



УСТАНОВКА ДЛЯ КРИОСКОПИЧЕСКОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ МОЛЕКУЛЯРНОЙ МАССЫ КРИОН-1

Руководство по эксплуатации ТКЛШ 2.843.002 РЭ

СОДЕРЖАНИЕ

1	Описание и работа	3
1.1	Назначение	3
1.2	Технические характеристики	3
1.3	Комплектность	4
1.4	Принцип действия	4
1.5	Устройство	5
1.6	Маркировка	6
1.7	Упаковка	6
2	Использование по назначению	7
2.1	Эксплуатационные ограничения	7
2.2	Подготовка к работе	7
2.3	Версия программного обеспечения (ПО)	8
2.4	Выключение установки	8
2.5	Органы управления и индикации	9
2.6	Этапы процесса автоматического измерения температуры кристаллизации	11
2.7	Ошибки в процессе измерения температуры кристаллизации	11
2.8	Установка температуры переохлаждения	12
2.9	Измерение температуры кристаллизации растворителя	12
2.10	Измерение температуры кристаллизации раствора испытуемого вещества	13
2.11	Отображение депрессии температуры	13
3	Текущий ремонт	14
4	Транспортирование и хранение	14
4.1	Транспортирование	14
4.2	Хранение	14
5	Аттестация установки	14
6	Прочие сведения	15
6.1	Сведения о приемке и аттестации	15
6.2	Свидетельство об упаковке	15
6.3	Гарантийные обязательства	16
6.4	Сведения о рекламациях	16
7	Сведения о техническом обслуживании	17
8	Сведения об аттестации	18
ПРИЛОЖЕНИЕ А. Перечень ссылочных нормативных документов		19
ПРИЛОЖЕНИЕ Б. Запрос на техническое обслуживание		20

! *Перед использованием установки, пожалуйста, прочитайте данное руководство.*

Настоящее руководство по эксплуатации распространяется на установку для криоскопического определения молекулярной массы КРИОН-1 (далее по тексту — установка) и содержит сведения, необходимые для изучения и правильной технической эксплуатации установки.

К работе с установкой допускаются лица, изучившие настоящее руководство по эксплуатации, имеющие необходимую профессиональную подготовку и обученные правилам техники безопасности при работе с электроустановками.

Изготовитель оставляет за собой право вносить в конструкцию и схему установки изменения, не влияющие на ее технические характеристики, без коррекции эксплуатационно-технической документации.

! *Лица и организации, использующие эту установку, несут ответственность за разработку соответствующих мер безопасности.*

1 ОПИСАНИЕ И РАБОТА

1.1 Назначение

1.1.1 Установка КРИОН-1 предназначена для определения относительной молекулярной и молярной массы веществ¹ (далее по тексту — молекулярная масса) методом криоскопии в лабораториях промышленных предприятий и научно-исследовательских учреждений.

1.1.2 Установка устойчива к воздействию климатических факторов для исполнения УХЛ 4.1 ГОСТ 15150 со следующими уточнениями условий эксплуатации:

- температура окружающего воздуха, °С от 18 до 25
- относительная влажность воздуха при 25 °С, % до 80

1.1.3 Установка КРИОН-1 не является средством измерений.

1.2 Технические характеристики

1.2.1 Диапазон температуры кристаллизации (температуры замерзания)² растворителя, °С от минус 15 до 15

1.2.2 Индикация измеряемых величин цифровая

1.2.3 Цена единицы младшего разряда измеряемой температуры, °С 0.001

1.2.4 Габаритные размеры, мм, не более 140×160×300

1.2.5 Масса, кг, не более 4

1.2.6 Время непрерывной работы в рабочих условиях, ч, не менее 24

1.2.7 Средний срок службы, лет 7

1.2.8 Средняя наработка на отказ, ч 4000

1.2.9 Питание установки осуществляется от сети переменного тока, соответствующей требованиям ГОСТ 32144, со следующими уточнениями:

- напряжение, В 230±23
- частота, Гц 50±1

1.2.10 Потребляемый ток, А, не более 0.2

¹ Относительная молекулярная масса численно равна молярной массе вещества.

² При описании метода криоскопии используют оба термина «температура кристаллизации» и «температура замерзания». Далее по тексту используется термин «температура кристаллизации».

1.3 Комплектность

1.3.1 Комплект поставки установки соответствует перечню, указанному в таблице 1.

Таблица 1

	Наименование	Обозначение документа	Количество
1	Основание в сборе	ТКЛШ 6.120.045	1
2	Электронный блок в сборе	ТКЛШ 6.120.046	1
3	Рукоятка	ТКЛШ 8.333.015	1
4	Винт	ТКЛШ 8.910.001	2
5	Сетевой адаптер	покупное изделие	1
6	Виала, 15 мл	покупное изделие	2
7	Виала, 5 мл	покупное изделие	41
8	Штатив для виал	ТКЛШ 6.871.020-01	2
9	Тетрадекан в ампуле	покупное изделие	3
10	Руководство по эксплуатации	ТКЛШ 2.843.002 РЭ	1
11	Программа и методика аттестации	ТКЛШ 2.843.002 ПМА	1
12	Рекомендации по измерению молекулярной массы нефти методом криоскопии в бензоле на установке КРИОН-1	ТКЛШ 2.843.002 РИ	1

1.3.2 Для определения молекулярной массы веществ методом криоскопии дополнительно потребуются:

- низкотемпературный жидкостный термостат КРИО-ВТ-12, предназначенный для поддержания температуры испытаний;
- подкатная тумба КРИОН-1-ТП — для удобного размещения термостата КРИО-ВТ-12 с установкой КРИОН-1 на уровне глаз оператора и для хранения аксессуаров в ящиках тумбы.

1.4 Принцип действия

1.4.1 Принцип действия установки основан на измерении депрессии температуры — разницы температур кристаллизации чистого растворителя и раствора испытуемого вещества, которая используется для расчета молекулярной массы испытуемого вещества по формуле:

$$M = K \cdot \frac{1}{\Delta T} \cdot \frac{G_1}{G_2} \cdot 1000,$$

где M — молекулярная масса испытуемого вещества;

K — криоскопическая постоянная растворителя;

ΔT — депрессия температуры;

G_1 — масса испытуемого вещества, г;

G_2 — масса растворителя, г.

1.5 Устройство

1.5.1 Установка состоит из электронного блока 1 (рисунок 1), перемещающегося с помощью рукоятки 7 вдоль штанги 8, установленной на основании 4. В нижней части электронного блока расположен датчик температуры 2. Виала 3 с раствором испытуемого вещества фиксируется резьбовым соединением так, чтобы датчик оказался внутри нее. Основание 4 устанавливается в отверстие ванны криостата 5. В нижнем положении электронного блока 1 виала 3 входит внутрь охлаждаемого стакана 6, установленного в нижней части основания 4. На правой стенке электронного блока расположены разъем miniUSB 9 и разъем питания 10 (12В, 0.25А, $\odot$).

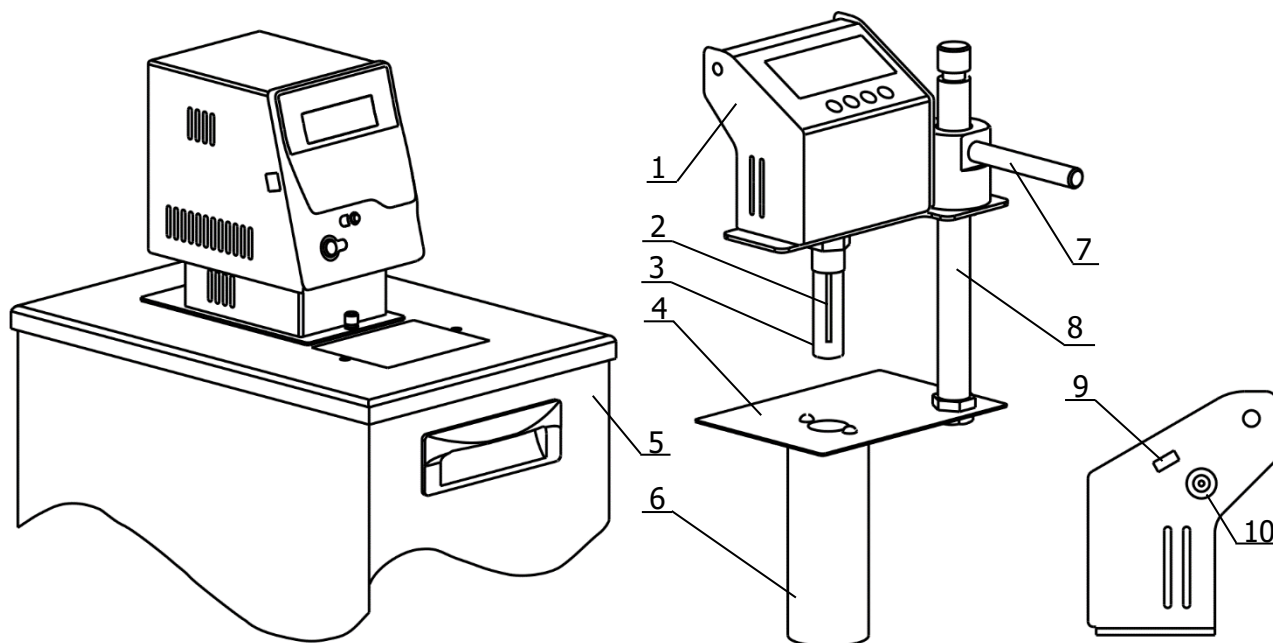


Рисунок 1 — Внешний вид установки

- | | | |
|-------------------------|---------------|---|
| 1 - электронный блок; | 5 - криостат; | 8 - штанга; |
| 2 - датчик температуры; | 6 - стакан; | 9 - разъем miniUSB; |
| 3 - виала; | 7 - рукоятка; | 10 - разъем питания (12В, 0.25А, $\odot$). |
| 4 - основание; | | |

1.6 Маркировка

1.6.1 На лицевой панели электронного блока нанесены обозначения органов управления и индикации.

1.6.2 Маркировочная наклейка, расположенная на задней стенке электронного блока, содержит:

- товарный знак предприятия-изготовителя;
- наименование и обозначение установки;
- заводской номер по системе нумерации предприятия-изготовителя;
- обозначение напряжения питания электронного блока;
- дату изготовления.

1.6.3 На правой панели электронного блока нанесены обозначения разъемов.

1.6.4 На транспортную тару нанесены основные и дополнительные информационные надписи, манипуляционные знаки «БЕРЕЧЬ ОТ ВЛАГИ», «ВЕРХ», «ХРУПКОЕ. ОСТОРОЖНО» в соответствии с ГОСТ 14192.

1.7 Упаковка

1.7.1 В ящик, изготовленный по чертежам предприятия, уложены комплектующие в соответствии с перечнем, указанным в таблице 1.

1.7.2 В упаковочном листе указаны следующие сведения:

- наименования и адрес предприятия-изготовителя;
- наименование и номер установки;
- комплектность установки;
- дата упаковки;
- подпись упаковщика и печать предприятия-изготовителя.

2 ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ПО НАЗНАЧЕНИЮ

2.1 Эксплуатационные ограничения

2.1.1 При использовании установки необходимо соблюдать следующие эксплуатационные ограничения:

- установку нельзя устанавливать и использовать во взрывоопасных помещениях;
- условия эксплуатации должны соответствовать 1.1.2;
- не допускается попадание влаги на внутренние электрические элементы установки.

2.2 Подготовка к работе

2.2.1 Расположить криостат в удобном для работы месте.

2.2.2 Подготовить криостат к работе в соответствии с документом ТКЛШ 2.998.518 РЭ «Термостаты жидкостные низкотемпературные КРИО-ВТ-12, КРИО-ВТ-12-1 серии МАСТЕР».

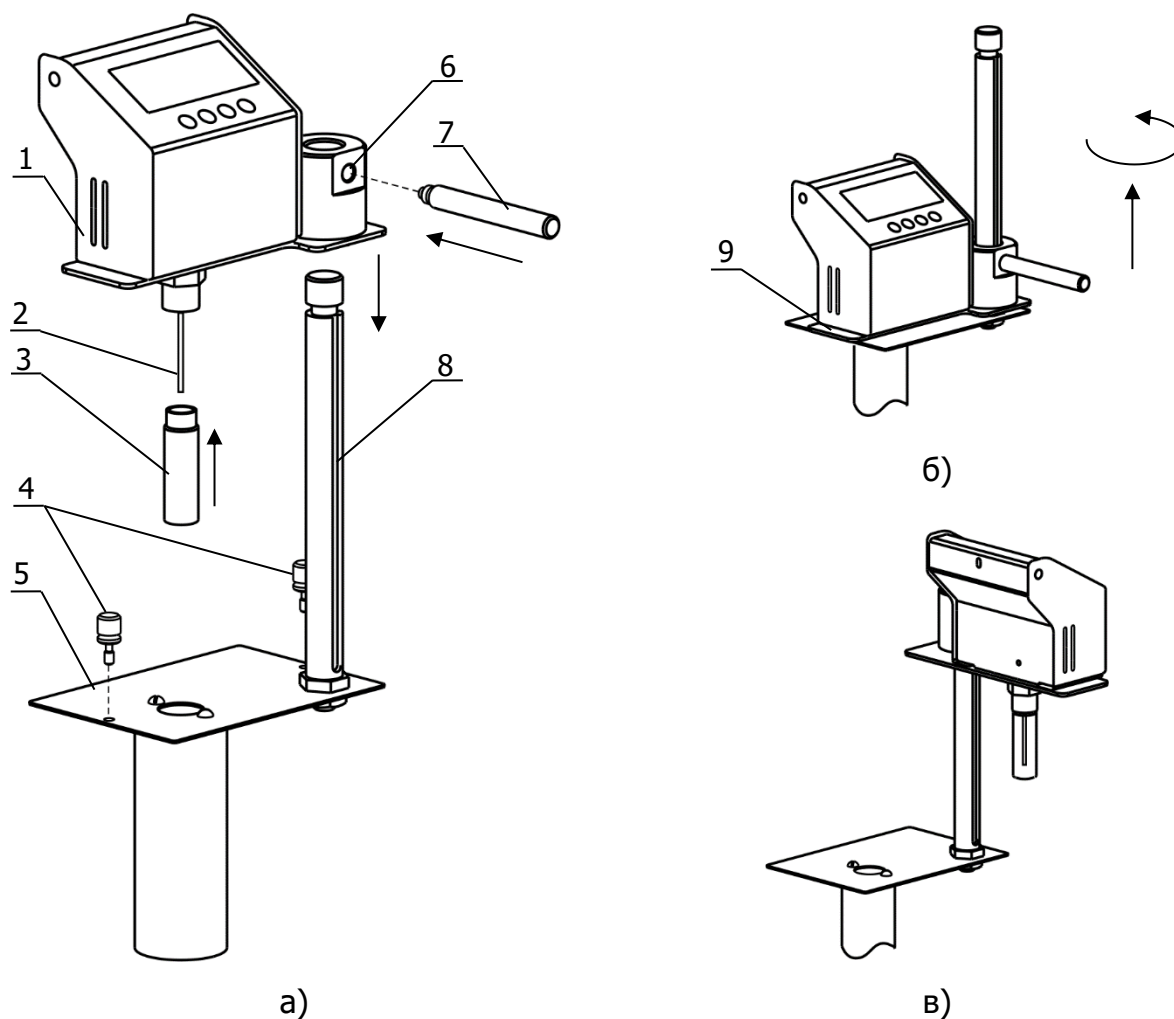


Рисунок 2 — Подготовка установки к работе

2.2.3 Собрать установку в следующей последовательности:

- основание 5 (рисунок 2а) установить в ванну криостата и закрепить его винтовыми фиксаторами 4;
- пустую виалу 3 надеть на датчик температуры 2 и зафиксировать в резьбовом соединении;
- электронный блок 1 надеть на штангу 8 и опустить вниз до основания 5;
- отверстие 6 совместить с вертикальным пазом на штанге 8 и, не меняя его положения, ввернуть в него рукоятку 7 до упора.

! Во избежание повреждения датчика температуры, он всегда должен быть закрыт виалой — пустой, либо с растворителем/раствором испытуемого вещества.

2.2.4 Перевести электронный блок из нижнего положения (рисунок 2б) в верхнее (рисунок 2в). Для этого, используя рукоятку 7, поднять электронный блок вверх до упора и повернуть вправо на 90° до фиксации его положения. Для облегчения подъема, придерживать свободной рукой электронный блок за выступ 9. Для перевода электронного блока в нижнее положение выполнить указанные действия в обратном порядке.

2.2.5 Подключить сетевой адаптер из комплекта поставки к разъему 10 (рисунок 1) на боковой стенке электронного блока и включить его в сеть.

2.3 Версия программного обеспечения (ПО)

2.3.1 После подключения сетевого адаптера на дисплей электронного блока временно выводится номер версии встроенного программного обеспечения, как показано на рисунке 3.

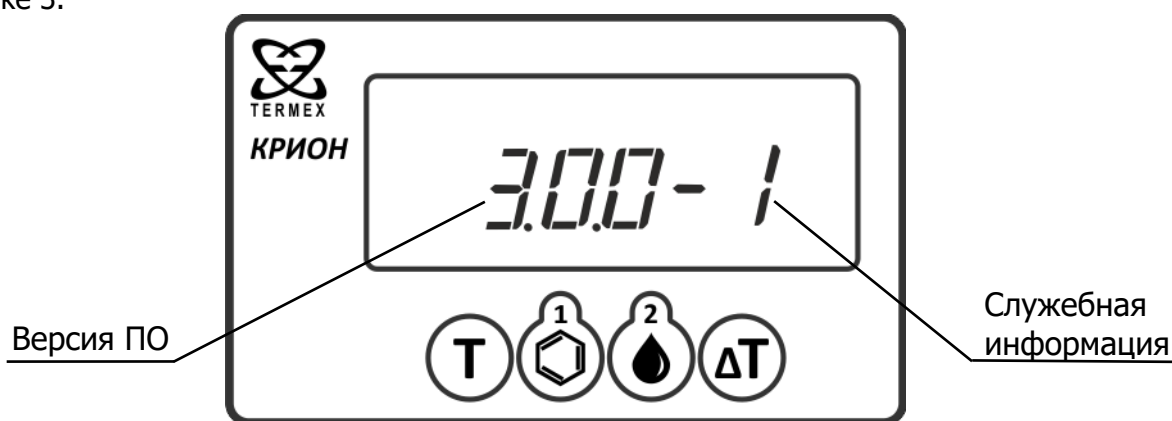


Рисунок 3 — Версия ПО

Затем на дисплее в позиции 4 (рисунок 4) отобразится текущая температура.

2.4 Выключение установки

2.4.1 Отсоединить сетевой адаптер от сети.

2.4.2 Выключить криостат в соответствии с требованиями документа ТКЛШ 2.998.518 РЭ «Термостаты жидкостные низкотемпературные КРИО-ВТ-12, КРИО-ВТ-12-1 серии МАСТЕР».

2.5 Органы управления и индикации

2.5.1 На лицевой панели электронного блока (рисунок 4) расположены дисплей и четыре кнопки, с помощью которых осуществляется управление установкой. Назначение элементов управления указаны в таблице 2.

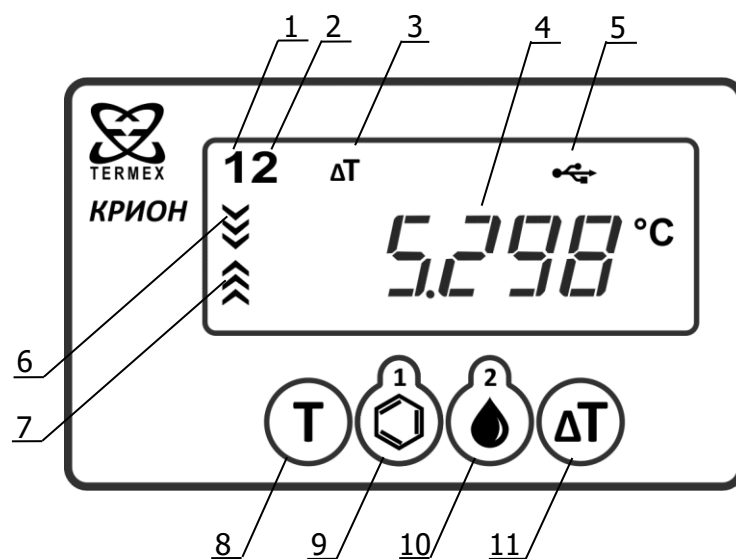


Рисунок 4 — Лицевая панель электронного блока

Таблица 2

Элемент (позиция на ри- сунке 4)	Назначение
1 (1)	Индикатор работы с растворителем. Мигает, когда идет процесс измерения температуры кристаллизации растворителя. Горит, когда на дисплее отображается измеренная температура кристаллизации растворителя.
2 (2)	Индикатор работы с испытуемым веществом. Мигает, когда идет процесс измерения температуры кристаллизации раствора испытуемого вещества. Горит, когда на дисплее отображается измеренная температура кристаллизации раствора испытуемого вещества.
ΔT (3)	Индикатор депрессии температуры. Горит, когда на дисплее отображается разность температур кристаллизации растворителя и испытуемого вещества.
(4)	В этой позиции отображаются численные значения.
 (5)	Индикатор подключения к USB порту компьютера.
 (6)	Индикатор снижения температуры. Мигает во время второго этапа измерения температуры кристаллизации (см. ниже). Погашен в остальное время.
 (7)	Индикатор увеличения температуры. Мигает во время третьего этапа измерения температуры кристаллизации (см. ниже). Погашен в остальное время.
 (8)	Кнопка, при нажатии на которую, на дисплее отображается значение текущей температуры.
 (9)	Кнопка, при коротком нажатии на которую, на дисплее отображается измеренное значение температуры кристаллизации растворителя (если измерение еще не проводилось или было досрочно остановлено, то на дисплее отображаются прочерки). При этом горит индикатор (1). При длительном нажатии на кнопку, включается процесс измерения температуры кристаллизации растворителя. Индикатор (1) мигает. Повторное нажатие на кнопку останавливает процесс измерения.
 (10)	Кнопка, при коротком нажатии на которую, на дисплее отображается измеренное значение температура кристаллизации раствора испытуемого вещества (если измерение еще не проводилось или было досрочно остановлено, то на дисплее отображаются прочерки). При этом горит индикатор (2). При длительном нажатии на кнопку, включается процесс измерения температуры кристаллизации раствора испытуемого вещества. Индикатор (2) мигает. Повторное нажатие на кнопку останавливает процесс измерения.
 (11)	Кнопка, при нажатии на которую, на дисплее отображается значение депрессии температуры. При этом горит индикатор (3).
 	Одновременное нажатие кнопок в течение 5 секунд принудительно включает/выключает перемешивание. Это используется для более качественной промывки датчика температуры в растворителе.
 	При одновременном нажатии кнопок на дисплее отображается значение температуры переохлаждения. Для его уменьшения/увеличения нажать соответственно кнопку (9)/(10). Для сохранения нового значения, нажать кнопку (11). На дисплее отобразится текущая температура.

2.6 Этапы процесса автоматического измерения температуры кристаллизации

2.6.1 Процесс автоматического измерения температуры кристаллизации образца (растворителя или раствора испытуемого вещества) условно разделен на три этапа.

- 1 - Подготовка. Установка ожидает охлаждения образца до 15 °С. Индикаторы 6, 7 (рисунок 4) погашены.
- 2 - Переохлаждение. Установка ожидает понижение температуры образца до установленной температуры переохлаждения. Температура переохлаждения — это температура на 2.5 °С ниже температуры кристаллизации растворителя. По достижении температуры переохлаждения включается перемешивание (раздается характерный стук), что является катализатором процесса кристаллизации. Во время выполнения этапа мигает индикатор 6.
- 3 - Кристаллизация. Температура сначала повышается, потом выходит на плато, затем начинает снижаться. Через определенное время после начала снижения температуры измерение завершается. Во время выполнения этапа мигает индикатор 7, индикатор 6 погашен.

2.6.2 На рисунке 5 показан типичный график температуры растворителя (бензола) при проведении измерения.

2.6.3 За результат измерения температуры кристаллизации принимается максимальное значение температуры третьего этапа.

2.7 Ошибки в процессе измерения температуры кристаллизации

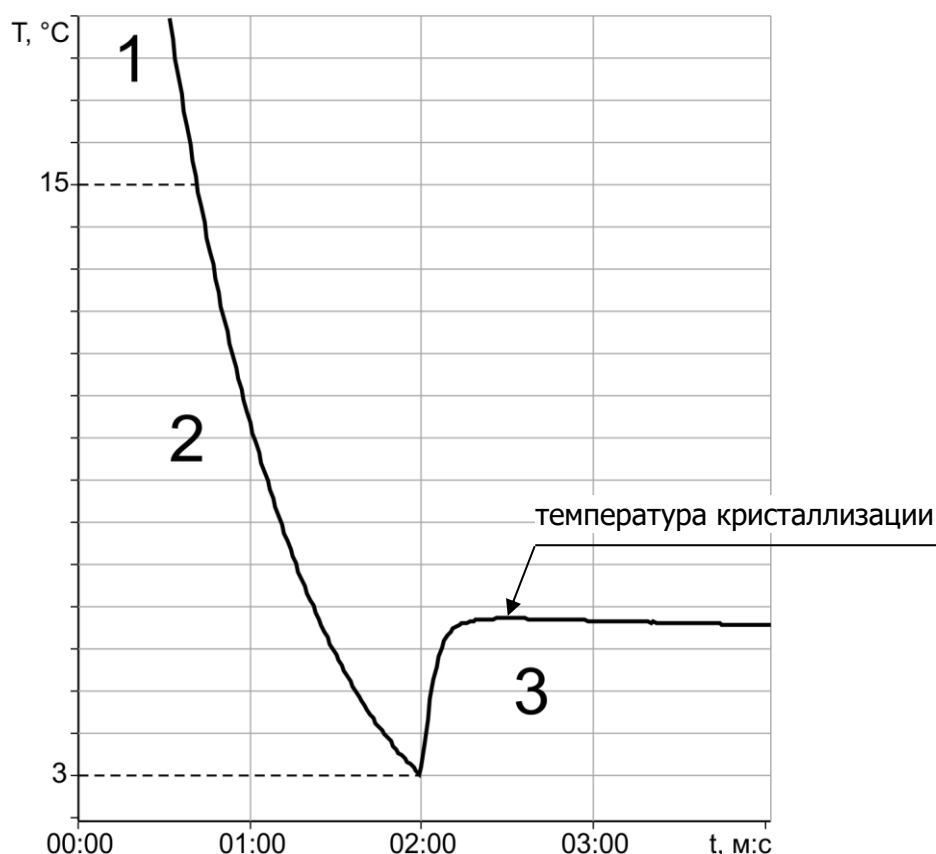


Рисунок 5 — Этапы процесса измерения температуры кристаллизации бензола

- 1 - Подготовка. Ожидание охлаждения образца до 15 °С.
- 2 - Переохлаждение. Ожидание переохлаждения образца. Включение перемешивания.
- 3 - Кристаллизация. Фиксирование максимальной температуры этапа в качестве результата измерения.

2.7.1 При возникновении ошибок измерение останавливается и на дисплей выводится надпись: «Err xx», где xx — код ошибки. Возможные коды ошибок перечислены в таблице 3.

Таблица 3

Код	Описание ошибки
01	Обрыв датчика температуры.
02	Неисправность измерительного преобразователя.
03	Самопроизвольная кристаллизация (до включения перемешивания).
04	Отсутствие кристаллизации в течение 5 секунд после включения перемешивания.
05	Процесс кристаллизации не завершается. Температура не снижается в течение 10 минут после начала кристаллизации.

2.8 Установка температуры переохлаждения

2.8.1 Температура переохлаждения — это температура приблизительно на 2.5 °С ниже температуры кристаллизации растворителя. Во время измерения температуры кристаллизации растворитель/раствор испытуемого вещества охлаждается до этой температуры.

При выпуске установки из производства значение температуры переохлаждения устанавливается равным 3.0 °С.

2.8.2 Для изменения значения температуры переохлаждения (см. рисунок 4):

- нажать кнопку 8 и, удерживая ее, нажать кнопку 9. На дисплее отобразится текущее значение температуры переохлаждения с префиксом "С". Пример: "С 3.0";
- кнопками 9/10 изменить значение температуры переохлаждения;
- нажать кнопку 11 для сохранения значения.

2.9 Измерение температуры кристаллизации растворителя

! *Перед выполнением измерения должен быть выполнен п. 2.2, криостат должен выйти на установленную температуру. Охлаждаемый стакан 6 (рисунок 1), установленный в ванне криостата должен быть чистым и сухим.*

2.9.1 Снять защитную вилу 3 (рисунок 2а) и установить на ее место вилу с растворителем.

! *Для предотвращения ошибок и улучшения воспроизводимости температуры кристаллизации растворителя его температура должна находиться в диапазоне 20 ± 1 °С.*

2.9.2 Перевести электронный блок в нижнее положение, повернув его за рукоятку 7 (рисунок 2а) влево на 90° и опустив вниз до упора.

2.9.3 Запустить процесс измерения температуры кристаллизации растворителя длительным нажатием (более 1 с) кнопки 9 (см. рисунок 4). Индикатор 1 начнет мигать, а на дисплее отобразится текущая температура растворителя.

! *При включении перемешивания (см. п. 2.6) раздается характерный стук, что не является дефектом.*

2.9.4 По окончании измерения раздается звуковой сигнал, значение температуры кристаллизации растворителя сохранится в энергонезависимой памяти установки и отобразится на дисплее. В дальнейшем (до начала следующего измерения температуры кристаллизации) это значение можно посмотреть, коротко нажав кнопку 9 (рисунок 4).

2.9.5 Перевести электронный блок в верхнее положение, подняв его вверх и повернув рукоятку 7 (рисунок 2а) вправо на 90° до фиксации.

2.9.6 Дождаться оттаивания растворителя в виле.

2.9.7 Снять вилу с растворителем, осторожно промокнуть салфеткой датчик температуры и дать ему высохнуть. Установить пустую защитную вилу на датчик температуры.

2.10 Измерение температуры кристаллизации раствора испытуемого вещества

! *Перед выполнением измерения должен быть выполнен п. 2.2, криостат должен выйти на установленную температуру. Охлаждаемый стакан 6 (рисунок 1), установленный в ванне криостата должен быть чистым и сухим.*

2.10.1 Снять защитную вialу 3 (рисунок 2а) и установить на ее место вialу с раствором.

! *Для предотвращения ошибок и улучшения воспроизводимости температуры кристаллизации раствора его температура должна находиться в диапазоне 20 ± 1 °С.*

2.10.2 Перевести электронный блок в нижнее положение, повернув его за рукоятку 7 (рисунок 2а) влево на 90° и опустив вниз до упора.

2.10.3 Запустить процесс измерения температуры кристаллизации раствора испытуемого вещества длительным (более 1 с) нажатием кнопки 10 (см. рисунок 4). Индикатор 2 начнет мигать, а на дисплее отобразится текущая температура раствора.

! *При включении перемешивания (см. п. 2.6) раздается характерный стук, что не является дефектом.*

2.10.4 По окончании измерения раздается звуковой сигнал, значение температуры кристаллизации раствора испытуемого вещества сохранится в энергонезависимой памяти установки и отобразится на дисплее. В дальнейшем (до начала следующего измерения температуры кристаллизации) это значение можно посмотреть, коротко нажав кнопку 10 (рисунок 4).

2.10.5 Перевести электронный блок в верхнее положение, подняв его вверх и повернув рукоятку 7 (рисунок 2а) вправо на 90° до фиксации.

2.10.6 Дождаться оттаивания раствора в вiale и снять вialу с раствором.

2.10.7 Промыть датчик температуры двумя порциями растворителя в следующей последовательности:

- 1 - установить вialу с первой порцией промывочного растворителя;
- 2 - включить принудительное перемешивание, одновременно нажав и удерживая (более 3 с) кнопки 8 и 11 (рисунок 4);
- 3 - через 5–10 секунд выключить перемешивание, повторно нажав и удерживая (более 3 с) кнопки 8 и 11.
- 4 - снять вialу с первой порцией промывочного растворителя, осторожно промокнуть салфеткой датчик температуры и дать ему высохнуть;
- 5 - повторить операции 1–4 со второй порцией промывочного растворителя.

2.10.8 По окончании промывки установить пустую защитную вialу на датчик температуры.

2.11 Отображение депрессии температуры

2.11.1 Нажать кнопку 11 (рисунок 4). На дисплее отобразится значение депрессии температуры.

3 ТЕКУЩИЙ РЕМОНТ

Возможные неисправности и способы их устранения приведены в таблице 4, во всех остальных случаях выхода установки из строя следует обращаться на предприятие-изготовитель.

Таблица 4

Признак неисправности	Неисправность	Способ устранения
Не работает дисплей, нет реакции на нажатие кнопок	Не поступает питающее напряжение. Вышел из строя сетевой адаптер	Заменить адаптер
На дисплее отображается: "_ _ _ _ _"	Обрыв датчика температуры	Обратиться на предприятие-изготовитель

4 ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

4.1 Транспортирование

4.1.1 Транспортирование установки в упакованном виде производят всеми видами транспорта в закрытых транспортных средствах в условиях, соответствующих условиям 3 ГОСТ 15150.

4.1.2 Условия транспортирования установки должны соответствовать условиям 5 ГОСТ 15150 при температуре окружающего воздуха от минус 40 до 50 °С с соблюдением мер защиты от ударов и вибрации.

4.1.3 После транспортирования при отрицательных температурах установка должна быть выдержана без упаковки в рабочих условиях в течение 6 часов.

4.2 Хранение

4.2.1 Установку до введения в эксплуатацию следует хранить на складах в упаковке предприятия-изготовителя в условиях хранения, соответствующих 1 ГОСТ 15150.

4.2.2 В помещении для хранения установки содержание пыли, паров кислот и щелочей, агрессивных газов и других вредных примесей, вызывающих коррозию, не должно превышать содержания коррозионно-активных агентов для атмосферы типа I в соответствии с ГОСТ 15150.

5 АТТЕСТАЦИЯ УСТАНОВКИ

5.1.1 Аттестация установки осуществляется в соответствии с документом ТКЛШ 2.843.002 ПМА «Установка для криоскопического определения молекулярной массы КРИОН-1. Программа и методика аттестации», утвержденным ООО «Термэкс».

5.1.2 Предприятие-изготовитель проводит первичную аттестацию установки в соответствии с ГОСТ Р 8.568. Значения метрологических характеристик, определенные при первичной аттестации установки, сохраняются при соблюдении условий транспортирования, подготовки к работе и использования установки в соответствии с настоящим руководством по эксплуатации.