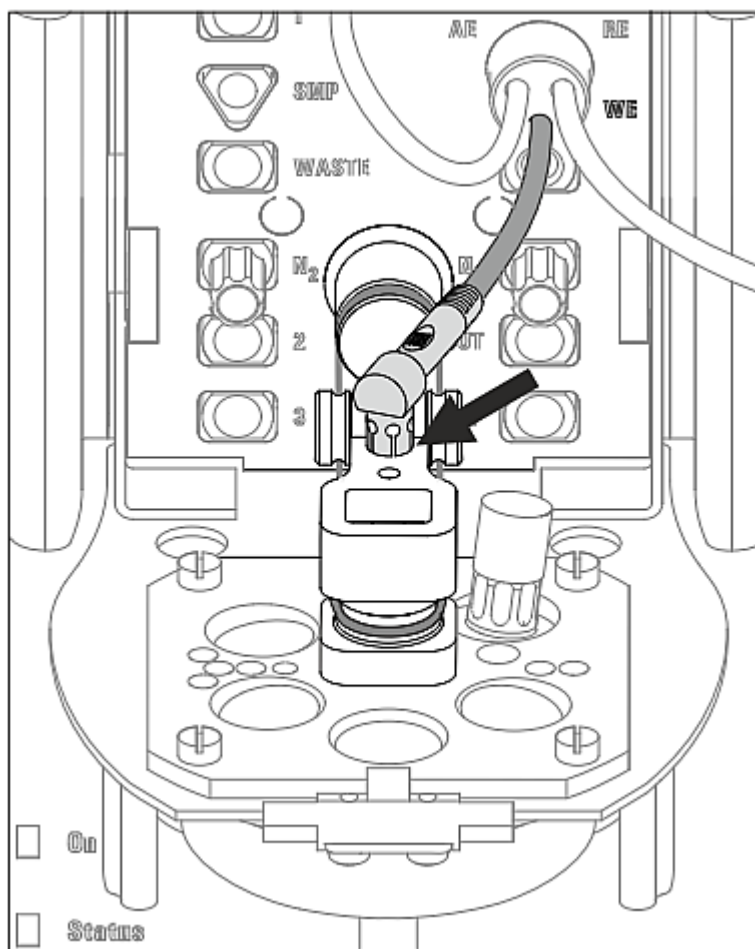


Рисунок 35. Подсоединение рабочего электрода

3.3.2.2. Электрод сравнения (RE)

Электрод сравнения состоит из следующих двух частей:

- Электрод сравнения, наполненный эталонным электролитом (например, 6.0728.130).
- Сосуд для электролита, наполненный электролитом для солевого мостика (например, 6.1245.010).

Подготовка и установка электрода сравнения

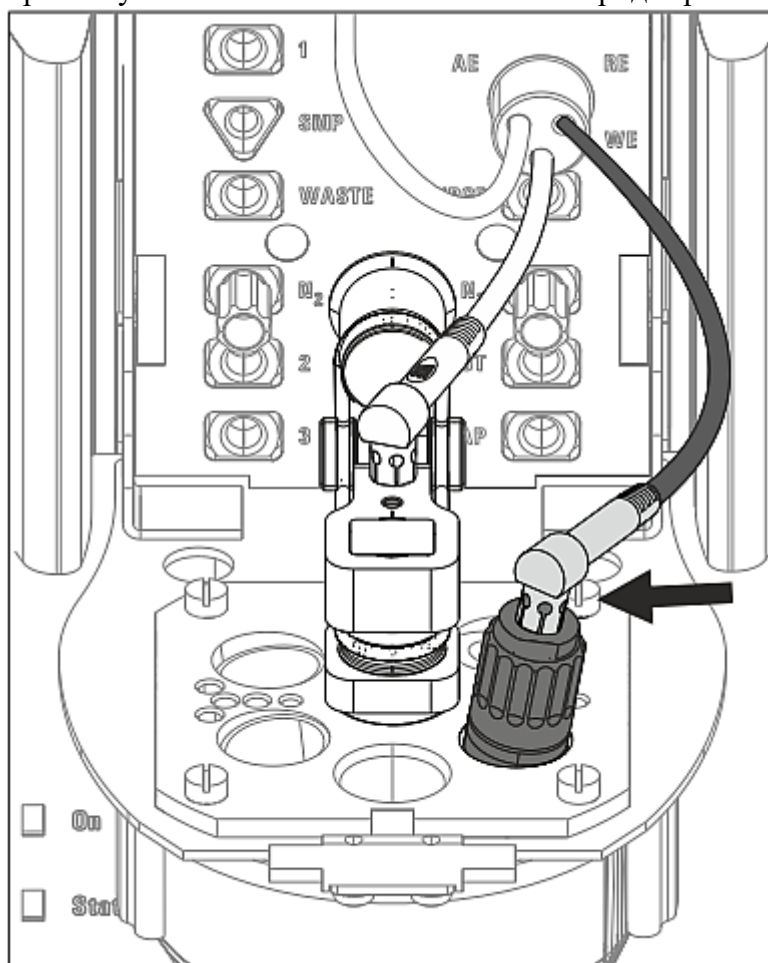
Выполните следующие действия:

- 1** Достаньте электрод сравнения из контейнера для хранения.

Электрод сравнения, являющийся частью комплекта принадлежностей, уже наполнен эталонным электролитом ($c(\text{KCl}) = 3$ моль/л).

- 2** Наполните сосуд для электролита электролитом для солевого мостика (например, $c(\text{KNO}_3) = 31$ моль/л) в соответствии с указаниями, изложенными в брошюре к электроду.

Подключите кабель электрода (8-7) с маркировкой **RE** к разъему на металлическом контакте электрода сравнения.



3.3.2.3. Вспомогательный электрод (AE)

Вспомогательный электрод (например, 6.0343.100) можно сразу устанавливать в измерительную головку.

Установка вспомогательного электрода

Выполните следующие действия:

- 1** Вставьте вспомогательный электрод в отверстие (9-23) вставки измерительной головки.

3.4. Монтаж соединений трубок

В зависимости от периферийных устройств, которые Вы используете с измерительным прибором (для ручных, полуавтоматических или автоматических определений), требуется монтаж различных соединений трубок. Описание всех соединений трубок, которые могут использоваться, приводится далее.

3.4.1. Установка четырехходовой микро-дозировочной насадки

Четырехходовая микро-дозировочная насадка (6.1824.000) может использоваться для соединения прибора 884 Professional VA с дозирующими устройствами типа 800 Dosino и для автоматической дозировки вспомогательных растворов и стандартных растворов. Информация об электрическом подключении дозирующих устройств приводится в *Разделе 3.5.2, с. 66*.

Установка четырехходовой микро-дозировочной насадки в измерительную головку

Выполните следующие действия:

- 1** Достаньте заглушку из винтового ниппеля резьбового отверстия (9-16).
- 2** Слегка ослабьте винтовой ниппель в резьбовом отверстии. При этом будет ослаблено кольцевое уплотнение, расположенное в нижней части винтового ниппеля.
- 3** Вставьте четырехходовую микро-дозировочную насадку через отверстие снизу (9-14).
- 4** Вставьте четырехходовую микро-дозировочную насадку в винтовой ниппель в резьбовом отверстии (9-16) до упора.

Запечатывание неиспользуемых ПТФЭ трубок-капилляров четырехходовой микро-дозировочной насадки

Для предотвращения случайной аспирации раствора из измерительного сосуда следует запечатать неиспользуемые ПТФЭ трубки-капилляры. Выполните следующие действия:

- 1** Навинтите муфту (6.1808.000) к каждой неиспользуемой ПТФЭ трубке-капилляру.
- 2** Завинтите резьбовую заглушку (6.1446.040) в каждую муфту (6.1808.000).

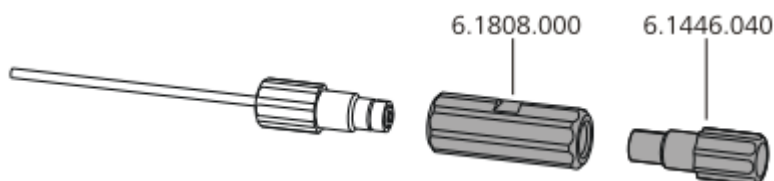


Рисунок 39. Запечатывание ПТФЭ трубки-капилляра четырехходовой микро-дозировочной насадки

3.4.2. Установка трубок-капилляров

Вы можете добавлять пробы из устройства обработки проб в автоматическом режиме через трубки-капилляры. Трубки-капилляры соединяются с перистальтическим насосом, установленным в устройстве обработки проб, и/или с дозатором (см. рисунки в Разделе 5.1.3.2, с. 85). Для закрепления трубок-капилляров требуется несколько винтовых зажимов (например, 6.2744.010).

Для получения оптимальных результатов анализа соединения трубок-капилляров должны быть герметичными и не содержать мертвого объема. Мертвый объем возникает, если два конца трубок-капилляров, соединенные между собой, прилегают не плотно, в результате чего может образовываться утечка жидкости. Существует две возможные причины этого:

- Неровно обрезанные кромки концов трубок-капилляров
- Два конца трубок-капилляров совпадают не полностью

Мы рекомендуем использовать нож для резки трубок-капилляров (6.2621.080) для создания абсолютно ровных кромок трубок-капилляров.

Установка трубки-капилляра в измерительную головку

Для установки в измерительную головку мы рекомендуем использовать ПЭЭК трубки-капилляры (например, 6.1831.020) в измерительной головке. Выполните следующие действия:

Установка трубки-капилляра в соединитель на манипуляторе измерительной головки

Мы рекомендуем использовать ПТФЭ трубки-капилляры (6.1803.020) для установки между соединителем для трубки на манипуляторе измерительной головки (см. Рисунок 10, с. 22) и дозатором и/или перистальтическим насосом. Выполните следующие действия:

- 1 Наденьте винтовой зажим на трубку-капилляр. Убедитесь, что трубка-капилляр выступает на 1–2 мм из наконечника винтового зажима.
- 2 Вставьте трубку-капилляр в резьбовое отверстие **SMP (10-4)** соединителя для трубки на манипуляторе измерительной головки как можно дальше.
- 3 Только после этого можно затягивать винтовой зажим, прочно удерживая трубку-капилляр на месте.

Соединение трубки-капилляра с дозатором

Для крепления трубки-капилляра к дозатору с помощью винтового зажима Вам потребуется адаптер для резьбового соединения на дозаторе. Выполните следующие действия:

- 1 Завинтите адаптер (6.2744.080) в порт 2 на дозаторе.
- 2 Наденьте винтовой зажим (например, 6.2744.010) на трубку-капилляр. Убедитесь, что трубка-капилляр выступает на 1–2 мм из наконечника винтового зажима.
- 3 Вставьте трубку-капилляр в резьбовое отверстие адаптера до упора.
- 4 Только после этого можно затягивать винтовой зажим, прочно удерживая трубку-капилляр на месте.

Выполните следующие действия:

- 1** Вставьте конический конец ФЭП трубки в одно из отверстий (24–27) во вставке измерительной головки.
- 2** Аккуратно протяните конический конец трубки, выступающий с нижней стороны вставки измерительной головки, через отверстие с помощью наждачной бумаги, входящей в комплект поставки.
Вставьте трубку через отверстие до совмещения защиты трубки от излома вровень с отверстием вставки измерительной головки.
- 3** Завинтите ниппель ФЭП трубки в соответствующее резьбовое отверстие (1, 2, 3 или **WASTE**) соединительной пластины измерительной головки.
- 4** Обрежьте ФЭП трубку под измерительной головкой до требуемой длины.
Во избежание взаимопроникновения между раствором в трубке и раствором в измерительном сосуде убедитесь, что конец трубки расположен выше уровня измерительного раствора. Это не применимо к трубке для слива измерительного раствора. Эта трубка должна прикасаться самого дна измерительного сосуда.

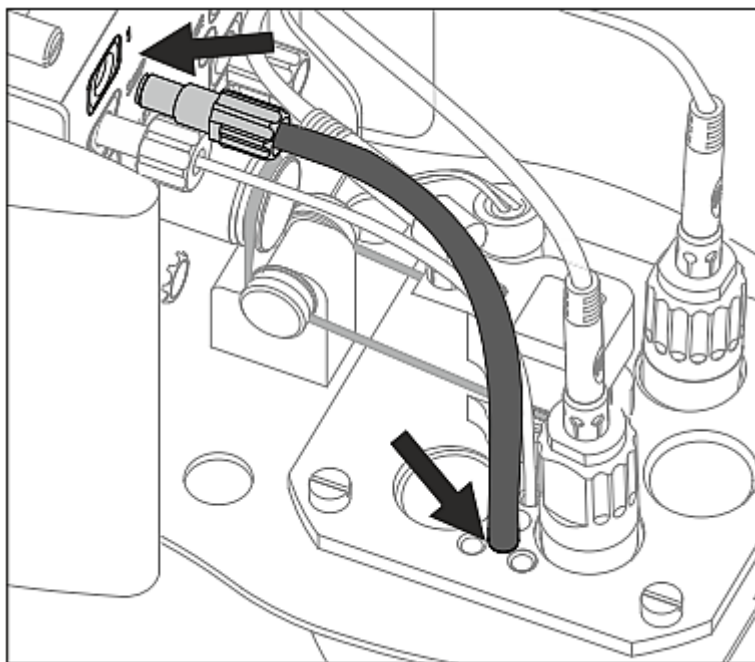


Рисунок 42. Установка одной ФЭП трубки в измерительную головку

2

**ОСТОРОЖНО**

Установка крышки измерительной головки без должной осторожности может привести к травмированию рук.

Не допускайте попадания пальцев между крышкой измерительной головки и измерительной головкой.

Отведите крышку измерительной головки назад и аккуратно вставьте на место.

Установка крышки измерительной головки должна сопровождаться щелчком.

3

Установите заглушку (7-5) в отверстие для пипетирования.

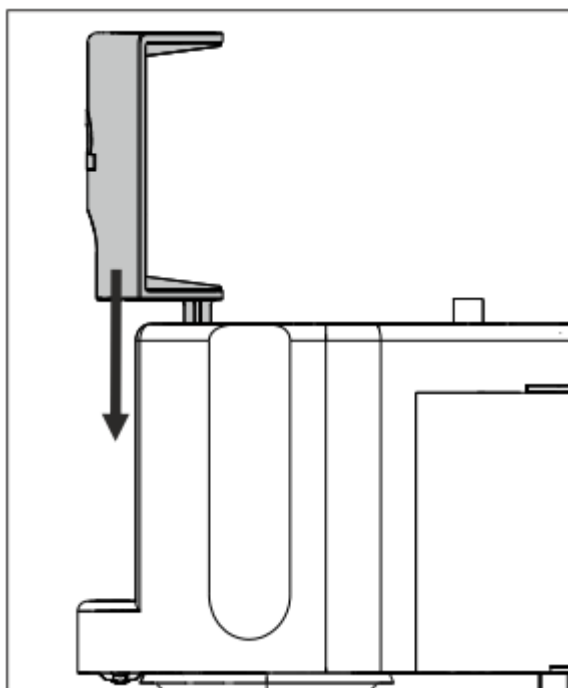


Рисунок 44. Установка заглушки в отверстие для пипетирования

Установка одной ФЭП трубки в соединитель на манипуляторе измерительной головки

Выполните следующие действия:

1

Завинтите ниппель ФЭП трубки (например, 6.1805.530) в соответствующее резьбовое отверстие (1, 2, 3 или WASTE) соединителей трубок на манипуляторе измерительной головки (см. Рисунок 59, с. 89).

Соединение ФЭП трубки с насосной станцией 843 Pump Station

Выполните следующие действия:

- 1 Подсоедините впускную трубку и выпускную трубку к двум насосам или к насосной станции 843 Pump Station (см. Рисунок 72, с. 103).

Соединение ФЭП трубки с промывочным баком

Для соединения ФЭП трубки с промывочным баком требуется специальная крышка (6.1602.115). На *Рисунке 59, с. 89*, представлена общая схема соединения трубки между промывочным баком, насосной станцией 843 Pump Station и прибором 884 Professional VA.

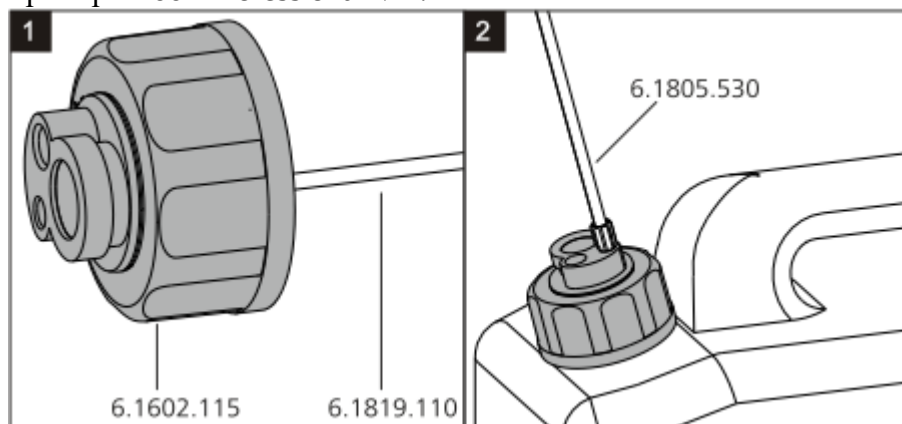


Рисунок 45. Установка крышки с трубкой на промывочном баке

Выполните следующие действия:

- 1 Вставьте ФЭП трубку (например, 6.1819.110) сверху в наименьшее резьбовое отверстие крышки (6.1602.115) до посадки расширенной части ФЭП трубки вровень с резьбовым отверстием.
- 2 Завинтите крышку с вставленной ФЭП трубкой в большее из двух отверстий промывочного бака.
- 3 Завинтите ниппель ФЭП трубки (например, 6.1805.530) в меньшее резьбовое отверстие в крышке.

Соединение ФЭП трубки с баком для отходов

Для соединения ФЭП трубки с баком для отходов требуется пятиходовой соединитель для трубки (6.1828.020). На *Рисунке 59, с. 89*, представлена общая схема соединения трубки между баком для отходов, насосной станцией 843 Pump Station и прибором 884 Professional VA.

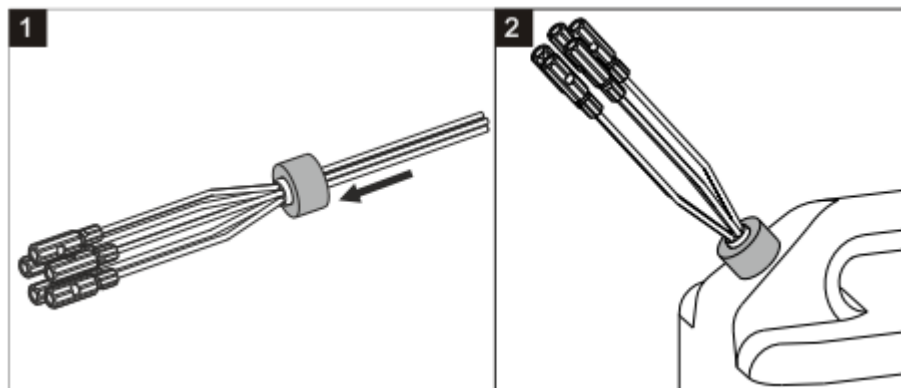


Рисунок 46. Соединение пятиходового соединителя для трубки с баком для отходов

Выполните следующие действия:

- 1** Отвинтите крышку с отверстия в центре бака для отходов.
- 2** Протяните каждую из пяти трубок от пятиходового соединителя для трубки с уже смонтированными муфтами через отверстие в снятой крышке, снизу.
- 3** Закрутите крышку с пятиходовым соединителем для трубки, установленную на месте на бак для отходов.
- 4** Привинтите ниппели ФЭП трубок (например, 6.1805.530) к муфтам на трубках.



ПРИМЕЧАНИЕ

Чтобы обеспечить бесперебойное прохождение жидкости из одного бака в другой, баки не должны быть герметизированы, при необходимости можно немного ослабить навинчивающуюся крышку.

Соединение ФЭП трубки с дозатором вспомогательного раствора

Выполните следующие действия:

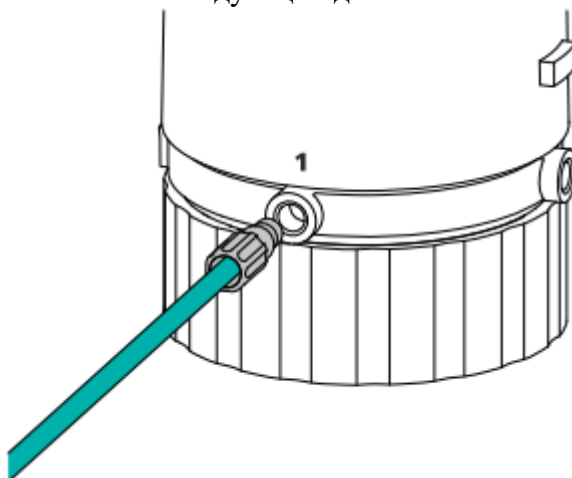


Рисунок 47. Соединение ФЭП трубки с дозатором
(вспомогательного раствора)

- 1 Привинтите ниппель ФЭП трубки (например, 6.1805.120) к порту 1 дозатора, содержащего вспомогательный раствор (например, буфер, электролит, титрованный раствор и т.д.).

3.5. Электрическое подключение приборов

3.5.1. Подключение прибора 884 Professional VA

Прибор 884 Professional VA соединяется с источником электропитания посредством силового кабеля, а с ПК – посредством кабеля управления. Оба кабеля входят в комплект поставки.



ОСТОРОЖНО

Неверное напряжение питания может привести к повреждению прибора. Эксплуатацию прибора осуществлять можно только с предписанным напряжением питания.

Для обеспечения непрерывной подачи питания мы рекомендуем использовать блок бесперебойного питания (UPS).

Подключение к источнику питания и к компьютеру

Выполните следующие действия:

- 1** Подключите прибор 884 Professional VA к источнику электропитания посредством силового кабеля (6.2122.0x0).
- 2** Подключите кабель управления (6.2151.000) к разъему «Controller» на приборе 884 Professional VA.

**ПРИМЕЧАНИЕ**

Вилка кабеля управления оборудована выдвижным приспособлением для защиты от случайного отсоединения. Если Вы хотите отключить вилку из разъема, сначала необходимо выдвинуть наружную муфту вилки.

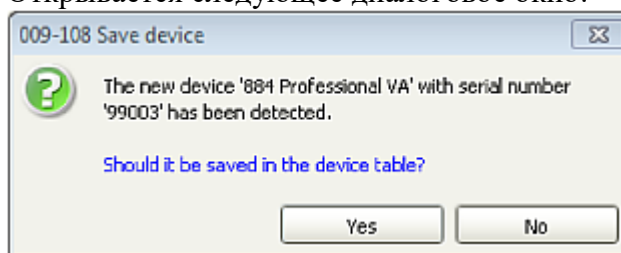
- 3** Подключите USB-штекер кабеля управления к USB-разъему компьютера.

Инициализация прибора 884 Professional VA в программе viva

Выполните следующие действия:

- 1** Запустите программу **viva**.

Открывается следующее диалоговое окно:



- 2** Мышью щелкните по кнопке «**Yes**». Открывается следующее диалоговое окно:

Properties - 884 Professional VA - 884_2

General GLP

Device name 884_1

Device type 884 Professional VA

Program version 5.884.0012

Device serial number 02117

FPGA version 122

Set to work 2015-06-23 09:26:27 UTC+2

Remarks

OK Cancel

- 3 При необходимости выберите рекомендуемое имя прибора.
- 4 Подтвердите нажатием кнопки «**OK**».
Прибор автоматически отображается в таблице устройств в разделе «**Configuration**» программы.

3.5.2. Подключение дозирующего устройства 800 Dosino

Вы можете подключать до четырех дозирующих устройств типа 800 Dosino напрямую к прибору 884 Professional VA. В качестве альтернативы Вы можете соединять дозирующие устройства посредством интерфейса 846 Dosing, устройства для смены проб или другого поддерживаемого устройства, оборудованного выходами MSB.



ПРИМЕЧАНИЕ

Дозирующее устройство 800 Dosino подключается к приборам компании «Metrohm» посредством соединительного разъема MSB. Убедитесь, что штекерная часть разъема соответствует маркировке гнезда.

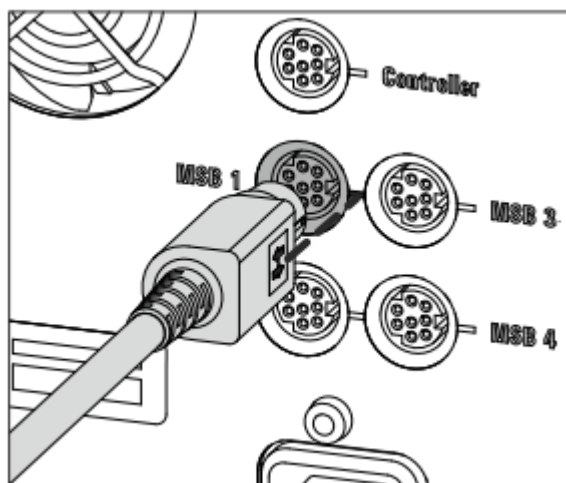


Рисунок 48. Подключение дозирующего устройства к гнезду MSB



ПРИМЕЧАНИЕ

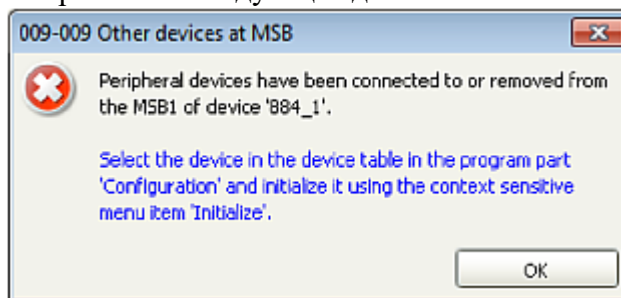
Информацию о сборке дозирующего устройства Dosino с дозатором, а также о процедурах эксплуатации и технического обслуживания можно найти в руководстве к системе 800 Dosino.

Подключение дозирующего устройства 800 Dosino с дозатором напрямую к прибору 884 Professional VA

Выполните следующие действия:

- 1 Подключите соединительный кабель дозирующего устройства 800 Dosino к одному из четырех разъемов MSB (2-8) на приборе 884 Professional VA.

Открывается следующее диалоговое окно:



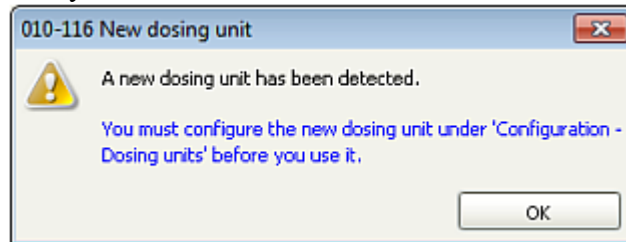
- 2 Подтвердите нажатием кнопки «OK».

Инициализация дозатора в программе viva

Выполните следующие действия:

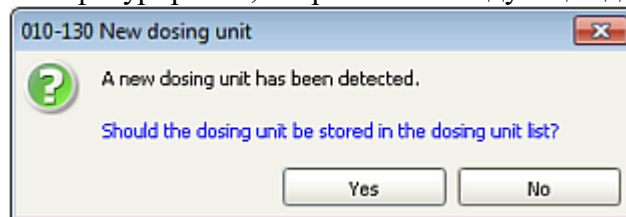
- 1** Выберите прибор 884 Professional VA в таблице устройств в разделе «**Configuration**» программы.
- 2** В таблице устройств мышью щелкните по кнопке «**Edit**» и выберите «**Initialize**».

Если Вы подключаете дозатор новой модели, открывается следующее диалоговое окно:



ИЛИ:

Если Вы подключаете дозатор, который ранее уже был сконфигурирован, открывается следующее диалоговое окно:



- 3** Мышью щелкните по кнопке «ОК», если Вы используете дозатор новой модели.

Открывается следующее диалоговое окно:

Dosing unit -

Dosing unit GLP

Hardware

Name

Comment

Device name / dosing device

Order number

Serial number

Cylinder volume mL

Cylinder serial number

Parameters for preparation

Dosing port Prep/Empty

Dosing rate Dosing port 1 mL/min

Dosing rate Dosing port 2 mL/min

Dosing rate Fill port mL/min

Dosing rate Special port mL/min

Tubing parameters

	Port	Length	Diameter
Dosing port 1	Port 1	80.0 cm	0.3 mm
Dosing port 2	Port 3	0.0 cm	2.0 mm
Fill port	Port 2	25.0 cm	2.0 mm
Special port	Port 4	0.0 cm	2.0 mm

Valve disk

Rotating direction

Not over

OK Cancel

4 В этом диалоговом окне сконфигурируйте новый дозатор.



ПРИМЕЧАНИЕ

Скорректируйте параметры **«Length»** и **«Diameter»** в меню **«Tubing parameters»** для фактической установки. Это обеспечит надлежащее функционирование функций в программе **viva**, таких как **«Prepare»** или **«Empty»**. Размеры длины и диаметра соединений трубок на манипуляторе измерительной головки приводятся в *Разделе 8.1, с. 141*.

- 5** Если Вы используете ранее сконфигурированную модель дозатора, мышью щелкните по кнопке «**Yes**». Дозатор автоматически отображается в подокне «**Dosing units**» раздела «**Configuration**» программы.



ПРИМЕЧАНИЕ

Проверьте параметры в меню «**Tubing parameters**» и при необходимости скорректируйте их для фактической установки.

3.5.3. Подключение устройства обработки проб

С прибором 884 Professional VA могут использоваться следующие устройства обработки проб.

- Устройство обработки проб 858 Professional Sample Processor
- Автосэмплер 919 IC Autosampler plus
- Устройство обработки проб 814 USB Sample Processor
- Устройство обработки проб 815 Robotic USB Sample Processor XL

Устройства обработки проб подключаются к источнику питания посредством силового кабеля, к ПК – посредством кабеля управления.



ОСТОРОЖНО

Неверное напряжение питания может привести к повреждению прибора. Эксплуатацию прибора осуществлять можно только с предписанным напряжением питания.

Для обеспечения непрерывной подачи питания мы рекомендуем использовать блок бесперебойного питания (UPS).

Подключение к источнику питания и к ПК

Выполните следующие действия:

- 1 Подключите устройство обработки проб к источнику электропитания посредством силового кабеля (6.2122.0x0).
- 2 Подключите кабель управления (6.2151.000) к разъему «Controller» на устройстве обработки проб.

**ПРИМЕЧАНИЕ**

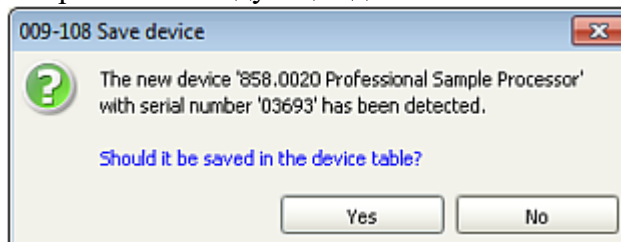
Вилка кабеля управления оборудована выдвижным приспособлением для защиты от случайного отсоединения. Если Вы хотите отключить вилку из разъема, сначала необходимо выдвинуть наружную муфту вилки.

- 3** Подключите USB-штекер кабеля управления к USB-разъему компьютера.

**ПРИМЕЧАНИЕ**

Мы рекомендуем подключать устройство обработки проб к компьютеру напрямую, но не к одному из двух USB-разъемов на задней панели прибора 884 Professional VA.

Открывается следующее диалоговое окно:



- 4** Мышью щелкните по кнопке «**Yes**».

Открывается следующее диалоговое окно:

The screenshot shows a Windows-style dialog box titled "Properties - 858.0020 Professional Sample Processor - 858 Professional Sa...". It has two tabs: "General" (selected) and "GLP". The "General" tab contains the following fields:

- Device name:** 858 Professional Sample Processor 1
- Device type:** 858.0020 Professional Sample Processor
- Program version:** 5.858.0011
- Device serial number:** 03693
- Set to work:** 2013-03-28 14:23:57 UTC+1
- Remarks:** (An empty text area for notes.)

At the bottom right of the dialog are "OK" and "Cancel" buttons.

- 5 При необходимости выберите рекомендуемое имя прибора.
- 6 Подтвердите нажатием кнопки «**OK**».
Прибор автоматически отображается в таблице устройств в разделе «**Configuration**» программы.

3.5.4. Подключение внешнего насоса

Если требуется ввод или аспирация растворов с помощью внешнего насоса, мы рекомендуем использовать насосную станцию 843 Pump Station с мембранным насосом. Насосная станция 843 Pump Station подключается к колонке устройства обработки проб посредством кабеля 6.2141.300.

Подключение насосной станции 843 Pump Station

Выполните следующие действия:

- 1 Подключите насосную станцию 843 Pump Station к источнику электропитания посредством силового кабеля (6.2122.0x0).
- 2 Подключите вилку кабеля дистанционного управления (6.2141.300) к разъему «Remote 2» насосной станции 843 Pump Station.

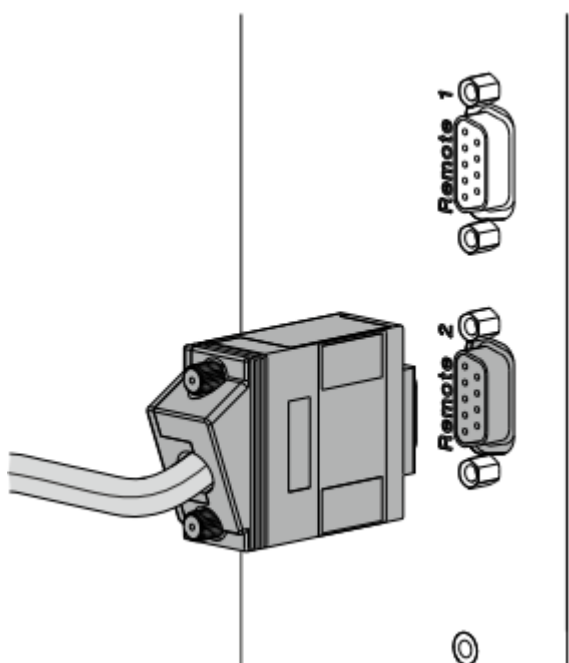


Рисунок 49. Подключение внешнего насоса с помощью кабеля дистанционного управления

- 3** Подключите два кабельных штекера (6.2141.300) для соединительных разъемов насоса к колонке устройства обработки проб.

Убедитесь, что маркировки на кабелях соответствуют маркировкам гнезд на колонке – «Ext.Pump 1» и «Ext.Pump 2».

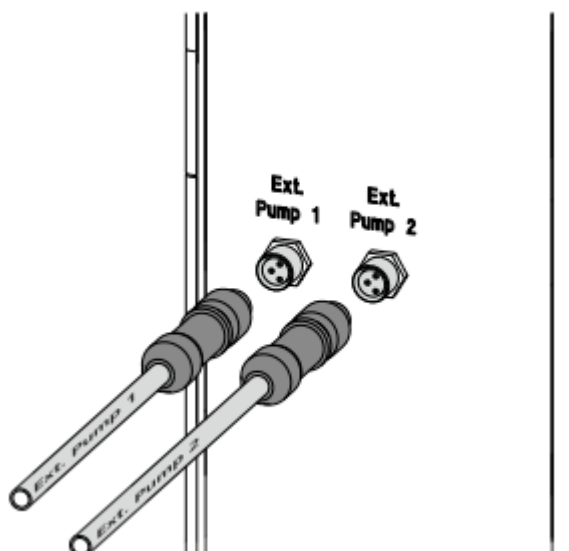


Рисунок 50. Подключение внешнего насоса к колонке



3.5.5. Подключение USB-устройств напрямую к измерительному прибору

При помощи USB-интерфейсов в измерительный прибор можно интегрировать дополнительные USB-устройства. Вы можете, например, подключать следующие USB-устройства:

- Сканер штрих-кода
- Клавиатура
- Мышь
- USB-разветвитель



ПРИМЕЧАНИЕ

Для подключения устройств компании «Metrohm» к USB-разъему используйте только штекеры и гнезда типа USB.

4. Ввод в эксплуатацию

Управление прибором 884 Professional VA следует осуществлять исключительно с помощью компьютерного программного обеспечения **viva**. Информацию о работе с программой **viva** Вы можете найти в онлайн-справке и в практических инструкциях по процедурам вольтамперометрии и циклической инверсионной вольтамперометрии.

Для первоначального ввода в эксплуатацию прибора 884 Professional VA выполните следующие действия:

Подготовка системы к вводу в эксплуатацию



ОСТОРОЖНО

Случайное разбрызгивание реактивов

Разбрызгивание реактивов может привести к травмированию. Используйте прибор 884 Professional VA только с установленной измерительной головкой и с закрытым манипулятором измерительной головки.

- 1** Установите измерительную головку в соответствии с указаниями, изложенными в пункте «Подготовка измерительной головки», с. 43.
- 2** Оснастите измерительную головку электродами (см. Раздел 3.3.2, с. 45).
- 3** Смонтируйте соединения трубок в измерительной головке и между прибором 884 Professional VA и периферийными устройствами (см. Раздел 3.4, с. 53).
- 4** Установите крышку измерительной головки и заглушку (7-5) в измерительную головку в соответствии с указаниями, изложенными в пункте «Установка крышки измерительной головки», с. 60.
- 5** Установите измерительный сосуд в держатель (1-3).

3

Properties - 884 Professional VA - 884_4

General MSB 1 MSB 2 MSB 3 MSB 4 **Calibrator** GLP

Calibrator serial number

Set to work

Remarks

☒ **Monitor calibrator**

Exchange interval days

Next check

Message

☐ Message by e-mail

☐ Acoustic signal

Action

☐ Record message

☒ Display message

☐ Cancel determination

5. Конфигурации системы

В следующих разделах представлены схемы возможных конфигураций системы для следующих режимов работы:

- Ручная работа
- Полуавтоматическая работа
- Автоматическая работа

Для каждого режима работы перечислены компоненты, которые необходимы в дополнение к прибору 884 Professional VA или комплекту электродов для вольтамперометрии или циклической инверсионной вольтамперометрии. Кроме того, для управления прибором и оценки измерений требуется программное обеспечение viva.

5.1. Прибор 884 Professional VA для вольтамперометрического определения следовых количеств

5.1.1. Процедура вольтамперометрического определения следовых количеств в ручном режиме

В ручном режиме работы все растворы вводятся через отверстие пипетирования (5-22). Поэтому необходимо установить и подсоединить только три электрода; соединения трубок, кроме описанных в *Разделе 3.2* и в *Разделе 3.3*, не требуются.

Вам нужен прибор 884 Professional VA (2.884.0110) и комплект электродов для вольтамперометрии (6.5339.0x0).

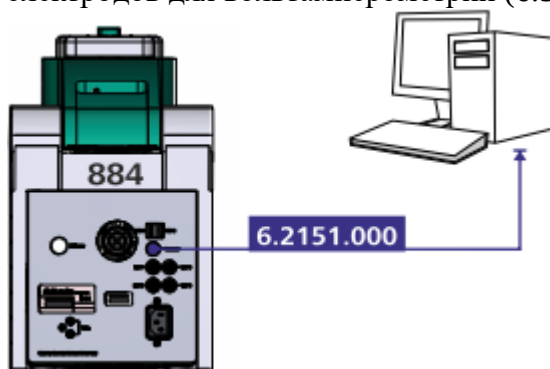


Рисунок 51. Ручной режим работы – Электрическое соединение

5.1.2. Процедура вольтамперометрического определения следовых количеств в полуавтоматическом режиме

В полуавтоматическом режиме работы пробы, а также стандартные и вспомогательные растворы можно вводить либо автоматически с помощью дозаторов, либо вручную через отверстие для пипетирования.

Для конфигураций системы, представленных на следующих схемах, в дополнение к полуавтоматической версии прибору 884 Professional VA (2.884.1110) Вам потребуется комплект электродов для вольтамперометрии (6.5339.0x0)

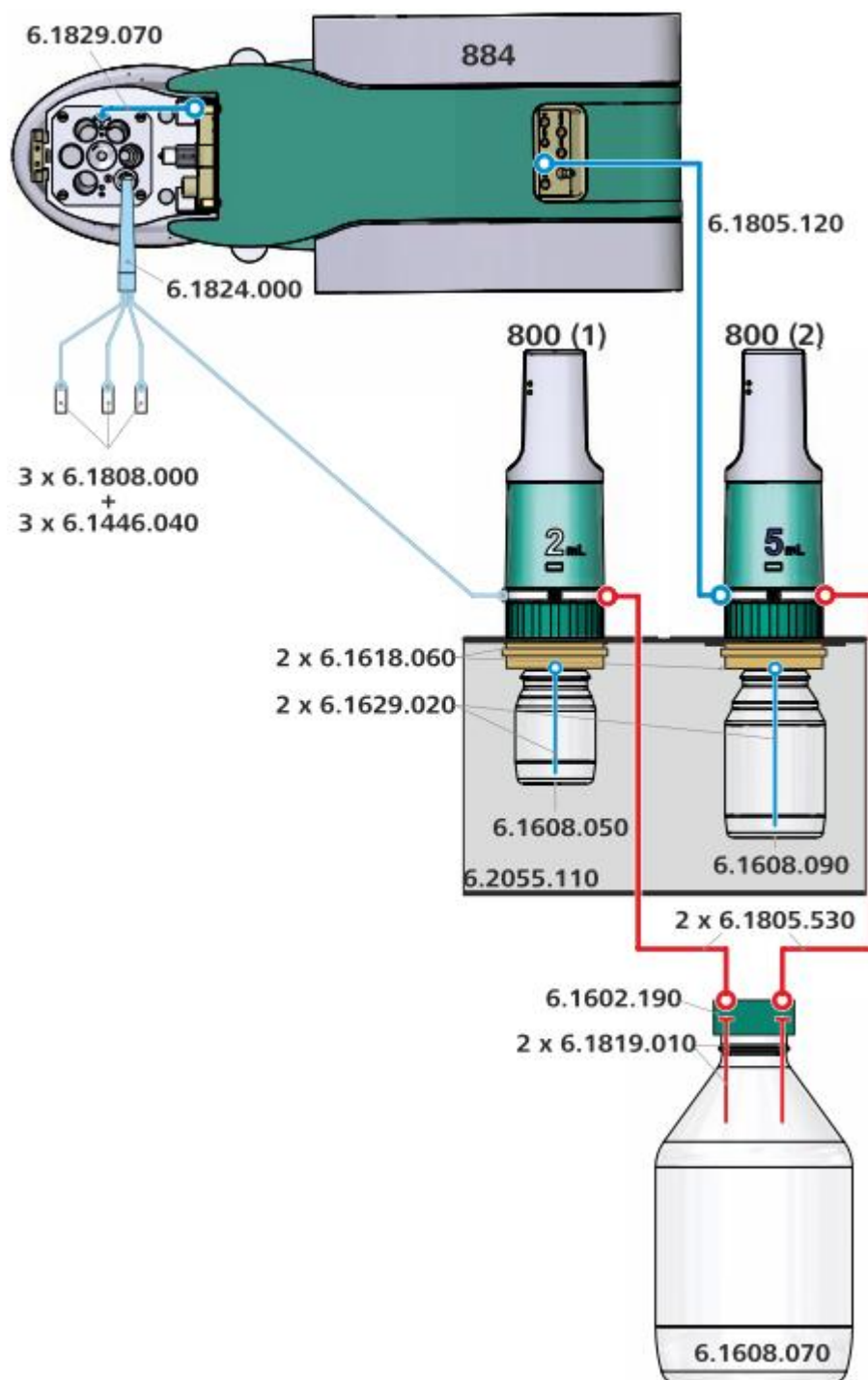
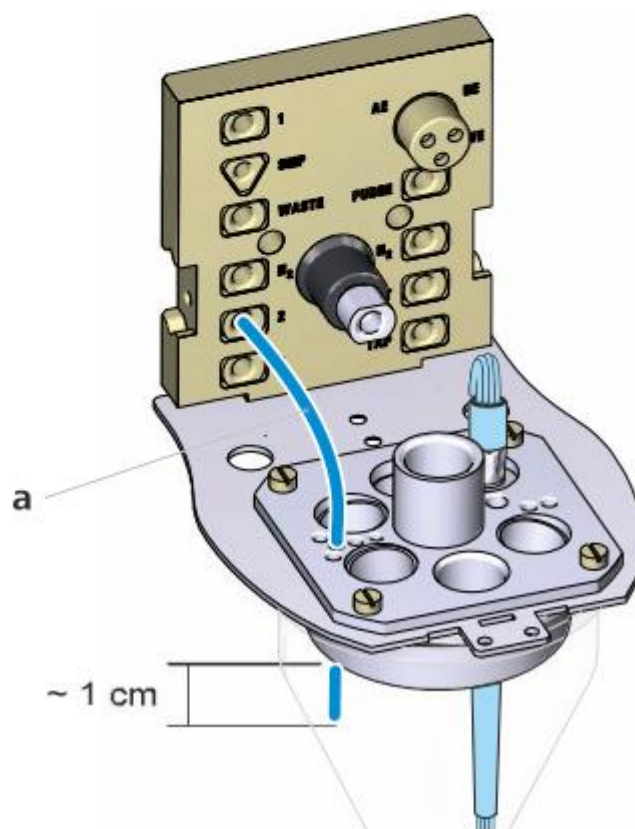


Рисунок 53. Полуавтоматический режим работы – Схема соединений трубок с двумя дозаторами



а ФЭП трубки (комплект трубок 6.1829.070)
Используйте трубки с короткой защитой от излома

5.1.3. Процедура вольтамперометрического определения следовых количеств в автоматическом режиме

Прибор 884 Professional VA можно использовать со следующими устройствами обработки проб:

- Устройство обработки проб 858 Professional Sample Processor
- Автосэмплер 919 IC Autosampler plus
- Устройство обработки проб 814 USB Sample Processor
- Устройство обработки проб 815 Robotic USB Sample Processor XL

Для конфигураций систем, представленных на следующих схемах, Вам потребуются следующие опции в дополнение к полуавтоматической версии прибора 884 Professional VA (2.884.1110) и комплекту электродов для вольтамперометрии (6.5339.0x0):

- Автосэмплер 919 IC Autosampler plus (2.919.0020)
- Насосная станция 843 Pump Station (2.843.0240)
- Кабель дистанционного управления (6.2141.300)

5.1.3.1. Электрическое соединение приборов

На следующей схеме представлен пример электрического соединения устройств в автоматическом режиме работы:



ПРИМЕЧАНИЕ

Мы рекомендуем подключать все кабели управления (6.2151.000) напрямую к ПК, без каскадного подключения их к USB-портам на задней панели прибора.

5.1.3.2. Монтаж соединений трубок

На следующих рисунках представлены схемы соединений трубок в автоматическом режиме работы:

<i>Рисунок 56</i>	<i>Автоматический режим работы – Схема соединения трубок с 2 дозирующими устройствами Dosino</i>
<i>Рисунок 57</i>	<i>Автоматический режим работы – Схема соединений трубок – Прибор 884 Professional VA</i>
<i>Рисунок 58</i>	<i>Автоматический режим работы – Схема соединений трубок – Дозировочные устройства 800 Dosino</i>
<i>Рисунок 59</i>	<i>Автоматический режим работы – Схема соединений трубок – Ввод промывочного раствора и откачивание отработанного раствора</i>
<i>Рисунок 60</i>	<i>Автоматический режим работы – Схема соединений трубок – Промывочный раствор и отработанный раствор – Прибор 884 Professional VA</i>
<i>Рисунок 61</i>	<i>Автоматический режим работы – Конфигурация трубок – Измерительная головка</i>

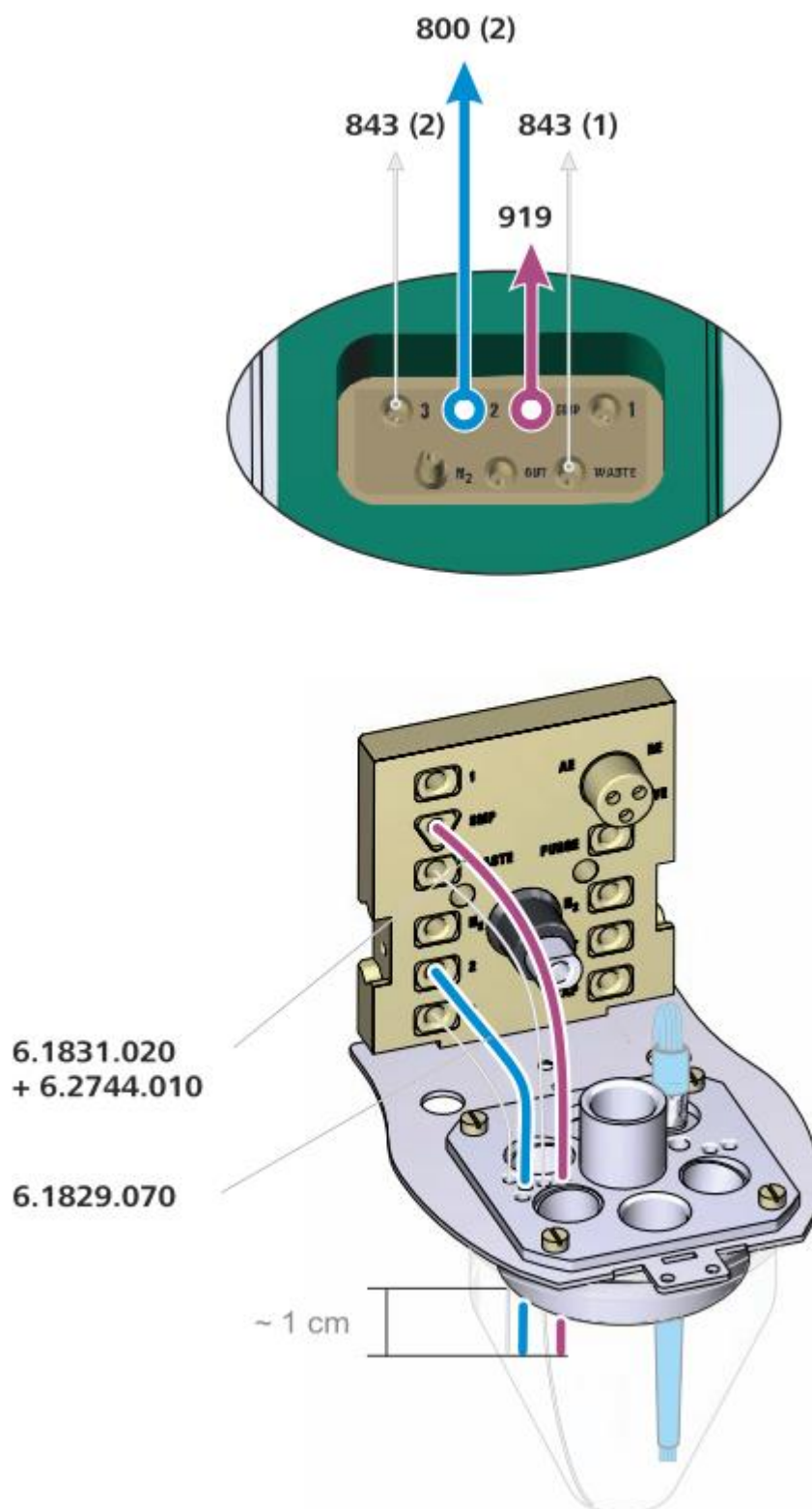


Рисунок 57. Автоматический режим работы – Схема соединений трубок – Прибор 884 Professional VA

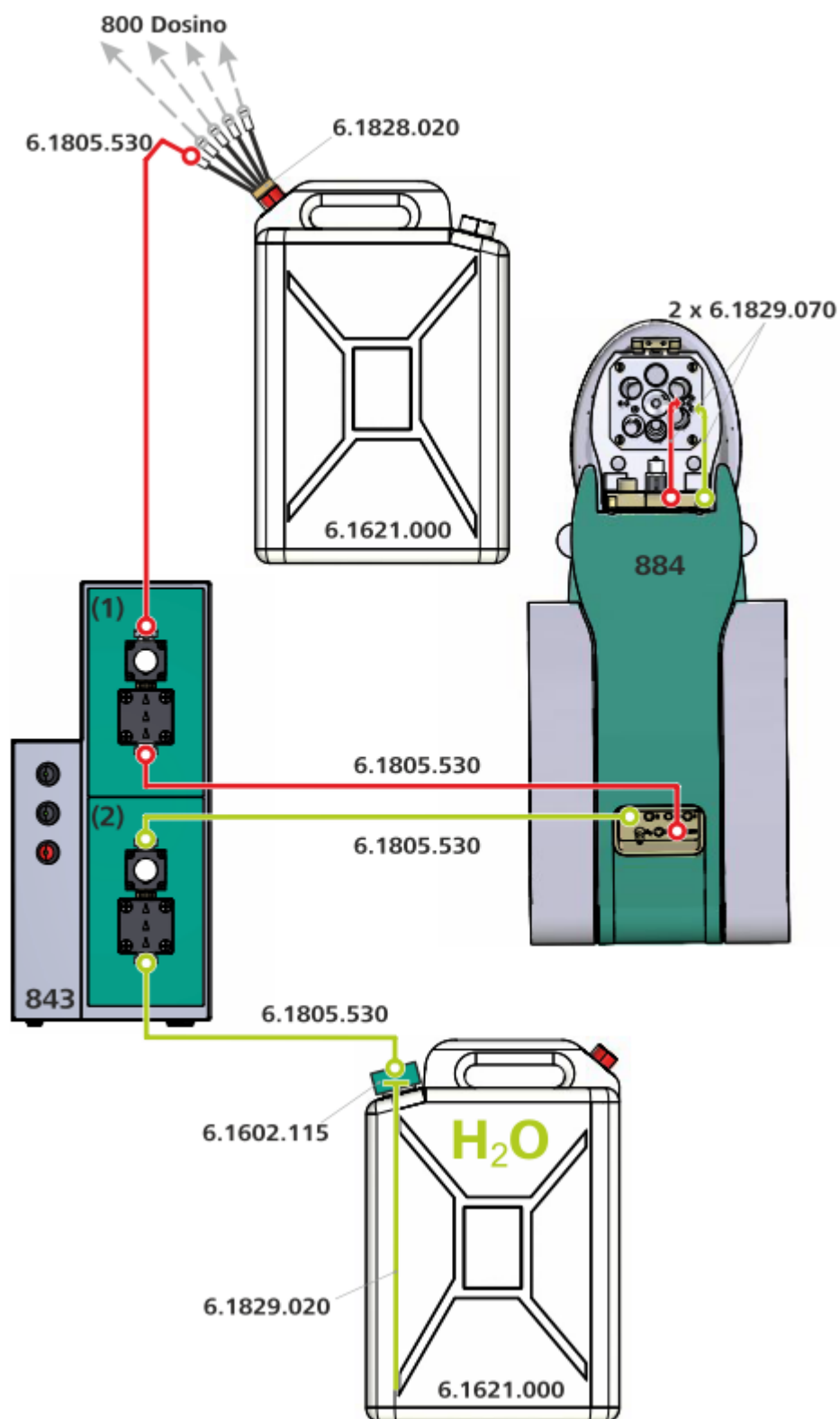


Рисунок 59. Автоматический режим работы – Схема соединений трубок – Ввод промывочного раствора и откачивание отработанного раствора

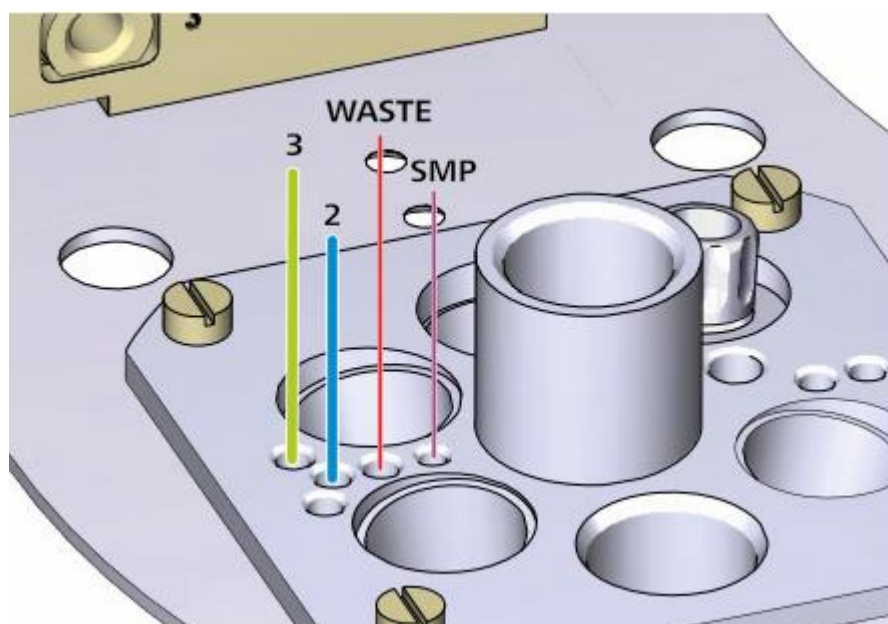


Рисунок 61. Автоматический режим работы – Конфигурация трубок – Измерительная головка

5.2. Прибор 884 Professional VA для анализа методом CVS

5.2.1. Процедура анализа методом CVS в ручном режиме

В ручном режиме работы все растворы вводятся через отверстие пипетирования (9-22). Поэтому необходимо установить и подсоединить только три электрода; соединения трубок не требуются.

Вам нужен прибор 884 Professional VA для анализа методом CVS (2.884.0210) и комплект электродов для анализа методом CVS (6.5339.0x0).

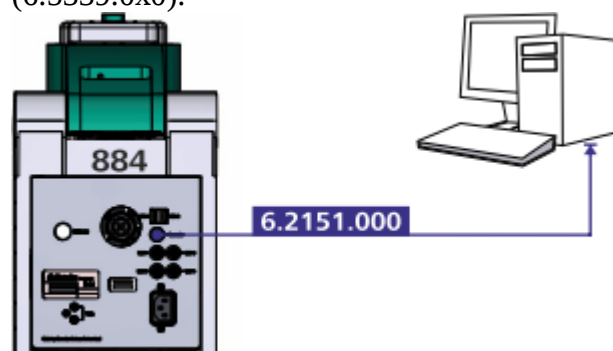


Рисунок 62. Ручной режим работы – Электрическое соединение

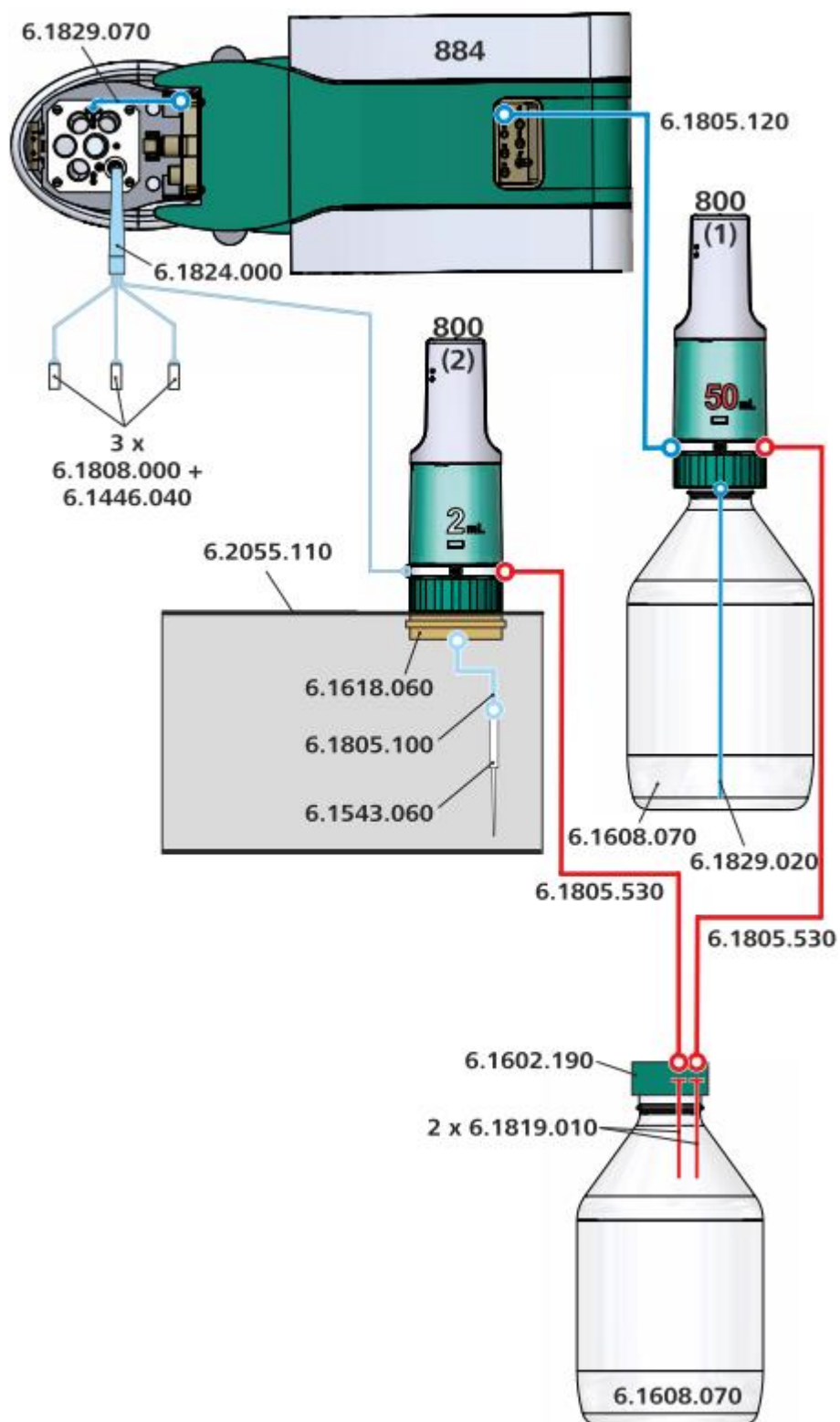


Рисунок 64. Полуавтоматический режим работы – Схема соединений трубок с двумя дозаторами

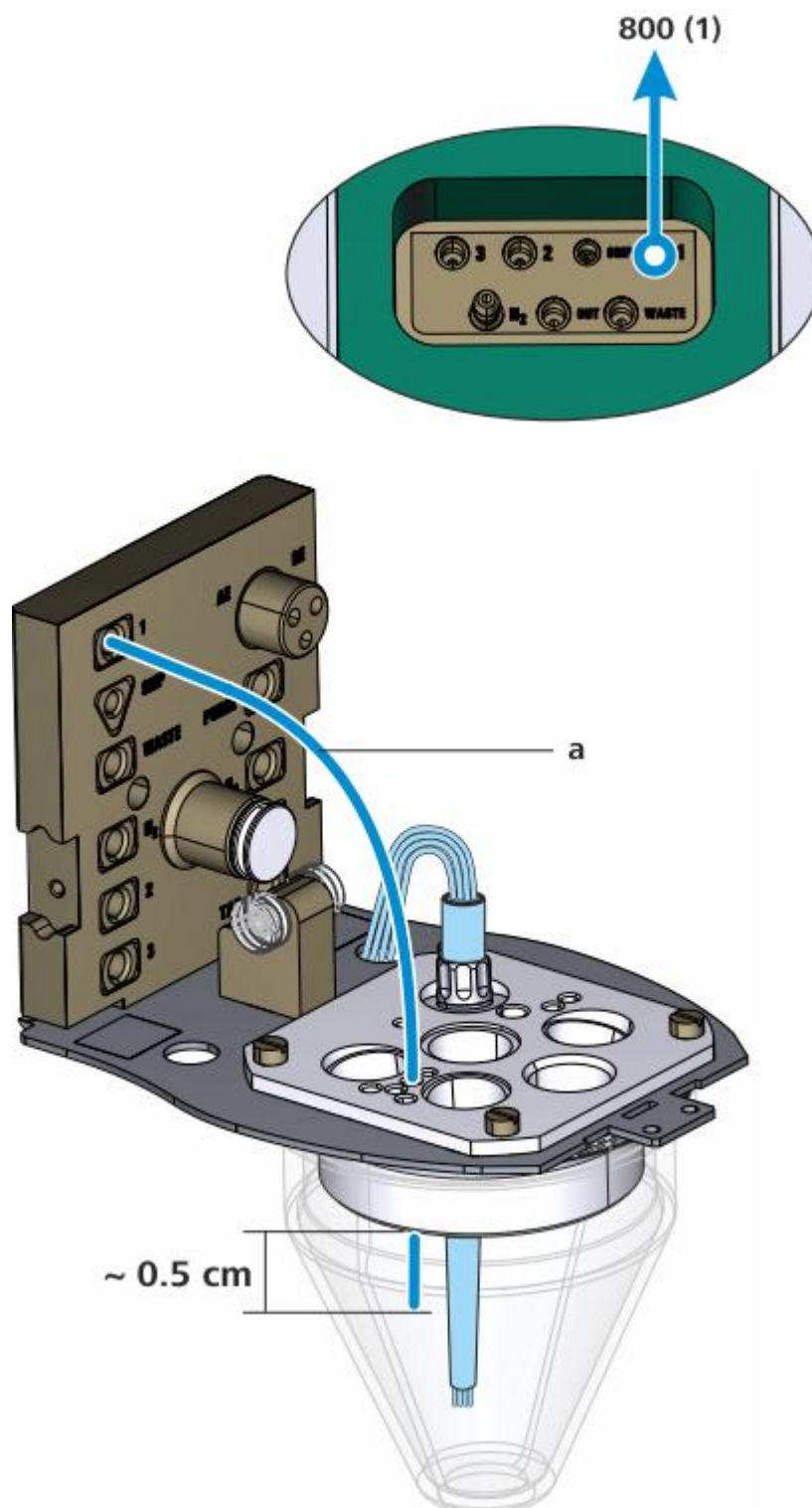


Рисунок 66. Полуавтоматический режим работы – Схема соединений трубок – Прибор 884 Professional VA

а ФЭП трубки (комплект трубок 6.1829.070)
Используйте трубки с защитой от излома по всей длине

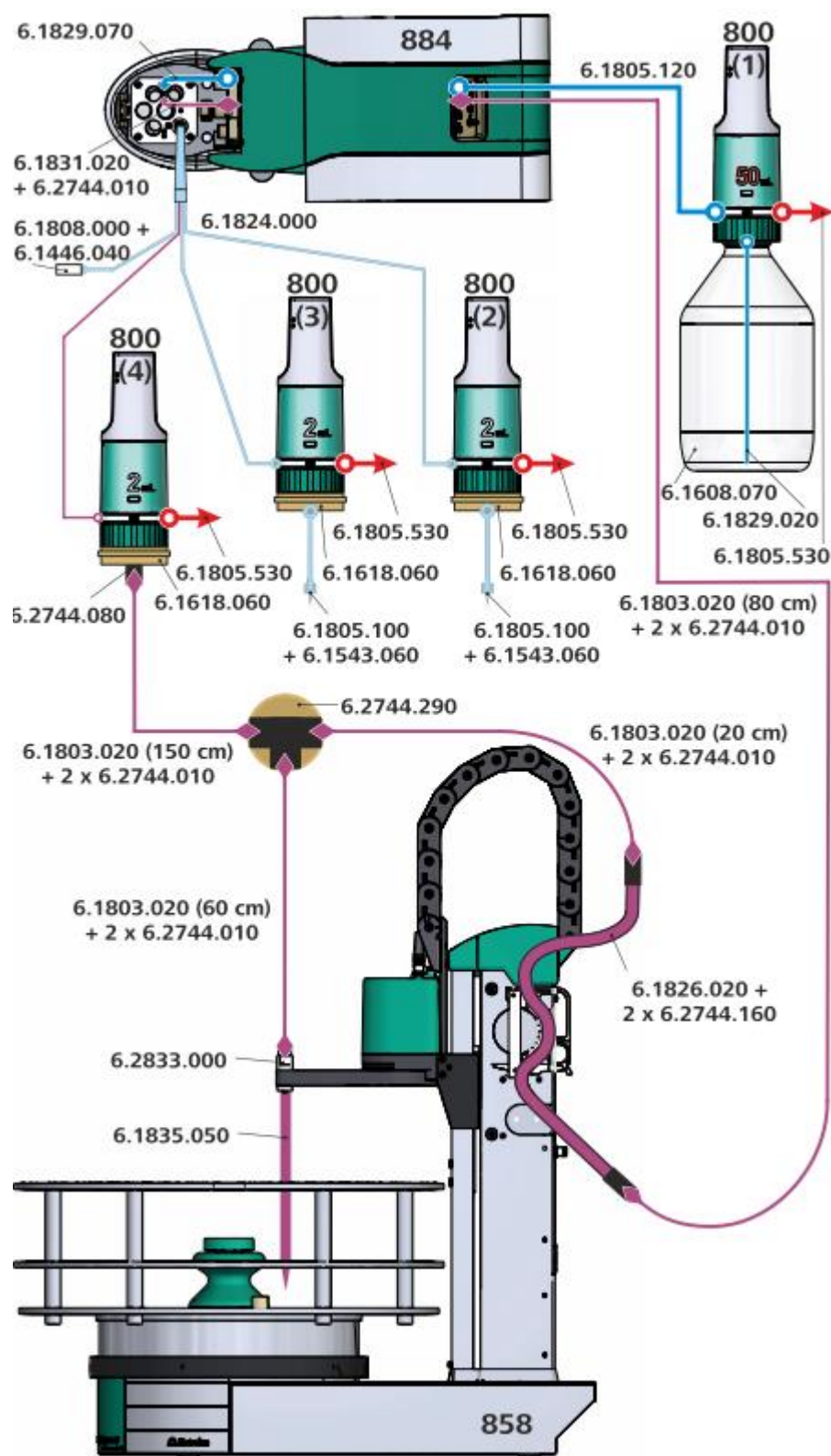
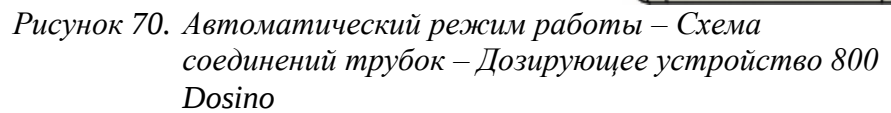


Рисунок 68. Автоматический режим работы – Схема соединений трубок – Общий вид



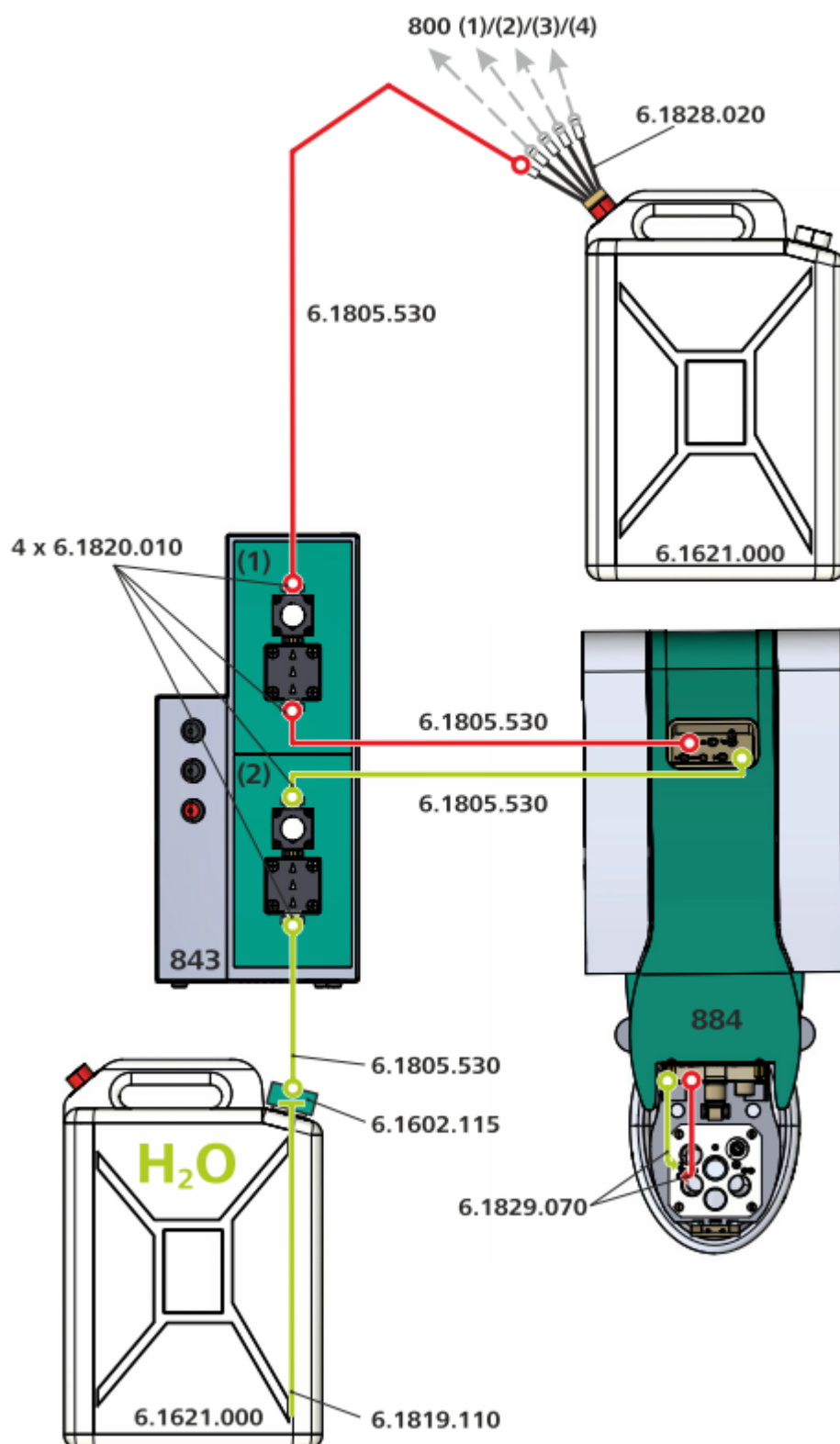


Рисунок 72. Автоматический режим работы – Схема соединений трубок – Ввод промывочного раствора и откачивание отработанного раствора

6. Эксплуатация и техническое обслуживание

6.1. Технический уход



ОСТОРОЖНО

Запрещается вскрывать корпус прибора. При этом прибор может быть поврежден. Кроме того, существует опасность получения тяжелых травм при контакте с компонентами под напряжением.

Внутри прибора не имеется деталей, требующих обслуживания или замены пользователем.

Прибор требует надлежащего ухода. Чрезмерное загрязнение прибора может привести к возникновению неисправностей и сокращению срока службы даже надежных механических и электронных компонентов.



ВНИМАНИЕ

Хотя приняты все требуемые конструктивные меры предосторожности, в случае проникновения агрессивных рабочих сред внутрь прибора следует немедленно достать вилку питания из розетки во избежание серьезного повреждения электроники прибора. О таких ситуациях необходимо сообщать в сервисную службу компании «Metrohm».

Разлитые химические вещества и растворители следует немедленно убирать. В частности, необходимо обеспечить защиту от загрязнения соединительных разъемов (особенно разъемов питания).

6.4. Обслуживание многорежимного электрода ММЕ pro

Многорежимный электрод ММЕ pro требует регулярного технического обслуживания для обеспечения его эффективного функционирования. Различают сокращенное техническое обслуживание и полное техническое обслуживание. Техническое обслуживание многорежимного электрода ММЕ pro выполняет следующие задачи:



ПРИМЕЧАНИЕ

Более подробную информацию об отдельных процедурах можно найти в документе «Многорежимный электрод ММЕ pro» (8.110.8018XX) и в мультимедийном руководстве «Электроды в вольтамперометрии» (A.717.0002).

1 Сокращенное техническое обслуживание

- Дозаправка ртути
- Замена трубок-капилляров
- Замена иглы
- Регулировка игольчатого клапана

2 Полное техническое обслуживание

- Опорожнение емкости с ртутью
- Демонтаж трубок-капилляров
- Демонтаж иглы
- Очищение корпуса электрода
- Установка новых трубок-капилляров
- Установка новой иглы
- Дозаправка ртути
- Регулировка игольчатого клапана

6.5. Процедура тестирования с контрольной ячейкой

При обнаружении каких-либо проблем или отклонений во время или после определений (например, ошибочные кривые) Вы можете провести тестирование с контрольной измерительной ячейкой. В ходе такого тестирования выполняется проверка кабелей аппаратного обеспечения и электродов до измерительной головки; это позволяет локализовать или исключить потенциальные проблемы. Проверка самих электродов во время **тестирования с контрольной ячейкой** не выполняется.

Выполните следующие действия:

- 1 Загрузите шаблон метода «**Dummy cell test**» в программе **viva**.

6.6. Процедура тестирования со свинцом в стандартном растворе, электрод ММЕ, режим измерений POL

Тестирование со свинцом (Pb) в стандартном растворе представляет собой общепринятый метод проверки функционирования электродов. Этот метод основан на измерении концентрации свинца в предоставляемом вместе с прибором ионном стандартном растворе с электродом DME. Диапазон измерений массовой доли свинца составляет 0,1 - 10 мг/л.

Для данного тестирования требуются следующие реактивы:

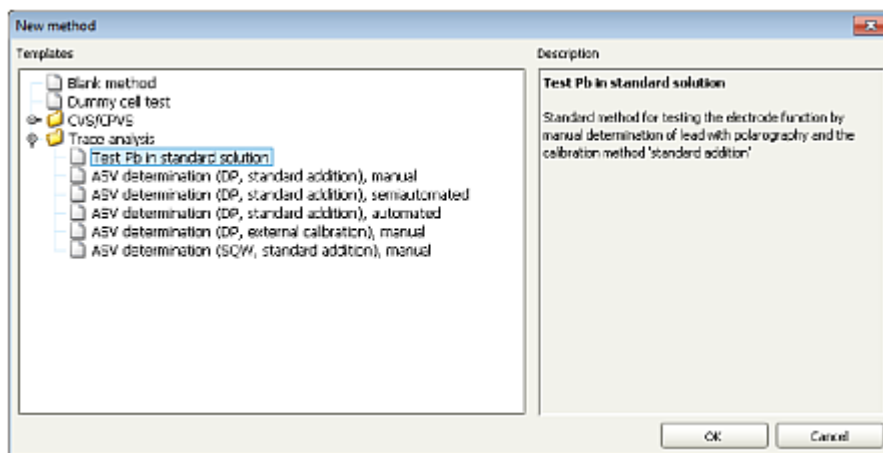
- 20 мл сверхчистой воды
- 0,5 мл хлорида калия с(KCl) = 3 моль/л (номер компании «Metrohm» 6.2308.020)
- 0,3 мл ионного стандартного раствора свинца $\beta(\text{Pb}) = 1$ г/л (номер компании «Metrohm» 6.2301.100)

Для проведения тестирования выполните следующие действия:



- 1 В программе **viva** мышью щелкните по этой иконке, чтобы открыть раздел **«Method»** программы.

- 2 Откройте диалоговое окно **«New method»** в меню **«File ► New...»**.



- 3 Выберите **«Templates ► Trace analysis ► Test Pb in standard solution»** и мышью щелкните по кнопке [OK]. Открывается шаблон метода.

- 4 Выберите имя для используемого прибора 884 Professional VA из списка в меню управления дифференциальной импульсной вольтамперометрией **«POL»** во вкладке **«General/Hardware»**.

- 5 В меню **«File ► Save as...»** сохраните метод под именем **«Test Pb in standard solution»**.



- 6 Мышью щелкните по иконке открытия раздела **«Workplace»** программы.



- 7 В окне «**Run**» выберите метод «**Test Pb in standard solution**», созданный на основе шаблона метода во вкладке «**Single determination**» в поле «**Method**».
- 8 Выберите опцию «**Sample**» в поле «**Sample type**».
- 9 В поле «**Sample amount**» введите «**0.1 mL**».
- 10 Нажмите кнопку [**Start**], чтобы запустить анализ.
- 11 Добавьте 20 мл сверхчистой воды в пустой измерительный сосуд прибора 884 Professional VA и подтвердите нажатием кнопки [**OK**].
- 12 Добавьте 0,5 мл хлорида калия $c(\text{KCl}) = 3$ моль/л в измерительный сосуд и подтвердите нажатием кнопки [**OK**].
- 13 С помощью пипетки добавьте 100 мкл ионного стандартного раствора свинца $\beta(\text{Pb}) = 1$ г/л в измерительный сосуд в качестве пробы и подтвердите нажатием кнопки [**OK**].
- 14 Анализ раствора измерения проводится дважды.
- 15 С помощью пипетки добавьте 100 мкл ионного стандартного раствора свинца $\beta(\text{Pb}) = 1$ г/л в измерительный сосуд через отверстия для пипетирования (5-22) и подтвердите нажатием кнопки [**OK**].
- 16 Анализ раствора меченой пробы (с добавкой) проводится дважды.
- 17 С помощью пипетки добавьте 100 мкл ионного стандартного раствора свинца $\beta(\text{Pb}) = 1$ г/л в измерительный сосуд через отверстия для пипетирования (5-22) и подтвердите нажатием кнопки [**OK**].
- 18 Анализ раствора двукратно меченой пробы (с повторной добавкой) проводится дважды. После этого тестирование завершается.
- 19 Оценка измерения может быть выполнена на основе результатов, отображаемых в базе данных в окне «**Result overview**». Требуется соответствие следующим критериям:
 - Результат (POL.Pb.Концентрация): $\beta(\text{Pb}) = 0,9 - 1,1$ г/л
 - Точность (Степень извлечения): 90–100%
 - Относительная погрешность (POL.Pb.Концентрация.Остаточное стандартное отклонение (RSD)): $\leq 3\%$

При проведении поверочных испытаний вольтамперметрического анализатора в режиме полярографии (POL), для определения метрологических характеристик необходимо провести определить концентрации следующих контрольных растворов:

- при проведении первичной поверки:

- 0,10 мг/л, программа «Поверка POL 20 мл 0,1 mgL - add 0,2 мл 10 мгЛ». Для проведения анализа в качестве образца используется 20 мл стандартного раствора Pb конц. 0,1 мг/л, к раствору добавляется 0,5 мл KCl 3М, в качестве добавок дважды используется по 0,2 мл раствора Pb конц. 10 мг/л.
- 10 мг/л, программа «Поверка POL 20 мл 10 мг Л - add 0,1 мл 1 г Л». Для проведения анализа в качестве образца используется 20 мл стандартного раствора Pb конц. 10 мг/л, к раствору добавляется 0,5 мл KCl 3М, в качестве добавок дважды используется по 0,1 мл раствора Pb конц. 1 г/л.

- при периодической поверке:

- 1 мг/л, программа «Поверка POL 20 мл 1 мг Л - add 0,2 мл 1 г Л». Для проведения анализа в качестве образца используется 20 мл стандартного раствора Pb конц. 1 мг/л, к раствору добавляется 0,5 мл KCl 3М, в качестве добавок дважды используется по 0,2 мл раствора Pb конц. 1 г/л.

При проведении поверочных испытаний вольтамерометрического анализатора в режиме анодной инверсионной вольтамерометрии (ASV) режим работы ММЕ электрода HMDE, для определения метрологических характеристик необходимо провести определить концентрации следующих контрольных растворов:

- при проведении первичной поверки:

- 1 мкг/л, программа «Поверка ASV Pb 1 мкг Л». Для построения внешнего калибровочного графика, сначала проводят анализ стандартного раствора (20 мл стандартного раствора Pb конц. 100 мкг/л, к раствору добавляется 0,5 мл KCl 3М) выбрав во вкладке Workplace, sample type – standard. Для проведения измерения концентрации раствора в качестве образца (20 мл стандартного раствора Pb конц. 100 мкг/л, к раствору добавляется 0,5 мл KCl 3М) проводят его измерение, указав во вкладке Workplace, sample type – sample.
- 100 мкг/л, программа «Поверка ASV 100 mkg L». Для проведения анализа в качестве образца используется 20 мл стандартного раствора Pb конц. 100 мкг/л, к раствору добавляется 0,5 мл KCl 3М, в качестве добавок дважды используется по 0,2 мл раствора Pb конц. 10 мг/л.

- при периодической поверке:

- 50 мкг/л, программа «Поверка ASV 50 mkg L». Для проведения анализа в качестве образца используется 20 мл стандартного раствора Pb конц. 50 мкг/л, к раствору добавляется 0,5 мл KCl 3М, в качестве добавок дважды используется по 0,1 мл раствора Pb конц. 10 мг/л.

6.7. Замена кабелей электродов

При некоторых условиях один или несколько из трех кабелей электродов могут быть повреждены (например, при случайном зажатии крышкой измерительной головки). Если возникают повреждения кабелей электродов, надлежащее функционирование прибора не может быть гарантировано. В такой ситуации необходимо заменить весь комплект кабелей (6.2112.100). Выполните следующие действия:

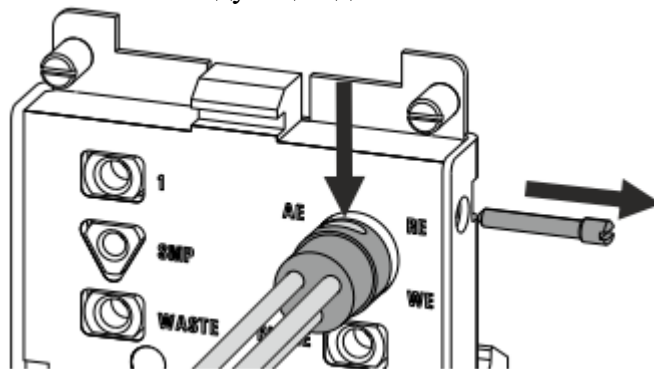


Рисунок 78. Замена кабелей электродов

- 1 Достаньте измерительную головку из манипулятора измерительной головки (см. Раздел 6.3, с. 106).
- 2 Достаньте заглушку и снимите крышку с измерительной головки (см. Рисунок 29, с. 44 и Рисунок 30, с. 45).
- 3 Выверните винт в правой части соединительной пластины измерительной головки с помощью отвертки.
- 4 Выдвиньте контакт тройного разъема сзади вперед через соединительную пластину измерительной головки.
- 5 Достаньте комплект кабелей.
- 6 Установите комплект новых кабелей.



ПРИМЕЧАНИЕ

При установке комплекта новых кабелей убедитесь, что паз в форме эллипса в цилиндре направлен вверх. Это необходимо для соединения трех электродов с соответствующими разъемами внутри измерительного прибора.

- 7** Аккуратно затяните винт в правой части соединительной пластины измерительной головки.

6.8. Регулировка иглы ввода проб в устройстве обработки проб

Если требуется ввод всего объема пробы из устройства обработки проб, рабочее положение колонки устройства обработки проб должно быть отрегулировано таким образом, чтобы полиэфирэфиркетонная (ПЭЭК) игла ввода проб была расположена не более чем на 0,5 мм над дном емкости для пробы. Настройки рабочего положения вводятся в программе **viva**. При необходимости отрегулируйте иглу ввода проб с помощью настроек в программе **viva**, как показано на рисунке:

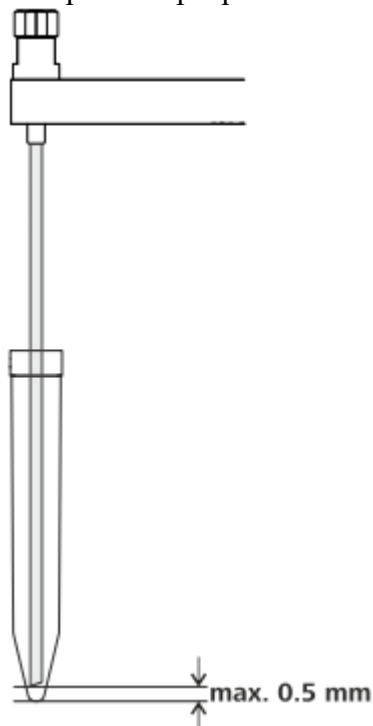


Рисунок 79. Регулировка иглы ввода проб в устройстве обработки проб

6.10. Перемещение прибора 884 Professional VA

Если Вы хотите переместить прибор 884 Professional VA в пределах лаборатории, выполните следующие действия:

Перед перемещением прибора в новое место убедитесь, что все электрические соединения и соединения трубок демонтированы.



ВНИМАНИЕ

Поломка компонентов прибора

Запрещается поднимать прибор за держатель измерительного сосуда или за манипулятор измерительной головки, поскольку это может привести к травмированию в случае падения прибора.

Удерживайте прибор за подставку поддона для сбора капель и за заднюю часть манипулятора измерительной головки.

- 1 Достаньте поддон для сбора капель с подставки.
- 2 Если измерительный сосуд наполнен, откиньте манипулятор измерительной головки вверх.
- 3 Достаньте измерительный сосуд.

4



ОСТОРОЖНО

Перемещение измерительной головки вниз без должной осторожности может привести к травмированию рук.

Не допускайте попадания пальцев между манипулятором измерительной головки и корпусом прибора.

Снова опустите манипулятор измерительной головки.

- 5 Удерживая прибор одной рукой за подставку поддона для сбора капель, второй рукой за заднюю часть манипулятора измерительной головки, перенесите прибор.

6.11 Услуги по управлению качеством и квалификации, предоставляемые компанией «Metrohm»

Управление качеством

Компания «Metrohm» предлагает Вам всестороннюю поддержку в реализации мер управления качеством для приборов и программного обеспечения.

Квалификация

По вопросам поддержки в квалификации приборов и программного обеспечения обращайтесь в Ваше региональное представительство компании «Metrohm». Представительство предлагает проведение **Квалификации установки (IQ)** и **Квалификации функционирования (OQ)** в качестве сервисного обслуживания. Квалификации выполняют специалисты на основе стандартизированной квалификационной документации и в соответствии с действующими нормативными требованиями в регулируемой отрасли.

Техническое обслуживание

Электронные и механические функциональные компоненты приборов компании «Metrohm» могут и должны проходить проверки, выполняемые специалистами компании «Metrohm», в рамках программы регулярного профилактического технического обслуживания. За информацией о точных сроках и условиях соответствующего соглашения о техническом обслуживании обращайтесь в Ваше региональное представительство компании «Metrohm».

Подробные сведения по этой теме можно найти на сайте www.metrohm.com.

7. Поиск и устранение неисправностей

7.1. Перечень неисправностей

7.1.1. Распространенные проблемы

Проблема	Причина	Способ устранения
Повреждение кабеля электрода	<i>Кабель был случайно зажат в крышке измерительной головки, или произошел излом контакта.</i>	Замените комплект кабелей электродов (см. Раздел 6.7, с. 113).
Утечка раствора в линии между измерительным прибором и измерительной головкой	<i>Измерительная головка ненадежно закреплена в манипуляторе измерительной головки.</i>	Измерительная головка должна встать на место с четко слышимым щелчком.
	<i>Изношены или неисправны кольцевые уплотнения.</i>	Обратитесь в сервисную службу компании «Metrohm».
Сбой тестирования электродов	<i>Один или несколько электродов не подсоединены.</i>	Проверьте соединения кабелей электродов.
	<i>Один или несколько электродов неисправны.</i>	Выполните техническое обслуживание в соответствии с указаниями в брошюре к электродам. Более подробную информацию можно найти на сайте http://va-electrodes.metrohm.com .
	<i>Измерительный сосуд содержит недостаточный объем раствора, или пуст.</i>	Проверьте уровень заполнения измерительного сосуда и при необходимости добавьте раствор.
	<i>Растворы вводятся пипеткой вручную.</i>	Используйте дозирующее устройство 800 Dosino с дозатором.
Большой разброс измеренных значений	<i>Растворы не вводятся через отверстие для пипетирования.</i>	Вводите растворы только через отверстие для пипетирования.
	<i>Растворы дозируются автоматически. Соединения трубок не герметичны, или четырехходовая микро-дозировочная насадка для ввода стандартных растворов не погружена в раствор измерения.</i>	Проверьте соединения трубок и четырехходовую микро-дозировочную насадку, и при необходимости замените ее.
	<i>Один из электродов (как правило, рабочий электрод или электрод сравнения) не функционирует.</i>	Проведите обслуживание электрода или замените его, если это твердотельный электрод (например, платиновый RDE).
	<i>Смеситель или электрод RDE не вращается надлежащим образом.</i>	Осмотрите привод. Проведите обслуживание или замените привод, если это необходимо.
		В случае других проблем, связанных с конкретным применением см. Раздел 7.1.2, с. 119 и Раздел 7.1.3, с. 127.
Переливание через край измерительного сосуда	<i>Задано неверное время работы насоса в программе viva.</i>	Скорректируйте настройки времени работы насоса.

7.1.2. Использование прибора 884 Professional VA для вольтамперометрического определения следовых количеств

884 Professional VA

Проблема	Причина	Способ устранения
	<i>Слишком малая концентрация определяемого иона</i>	- Используйте больший объем пробы. - Используйте метод инверсионной вольтамперометрии (с электродом HMDE) вместо полярографии (электрод DME/SMDE), если позволяет вид исследования. - Увеличьте время осаждения (только для HMDE).
	<i>Недостаточное время осаждения для инверсионной вольтамперометрии.</i>	В меню управления вольтамперометрией (дифференциальный импульсный режим (DP), режим прямоугольных волн (SQW)) увеличьте время осаждения в окне « Potentiostatic pretreatment ».
Измерительная головка издает легкий свистящий звук	<i>Измерительная головка ненадежно закреплена в приборе. В результате образуется утечка азота в соединении.</i>	Снимите измерительную головку и снова установите на место – при этом Вы должны услышать щелчок.
	<i>Изношены прокладки в переходных стыках.</i>	За информацией о процедуре обращайтесь в сервисную службу компании «Metrohm».
Слишком большое количество помех на кривых (для всех типов электродов)	<i>Игла не отрегулирована</i>	- Отрегулируйте иглу (см. документ «Многорежимный электрод MME pro» (8.110.8018XX)). - В случае электрода SMDE используйте вместо него электрод DME, если позволяет вид исследования.
	<i>Повреждена трубка-капилляр и/или игла.</i>	Замените трубку-капилляр или иглу. При необходимости очистите электрод MME pro (см. документ «Многорежимный электрод MME pro» (8.110.8018XX)).
	<i>Механизм отвода жидкости в основании прибора VA не функционирует должным образом</i>	- Проверьте положение трубки-капилляра в электроде MME pro. Трубка-капилляр должна находиться по центру фиксирующего винта. - Фиксирующий винт слишком ослаблен или перетянут. Используйте гаечный ключ для электрода MME (6.1247.220) для затяжки фиксирующего винта с требуемым крутящим моментом.
	<i>Истек срок годности раствора электролита.</i>	Приготовьте новый раствор электролита. Срок годности органических добавок может составлять только 1 сутки или меньше.
	<i>Ртуть в электроде MME pro содержит черные прожилки оксида ртути.</i>	Полностью достаньте и очистите электрод (см. документ «Многорежимный электрод MME pro» (8.110.8018XX)).

884 Professional VA

Проблема	Причина	Способ устранения
	<i>На том же потенциале присутствует второе вещество.</i>	Пометьте пробу этим веществом и проведите анализ снова. Увеличение второго пика означает присутствие второго элемента. ■ Попробуйте использовать другие электролиты (например, вещества, действующие как комплексообразующие агенты). ■ Оптимизируйте параметры метода.
	<i>Происходит образование комплекса (например, Си с хлоридом).</i>	Для Си: При работе не используйте хлорид в электролите или значительно увеличьте концентрацию хлорида.
	<i>Образование умеренно растворимых соединений (например, Fe(III) в нейтральном или щелочном растворе).</i>	Оптимизируйте раствор измерения, например: ■ Используйте другой электролит для другого показателя pH. ■ Добавьте комплексообразующий агент (например, цитрат).
	<i>Использован неверный стандартный раствор, или концентрация слишком мала.</i>	■ Увеличьте объем стандартной добавки. ■ Используйте более высокую концентрацию. ■ Соответственно уменьшите объем пробы.
Отсутствие пиков (все типы электродов)	<i>Слишком высока концентрация аналита.</i>	Разбавьте пробу.
	<i>Произошел сдвиг потенциала электрода сравнения.</i>	Проведите обслуживание электрода сравнения.
	<i>Для образования комплекса в стандартных растворах, содержащих агенты для образования комплексов металлов, требуется время.</i>	Действия не требуются.
	<i>Электрод ММЕ pro или компоненты электрода ММЕ pro повреждены.</i>	■ Проверьте электрод ММЕ pro. ■ При необходимости замените трубку-капилляр и иглу (см. документ «Многорезимный электрод ММЕ pro» (8.110.8018XX)).
Отображение на вольтамперограмме выбросов/скачков сигналов	<i>Потенциостат отключается во время анализа в диапазоне измерения тока.</i>	Проверьте диапазоны измерения тока, используемые во время анализа, и при необходимости выберите более высокое значение нижнего предела.
	<i>В электроде сравнения имеются пузырьки воздуха.</i>	Проверьте внутреннюю систему электрода сравнения и сосуд с электролитом для солевого мостика.
	<i>В рабочем электроде имеются пузырьки газа.</i>	Удалите пузырьки воздуха и примите меры для предотвращения образования новых пузырьков.
	<i>Заданы неверные параметры метода.</i>	Проверьте параметры метода (потенциал осаждения, время осаждения и т.д.).

124 ■■■■■■■■■■

Проблема	Причина	Способ устранения
	<i>Смеситель не функционирует должным образом.</i>	- Убедитесь, что измерительная головка установлена должным образом и защелкнута на месте. - Убедитесь, что вал прибора не поврежден и прочно закреплен. При необходимости замените вал привода. - Убедитесь, что смеситель вращается беспрепятственно. При необходимости проведите обслуживание или замените смеситель.
	<i>Кривые измерения, чаще всего, сложно воспроизводятся.</i>	См. пункт «Нестабильный или аномально низкий базовый ток» или «Слишком большое количество помех на кривых».
Пик на верхнем пределе диапазона мА (для всех электродов)	<i>Слишком высокая концентрация определяемого иона.</i>	Уменьшите объем пробы, проведите анализ снова.
Пик на верхнем пределе диапазона мА (для электрода HMDE)	<i>Слишком большое значение времени осаждения (в методе viva, в меню управления вольтамперометрией в окне «Potentiostatic pretreatment»).</i>	Уменьшите значение времени осаждения.
	<i>Электрод HMDE не подходит для конкретного применения.</i>	Вместо электрода HMDE используйте электрод SMDE или DME.
Сдвиг пика	<i>Задан неверный показатель pH раствора.</i>	Проверьте и скорректируйте показатель pH раствора.
	<i>Неверный состав электролита.</i>	Проверьте состав электролита и при необходимости скорректируйте.
	<i>Выполнена оценка не того пика.</i>	- Введите метку стандартным раствором, чтобы убедиться, что выполнена оценка соответствующего пика. - Заново введите настройку характеристического потенциала в программе viva и проведите повторный расчет результатов.
	<i>Органические составляющие создают помехи для анализа.</i>	Проведите УФ дигерирование или аналогичную подготовку пробы.
	<i>Электрод сравнения неправильно соединен, ненадлежащим образом заполнен или поврежден.</i>	Проверьте электрод сравнения (см. Раздел 3.2.2.2, с. 35).
	<i>Истек срок годности раствора электролита.</i>	Приготовьте новый раствор электролита. Срок годности органических добавок может составлять только 1 сутки или меньше.

884 Professional VA

Проблема	Причина	Способ устранения
Нестабильный или аномально низкий базовый ток в диапазоне пА (для всех типов электродов)	<i>Капли образуются в электроде непрерывно.</i>	- Проверьте электрод ММЕ рго. - Отрегулируйте иглу и трубку-капилляр. - При необходимости замените трубку-капилляр или иглу (см. документ «Многорезимный электрод ММЕ pro» (8.110.8018XX)).
	<i>Механизм отвода жидкости в основании прибора VA не функционирует должным образом</i>	- Проверьте положение трубки-капилляра в электроде ММЕ рго. Трубка-капилляр должна находиться по центру фиксирующего винта. - Фиксирующий винт слишком ослаблен или перетянут. Используйте гаечный ключ для электрода ММЕ (6.1247.220) для затяжки фиксирующего винта с требуемым крутящим моментом.
	<i>Задана неверная уставка давления газа.</i>	Введите верную настройку давления газа (1–1,2 бара; 14,5–17,4 фунтов/кв. дюйм; 0,1–0,12 МПа).
	<i>Нестабильное давление газа.</i>	Давление газа практически не должно изменяться в ходе измерения. Этого можно добиться только при условии применения высококачественного клапана сброса давления и отсутствия расширения соединения трубки между клапаном сброса давления и прибором.
	<i>Определяемая концентрация существенно выше допустимой.</i>	- Уменьшите время осаждения. - Если условия применения позволяют, используйте электрод другого типа (например, вместо HMDE - электрод SMDE или DME). - Уменьшите объем пробы.
	<i>Образование капель прекращается преждевременно (только для электродов HMDE)</i>	- Смеситель сталкивается с трубкой-капилляром. Проверьте положение электрода ММЕ рго и трубки-капилляра. - Во время падения капли ртути поднимаются пузырьки азота. Проверьте положение трубки впуска газа и при необходимости отрегулируйте. - Повреждена трубка-капилляр. Замените трубку-капилляр (см. документ «Многорезимный электрод ММЕ pro» (8.110.8018XX)).

7.1.3. Использование прибора 884 Professional VA для анализа методом CVS

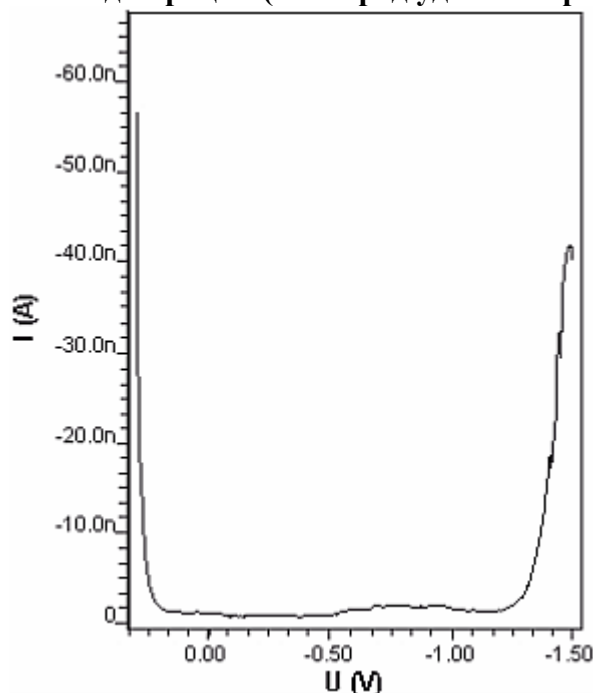
884 Professional VA

Проблема	Причина	Способ устранения
Отложения меди на насадке рабочего электрода и/или вспомогательного электрода	<i>Был применен неверный потенциал, поскольку электрод сравнения поврежден.</i>	■ Проверьте электрод сравнения, при необходимости проведите техническое обслуживание в соответствии с указаниями в брошюре, прилагаемой к электроду. ■ Погрузите насадку рабочего электрода и/или вспомогательного электрода в концентрированную азотную кислоту на 1–2 секунды, затем тщательно промойте дистиллированной водой.
	<i>Был применен неверный потенциал, поскольку электрод сравнения не подсоединен.</i>	■ Проверьте соединители электрода. ■ Погрузите насадку рабочего электрода и/или вспомогательного электрода в концентрированную азотную кислоту на 1–2 секунды, затем тщательно промойте дистиллированной водой.
	<i>Был применен неверный потенциал, поскольку в измерительном сосуде недостаточное количество раствора измерения.</i>	■ Все три электрода должны быть погружены в раствор измерения. ■ Погрузите насадку рабочего электрода и/или вспомогательного электрода в концентрированную азотную кислоту на 1–2 секунды, затем тщательно промойте дистиллированной водой.
В кривых измерения присутствуют шумы	<i>Проблема с контактом на приводной оси (6.1204.510 или 6.1204.520).</i>	■ Удалите абразивный осадок с приводной оси. ■ Замените приводную ось.
Флуктуации сигнала измерения для титрованного раствора меди	<i>Непостоянная температура окружающего воздуха и/или раствора.</i>	В ходе измерения поддерживайте стабильную температуру окружающего воздуха и раствора ($\pm 4^{\circ}\text{C}$).
	<i>Смещается потенциал электрода сравнения.</i>	Проведите техническое обслуживание электрода сравнения в соответствии с указаниями в брошюре, прилагаемой к электроду. Однако в случае анализов методом CVS заменяйте эталонный электролит через день, а электролит для солевого мостика – ежедневно. После замены эталонного электролита подождите минимум 20 минут (лучше всего 1–2 часа) до достижения потенциалом равновесия.
	<i>Измерительный сосуд и электроды загрязнены органическими добавками.</i>	Тщательно промойте измерительный сосуд и электроды и используйте свежий титрованный раствор.
Сигнал не снижается, несмотря на добавление подавителя	<i>Титрованный раствор меди не содержит хлорид.</i>	Проверьте приготовление титрованного раствора меди и при необходимости измените.

7.1.4. Периферийные устройства

884 Professional VA

Проблема	Причина	Способ устранения
	<i>Промывочный бак и/или бак для отходов закрыты очень плотно.</i>	Немного ослабьте крышки баков или снимите их.
Увеличивается время перекачивания перистальтическим насосом	<i>Трубопровод перистальтического насоса изношен или поврежден.</i>	Замените трубопровод насоса.
Проба вводится не полностью из устройства обработки проб в измерительный сосуд посредством перистальтического насоса	<i>Игла ввода проб в устройстве обработки проб расположена более чем на 0,5 мм выше дна емкости для проб.</i>	Установите иглу ввода проб в соответствии с указаниями, изложенными в Разделе 6.8, с. 114.
	<i>Недостаточная установка контактного давления для втулки трубки.</i>	Установите контактное давление втулки трубки в соответствии с указаниями, изложенными в руководстве по эксплуатации устройства обработки проб.
	<i>Выбрано недостаточное время перекачивания.</i>	Увеличьте время перекачивания.
	<i>Трубопровод насоса используется слишком долго.</i>	Замените трубопровод насоса.

После деаэрации (кислород удален из раствора):**Несоответствующий раствор электролита для солевого мостика в электроде сравнения**

При выборе раствора электролита для солевого мостика в электроде сравнения необходимо учитывать некоторые затруднения, возникающие с веществами, содержащимися в растворе измерения.

Например, в случае наиболее часто используемого раствора электролита для солевого мостика $c(\text{KCl}) = 3$ моль/л возникают следующие проблемы:

- **Выпадение KClO_4 в осадок на керамической диафрагме для фоновых электролитов, содержащих HClO_4**

В случае частичного засорения могут возникать необъяснимые побочные пики. Во избежание образования такого осадка с растворами измерения, содержащими HClO_4 , следует использовать раствор электролита для солевого мостика без калия (например, $c(\text{NaCl}) = 3$ моль/л).

- **Попадание хлорида вследствие выноса KCl из электрода сравнения**

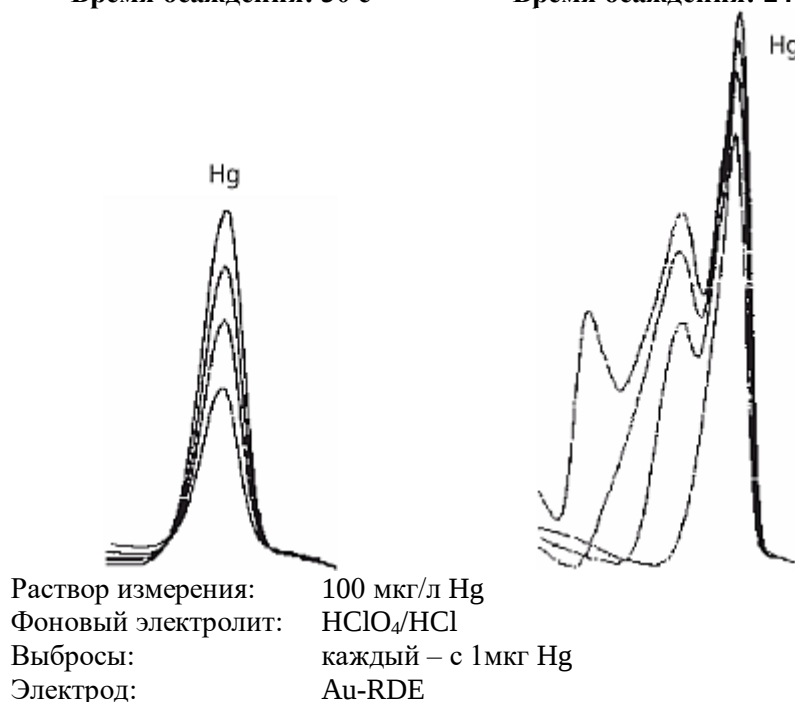
Вынос электролита для солевого мостика с керамической диафрагмы сосуда для электролита 6.1245.010 (часть электрода сравнения) составляет до 2–5 мкл/час. Хлорид, попадающий в раствор измерения при этом, может привести к помехам между определениями меди. В качестве способа предотвращения мы рекомендуем использовать не содержащие хлоридов растворы электролитов для солевого мостика (например, $c(\text{KNO}_3) = 1$ моль/л).

■ Определение ртути с золотым электродом

Увеличение времени осаждения с 30 секунд до 240 секунд приводит к побочным пикам во время выбросов:

Время осаждения: 30 с

Время осаждения: 240 с

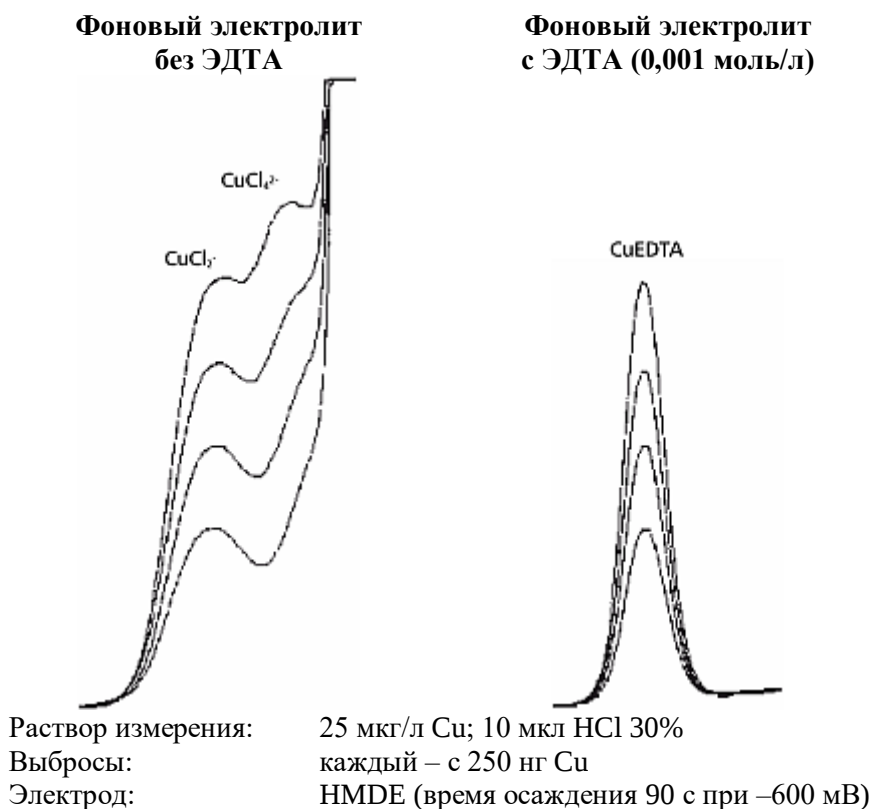


Помехи в электроде HMDE вследствие образования газа

Образование газов в электроде HMDE во время осаждения может привести к стеканию каплей или к потере контакта в трубке-капилляре для ртути. В следующем примере представлен такой случай:

■ Определение цинка в деионизированной воде

Если проба цинка подкислена с использованием HClO₄ до показателя pH = 2, при напряжении, выбранном для осаждения, образуется также водород. В данном примере это приводит к преждевременному стеканию каплей ртути на 2-ом выбросе, что означает невозможность проведения оценки. Если используется ацетатный буфер (pH = 4,64), такие проблемы не возникают. Однако это требует применения химических веществ исключительно высокого качества для поддержания минимального возможного уровня холостого значения цинка (мы рекомендуем использовать для приготовления ацетатного буфера из сверхчистого аммиака и сверхчистой уксусной кислоты).



Пик на сильно искаженной базисной линии

Если пики находятся на сильно искаженной базисной линии, первым действием должно быть использование химического вещества или применение специальных для соответствующего измерения мер для устранения нарушения оценки пиков вследствие сильно искаженной базисной линии. К таким мерам относится увеличение продолжительности деаэрации (см. «Кислород в растворе измерения», с. 131), изменение показателя pH, изменение концентрации фоновой электролиты, изменение или разгрузка фоновой электролиты, использование комплексообразующих агентов (см. «Комплексообразование», с. 135), увеличение продолжительности осаждения или изменение метода измерения.

Если искажения базисной линии невозможно устранить, или можно исправить только частично с помощью описанных выше способов, в приборе 884 Professional VA предусмотрена опция оценки искаженной базисной линии путем выбора типа базисной линии «**Polynomial**» или «**Exponential**».

Наложение пиков

Если наложение пиков достигает критического уровня, когда рассчитываемая высота пика или площадь пика искажается под влиянием соседнего пика, мы рекомендуем учитывать наложение пиков в расчетах путем изменения способа вычисления для базисной линии. Для изменения способа вычисления выберите для типа базисной линии либо «**Horizontal start**», либо «**Horizontal end**».

При слишком сильном наложении оценка пика невозможна. В этом случае Вы должны попробовать использовать химическое

Невоспроизводимые результаты

Вольтамперометрические измерения (включая циклическую инверсионную вольтамперометрию (CVS) и циклическую импульсную инверсионную вольтамперометрию (CPVS)) в значительной степени зависят от температурного режима. Температура может очень иметь негативное явное влияние в ходе определений с отдельной кривой калибровки, например, внешней калибровки, DT или RC.

Для обеспечения воспроизводимости результатов измерения соблюдайте следующие рекомендации:

- Избегайте сильных колебаний температуры в лаборатории.
- Не устанавливайте прибор прямо под выпуск системы кондиционирования воздуха.
- При необходимости используйте термостабильную измерительную ячейку, соединенную с термостатом/криостатом.

7.3. Общие правила вольтамперометрического определения следовых количеств

Химические вещества и оборудование

- Степень чистоты реактивов играет ключевую роль для достоверности результатов определения. Для определения низких концентраций следует использовать только сверхчистые химические вещества.
- Необходимо проверять спецификации используемых реактивов на предмет совместимости с определяемыми аналитами. В случае концентраций в диапазоне мг/кг следует ожидать существенные холостые значения в ходе определения следовых количеств в диапазоне нг/л и ниже – мкг/л.
- Даже сверхчистая вода, используемая для приготовления растворов электролитов, буферных, стандартных и других растворов, должна проходить обработку как лабораторный реактив. Поэтому важно добиваться наиболее высокого качества. Используемая сверхчистая вода должна соответствовать спецификациям ASTM D1193 для лабораторной воды типа 1 (удельное сопротивление > 18 МОм·см (при 25°C); ТОС (общее содержание органического углерода < 50 мкг/л)).
- Измерительные сосуды, электроды и все остальные компоненты, контактирующие с раствором пробы, а также контейнеры (бутылки, мерные колбы и т.д.), используемые для хранения растворов (буферных, стандартных и т.д.) должны быть чистыми и не содержать интерферирующих веществ.

Электролиты

- Показатель pH играет важную роль во многих определениях (например, для определения Zn он должен составлять приблизительно 4,5). Часто используются буферные растворы на основе ацетата, ацетата аммония и PIPES (Пиперазин-N,N'-бис(2-этансульфоновая кислота)). Дополнительную информацию см. в Бюллетене по применению.

- ## Стандартные растворы

- Стандартные растворы металлов необходимо подкислять (приблизительно до показателя $\text{pH} = 1\text{--}2$) и хранить в пластиковых бутылках. Стабилизация стандартного раствора посредством подкисления часто невозможна, если степень окисления металла важна для его применения, или в случае анионов или органических соединений. В таких случаях следует всегда использовать свежеприготовленный стандартный раствор.
- Разбавленные стандартные растворы (в диапазоне частиц на миллиард) очень нестабильны и должны приготавливаться непосредственно перед применением. Они требуют соответствующего подкисления. Важно обеспечить чистоту всех используемых сосудов во время приготовления.
- Концентрация стандартных растворов должна быть скорректирована так, чтобы при каждом добавлении стандартного раствора вводился объем от 20 мкл до 500 мкл.
- Мы рекомендуем проводить калибровку ввода стандартного раствора для устранения влияний матрицы пробы на результат. Высота пика после последнего выброса должна быть в 2–5 раз выше пика пробы.
- Растворы в концентрации 1000 промилле, используемые для определения многих элементов, имеются в широкой продаже и часто применяются в качестве исходных растворов. Они обладают длительным сроком годности. Слабые растворы добавляются в разбавляемую кислоту.

- Объем пробы зависит от концентрации определяемого вещества и линейного рабочего диапазона метода.
- Если Вам известны свойства пробы, Вы сможете провести лучшую оценку анализа (содержание органических составляющих?).
- В случае загрязнения пробы или возникновения таких подозрений следует провести дигерирование (см. монографию компании «Metrohm» «Способы приготовления проб для вольтамперометрического определения следовых количеств»).
- Многие ошибки возникают на этапах отбора проб и хранения проб. Вы должны быть аккуратны и всегда соблюдать правила.
- Пробы должны легко растворяться и смешиваться с электролитом.

Холостые значения и загрязнение

В случае **слишком высоких** результатов Вы должны провести следующие проверки:

- Разбавление выполнено правильно?
- Риск загрязнения исключен?
- Риск загрязнения очень высок при низких концентрациях: Измерительные сосуды необходимо кондиционировать с использованием разбавленного раствора HNO_3 .
- Достаточно высокая степень чистоты химических веществ? При низких концентрациях следует использовать реактивы, предназначенные специально для определения следовых количеств (например, Merck Suprapur(R), Sigma-Aldrich TraceSELECT(R) или реактивы аналогичного качества других производителей).
- Если в ходе последнего анализа измерены очень высокие концентрации: Тщательно очистите и кондиционируйте электроды и измерительный сосуд (устранение эффекта памяти).
- Добавление стандартных растворов проведено правильно? Объем в устройстве пипетирования установлен верно?
- Сигнал пробы и параметры добавок выходят за линейный рабочий диапазон метода?

В случае **слишком низких** результатов Вы должны провести следующие проверки:

- Проба содержит органический материал, который необходимо удалить перед определением, например, методом УФ дигерирования?
- Используемая концентрация стандартного раствора верна, и объемы, используемые в методе, заданы правильно?
- В определении задано верное количество пробы?
- Слишком высокая концентрация? Если электрод HMDE перегружен, используется электрод DME/SMDE?
- Буферный раствор в надлежащем состоянии? При необходимости приготовьте новый раствор.
- Слишком низкое соотношение выбросов?
- Слишком высокое соотношение выбросов?

Выбор режима вольтамперометрического измерения

- Режим **DP** (измерение в дифференциальном импульсном режиме) – сначала следует выбирать этот режим. Это наиболее исчерпывающий и чаще всего используемый режим вольтамперометрического измерения, и подходит и для обратимых, и для необратимых систем. Он обеспечивает высокую чувствительность – до 10^{-8} моль/л
- Режим **SQW** (измерение в режиме прямоугольных волн) оптимально подходит для обратимых процессов электродов и кинетических экспериментов. Он применяется специально для высокочувствительных инверсивных вольтамперометрических определений с электродом HMDE или твердотельным электродом, например, с золотым электродом scTRACE Gold.

9. Технические характеристики.

9.1. Режимы работы

<i>Потенциостат</i>	Да
<i>Гальваностат</i>	Да
<i>Измерение температуры</i>	Да (датчик Pt1000)

9.2. Потенциостат

<i>Макс. выходное напряжение (АЕ)</i> <i>(макс. подводимый потенциал)</i>	± 25 В
<i>Макс. выходной ток (АЕ)</i> <i>(макс. подводимый ток)</i>	± 224 мА
<i>Диапазон развертки потенциала</i>	$\pm 5,0$ В
<i>Пределы измерения тока</i>	200 пА – 224 мА (не все пределы применяются во всех режимах измерения)
<i>Ширина пропускания</i>	> 800 кГц
<i>Время нарастания/ Время затухания\</i>	300 нс
<i>Помехи</i>	5 пА, (типичное значение)



9.3. Гальваностат

Пределы измерения
потенциала

9.4. Измерение температуры

Диапазон измерения (Pt1000) 0 – +100°С

Точность (Pt1000) $\pm 0,5^{\circ}\text{C}$

9.5. Параметры измерительного входа

Частота сканирования 100 кГц

Входное полное сопротивление (RE) >15 ГОм // <8 пФ

Входной ток смещения (RE) при 25°C <2 пА

Ширина пропускания
электрометра 25 МГц

9.6. Точность

Подводимый ток $\pm(0,2\% \text{ тока} + 0,2\% \text{ диапазона измерения тока})$

Измеряемый ток	$\pm(0,2\% \text{ тока} + 0,2\% \text{ диапазона измерения тока})$
----------------	--

Подводимый потенциал	$\pm(0,2\% \text{ потенциала} \pm 1 \text{ мВ})$
----------------------	--

Измеряемый потенциал	$\pm(0,2\% \text{ потенциала} \pm 1 \text{ мВ})$
----------------------	--

9.7. Разрешающая способность

<i>Подводимый потенциал</i>	15 мкВ
<i>Измеряемый потенциал</i>	150 мкВ
<i>Подводимый ток</i>	0,0031% диапазона измерения тока
<i>Измеряемый ток</i>	0,0031% диапазона измерения тока
<i>Измеряемый ток в наименьшем диапазоне измерения тока (200 пА)</i>	6 фА

9.8. Калибратор

<i>Эталонное напряжение</i>	2,5 В
<i>R17.8</i>	17,8 Ом
<i>R178</i>	178 Ом
<i>R1.9k</i>	1900 Ом
<i>R18k</i>	18000 Ом
<i>R180k</i>	180000 Ом
<i>R1.8M</i>	1800000 Ом
<i>R18M</i>	18000000 Ом
<i>Срок действия сертификации</i>	Два года после активации

9.9. Перемешивающее устройство

<i>Скорость смешивания</i>	100–3000 мин ⁻¹
<i>Стабильность</i>	±2%

9.10. Аппаратное обеспечение

<i>Аналого-цифровой преобразователь</i>	16-битовый
<i>Цифро-аналоговый преобразователь</i>	16-битовый, 4 канала
<i>Интегратор</i>	Цифровой
<i>Интерфейс</i>	USB
<i>Разъемы MSB</i>	4

9.11. Источник питания

Напряжение питания	100–240 В
Частота	50–60 Гц
Потребляемая мощность	45 Вт

9.12. Требования к безопасности

Данный прибор отвечает следующим требованиям к электробезопасности:



Маркировка СЕ в соответствии с директивами ЕС:

- 2006/95/ЕС (Директива по низковольтному оборудованию, LVD)
- 2004/108/ЕС (Директива по электромагнитной совместимости, EMC)



Федеральная инспекция по сильноточным установкам «ESTI»
(Удостоверение № SCESp 033)

- Маркировка безопасности для сертификации типа 2 согласно требованиям «NEV» (типовое испытание с мониторингом рынка, соответствие ЭМС)

Конструкция и испытания

Согласно стандарту EN/IEC/UL 61010-1, CSA-C22.2 № 61010-1,
класс защиты I, стандарт EN/IEC 60529

Инструкции по безопасности

Настоящий документ содержит инструкции по технике безопасности, которые пользователь должен соблюдать для обеспечения безопасной эксплуатации прибора.

9.13. Электромагнитная совместимость (ЭМС)

Излучение

<i>Соответствие стандартам</i>	▪ EN/IEC 61326-1 ▪ EN/IEC 61000-6-3 ▪ EN 55011 / CISPR 11 ▪ EN/IEC 61000-3-2 ▪ EN/IEC 61000-3-3
------------------------------------	---

Помехоустойчивость

<i>Соответствие стандартам</i>	▪ EN/IEC 61326-1 ▪ EN/IEC 61000-6-2 ▪ EN/IEC 61000-4-2 ▪ EN/IEC 61000-4-3 ▪ EN/IEC 61000-4-4 ▪ EN/IEC 61000-4-5 ▪ EN/IEC 61000-4-6 ▪ EN/IEC 61000-4-8 ▪ EN/IEC 61000-4-11 ▪ EN/IEC 61000-4-14 ▪ EN/IEC 61000-4-28
------------------------------------	---

9.14. Температура окружающего воздуха

<i>Номинальный диапазон колебаний</i>	0 – +45°C (при относительной влажности воздуха 85% максимум)
<i>Автоматический контроль внутренней температуры</i>	>70°C
<i>Температура хранения</i>	–40°C – +70°C
<i>Температура транспортировки</i>	–40°C – +70°C

10. Принадлежности

Обновленную информацию об объеме поставки и вспомогательных принадлежностях для Вашего прибора можно найти в сети Интернет. Вы можете загрузить эту информацию с помощью номера изделия следующим образом:

Загрузка перечня принадлежностей

- 1** Введите адрес сайта *http://partslists.metrohm.com* в Интернет-браузере.
Откроется веб-страница «**Partslists**».
- 2** Выберите нужный язык вывода информации.
- 3** Введите номер изделия (например, **2.884.0010**) и мышью щелкните по команде «**Generate PDF**».
Будет создан файл PDF с информацией о принадлежностях на выбранном языке.



ПРИМЕЧАНИЕ

При получении Вашего нового прибора мы рекомендуем загрузить из сети Интернет перечень принадлежностей, распечатать его и хранить вместе с руководством для обращения к нему в дальнейшем.

Electrode cables	Кабели электродов
Replace 113	Замена 113
Electrostatic charge.....6	Электростатический заряд6
F	
FEP tubing	ФЭП трубки
See also «Tubing»58	См. также «Гибкие трубки»58
Four-way micro dosing tip	Четырехходовая микро-дозировочная насадка
Connect.....54	Соединение54
Install.....53	Установка53
Front of instrument9	Лицевая панель прибора9
I	
Initialization	Инициализация
Dosing unit.....68	Дозатор.....68
Instrument.....65	Прибор65
Installation qualification..... 117	Квалификация установки 117
Instrument	Прибор
Connect (electrically)64	Подключение (электрическое).....64
Initialize.....65	Инициализация65
Maintenance..... 105	Техническое обслуживание 105
Start-up75	Ввод в эксплуатацию 75
Instrument status..... 141	Состояние прибора..... 141
L	
LED	Светодиод
Blinking pattern..... 141	Схема мигания 141
Instrument status 141	Состояние прибора 141
Status..... 141	Состояние..... 141
M	
Mains voltage5	Сетевое напряжение5
Maintenance agreement 117	Договор на техническое обслуживание 117
Measuring accuracy 115	Точность измерения 115
Measuring head	Измерительная головка
Equip 24, 43	Оснастка 24, 43
Exchange 107	Замена 107
Insert..... 41, 43	Установка 41, 43
Intermediate storage 107	Временное хранение 107
Measuring head arm	Манипулятор измерительной головки
Drive disk 40, 43	Приводной диск 40, 43
Tubing connector.....22	Соединители трубок22
Measuring head cover	Крышка измерительной головки
Install.....60	Установка60
Remove..... 25, 44	Демонтаж 25, 44
Measuring system	Система измерения
Automated for CVS.....96	Автоматическая для анализа методом CVS96
Automated for VA trace analysis	Автоматическая для вольтамперометрического определения
.....83	следовых количеств.....83
Manual for CVS.....91	С ручным режимом работы для анализа методом CVS91
Manual for VA trace analysis	С ручным режимом работы для вольтамперометрического
.....79	определения следовых количеств 79
Semiautomated for CVS92	Полуавтоматическая, для анализа методом CVS92
Semiautomated operating mode	Полуавтоматическая, для вольтамперометрического
for VA trace analysis.....79	определения следовых количеств 79
MME measuring head	Измерительная головка электрода ММЕ
Also see «MME measuring head».....12	См. также «Измерительная головка электрода ММЕ».....12
Parts.....12	Детали12
MME measuring head arm	Манипулятор измерительной головки электрода ММЕ
Tubing connector.....17	Соединители для трубок.....17
MME measuring head connector plate	Соединительная пластина измерительной головки ММЕ

Automated system for VA trace analysis854	Автоматическая система для вольтамперометрического определения следовых количеств85
Semiautomated system for CVS.....92	Полуавтоматическая система для анализа методом CVS92
Semiautomated system for VA trace analysis80	Полуавтоматическая система для вольтамперометрического определения следовых количеств80
Tubing diameter	Диаметр трубок
Measuring head arm141	Манипулятор измерительной головки141
Tubing length	Длина трубок
Measuring head arm141	Манипулятор измерительной головки141
Tubing setup.....58	Установка трубок58
843 Pump Station62	Насосная станция 843 Pump Station.....62
Rinsing canister.....62	Промывочный бак.....62
Waste canister62	Бак для отходов.....62
W	
Waste canister	Бак для отходов
Tubing setup62	Установка трубок.....62
Working electrode	Рабочий электрод
Connect.....32, 48	Подключение32, 48
Insert.....31, 47	Установка31, 47
Prepare.....31, 46	Подготовка31, 46