



УТВЕРЖДАЮ
Генеральный директор
ООО «НПО «СПЕКТРОН»



К.Ю. Яшин

_____ 2012

АНАЛИЗАТОР РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНЫЙ ЭНЕРГОДИСПЕРСИОННЫЙ
СЕРЫ В НЕФТИ И НЕФТЕПРОДУКТАХ
«СПЕКТРОСКАН S»

Паспорт

РА6.000.000 ПС

(С Извещениями 1, 2, 3)

2012

Содержание

Введение

1. Основные сведения об изделии.....	5
2. Основные технические данные.....	7
3. Комплектность.....	10
4. Сроки службы, хранения и гарантии изготовителя.....	11
5. СВИДЕТЕЛЬСТВО ОБ УПАКОВЫВАНИИ.....	12
6. Свидетельство о приемке.....	13
7. ОПИСАНИЕ И РАБОТА.....	14
7.1. Принцип работы.....	14
7.2. Состав аппарата.....	15
7.3. Устройство и работа составных частей.....	15
7.4. Эксплуатационные ограничения.....	16
7.5. Требования безопасности.....	17
7.6. Использование по назначению.....	19
7.7. Ограничения по транспортированию.....	21
ПРИЛОЖЕНИЕ А Методика поверки.....	23
ПРИЛОЖЕНИЕ Б Руководство для определения малых содержаний серы (менее 0.0010 %).....	33
Приложение В Приготовление контрольного раствора.....	34
Лист регистрации изменений.....	35

					РА6.000.000 ПС					
Изм	Л	№ докум	Подп	Дата						
Разраб. Проверил Нач.отд. Н.контр. Утвердил	Сафонов Пискун Литинский Графов				Анализатор ренгенофлуоресцен- тный энергодисперсионный серы в нефти и нефтепродуктах СПЕКТРОСКАН S	Лит.	Л	Л-в		
						0 ₁			2	35
					Паспорт					
Инв.№ подл.		Подп. и дата		Взам. Инв. №		Инв.№ дубл.		Подп. и дата		

Паспорт включает в себя руководство по эксплуатации и содержит сведения об устройстве, принципе действия, технических характеристиках анализатора рентгенофлуоресцентного энергодисперсионного серы в нефти и нефтепродуктах “СПЕКТРОСКАН S ” (в дальнейшем “анализатор”).

Предназначен для изучения условий и правил эксплуатации, необходимых для обеспечения безопасного и полного использования технических возможностей прибора.

Перед началом работы необходимо внимательно ознакомиться с паспортом и руководством пользователя. РА6.000.000 ИЗ

К работе со спектрометром допускаются лица не моложе 18 лет, прошедшие специальный инструктаж, имеющие группу допуска для работы на электроустановках с напряжением свыше 1000 В: не ниже II - для операторов; не ниже III- для ремонтного персонала, отнесенные к категории А.

В состав обслуживающего персонала, работающего со спектрометром, должен входить квалифицированный техник или инженер, знакомый с аппаратурой подобного класса. Текущая работа со спектрометром не требует высокой квалификации персонала и может выполняться лаборантом.

УКАЗАНИЕ МЕР БЕЗОПАСНОСТИ

Конструкция анализатора обеспечивает защиту обслуживающего персонала при любых условиях работы на нем в соответствии с требованиями «Правил эксплуатации электроустановок потребителей» и Межотраслевых правил охраны труда, «Норм радиационной безопасности НРБ-99/2009», «Основных санитарных правил обеспечения радиационной безопасности ОСПОРБ-99/2010».

Поскольку источник рентгеновского излучения работает при напряжении менее 5 кВ, то, согласно ОСПОРП-99, такие приборы освобождаются от радиационного учета и контроля и не требуют получения специального разрешения (лицензии) на право работ с источниками ионизирующих излучений. Транспортировка, хранение, приобретение – без ограничений по радиационному фактору.

Для обеспечения безопасных условий труда на анализаторе, эксплуатирующая организация должна внести в свою инструкцию по безопасности эксплуатации анализатора необходимые меры защиты от воздействия нерадиационных факторов (аэрозоли и пыли от образцов металлов в виде порошков, статического электричества, озона, окислов азота) в зависимости от анализируемых объектов и особенностей использования анализатора.

					РА6.000.000 ПС	Лист
Изм	Л	№ докум	Подп	Дата		3
Инв.№ подл.		Подп. и дата		Взам. Инв. №	Инв.№ дубл.	Подп. и дата

ВНИМАНИЕ! Категорически запрещается искусственно замыкать любые блокировочные контакты. Включение сетевого питания и высокого напряжения допускается только на полностью собранном анализаторе, на котором установлены все кожуха.

ЗАПРЕЩАЕТСЯ:

Проникать внутрь прибора с помощью каких-либо предметов.

Выполнять какие-либо доработки прибора.

Встраивать анализатор в какие-либо установки, технологические линии и т.д. без письменного согласования с изготовителем.

ВНИМАНИЕ! При нарушении вышеперечисленных требований, пломб на корпусе анализатора или его целостности изготовитель снимает с себя гарантийные обязательства в случае выхода прибора из строя. Кроме того, Вы рискуете пострадать от поражения электрическим током или рентгеновским излучением.

ВНИМАНИЕ! В процессе изготовления в конструкцию аппарата могут быть внесены изменения, не влияющие на его технические характеристики и поэтому не отраженные в эксплуатационной документации.

					РА6.000.000 ПС	Лист
Изм	Л	№ докум	Подп	Дата		4
Инв.№ подл.		Подп. и дата		Взам. Инв. №	Инв.№ дубл.	Подп. и дата

1. ОСНОВНЫЕ СВЕДЕНИЯ ОБ ИЗДЕЛИИ

1.1. Анализатор рентгенофлуоресцентный энергодисперсионный серы в нефти и нефтепродуктах СПЕКТРОСКАН S (исполнение СПЕКТРОСКАН)

Зав. № _____ изготовлен «_____» _____ 201 г.

Изготовитель ООО «НПО «СПЕКТРОН»

190103 г.С.-Петербург, Циолковского 10А

Факс 812-3258503, тел.812-3258183

E-mail: to@spectron.ru ,

1.2. СПЕКТРОСКАН S относится к анализаторам рентгенофлуоресцентным. Анализатор предназначен для количественного определения серы в углеводородах, таких как дизельное топливо, нефть, бензин, керосин, смазочные масла, мазут, гидравлические масла, реактивное топливо и любые дистиллятные нефтепродукты.

Анализатор может быть использован для контроля качества нефтепродуктов на предприятиях нефтедобывающей и нефтеперерабатывающей промышленности, а также в лабораториях НИИ и предприятий, транспортирующих указанные продукты, в том числе в передвижных лабораториях.

В аппарате установлен один фиксированный спектральный канал, который жестко настроен на заранее заданную аналитическую линию конкретного химического элемента - серы. Способ выделения линии K_{α} серы из спектра – по энергодисперсионной схеме. В качестве диспергирующего элемента используется пропорциональный детектор со спектральным фильтром.

Для управления прибором и обработки информации в режиме штатной работы используется встроенное микропроцессорное устройство. Дополнительно анализатор имеет выход для подключения ЭВМ типа IBM PC/AT через последовательный интерфейс RS 232C. В этом случае аппарат может работать, как спектрометр широкого назначения, при условии наличия программного и методического обеспечения.

Условия эксплуатации анализатора - УХЛ, категория 4.2 по ГОСТ 15150, при температуре окружающего воздуха в рабочих условиях от 10 до 30 °С.

Анализатор является восстанавливаемым изделием, ремонтируемым, однофункциональным, относится к виду 1 по ГОСТ 27.003.

Анализатор выпускается в двух исполнениях - «СПЕКТРОСКАН S» и «СПЕКТРОСКАН SL», отличающихся диапазоном измерений массовой доли серы.

					РА6.000.000 ПС	Лист	
Изм	Л	№ докум	Подп	Дата		5	
Инв.№ подл.		Подп. и дата		Взам. Инв. №		Инв.№ дубл.	Подп. и дата

Пример записи обозначения анализатора при его заказе и в документации другой продукции, в которой он может быть применен: «Анализатор рентгенофлуоресцентный энергодисперсионный серы в нефти и нефтепродуктах «СПЕКТРОСКАН S» ТУ 4276-002-23124704-2004.

					РА6.000.000 ПС	Лист
Изм	Л	№ докум	Подп	Дата		6
Инв.№ подл.		Подп. и дата		Взам. Инв. №	Инв.№ дубл.	Подп. и дата

2. ОСНОВНЫЕ ТЕХНИЧЕСКИЕ ДАННЫЕ

2.1. Анализатор должен соответствовать требованиям ТУ 4276-002-23124704-2004 и комплекту конструкторской документации РА6.000.000.

2.2. Основные параметры и размеры

2.2.1. Питание анализатора осуществляется от сети переменного тока напряжением (220^{+22}_{-33}) В, с частотой (50 ± 1) Гц..

2.2.2. Мощность, потребляемая анализатором, не более - 100 Вт.

2.2.3. Размеры кюветы для образцов, не более – диаметр 32 мм, высота 22 мм

2.2.4. Габаритные размеры анализатора не более 360 x 380 x 180 мм.

2.2.5. Масса анализатора не более 8,5 кг

2.3. Характеристики

2.3.1. Диапазон измерений массовой доли серы от 0,0020% до 5% для исполнения «СПЕКТРОСКАН S», и от 0,0007% до 5% для исполнения «СПЕКТРОСКАН SL».

2.3.2. Предел повторяемости единичных измерений (допускаемое расхождение результатов двух последовательных измерений при доверительной вероятности $P=0,95$) должен определяться формулой $0,02894 (C + 0,06544)$, %, в диапазоне измерений от 0,01% до 5% , и формулой $(0,0004+0,03C+14C^2)$, % в диапазоне измерений от 0 до 0,01%, где С – массовая доля серы, %

2.3.3. Время непрерывной работы анализатора не менее 12 ч.

2.3.4. Пределы допускаемой основной абсолютной погрешности определяются формулой: $\delta = \pm (0,046C + 0,0032)$ %, в диапазоне измерений от 0,01% до 5%, и формулой $\delta = \pm (0,0003+0,023C+32C^2)$, % в диапазоне измерений от 0,0007% до 0,01%, где С – массовая доля серы, (%), при соблюдении следующих условий:

температура окружающего воздуха (20 ± 5) °С;

допускаемое колебание температуры за время испытаний ± 2 °С;

атмосферное давление от 84 до 107 кПа;

относительная влажность воздуха от 45 до 80 %;

отсутствие механических воздействий и магнитных полей (кроме земного).

2.3.5. Анализатор должен сохранять работоспособность при воздействии климатических факторов:

температура окружающей среды от 10 до 30 °С;

значение относительной влажности до 80 % при 25° С;

атмосферное давление 84-107 кПа.

					РА6.000.000 ПС			Лист
Изм	Л	№ докум	Подп	Дата				7
Инв.№ подл.		Подп. и дата		Взам. Инв. №		Инв.№ дубл.		Подп. и дата

2.3.6*. Пределы допускаемой дополнительной относительной погрешности от изменения температуры в рабочем диапазоне температур должны быть $\pm 2,5$ %.

2.3.7*. Пределы допускаемой дополнительной относительной погрешности от изменения напряжения питающей сети на ± 10 % от номинального значения должны быть $\pm 0,5$ %.

2.3.8. Средняя наработка на отказ в условиях УХЛ категории 4.2 по ГОСТ 15150 должна быть не менее 15000 ч.

Указанная наработка на отказ обеспечивается при соблюдении потребителем условий эксплуатации и выполнении мероприятий, предусматривающих техническое и ремонтное обслуживание анализатора.

При этом под отказом понимается несоответствие пп.2.3.2, которое не может быть устранено органами управления анализатора или заменой неисправного элемента на исправный в течение 4 ч.

2.3.9. Полный средний срок службы анализатора должен быть не менее 10 лет.

2.3.10. Анализатор в упаковке для транспортирования должен выдерживать без повреждения:

транспортную тряску с ускорением 30 м/с^2 при частоте ударов от 80 до 120 в минуту;

колебания температуры от минус 50 до плюс 50 С;

воздействие верхнего значения относительной влажности до 100 % при температуре 25 °С.

2.3.11. Анализатор должен сохранять свои характеристики при воздействии постоянных или переменных магнитных полей сетевой частоты с напряженностью до 400 А/м.

2.3.12. Анализатор должен быть устойчив к воздействию микросекундных импульсных помех от сети питания степени жесткости 3 по ГОСТ Р 51317.4.11.

2.3.13. Анализатор должен быть устойчив к воздействию наносекундных импульсных помех от сети питания степени жесткости 3 по ГОСТ Р 51317.4.4

2.3.14. Анализатор должен быть устойчив к воздействию электростатического разряда на поверхностях доступных персоналу во время эксплуатации. Воздействие электростатического разряда не должно приводить к прекращению функционирования или отказу. Степень жесткости при испытаниях - 3 по ГОСТ Р 51317.4.2:

для контактного разряда - не более 6 кВ;

для воздушного разряда - не более 8 кВ;

					РА6.000.000 ПС			Лист
Изм	Л	№ докум	Подп	Дата				8
Инв.№ подл.		Подп. и дата		Взам. Инв. №		Инв.№ дубл.		Подп. и дата

2.3.15. Анализатор должен функционировать при следующих нарушениях в сети переменного тока 220 В:

длительность прерывания питания (при минимально допустимом напряжении сети) не более 10 мс с интервалом следования не менее 1 с;

провал - 50 % от номинального значения напряжения сети - не более 20 мс с интервалом следования не менее 1 с.

2.3.16. Анализатор должен сохранять свои характеристики при воздействии внешних электромагнитных помех, значения которых не превышают установленных ГОСТ Р 51317.4.6 в полосе частот 0,85 - 80 МГц, ГОСТ Р 51317.4.2 в полосе частот 80 – 1000 МГц для технических средств, устанавливаемых вне жилых помещений.

*Примечание: Для текущего контроля работы анализатора (пункты ТУ, помеченные знаком *) применяется контрольный образец Мо (№196) РА6.000.060СБ, представляющий собой пластинку из металлического молибдена, имитирующий контрольный образец серы в нефтепродуктах.*

					РА6.000.000 ПС	Лист
Изм	Л	№ докум	Подп	Дата		9
Инв.№ подл.		Подп. и дата		Взам. Инв. №	Инв.№ дубл.	Подп. и дата

3. КОМПЛЕКТНОСТЬ

Комплект поставки анализатора должен соответствовать указанному в таблице 1.
Таблица 1

Наименование	Обозначение	Количество	Примечание
Анализатор	РА8.000.000	1	
Комплект монтажных частей в составе:	-		
Кабель сетевой		1	
Фонарь	РА6.000.050	1	
Комплект инструмента и принадлежностей	РА8.800.000	1	согласно ведомости ЗИП
Комплект эксплуатационных документов			
Методика поверки, согласованная ГЦИ СИ ВНИИМ	РА6.000.000 Д22	1	Приложение к паспорту
Паспорт	РА6.000.000 ПС	1	
Руководство по эксплуатации	РА8.000.000 РЭ	1	
Ведомость ЗИП	РА8.000.000 ЗИ	1	

					РА6.000.000 ПС	Лист
Изм	Л	№ докум	Подп	Дата		10
Инв.№ подл.		Подп. и дата		Взам. Инв. №		Инв.№ дубл.
						Подп. и дата

4. СРОКИ СЛУЖБЫ, ХРАНЕНИЯ И ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

4.1. Средняя наработка на отказ не менее 15000 ч.

4.2. Срок службы 10 лет, в том числе срок хранения 6 месяцев по условиям хранения 1 ГОСТ 15150-69.

Указанные сроки службы и хранения действительны при соблюдении потребителем требований действующей эксплуатационной документации.

Сроки службы и хранения на комплектующие изделия, входящие в состав спектрометра, определяются в соответствии со стандартами или ТУ на эти изделия.

4.3. Гарантии изготовителя

Предприятие-изготовитель гарантирует соответствие анализатора рентгенофлуоресцентного энергодисперсионного серы в нефти и нефтепродуктах СПЕКТРОСКАН S требованиям ТУ 4276-002-23124704-2004 при соблюдении потребителем условий эксплуатации, транспортирования и хранения, установленных настоящим паспортом.

Гарантийный срок эксплуатации 12 месяцев со дня ввода спектрометра в эксплуатацию, но не более 18 месяце со дня отгрузки, если иное не указано в Договоре.

При отказе в работе или неисправности анализатора (блока) в период гарантийных обязательств потребителем должен быть составлен акт о необходимости замены блоков и обеспечена их отправка предприятию изготовителю или должен быть вызван его представитель.

Предприятие-изготовитель может заключить с потребителем договор на послегарантийное обслуживание спектрометра.

					РА6.000.000 ПС	Лист
Изм	Л	№ докум	Подп	Дата		11
Инв.№ подл.		Подп. и дата		Взам. Инв. №	Инв.№ дубл.	Подп. и дата

5. СВИДЕТЕЛЬСТВО ОБ УПАКОВЫВАНИИ

Анализатор рентгенофлуоресцентный энергодисперсионный серы в нефти и нефтепродуктах СПЕКТРОСКАН S (исполнение СПЕКТРОСКАН) зав. № _____
упакован _____

(наименование или код предприятия, производившего упаковывание)

согласно требованиям, предусмотренным в действующей конструкторской документации.

(должность, личная подпись, расшифровка подписи)

(Год, месяц, число)

					РА6.000.000 ПС	Лист
Изм	Л	№ докум	Подп	Дата		12
Инв.№ подл.		Подп. и дата		Взам. Инв. №	Инв.№ дубл.	Подп. и дата

6. СВИДЕТЕЛЬСТВО О ПРИЕМКЕ

Анализатор рентгенофлуоресцентный энергодисперсионный серы в нефти и нефтепродуктах СПЕКТРОСКАН S (исполнение СПЕКТРОСКАН) зав. № _____ изготовлен и принят в соответствии с обязательными требованиями государственных стандартов, ТУ 4276-002-23124704-2004 и признан годным для эксплуатации.

Анализатор рентгенофлуоресцентный энергодисперсионный серы в нефти и нефтепродуктах СПЕКТРОСКАН S (исполнение СПЕКТРОСКАН) зав. № _____ прошел первичную поверку, на него выдано свидетельство о поверке № _____ от _____.

(Начальник ОТК, личная подпись, расшифровка подписи)

МП

(Год, месяц, число)

					РА6.000.000 ПС	Лист
Изм	Л	№ докум	Подп	Дата		13
Инв.№ подл.		Подп. и дата		Взам. Инв. №	Инв.№ дубл.	Подп. и дата

7. ОПИСАНИЕ И РАБОТА

7.1. Принцип работы

Исследуемый образец, установленный в пробозагрузочное устройство, в рабочем положении облучается рентгеновской трубкой. В результате взаимодействия рентгеновского излучения с веществом в исследуемом образце возникает вторичное флуоресцентное излучение, в спектре которого присутствуют характеристические линии тех элементов, которые входят в состав образца. Наличие в спектре линий данного элемента свидетельствует о присутствии его в образце, а интенсивность этих линий позволяет судить о концентрации элементов.

Принцип действия анализатора основан на выделении из спектра флуоресцентного излучения исследуемого образца, возбуждаемого излучением острофокусной рентгеновской трубки, характеристической линии серы, регистрации интенсивности этой линии и пересчета значений интенсивности в значения массовой доли серы в анализируемом образце.

В анализаторе установлен один спектральный канал, жестко настроенный на выделение характеристической линии серы. Способ выделения – энергодисперсионный, т.е. использующий не волновые, а квантовые свойства рентгеновского излучения.

Принцип работы фиксированного канала, построенного по энергодисперсионной схеме, основан на свойстве пропорционального детектора получать амплитуду импульса аналитического сигнала пропорциональной энергии регистрируемых рентгеновских квантов. Кванты характеристического излучения атомов разных химических элементов имеют различную энергию, следовательно, электрический сигнал с детектора, зарегистрировавшего тот или иной квант, будет иметь разную амплитуду, и амплитудный спектр позволит судить об элементном составе пробы. Энергетического разрешения детектора, как правило, не хватает, чтобы разделять линии соседних элементов, поэтому окно детектора закрывается фильтром, не пропускающим в детектор мешающие кванты и сужающим энергетический интервал, регистрируемых квантов до приемлемого значения.

					РА6.000.000 ПС	Лист	
Изм	Л	№ докум	Подп	Дата		14	
Инв.№ подл.		Подп. и дата		Взам. Инв. №		Инв.№ дубл.	Подп. и дата

7.2. Состав аппарата

Анализатор выполнен в виде единого блока, в состав которого входят

- устройство пробоподачи
- блок высоковольтный
- блок детектирования
- плата усилителя-дискриминатора и питания детектора
- плата стабилизатора питания рентгеновской трубки
- плата контроллера
- блок индикации и клавиатура
- термопринтер
- блок питания

7.3. Устройство и работа составных частей

Устройство пробоподачи обеспечивает введение в зону облучения рентгеновской трубки измерительной кюветы и контрольного образца, а также защиту от рентгеновского излучения. Устройство легкоъемное, что позволяет периодически промывать его от пролившихся нефтепродуктов.

Блок высоковольтный является источником первичного возбуждающего излучения, в котором конструктивно объединены генераторное устройство и рентгеновская трубка типа БХ-7 (с Ag анодом) мощностью до 1 Вт с номинальным режимом работы, не более: $U=4$ кВ, $I=250$ мкА.

Блок детектирования обеспечивает выделение и регистрацию аналитического сигнала, соответствующего массовой доле серы в анализируемой пробе

Блок детектирования представляет собой отпаянный пропорциональный детектор с наполнением Хе или Не. Устройство детекторное, состоящее из цепей питания детектора и предварительного усилителя, обеспечивает формирование и усиление сигналов с детектора. Для сужения полезного энергетического интервала, выделяемого пропорциональным детектором, на его входном окне установлен спектральный фильтр.

Плата усилителя-дискриминатора и питания детектора обеспечивает подачу на нить детектора стабилизированного напряжения до 1350 В. , осуществляет усиление по амплитуде импульсов, поступивших с блока детектирования, и последующее выделение тех импульсов, амплитуды которых попадают в окно между порогами дискриминации. Пороги дискриминации настраиваются таким образом, чтобы в зависимости от диапазона содержания серы в пробе, выделять импульсы аналитического сигнала в

					РА6.000.000 ПС	Лист	
Изм	Л	№ докум	Подп	Дата		15	
Инв.№ подл.		Подп. и дата		Взам. Инв. №		Инв.№ дубл.	Подп. и дата

дифференциальном или интегральном режимах. Выделенные импульсы поступают в соответствующие счетные каналы, размещенные на плате контроллера.

Контроллер обеспечивает управление работой анализатора, вывод информации на индикатор и термопринтер, связь с внешним компьютером через порт RS-232.

Блок питания обеспечивает подачу стабилизированных напряжений питания на электронные блоки спектрометра.

На задней панели анализатора расположен разъем для подключения к персональному компьютеру через последовательный порт. Используя стандартное программное обеспечение НПО «Спектрон» можно проводить испытания анализатора или другие измерения, выходящие за рамки рутинных анализов, предусмотренных в программе встроенного контроллера.

7.4. Эксплуатационные ограничения

Прибор должен работать от указанного в паспорте напряжения сети.

Помещение, где находится анализатор должно иметь нормальную естественную вентиляцию, не содержать пыли и агрессивных паров.

Не допускайте нахождения тяжелых предметов на соединительных кабелях и кожухе прибора.

Для чистки прибора не используйте жидкие или аэрозольные очистители, пользуйтесь только мягкими материалами.

Не допускайте резких перегибов кабелей.

Не перекрывайте посторонними предметами вентиляционные отверстия прибора.

Не пытайтесь проводить ремонт прибора самостоятельно. Обращайтесь за гарантийным ремонтом к изготовителю.

ЗАПРЕЩАЕТСЯ!

Пользоваться кюветами, кроме тех, что поставляются с прибором.

Встраивать анализатор в какие-либо установки, технологические линии и т.д. без письменного согласования с изготовителем.

При нарушении вышеперечисленных требований, пломб на корпусе спектрометра или его целостности изготовитель снимает с себя гарантийные обязательства в случае выхода прибора из строя. Кроме того, Вы рискуете пострадать от поражения электрическим током или рентгеновским излучением.

					РА6.000.000 ПС	Лист
Изм	Л	№ докум	Подп	Дата		16
Инв.№ подл.		Подп. и дата		Взам. Инв. №	Инв.№ дубл.	Подп. и дата

7.5. Требования безопасности

7.5.1. Конструкция анализатора должна обеспечивать защиту обслуживающего персонала от опасных и вредных производственных факторов в соответствии с ГОСТ 12.0.003

7.5.2. Виды опасности

7.5.2.1 Анализатор может представлять опасность как источник повышенного уровня ионизирующего излучения и источник повышенного значения напряжения в электрической цепи, замыкание которой может произойти через тело человека.

7.5.2.2. Для обеспечения безопасных условий труда на анализаторе эксплуатирующая организация в должна внести в свою инструкцию по безопасности эксплуатации анализатора необходимые меры защиты от воздействия нерадиационных факторов (аэрозоли и пыли от образцов металлов в виде порошков, статического электричества, озона, окислов азота) в зависимости от анализируемых объектов и особенностей использования анализатора.

7.5.3. Источники опасности

Источником рентгеновского излучения в анализаторе является рентгеновская трубка с режимом работы: $U_a=4.0$ кВ, $I_a=250$ мкА

Источниками высокого напряжения являются:

источник питания рентгеновской трубки;

высоковольтный источник питания детектора;

предусилитель сигналов с детектором.

7.5.4. Требования по обеспечению безопасности

7.5.4.1. Конструкция анализатора обеспечивает защиту обслуживающего персонала при любых условиях работы на нем в соответствии с требованиями «Правил эксплуатации электроустановок потребителей», «Межотраслевых правил охраны труда», «Норм радиационной безопасности НРБ-99/2009», «Основных санитарных правил обеспечения радиационной безопасности ОСПОРБ-99/2010».

Примечание: Поскольку источник рентгеновского излучения работает при напряжении менее 5 кВ, то, согласно ОСПОРП-99/2010, такие приборы освобождаются от радиационного учета и контроля и не требуют получения специального разрешения (лицензии) на право работ с источниками ионизирующих излучений. Транспортировка, хранение, приобретение – без ограничений по радиационному фактору.

7.5.4.2. Анализатор по способу защиты от поражения электрическим током соответствует классу 1 по ГОСТ 12.2.007.0.

					РА6.000.000 ПС	Лист	
Изм	Л	№ докум	Подп	Дата		17	
Инв.№ подл.		Подп. и дата		Взам. Инв. №		Инв.№ дубл.	Подп. и дата

7.5.4.3. Все токоведущие части анализатора окружены оболочками, защищающими от случайного соприкосновения. Степень защиты от прикосновения к токоведущим частям – IP-20 по ГОСТ 14254.

7.5.4.4. В конструкции анализатора предусмотрена блокировка, отключающая высокое напряжение анализатора при снятии любой их съемных частей кожуха, открывающих доступ к высокому напряжению и к источнику рентгеновского излучения.

7.5.4.5. Все источники напряжения свыше 1000 В снабжены защитными кожухами, исключающими возможность соприкосновения с источником.

Включение источников напряжения свыше 1000 В сопровождается включением световой индикации на панели управления анализатора.

7.5.4.6. Сопротивление заземления между нулевым контактом вилки питания и каждой доступной прикосновению металлической нетоковедущей частью анализатора не превышает 0,1 Ом.

7.5.4.7. Электрическое сопротивление изоляции первичных электрических цепей анализатора относительно корпуса не менее 10 МОм при нормальных условиях по ГОСТ 15150.

7.5.4.8. Изоляция первичных электрических цепей анализатора без пробоя выдерживает в течение 1 мин воздействие испытательного напряжения 1500 В практически синусоидальной формы частотой 50 Гц относительно заземленных корпусов при нормальных условиях по ГОСТ 15150.

7.5.4.9. Электрическая сеть, питающая анализатор, защищена сетевым выключателем и плавкими вставками

7.5.4.10. Конструкция анализатора предусматривает заглушку, обеспечивающую безопасность смены образцов без выключения рентгеновской трубки, и предусматривать автоматическое снятие высокого напряжения на рентгеновской трубке при открытой пробозагрузочной камере.

7.5.4.11. Включение источника рентгеновского излучения сопровождается включением световой индикации

7.5.4.12. Конструкция анализатора обеспечивает снижение мощности эквивалентной (экспозиционной) дозы в рабочем положении анализатора до значений не более 1 мкЗв/ч (0,1 мР/ч) в любом доступном месте на расстоянии 50 мм от поверхности кожуха в любом направлении при всех возможных условиях эксплуатации.

Измерения должны быть выполнены в соответствии с требованиями ОСПОРБ-99/2010 с учетом поправочных коэффициентов (п.1.7, раздел 1 ОСПОРБ-99/2010).

					РА6.000.000 ПС	Лист
Изм	Л	№ докум	Подп	Дата		18
Инв.№ подл.		Подп. и дата		Взам. Инв. №	Инв.№ дубл.	Подп. и дата

7.5.4.13. К работе со анализатором допускаются лица не моложе 18 лет, прошедшие специальный инструктаж и имеющие группу допуска для работы на электроустановках с напряжением свыше 1000 В не ниже II - для операторов, не ниже III - для ремонтного персонала, отнесенные к категории А.

7.5.4.14. На корпусе источника высокого напряжения нанесен символ электрического напряжения по ГОСТ 12.4.026.

7.5.4.15. Надписи и символы на органах управления выполнены по ГОСТ 12.4.040.

7.6. Использование по назначению

7.6.1. Подготовка к работе

7.6.1.1. Эксплуатация анализатора должна осуществляться в соответствии с требованиями, изложенными в «Основных санитарных правилах обеспечения радиационной безопасности ОСПОРБ-99/2010».

7.6.1.2. После хранения или транспортирования анализатора в климатических условиях, выходящих за пределы условий эксплуатации, анализатор необходимо выдержать в нормальных условиях не менее 4 ч.

7.6.1.3. После распаковки анализатора необходимо убедиться в отсутствии наружных повреждений.

7.6.1.4. В состав Обслуживающего персонала, работающего со спектрометром, должен входить квалифицированный техник или инженер, знакомый с аппаратурой подобного класса.

7.6.1.5. Установите анализатор на рабочем месте так, чтобы он не нагревался от внешних источников, не находился под прямыми лучами солнечного света и не испытывал толчков и ударов.

7.6.1.6. Произведите подключение сетевого кабеля.

ВНИМАНИЕ! Пуск, наладка и первое включение спектрометра должны производиться представителем предприятия-изготовителя или другой организацией по ее доверенности.

7.6.2. ПОРЯДОК РАБОТЫ НА АППАРАТЕ

7.6.2.1. Убедитесь, что все кнопки анализатора отжаты.

7.6.2.2. Включите анализатор в сеть 220 В, 50 Гц и нажмите кнопку «СЕТЬ», на задней панели.

					РА6.000.000 ПС	Лист
Изм	Л	№ докум	Подп	Дата		19
Инв.№ подл.		Подп. и дата		Взам. Инв. №	Инв.№ дубл.	Подп. и дата

7.6.2.3. Дальнейшая работа спектрометра осуществляется в соответствии с инструкцией пользователя.

Примечание. Анализатор градуируется на предприятии-изготовителе. Контроль градуировочной характеристики осуществляется с помощью Государственных стандартных образцов. Градуировочная характеристика корректируется в режиме градуировки в соответствии с инструкцией пользователя.

7.6.2.4. Выключение анализатора производить в обратном порядке.

7.6.3. Техническое обслуживание.

7.6.3.1. Для проведения технического обслуживания необходимо отключить сетевой кабель.

7.6.3.2. Удалить пыль с вентиляционных отверстий.

7.6.3.3. Следует внимательно следить за чистотой в камере пробозагрузки. Необходимо периодически очищать камеру пробозагрузки от следов нефтепродуктов, которые могут туда попасть при анализах. Рекомендуется пользоваться ватными или марлевыми тампонами, смоченными в ацетоне.

7.6.3.4. Техническое обслуживание желательно совмещать с поверкой спектрометра в соответствии с инструкцией по поверке РА6.000.000 Д22.

					РА6.000.000 ПС	Лист
Изм	Л	№ докум	Подп	Дата		20
Инв.№ подл.		Подп. и дата		Взам. Инв. №	Инв.№ дубл.	Подп. и дата

7.6.4. Перечень возможных неисправностей

Перечень возможных неисправностей и способы их устранения приведены в таблице 5.

Таблица 5

Наименование неисправностей	Вероятная причина	Способ устранения
Отсутствует (равен 0) аналитический сигнал	Разрыв цепи блокировки под крышкой кожуха прибора.	Проверить цепь блокировки и микровыключатели.
Не загорается сигнальный светодиод после включения высокого напряжения	Разрыв цепи блокировки под крышкой кожуха прибора.	Проверить цепь блокировки и микровыключатели.

Примечание. В случае обнаружения неисправностей, помеченных *, или других неисправностей, обращайтесь непосредственно на предприятие-изготовитель.

7.7. Ограничения по транспортированию

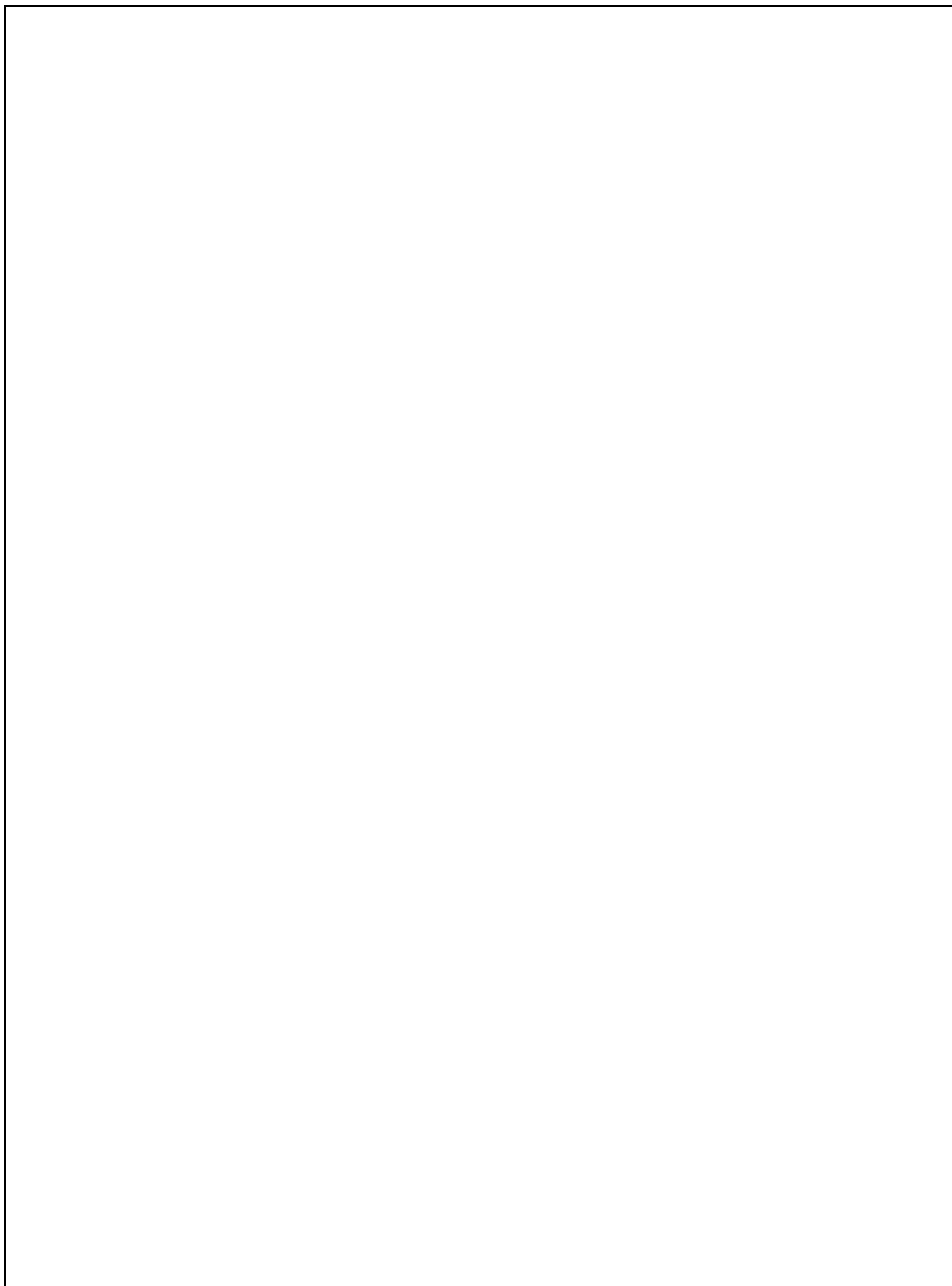
7.7.1. Транспортирование анализатора в части воздействия климатических факторов осуществляется по условиям 5 ГОСТ 15150-69, в части механических воздействий - по условиям Легкие (Л) ГОСТ 23170-78.

ВНИМАНИЕ! Транспортирование анализатора необходимо проводить в вертикальном положении прибора (на боку).

7.7.2. Перевозки спектрометра осуществляются:

- железнодорожным транспортом без перегрузок;
- автомобильным транспортом без перегрузок по дорогам с асфальтовым и бетонным покрытиями (дороги 1-й категории) на расстояние до 200 км;
- воздушным, железнодорожным транспортом в сочетании их между собой и с автомобильным транспортом, отнесенным к настоящим условиям, с общим числом перегрузок не более 2.

					РА6.000.000 ПС			Лист
Изм	Л	№ докум	Подп	Дата				21
Инв.№ подл.		Подп. и дата		Взам. Инв. №		Инв.№ дубл.		Подп. и дата



					РА6.000.000 ПС	Лист		
Изм	Л	№ докум	Подп	Дата		22		
Инв.№ подл.		Подп. и дата		Взам. Инв. №		Инв.№ дубл.	Подп. и дата	

Приложение А к Паспорту

СОГЛАСОВАНО
Заместитель руководителя
«ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»

УТВЕРЖДАЮ
Генеральный директор
ООО «НПО «СПЕКТРОН»


В.С.Александров
« 17 » _____ 2008


А.Н.Машинский
« 12 » _____ 2008


АНАЛИЗАТОР РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНЫЙ
ЭНЕРГОДИСПЕРСИОННЫЙ СЕРЫ В НЕФТИ И НЕФТЕПРОДУКТАХ
«СПЕКТРОСКАН S»

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

РА6.000.000 Д22

(с Изменениями 2)

Руководитель отдела испытаний
ГЦИ СИ «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»


О.В.Тудоровская
« 17 » _____ 12 2008

					РА6.000.000 ПС			Лист
Изм	Л	№ докум	Подп	Дата			23	
Инв.№ подл.		Подп. и дата		Взам. Инв. №		Инв.№ дубл.		
						Подп. и дата		

1. Операции поверки.....	25
2. Средства поверки.....	25
3. Требования безопасности.....	26
4. Условия поверки и подготовка к ней.....	26
5. Проведение поверки.....	26
5.1. Внешний осмотр.....	26
5.2. Проверка функционирования (опробование).....	26
5.3. Определение метрологических характеристик.....	27
6. Оформление результатов поверки.....	28
Приложение 1. Протокол поверки.....	29
Приложение 2. Приготовление контрольного раствора.....	31
Приложение 3. Руководство для определения малых содержаний серы (менее 0.01%)	32

					РА6.000.000 ПС	Лист
Изм	Л	№ докум	Подп	Дата		24
Инв.№ подл.		Подп. и дата		Взам. Инв. №	Инв.№ дубл.	Подп. и дата

Настоящая методика поверки распространяется на анализатор рентгенофлуоресцентный энергодисперсионный серы в нефти и нефтепродуктах СПЕКТРОСКАН S в двух исполнениях «СПЕКТРОСКАН S» и «СПЕКТРОСКАН SL» (в дальнейшем - анализатор), изготавливаемый ООО «НПО «СПЕКТРОН» и предназначенный для количественного определения массовой доли серы в углеводородах.

Настоящая методика устанавливает методы и средства первичной и периодической поверки анализатора при выпуске из производства и в процессе эксплуатации.

Межповерочный интервал – 1 год.

1. Операции поверки

1.1. При проведении поверки должны быть выполнены следующие операции:

внешний осмотр п. 5.1;

проверка функционирования п. 5.2;

определение метрологических характеристик п. 5.3.

1.2. Если при проведении той или иной операции поверки получен отрицательный результат, дальнейшая поверка прекращается и выдается извещение о непригодности

2. Средства поверки

2.1. При проведении поверки должны применяться средства поверки, указанные в таблице 1.

Таблица 1

Номер пункта МП	Наименование и тип основного средства поверки, обозначение НД, регламентирующего технические требования и (или) МХ
4.2	Термометр типа ТЛ-4 по ТУ 25-1819.0021-90, диапазон температур от 0 до 50°С
4.2	Психрометр аспирационный типа М34 по ТУ 25-1607.054-85, диапазон измерений относительной влажности от 0 до 100 %
5.3.1, 5.3.2	ГСО массовой доли серы СН-0,005-ЭК, СН-0,010-ЭК; СН-0,100-ЭК и СН-5,000-ЭК (соответственно ГСО 8171-2002, ГСО 8172-2002, ГСО 8175-2002 и 8179-2002) с массовой долей серы соответственно 0,005; 0,010; 0,100; 5,000 % и относительными погрешностями аттестованных значений соответственно 25; 13; 4 и 2,5 %.

Примечание. Допускается применение при поверке аналогичных средств измерений с не уступающими метрологическими характеристиками.

					РА6.000.000 ПС	Лист
Изм	Л	№ докум	Подп	Дата		25
Инв.№ подл.		Подп. и дата		Взам. Инв. №	Инв.№ дубл.	Подп. и дата

2.2. Средства измерений, приведенные в таблице, должны иметь действующие свидетельства о поверке, а стандартные образцы – действующие паспорта.

3. Требования безопасности

При поверке необходимо соблюдать правила безопасности в соответствии с требованиями эксплуатационной документации на поверяемые анализаторы и применяемые средства поверки.

4. Условия поверки и подготовка к ней

4.1. На первичную и периодическую (после ремонта) поверку предоставляются протоколы приемо-сдаточных испытаний в части требований безопасности:

проверка мощности эквивалентной (экспозиционной) дозы излучения и безопасности смены образцов;

измерение сопротивления изоляции первичных цепей;

испытание изоляции на электрическую прочность;

измерение сопротивления заземления.

4.2. При проведении поверки должны соблюдаться следующие условия:

температура окружающего воздуха	$(20 \pm 5)^\circ\text{C}$;
относительная влажность	до 80%;
напряжение питания переменного тока	$(220_{-33}^{+22})\text{В}$; $(50 \square 1)\text{Гц}$;
фон внешнего гамма-излучения в помещении не более	0,25мкЗв/ч;
время прогрева анализатора	1ч.

4.3. Анализаторы и средства поверки должны быть подготовлены к работе в соответствии с их эксплуатационной документацией.

5. Проведение поверки

5.1. Внешний осмотр

5.1.1. Внешний осмотр анализатора предусматривает проверку:

комплектности;

отсутствие механических повреждений корпуса;

крепление органов управления и четкости фиксации;

состояние лакокрасочных покрытий.

5.2. Проверка функционирования (опробование).

5.2.1. Установить в пробозагрузочное устройство контрольный образец Мо (№196).

5.2.2. Включить анализатор, провести измерения контрольного образца Мо (№196), следуя указаниям на экране индикации.

					РА6.000.000 ПС	Лист
Изм	Л	№ докум	Подп	Дата		26
Инв.№ подл.		Подп. и дата	Взам. Инв. №	Инв.№ дубл.		Подп. и дата

5.2.3. Анализатор функционирует, если по окончании измерений на табло отобразится: «Установите ХП».

5.3 Определение метрологических характеристик

5.3.1.** Определение повторяемости (сходимости) единичных измерений проводится с использованием стандартных образцов массовой доли серы в нефти и нефтепродуктах с содержанием серы СН-0,005-ЭК; СН-0,010-ЭК; СН-0,100-ЭК; СН-5,000-ЭК (соответственно ГСО 8171-2002, ГСО 8172-2002, ГСО 8175-2002 и 8179-2002). Анализируют каждый образец, при этом каждый анализ включает по 2 единичных измерения.

При определении повторяемости (сходимости) единичных измерений (расхождения результатов двух последовательных измерений, выполненных в условиях повторяемости (сходимости)) расчет проводится по формулам:

$$0,02894 (C + 0,06544), \%$$

в диапазоне измерений от 0,01% до 5%;

$$(0,0004 + 0,03C + 14C^2), \%$$

в диапазоне измерений от 0,0007% до 0,01%,

где С – массовая доля серы, %.

Анализатор считать выдержавшим испытания, если для всех стандартных образцов ни в одном из анализов модуль разности результатов единичных измерений \bar{m}_C не превышает значений пределов повторяемости (сходимости), рассчитанных по вышеуказанной формуле. Если результат одного из 10 анализов выходит за указанные пределы, проводят еще 10 анализов.

5.3.2.** При определении основной абсолютной погрешности расчет проводится по формулам:

$$\delta = \pm (0,046C + 0,0032), \%$$

в диапазоне измерений от 0,01% до 5%;

$$\delta = \pm (0,0003 + 0,023C + 32C^2), \%$$

в диапазоне измерений от 0,0007% до 0,01%;

где С – массовая доля серы, (%), при соблюдении условий п. 4.2.

Определение основной абсолютной погрешности анализатора и диапазона измерений массовой доли серы (п.1.3.1. ТУ) проводится по результатам измерений п.5.3.1.

					РА6.000.000 ПС			Лист
Изм	Л	№ докум	Подп	Дата				27
Инв.№ подл.		Подп. и дата		Взам. Инв. №		Инв.№ дубл.		Подп. и дата

Анализатор считать выдержавшим испытания, если для каждого образца разность между среднеарифметическим значением массовой доли серы, рассчитанным по двум единичным измерениям и аттестованным значением для каждого стандартного образца не превышает значения предела, рассчитанного по указанным формулам.

Примечание:**) При определении повторяемости и основной абсолютной погрешности допускается применять и другие ГСО с аналогичными характеристиками по диапазону массовой доли серы и по погрешности ее аттестованного значения в соответствии с инструкцией по их применению.

6. Оформление результатов поверки

6.1. Измерения, проводимые в процессе поверки, оформляются протоколом.

6.2. Анализатор, прошедший поверку с положительными результатами, допускается к применению.

6.3. При положительных результатах поверки оформляется свидетельство о поверке по установленной форме.

6.4. При отрицательных результатах поверки анализатор не допускается к применению, в паспорте производится запись о его непригодности и на него выдается справка о непригодности.

					РА6.000.000 ПС	Лист
Изм	Л	№ докум	Подп	Дата		28
Инв.№ подл.		Подп. и дата		Взам. Инв. №	Инв.№ дубл.	Подп. и дата

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ

Анализатор рентгенофлуоресцентный энергодисперсионный серы в нефти и нефтепродуктах «СПЕКТРОСКАН S» (исполнение «СПЕКТРОСКАН S»)

Заводской номер _____

Дата выпуска _____

Дата поверки _____

УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

температура окружающего воздуха, С _____

колебания температуры за время поверки, С _____

относительная влажность окружающего воздуха, % _____

Образец	0,0020 *	СН-0,010-ЭК	СН-0,100-ЭК	СН-5,000-ЭК
Аттестованное значение массовой доли серы в ГСО Сатт (%)		0,0100	0,100	5,000
С1 – С2 (%)				
Среднее значение по двум измерениям. Сср (%)				
Предел повторяемости (сходимости)	0,0006	0,0021	0,0048	0,15
Предел допускаемого отклонения измеренного значения от аттестованного	0,0006	0,0037	0,0078	0,2332
Модуль разности между измеренными и аттестованными значениями Сатт – Сизм (%)				

* Примечание: Образец 0,0020 приготавливается путём соответствующего разбавления ГСО СН-0,005-ЭК белым маслом.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ ПО РЕЗУЛЬТАТАМ ПОВЕРКИ

Анализатор зав. номер _____ признан годным и допущен к эксплуатации.

Поверку произвел _____

" " _____ 200__ г.

					РА6.000.000 ПС	Лист
Изм	Л	№ докум	Подп	Дата		29
Инв.№ подл.		Подп. и дата	Взам. Инв. №	Инв.№ дубл.		Подп. и дата

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ

Анализатор рентгенофлуоресцентный энергодисперсионный серы в нефти и нефтепродуктах «СПЕКТРОСКАН S» (исполнение «СПЕКТРОСКАН SL»)

Заводской номер _____

Дата выпуска _____

Дата поверки _____

УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

температура окружающего воздуха, С _____

колебания температуры за время поверки, С _____

относительная влажность окружающего воздуха, % _____

Образец	0,0010 *	СН-0,010-ЭК	СН-0,100-ЭК	СН-5,000-ЭК
Аттестованное значение массовой доли серы в ГСО Сатт (%)		0,0100	0,100	5,000
С1 – С2 (%)				
Среднее значение по двум измерениям. Сср (%)				
Предел повторяемости (сходимости)	0,0004	0,0021	0,0048	0,1496
Предел допускаемого отклонения измеренного значения от аттестованного	0,0004	0,0037	0,0078	0,2332
Модуль разности между измеренными и аттесто- ванными значениями Сатт – Сизм (%)				

• Примечание: Образец 0,0010 готовится путём соответствующего разбавления ГСО СН-0,005-ЭК белым маслом.

•

ЗАКЛЮЧЕНИЕ ПО РЕЗУЛЬТАТАМ ПОВЕРКИ

Анализатор зав. номер _____ признан годным и допущен к эксплуатации.

Поверку произвел _____

" " _____ 200__ г.

					РА6.000.000 ПС	Лист
Изм	Л	№ докум	Подп	Дата		30
Инв.№ подл.	Подп. и дата	Взам. Инв. №	Инв.№ дубл.	Подп. и дата		

Приложение 2 Приготовление контрольного раствора

Для поверки готовят контрольные растворы с массовой долей серы 0,0010% весовых и 0,0020% весовых, для чего используют образец белого масла с массовой долей серы не более 0,0001% весовых и ГСО 8171-2002 с массовой долей серы 0,0050% весовых производства фирмы «Экрос», поставляемые в комплекте с анализатором. Для приготовления контрольных растворов используются весы лабораторные аналитические общего назначения, 2-го класса точности, ГОСТ 24104.

1) Взвесить сухой, чистый химический стаканчик объемом 50 см³ с точностью 0,0001 г. Результат взвешивания (M_c) записать.

2) Если весы не позволяют учитывать вес тары, рассчитать, какой вес должны показать весы после внесения белого масла: ($M_c + 16,0$), г.

3) В стаканчик внести приблизительно 16,0 г белого масла, взвесить с точностью 0,0001 г. Результат взвешивания (M_m) записать. Реальная масса взвешенного белого масла ($M_m - M_c$) должна быть не менее 15,9000 г и не более 16,1000 г. В противном случае взвешивание повторяют с новой порцией реактивов.

4) Если весы не позволяют учитывать вес тары, рассчитать, какой вес должны показать весы после внесения ГСО 8171-2002: ($M_m + 4,0$), г для раствора 0,0010%, и ($M_m + 8,0$), г для раствора 0,0020%.

5) Не снимая стаканчик с весов, внести в него пипеткой объемом 10 см³ ГСО 8171-2002 с массовой долей серы 0,0050% весовых до общего веса белого масла и ГСО приблизительно 20 г для раствора 0,0010%, и 24 г для раствора 0,0020%. Результат взвешивания ($M_{об}$) записать с точностью 0,0001 г. Реальная масса белого масла и ГСО ($M_{об} - M_c$) должна быть не менее 19,9000 г и не более 20,1000 г для раствора 0,0010%, и не менее 23,9000г и не более 24,1000г для раствора 0,0020%. В противном случае взвешивание повторяют с новой порцией реактивов.

6) Рассчитать реальное содержание массовой доли серы в полученном контрольном растворе, равное:

$$0,0050(M_{об} - M_m) / (M_{об} - M_c), \%$$

7) Значение полученного содержания массовой доли серы в контрольном растворе записывают, включая не более двух значащих цифр, например: расчет – 0,001275%; запись – 0,0013%.

8) В стаканчик опускают чистый, сухой перемешивающий стержень в полиэтиленовой оболочке и перемешивают в течение десяти минут на магнитной мешалке при комнатной температуре.

9) Полученный контрольный раствор переливают в полиэтиленовую бутылку с завинчивающейся пробкой, надписывают этикетку, включающую сведения:

- надпись: контрольный раствор
- массовая доля серы в контрольном растворе;
- дата приготовления.

Хранят в сухом, прохладном, темном месте. Срок хранения приготовленного контрольного раствора – 10 дней.

					РА6.000.000 ПС	Лист
Изм	Л	№ докум	Подп	Дата		31
Инв.№ подл.		Подп. и дата	Взам. Инв. №	Инв.№ дубл.		Подп. и дата

Приложение 3. Руководство для определения малых содержаний серы (менее 0.01%)

1) Подготовка проб. Подготовка проб и измерительных кювет должна выполняться в чистом, свободном от пыли месте, вдали от образцов или стандартов с высоким содержанием серы.

2) При подготовке пробы не прикасайтесь пальцами к ее части, закрытой пленкой. Когда пленка установлена, убедитесь в отсутствии морщин.

3) При каждом измерении рабочего образца от рулона полиэтилентерефталатной пленки толщиной 3 мкм отрезают четыре куса длиной около трех сантиметров и накрывают ими:

– контрольный образец Мо (№ 196);

– холостую пробу (белое масло);

– пробу №1 рабочего образца;

– пробу №2 рабочего образца,

– после чего проводят последовательные измерения на приборе в соответствии с указаниями на дисплее анализатора.

4) Мытье кювет. И использованные кюветы моют с применением моющего средства, не содержащего серы, например «Капля», ополаскивают дистиллированной водой, протирают этиловым спиртом и сушат на воздухе.

Примечание. При измерении содержаний серы, близких к нулю, возможны отрицательные значения показаний анализатора, т. к. погрешность измерений может принимать как положительные, так и отрицательные значения.

					РА6.000.000 ПС	Лист
Изм	Л	№ докум	Подп	Дата		32
Инв.№ подл.		Подп. и дата		Взам. Инв. №	Инв.№ дубл.	Подп. и дата

ПРИЛОЖЕНИЕ Б Руководство для определения малых содержаний серы (менее 0.0010 %)

1. Подготовка проб.

Подготовка проб и измерительных кювет должна выполняться в чистом, свободном от пыли месте, вдали от образцов или стандартов с высоким содержанием серы.

2. При подготовке пробы не прикасайтесь пальцами к ее части, закрытой пленкой. Когда пленка установлена, убедитесь в отсутствии морщин.

При **каждом** измерении рабочего образца от рулона полиэтилентерефталатной пленки толщиной 3 мкм отрезают четыре куса длиной около трех сантиметров и накрывают ими:

- контрольный образец (Мо (№ 196));
- холостую пробу (белое масло);
- пробу №1 рабочего образца;
- пробу №2 рабочего образца,

после чего проводят последовательные измерения на приборе в соответствии с указаниями на дисплее анализатора.

3. После анализа пяти-десяти неизвестных образцов проанализируйте ГСО 8171-2002 либо контрольный раствор, приготовленный по «Приложению Г» (В зависимости от интервала значений массовой доли серы в рабочих образцах). Если результаты измерений выходят за допустимые пределы (п.2.3.4.) – проведите корректировку градуировочной характеристики (п.7.6.2.3).

4. Мытье кювет. Использованные кюветы моют с применением моющего средства, не содержащего серы, например «Капля», ополаскивают дистиллированной водой, протирают этиловым спиртом и сушат на воздухе.

					РА6.000.000 ПС	Лист
Изм	Л	№ докум	Подп	Дата		33
Инв.№ подл.		Подп. и дата		Взам. Инв. №	Инв.№ дубл.	Подп. и дата

ПРИЛОЖЕНИЕ В Приготовление контрольного раствора.

Для поверки готовят контрольный раствор с массовой долей серы 0.0010 % весовых и 0.0020 % весовых, для чего используют образец белого масла с массовой долей серы не более 0.0001 % весовых и ГСО 8171-2002 с массовой долей серы 0.0050 % весовых производства фирмы «Экрос», поставляемые в комплекте с анализатором. Содержание серы в образце белого масла не должно быть более 1 ppm. Для приготовления контрольного раствора с массовой долей серы 0.00010 % (20 г) используются весы лабораторные аналитические общего назначения, 2-го класса точности, ГОСТ 24104.

1. Взвесить сухой, чистый химический стаканчик объемом 50 см³ с точностью 0.0001г. Результат взвешивания (M_c) записать.

2. Если весы не позволяют учитывать вес тары, рассчитать, какой вес должны показать весы после внесения белого масла: ($M_c + 16.0$), г

3. В стаканчик внести приблизительно 16.0 г белого масла, взвесить с точностью 0.0001г. Результат взвешивания (M_m) записать. Реальная масса взвешенного белого масла ($M_m - M_c$) должна быть не менее 15.9000г и не более 16.1000 г. В противном случае взвешивание повторяют с новой порцией реактивов.

4. Если весы не позволяют учитывать вес тары, рассчитать, какой вес должны показать весы после внесения ГСО 8171: ($M_m + 4.0$), г для раствора 0,0010% и : ($M_m + 8.0$) для раствора 0,0020%.

5. Не снимая стаканчик с весов, внести в него пипеткой объемом 10см³ ГСО 8171-2002 с массовой долей серы 0.0050 % весовых до общего веса белого масла и ГСО приблизительно 20 г для раствора 0,0010% и 24 г для раствора 0,0020%. Результат взвешивания ($M_{об}$) записать с точностью 0.0001 г. Реальная масса белого масла и ГСО ($M_{об} - M_c$) должна быть не менее 19.9000 г и не более 20.1000 г для раствора 0,0010% и не менее 23.9000 г и не более 24.1000 г для раствора 0,0020%. В противном случае взвешивание повторяют с новой порцией реактивов.

6. Рассчитать реальное содержание массовой доли серы в полученном контрольном растворе, равное:

$$0.0050(M_{об} - M_m) / (M_{об} - M_c), \%$$

Значение полученного содержания массовой доли серы в контрольном растворе записывают, включая не более двух значащих цифр, например: расчет – 0.001275 %; запись – 0.0013 %.

7. В стаканчик опускают чистый, сухой перемешивающий стержень в полиэтиленовой оболочке и перемешивают в течение десяти минут на магнитной мешалке.

8. Полученный контрольный раствор переливают в полиэтиленовую бутылку с завинчивающейся пробкой, надписывают этикетку, включающую сведения:

- надпись: контрольный раствор;
- массовая доля серы в контрольном растворе;
- дата приготовления.

Содержимое стаканчика перемешивают с помощью магнитной мешалки при комнатной температуре, переносят в плотно закрывающуюся посуду из полиэтилена. Хранят в сухом, прохладном, темном месте. Срок хранения приготовленного контрольного раствора – 10 дней.

					РА6.000.000 ПС	Лист
Изм	Л	№ докум	Подп	Дата		34
Инв.№ подл.	Подп. и дата		Взам. Инв. №	Инв.№ дубл.	Подп. и дата	

Лист регистрации изменений

Изм	Номера листов (страниц)				Всего листов (страниц) в документе	№ документа	Входящий № сопроводительного документа	Подпись	Дата
	измененных	замененных	новых	аннулированных					

					РА6.000.000 ПС				Лист
Изм	Л	№ докум	Подп	Дата					35
Инв.№ подл.		Подп. и дата		Взам. Инв. №		Инв.№ дубл.		Подп. и дата	