ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ

Уральский научно-исследовательский институт
метрологии (УНИИМ)

УТВЕРЖДАЮ

Директор ООО "Р-АСА"
_____ А.Ю. Соколов
"___" _____ 1997

УТВЕРЖДАЮ

Зам. директора УНИИМ
_____ И.Е. Добровинский
"___" _____ 1997

РЕКОМЕНДАЦИЯ

Государственная система обеспечения единства измерений.

Содержание серы общей в нефти.

Методика выполнения измерений
на рентгенофлуоресцентном анализаторе ASOMA 282T

МИ 2444-97

Екатеринбург
1997

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАНА
Уральским научно-исследовательским институтом метрологии (УНИИМ) и ООО «Р-АСА»

2 ИСПОЛНИТЕЛИ
Терентьев Г.И (УНИИМ), Соколов А.Ю (ООО «Р-АСА»)

3 МВИ аттестована Государственным научным метрологическим центром - Уральским научно-исследовательским институтом метрологии (УНИИМ) 06.11.97

4 ПОДГОТОВЛЕНА К УТВЕРЖДЕНИЮ
Лабораторией физических и химических методов аттестации стандартных образцов УНИИМ

5 УТВЕРЖДЕНА УНИИМ 19.12.97

6 ЗАРЕГИСТРИРОВАНА ВНИИМС 22.12.97

7 ВВЕДЕНА ВПЕРВЫЕ

Телефоны для справок: (3432)

Содержание

Стр

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Нормы погрешности измерений 2
4 Метод измерений 2
5 Средства измерений, материалы 2
6 Требования безопасности 3
7 Требования к квалификации оператора .....
8 Условия измерений .....
9 Подготовка к выполнению измерений 4
9.1 Определение значений влияющих величин 4
9.2 Подготовка проб для анализа 4
9.2.1 Подготовка кювет под пробы 4
9.2.2 Наполнение кюветы пробой 4
10 Выполнение измерений 5
10.1 Процедура измерений 5
10.2 Обработка результатов измерений 5
10.3 Оформление результатов измерений 6
11 Контроль точности результатов измерений. Оперативный контроль 6
Приложение А 10
Приложение В 13
Приложение С 17

РЕКОМЕНДАЦИЯ
ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ.

СОДЕРЖАНИЕ СЕРЫ ОБЩЕЙ В НЕФТИ. **МИ 2444-97**

МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ НА РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНОМ АНАЛИЗАТОРЕ ASOMA 282T

Дата введения 22.12.97

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящая рекомендация распространяется на содержание (массовую долю) серы общей в нефти по ГОСТ 9965 с содержанием воды не более 1,0 % и устанавливает методику выполнения измерений массовой доли серы в диапазоне от 0,01 до 5,00 % на энергодисперсионном рентгенофлуоресцентном анализаторе ASOMA 282T (США).

В настоящей рекомендации учтены требования ГОСТ Р 50442; ASTM D 4294; объединенного стандарта IP 336 / 93, ISO 8754:1992, BS 2000 часть 336:1993.

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящей методике используют ссылки на следующие нормативные документы:

ГОСТ 9965-76	Нефть для нефтеперерабатывающих предприятий. Технические условия
ГОСТ 8.315-97	ГСИ. Стандартные образцы. Основные положения, порядок разработки, аттестации, утверждения, регистрации и применения
ГОСТ 29169-91 (ИСО 648-77)	Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой
ГОСТ Р 50442-92	Нефть и нефтепродукты. Рентгенофлуоресцентный метод определения серы
ОСП-78/87	Основные санитарные правила работы с радиоактивными веществами и другими источниками ионизирующих излучений
НРБ-96	Нормы радиационной безопасности
NSI N43.2-1987	Нормы радиационной безопасности
STM D 4294-90	Метод определения (испытания) серы в нефтепродуктах энергодисперсионным рентгенофлуоресцентным спектрометром (анализатором)
IP 336/93, ISO 8754:1992, BSI 2000 часть 336:1993	Нефтепродукты. Определение содержания серы энергодисперсионным рентгенофлуоресцентным методом

3 НОРМЫ ПОГРЕШНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ

Методика выполнения измерений обеспечивает выполнение измерений содержания (массовой доли) серы в нефти в диапазоне от 0,1 до 5,0 % с доверительной абсолютной погрешностью (при доверительной вероятности P = 0,95), не превышающей значений

$$\Delta = 0{,}039(C + 0{,}8),$$

где C - массовая доля серы, %.

4 МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ

4.1 Измерения массовой доли серы выполняют методом рентгеновской флюоресценции компонента при его возбуждении первичным рентгеновским излучением, при энергодисперсионном способе регистрации.

4.2 Пробу помещают в пучок лучей, испускаемых рентгеновской трубкой. Рентгеновское излучение трубки возбуждает атомы серы и вызывает рентгеновскую флуоресценцию серы (рис.1). Рентгеновскую флуоресценцию серы регистрируют пропорциональным газонаполненным детектором. Рентгеновским квантам с большей энергией соответствуют импульсы с большей амплитудой. Усиленные и сформированные импульсы с выхода усилителя поступают на многоканальный анализатор, где происходит селекция импульсов по амплитудам и подсчет числа импульсов с одинаковой амплитудой в единицу времени. Далее информация о числе импульсов поступает на бортовой компьютер, который рассчитывает массовую долю серы в пробе. Расчет соответствия между числом зарегистрированных импульсов рентгеновской флуоресценции серы и массовой долей серы в пробе нефти проводят по градуировочной кривой (калибровке), занесенной в память компьютера и построенной по стандартным образцам массовой доли серы в нефти. Построение градуировочной кривой предшествует обычному анализу (если анализатор не был откалиброван предварительно или нужна новая калибровка). Построение градуировочной кривой (калибровку) проводят по стандартным образцам. Требуется две группы стандартных образцов состава для калибровки, чтобы охватить измеряемый диапазон содержаний серы: первая группа – с содержанием серы от 0,05 до 1,00 %; вторая группа – с содержанием серы от 2,0 до 5,0 %.

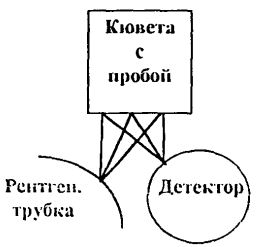


Рис. 1 Схема геометрии измерений

5 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, МАТЕРИАЛЫ

5.1 Анализатор рентгенофлуоресцентный ASOMA 282T фирмы ASOMA Instruments (США).

5.2 Кюветы измерительные фирмы Chemplex серии 1500 (открытая) или 1800 (закрытая). Входят в комплект поставки анализатора.

5.3 Пипетки вместимостью 5 $см^3$ по ГОСТ 29169.

5.4 Пленка майларовая толщиной 6 мкм. Входит в комплект поставки анализатора.

5.5 Государственные стандартные образцы (ГСО), отраслевые (ОСО) или СО предприятия (СОП) массовой доли серы в нефти, разработанные и утвержденные в соответствии с требованиями ГОСТ 8.315, а также стандартные образцы (СО) массовой доли серы в нефти фирмы Alpha Resourses (США) и других производителей, допущенные к обращению в Российской Федерации.

Рекомендуется использовать СО со следующими значениями массовых долей серы в нефти:

- 0,05; 0,10; 0,20; 0,40; 0,60; 0,80; 1,00 %;
- 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 %.

6 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

6.1 При выполнении измерений соблюдают требования по радиационной и электробезопасности, указаные в техническом описании на прибор и инструкции по эксплуатации анализатора ASOMA 282T.

6.2 В анализаторе используют рентгеновскую трубку малой мощности (4 вт). Конструкция анализатора обеспечивает полную защиту оператора от рентгеновского излучения и отвечает требованиям по радиационной безопасности международному стандарту ANSI N43.2-1987 и нормативным документам Российской Федерации: ОСП 78/87 и НРБ-96.

6.3 Мощность экспозиционной дозы рентгеновского излучения, измеренная на поверхности анализатора, укомплектованного рентгеновской трубкой, не должна превышать 0,5 мр/ч. Мощность эквивалентной дозы в любой точке на расстоянии 0,1 м от поверхности закрытого источника излучения не должна превышать 0,1 мбэр/час (фоновое излучение).

6.4 Надзор за источником ионизирующего излучения осуществляет хорошо обученный и компетентный специалист, использующий необходимую измерительную и защитную технику.

7 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРА

К выполнению измерений на рентгенофлуоресцентном анализаторе ASOMA 282T допускают лиц, имеющих высшее или среднее специальное образование, сдавших технический минимум по устройству анализатора и принципу его работы, изучивших настоящую рекомендацию выполнения измерений, укладывающихся в нормативы оперативного контроля при выполнении процедур контроля погрешности и сдавших экзамен по радиационной и электробезопасности.

8 УСЛОВИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

При выполнении измерений соблюдают следующие условия:

температура воздуха в помещении, °С	20 ±10;
относительная влажность воздуха, %	30 ... 80;
атмосферное давление, кПа	84 ... 106,7;
напряжение электропитания в сети, В	220 ± 10 %;
уровень фона по гамма-излучению, мкр/с, не более	0,1

9 ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

9.1 Определение значений влияющих величин

В нефти могут находиться такие элементы, как фосфор, хлор и свинец, которые будут давать вклад в результат измерений массовой доли серы в соответствии с приведенной ниже таблицей.

Таблица

Наименование измеряемой величины	Наименование влияющей величины	Номинальное значение, массовая доля, (%)	Эффект влияния на серу, (%)	Коэффициент влияния
S	P	0,25	+ 0,015	0,06
	Cl	0,2652	+ 0,0095	0,04
	Pb	0,2619	+ 0,0495	0,19

Величина вклада данных элементов может быть рассчитана умножением концентрации влияющего элемента на коэффициент влияния.

Если концентрация влияющего элемента примерно одинакова во всех анализируемых пробах, то вклад может быть учтен построением отдельной калибровочной зависимости. Если же концентрация влияющего элемента значительно изменяется от пробы к пробе, то он должен быть введен в протокол анализа (измерений).

9.2 Подготовка проб для анализа

9.2.1 Подготовка кювет под пробы

Для правильной сборки кюветы отрезают кусок майларовой пленки длиной примерно 4 см, накладывают его на один из торцов кюветы и защелкивают обжимное кольцо. Кювета имеет кольцевую выемку, а обжимное кольцо - кольцевой выступ. При правильной сборке кюветы кольцевой выступ встает точно в выемку, обеспечивая воспроизводимость конструкции кюветы от одного измерения к следующему.

Пленка, выполняющая дно кюветы, не должна иметь морщин, провисаний, проколов и разрывов.

9.2.2 Наполнение кюветы пробой

Перед заливкой пробы нефти в кювету ее встряхивают в закрытой бутыли, заполненной на 2/3 - 3/4 объема, в течение 3 минут.

Пробу нефти заливают в кювету при помощи 5 мл-ой пипетки или при ее отсутствии из мерного стакана. Объем заливаемой пробы составляет около 5 мл или чуть больше половины кюветы. Кювету с пробой нефти ставят на лист фильтровальной бумаги для контроля отсутствия подтеканий. Если на фильтровальной бумаге остался след, свидетельствующий о подтекании, такую пробу анализировать нельзя. Следует приготовить свежую кювету и залить новую порцию нефти.

Измерения массовой доли серы в пробе нефти проводят сразу же после ее заливки в кювету. Для уменьшения потерь материала пробы за счет испарения летучих компонентов рекомендуется закрывать кювету пленкой сверху, фиксируя ее вторым обжимным кольцом. Во избежание появления мениска прокалывают верхнюю покровную пленку.

10 ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

До начала выполнения измерения анализатор ASOMA 282T градуируют (калибруют) в соответствии с процедурой калибровки, изложенной в приложении А настоящей рекомендации.

Включают анализатор в соответствии с инструкцией по эксплуатации, если анализатор был выключен, и прогревают его в течение ~ 30 минут.

Примечание - Рекомендуется не выключать анализатор, даже если период простоя составляет несколько дней. Это позволяет добиться наилучшей стабильности и воспроизводимости результатов измерений.

10.1 Процедура измерения

Устанавлмвают кювету с налитой в нее пробой на окно для проб анализатора.

Рекомендуемое время анализа пробы - 240 с.

Если установлено время анализа, отличное от 240 с, нажимают желтую клавишу, обозначенную COUNT TIME, и затем - 2, 4, 0, ENTER

Если установлен требуемый режим анализа, нажимают клавишу ANALYZE.

Если требуется сменить режим анализа на один из предварительно откалиброванных и хранящихся в памяти анализатора, нажимают клавиши SELECT MODE, цифровую клавишу (1-10), ENTER, а затем клавишу ANALYZE.

Определяют результат измерений на полученной распечатке.

Для одной рабочей пробы нефти выполняют два последовательных измерения массовой доли серы. Измерения массовой доли серы в разных рабочих пробах нефти чередуют с измерениями массовой доли серы в СО состава в последовательности, указанной в п. 11.3.

10.2 Обработка результатов измерений

За результат измерений массовой доли серы в нефти, полученный одним оператором, на одном приборе, в одинаковых условиях работы прибора и измерений, принимают среднее арифметическое двух последовательных измерений (рассчитанное до второго десятичного знака при массовой доле серы менее 1,0 % и до первого десятичного знака при массовой доле серы более 1,0 %), если максимальное расхождение между ними не превышает абсолютных допускаемых расхождений d (при доверительной вероятности $P = 0,95$), характеризующих сходимость измерений,

$$d = 0{,}017(C - 0{,}003),$$

где С - среднее значение массовой доли серы в пробе (%), полученное из двух последовательных измерений

Различие между двумя единичными и независимыми результатами измерений, полученными двумя операторами в различных лабораториях на идентичном материале, не должно превышать абсолютных допускаемых расхождений D (при доверительной вероятности Р = 0,95), характеризующих воспроизводимость измерений

$$D = 0{,}032(C - 0{,}127).$$

10.3 Оформление результатов измерений

Результаты измерений массовой доли серы в нефти представляют в виде

$$C,\ \%;\ \Delta,\ \%;\ P = 0{,}95$$

или

$$C \pm \Delta,\ \%;\ P = 0{,}95,$$

где Δ - норма погрешности измерений, выполняемых по настоящей рекомендации, для измеренного значения С, % (рассчитывают по формуле раздела 3).

Результат измерений должен оканчиваться тем же десятичным разрядом, что и числовое значение погрешности измерений.

Результаты измерений оформляют записью в журнале и заносят в протокол количественного химического анализа, который подписывает лицо, проводившее измерения, и , при необходимости, руководитель организации. Форма протокола приведена в приложении С настоящей рекомендации.

11 КОНТРОЛЬ ТОЧНОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ. Оперативный контроль

11.1 С целью обеспечения требуемой точности результатов измерений массовой доли серы в нефти в процессе текущих измерений выполняют оперативный контроль точности результатов измерений, который служит для принятия корректирующих мер в случаях, когда погрешности контрольных измерений не соответствуют установленным нормативам погрешности.

11.2 Оперативный контроль точности результатов измерений массовой доли серы в нефти выполняют по стандартным образцам состава.

При сертификации (паспортизации) нефти по значению массовой доли серы контроль точности результатов измерений проводят по ГСО массовой доли серы в нефти.

При технологическом контроле качества нефти (при обычном анализе) допускается проводить контроль точности результатов измерений по СОП или ОСО. Массовая доля серы в СО состава , используемых для контроля точности результатов измерений, не должна отличаться более, чем в 2 раза от измеренной массовой доли серы в анализируемых рабочих пробах. Анализ стандартных образцов проводят при том же количестве параллельных определений, что и анализ проб испытуемой продукции

Примечания:

1. В комплект поставки анализатора ASOMA 282T включены два стандартных образца состава, имитирующих нефть с содержанием серы приблизительно 0,05 % типа SD 0011 и 0,1 % типа SD 0012. Каждый СО состава помещен в завинчивающийся предохранительный контейнер, на котором маркированы значение концентрации серы и величина 1 σ стандартного отклонения погрешности приготовления СО. Для оперативного контроля погрешности измерений массовой доли серы в нефти рекомендуется использовать СО состава типа SD 0012.

2. Точное значение аттестованного содержания серы в СО состава указано на его упаковке. На СО состава типа SD 0011 и SD 0012 должны быть оформлены свидетельства в соответствии с требованиями ГОСТ 8.315 как на СОП (ОСО или ГСО - при необходимости).

Хранение СО состава типов SD 0011 и SD 0012 допускается только в завинчивающемся контейнере. Следует предохранять стандартные образцы, особенно их нижнюю плоскость, от загрязнений и повреждений.

11.3 Стандартные образцы (ГСО, ОСО и СОП) включают в партию анализируемых рабочих проб.

Массовую долю серы в СО состава измеряют перед и обязательно после измерений массовой доли серы в серии рабочих проб. Количество рабочих проб в серии должно быть 5 - 6, максимально допустимое количество рабочих проб между измерениями массовой доли серы в СО состава не должно превышать 8. Если в проведении измерений возник перерыв более 2 часов, то перед началом следующего анализа проводят двукратные измерения массовой доли серы в СО состава и оценивают правильность измерений в соответствии с п.11.4.

Рекомендуемая последовательность проведения измерений в нефти может быть следующей:

При обычном анализе	**При сертификации (паспортизации) нефти по значению массовой доли серы**
1. СОП (ОСО) состава	1. ГСО состава
2. Проба 1	2. Проба 1
3. Проба 2	3. Проба 2
4. Проба 3	4. Проба 3
5. Проба 4	5. ГСО состава
6. Проба 5	6. Проба 4
7. СОП (ОСО) состава	7. Проба 5
8. Проба 6	8. ГСО состава
.	9. Проба 6
.	.
.	.
14. СОП (ОСО) состава	.
15. Проба 11	15. ГСО состава
.	16. Проба 11
.	.
.	.
.	.

При установке СО состава на окно анализатора он должен быть ориентирован так, чтобы стрелка на боковой поверхности стандартного образца была на одной линии с передним винтом на окне для проб анализатора.

11.4 Расхождения между результатами двух последовательных определений массовой доли серы в СО состава, проанализированных до и после измерений массовой доли серы в серии рабочих проб, не должны превышать допускаемого расхождения d, характеризующего сходимость измерений по настоящей рекомендации

$$|C_1 - C_2| \le d.$$

Если полученные расхождения не превышают допускаемого значения, то вычисляют среднее арифметическое значение из двух последовательных измерений массовой доли серы в СО состава, принимают его за воспроизведенное значение содержания серы в стандартном образце и обозначают $C_{воспр}$. Определяют модуль разности между воспроизведенным значением массовой доли серы в СО и значением, приведенным в свидетельстве на СО ($C_{со}$).

Если выполняется условие .

$$|C_{воспр} - C_{со}| \le D_k ,$$

где D_k - норматив допускаемых расхождений воспроизведенного значения массовой доли серы в СО состава от его значения, указанного в свидетельстве на стандартный образец при P = 0,95, равный абсолютной величине

$$D_k = 0{,}016(C - 0{,}127) ,$$

то методика выполнения измерений находится в подконтрольном состоянии и результаты измерений являются правильными. В противном случае следует приостановить выполнение измерений до выяснения причины расхождения.

Если результат измерений массовой доли серы в СО состава вышел за границы допуска, то предшествующие результаты измерений рабочих проб признают недействительными и выясняют причину неправильных измерений на СО состава. Причинами, приведшими к неправильному результату измерений СО состава, могут быть следующие: установлено время анализа отличное от 240 с, неправильно установлен СО состава на окне, загрязнена пленка на окне для проб анализатора, загрязнен или поврежден сам СО состава. При загрязнении пленки на окне ее заменяют (приложение В). Если загрязнен СО состава, то просто его промывают теплой водой с мылом и затем высушивают. Устанавливают время измерений 240 с, выполняют правильную ориентацию СО состава и повторяют измерения на нем.

Если результат измерений массовой доли серы в СО состава не выходит за установленные границы, то возвращаются к измерениям последней серии проб и продолжают работу в обычной последовательности.

Если результат измерений снова оказался вне допустимых границ (что может быть следствием возможного дрейфа электроники), то проводят операцию стандартизации условий измерений. Для чего устанавливают СО состава типа SD 0012 на окно анализатора и нажимают клавиши STDZ и ANALYZE. Если на полученной распечатке в последней строке стоит STANDARDIZATION SUCCESSFULL, то продолжают работу. Если напечатано сообщение STANDARDIZATION FAILED, то

обращаются к персоналу ООО "Р-АСА" для получения консультации или проведения сервиса прибора.

Примечание - При обычных измерениях рекомендуется проводить периодический контроль погрешности измерений по ГСО состава один раз в месяц.

ПРИЛОЖЕНИЕ А

ПОСТРОЕНИЕ ГРАДУИРОВОЧНОЙ ХАРАКТЕРИСТИКИ НА АНАЛИЗАТОРЕ ASOMA 282 T

А1 Протокол (конфигурация) анализа

А1.1 Напряжение и ток трубки

Если вы планируете создать градуировочную характеристику (калибровку) для низких концентраций серы в нефти , то напряжение трубки должно быть 9 кВ, а значение тока приведено в «Инструкции по особенностям» «Руководства по работе» на анализаторе. Если вы выполняете калибровку для более высоких содержаний серы или для другого нефтепродукта, то вам, может быть, придется использовать другой ток трубки. Для определения требуемого значения тока сначала встаньте в режим, который вы хотите организовать для калибровки, нажав SELECT MODE, число (1-10) и ENTER.

Для очистки предыдущей информации в режиме с этим номером нажмите MENU, 1, ENTER, 8, ENTER, Y, RESET, RESET. Поместите пробу СО массовой доли серы с наивысшей концентрацией на окно для проб и нажмите ANALYZE. Вы будете затем запрошены о значениях тока и напряжения. Напряжение должно быть 9 кВ Начните с низкого значения тока, т.е. с 20 μА.

Повторяйте анализ и изменяйте ток до тех пор, пока общая скорость счета не будет приблизительно от 25 000 до 27 000 имп/с. (Распечатка скорости счета находится в верхней части распечатки спектра после слова RATE.) Используйте эти значения напряжения и тока трубки, когда строите конфигурационную таблицу анализа (КТА).

А1.2 Построение конфигурационной таблицы анализа (КТА)

Нажмите MENU, 1, ENTER, 1, ENTER.

У вас будет запрошен ELEMENT. Нажмите S, ENTER.

У вас будет запрошено имя. Введите имя на свой выбор (напр., S, СЕРА, ...) и нажмите ENTER.

У вас будут запрошены единицы концентрации. Введите либо ppm , либо % и нажмите ENTER. *Заметьте, что вы должны нажать клавишу Сдвиг регистра (синяя клавиша) для ввода %.*

Вам будет показано значение по умолчанию для множителя времени, нажмите ENTER.

У вас будут запрошены установки: нажмите 1 или 2, затем нажмите ENTER.

У вас будет запрошено значение напряжения: нажмите 9, затем нажмите ENTER.

У вас будет запрошено значение тока: введите либо величину из «Руководства по Особенностям» или величину, определенную ранее, затем нажмите ENTER.

Для значения BS-LO введите 3.5, затем нажмите ENTER.

Для значения BS-HI введите 5.5, затем нажмите ENTER.

У вас далее будет запрошен USE K-LINES.Нажмите 5 для ручного ввода и нажмите ENTER. Когда у вас будет запрошено LO, нажмите 2, ENTER и нажмите ENTER, когда у вас будет запрошено HIGH.

У вас будет запрошен ELEMENT снова, чтобы добавить еще один пункт в конфигурацию. Нажмите ENTER для окончания процесса ввода. Прибор теперь распечатает КТА.

У вас будет запрошен PRINT ROI. Нажмите ENTER. После того, как вы получите распечатку, нажмите RESET, RESET для возврата в состояние готовности. *Выполнив построение КТА, вы готовы для калибровки.*

А2 Процедура калибровки

А2.1 Меню калибровки

Для получения доступа к меню калибровки нажмите MENU, 2, ENTER.

А2.2 Нахождение очищающих параметров

Нажмите 1, ENTER для старта нахождения очищающих параметров.

Если вы пропустили Mode Setup, то затем анализатор запрашивает RESTORE MODE Y/N? Нажмите N. Затем анализатор запрашивает PRESENT BLANK AND PRESS ANALYZE. Установите не содержащий серы стандартный образец нефти на окно для проб и нажмите ANALYZE. Когда запрашивается PRESENT BLANK 2 AND PRESS ANALYZE, то просто нажмите ENTER. (Второй фоновый образец не нужен для этого применения.)

А2.3 Поправки на окружающие условия

Рентгеновское излучение низкой энергии от таких элементов как сера может быть подвержено воздействию температуры и давления воздуха. Эталонные Условия (Опция 1) и Коэффициенты (Опция 3) меню Поправок на окружающие условия были установлены на ASOMA и являются специфическими для вашего анализатора и вашего применения (сера в нефти).

Нажмите 5, ENTER, чтобы покинуть процесс SELFCAL и увидеть меню Окружающие условия (НЕ нажимайте RESET). Затем 3, ENTER, 6, ENTER.

Нажмите 1, ENTER. Анализатор запрашивает TEMPERATURE=, потом AIR PRESSURE=. Введите значения температуры (напр. 2520) и давления воздуха (напр. 3550) для серы из «Руководства по особенностям», нажимая ENTER после каждого ввода.

Нажмите 3, ENTER и просмотрите (используя клавиши + и -) список элементов до тех пор, пока вы не увидите SULFUR, затем нажмите ENTER снова. Введите коэффициент для серы, приведенный в Руководстве по Особенностям, затем нажмите ENTER. (Этот коэффициент внутренне конвертируется в факторы температуры и давления. Изменение одного элемента в КТА обновляет все другие.)

Для выхода и сохранения изменений нажмите 9, ENTER, затем RESET, 2, ENTER, 2, ENTER. Теперь вы должны вернуться к меню самокалибровки.

А2.4 Измерение массовой доли серы в градуировочных СО состава

Нажмите желтую клавишу, обозначенную COUNT TIME и затем нажмите 2, 4, 0, ENTER. Эта операция установит время счета 240 секунд. Для калибровки вы должны использовать набор из, как минимум, 5 СО состава, покрывающих всю область измерений концентрации.

Нажмите 2, ENTER для начала анализа проб. Вы будете запрошены % SULFUR. Введите значение концентрации серы, затем нажмите ENTER.

Установите СО состава на окно для проб и нажмите ANALYZE. Повторяйте этот шаг до тех пор, пока все пробы СО состава не будут проанализированы.

А2.5 Выбор оптимальной градуировочной зависимости

Сейчас вы должны провести исследования и получить устраивающую вас градуировочную зависимость (калибровку).

Для доступа в меню «Исследования соответствий» нажмите 4, ENTER. Для выбора нужного уравнения соответствия нажмите 5, ENTER. Если анализируется 0.05 % серы, то выберите «Линию со смещением»,. нажимая 2, RESET. Для более высоких концентраций выбирайте «Гиперболу со смещением», нажимая 4, RESET. (Если вы имеете пробу с содержанием серы близким к нулю, которая не является белым маслом, то выберите «Линию через ноль», нажимая 1, RESET. Более высокие концентрации, включающие нулевую пробу в градуировочные СО, должны использовать «Гиперболу через ноль», поэтому нажмите 3, RESET.)

Для печати соответствия нажмите 1, ENTER. После этого вы можете нажать 2, ENTER для печати данных и 3, ENTER, ENTER, ENTER для печати графика.

Нажмите RESET для возврата к меню калибровки. Если калибровка приемлема, то нажмите 5, ENTER для сохранения соответствия и последующего выхода. Если вы хотите стереть эти изменения, не сохраняя их, то нажмите 6, ENTER.

Теперь калибровка выполнена. Далее вам нужно организовать режим стандартизации (проверки стабильности калибровки).

А2.6 Организация стандартизации (режима проверки стабильности калибровки)

Нажмите желтую клавишу, обозначенную COUNT TIME, и затем нажмите 2, 4, 0, ENTER. Эта операция установит время счета 240 секунд.

Нажмите MENU, 3, ENTER, 1, ENTER, 1, ENTER для входа в режим организации стандартизации. Вы увидите перечень элементов для просмотра. Нажмите 1, ENTER, 1, ENTER, чтобы сделать стандартизацию действующей для S (серы). Затем нажмите 7, ENTER, 2, ENTER, RESET, чтобы отменить стандартизацию для обратнорассеянного излучения.

Нажмите 2, ENTER и поместите СО состава, обозначенный SD-0012, на окно для проб, выровняв его по маркеру, нажмите ANALYZE, затем Y.

Нажмите 5, ENTER для установки значения вариаций. Когда вы будете запрошены о пороговом значении, то используйте удвоенное значение CONF., напечатанное в течение анализа.

Нажмите 7, ENTER, а затем Y для сохранения и выхода.

Теперь вы готовы для начала анализов!

ПРИЛОЖЕНИЕ В

ОБСЛУЖИВАНИЕ АНАЛИЗАТОРА

В1 **Пленка на окне для проб:** При загрязнении пленки на окне удалите пять винтов, удерживающих кольцо окна для проб. Поднимите кольцо и удалите пленку Оторвите кусок рентгеновской пленки длиной 50 – 75 мм и поместите его поверх окна. Установите кольцо и заверните обратно пять винтов. Подрежьте избыток пленки бритвенным лезвием

В2 **Лампа:** Если лампа, указывающая на работу рентгеновской трубки, перегорела, то удалите винты из "X-Ray On" крышки и снимите ее. Осторожно надавите на лампу и поверните против часовой стрелки для ее удаления. Вставьте новую лампу, установите крышку и закрепите ее винтами.

В3 **Бумага принтера:** Появление красной полосы на бумаге означает, что пришло время сменить рулон бумаги. Поверните против часовой стрелки два винта, удерживающих крышку принтера. Откиньте крышку, оборвите бумагу вблизи рулона и вытяните оставшуюся бумагу на себя (но не в обратном направлении!). Удалите рулон старой бумаги и какие-либо ее остатки. Подрежьте бумагу на новом рулоне острым углом и вставьте ее в щель подачи бумаги из днища (Нажмите клавишу PAPERFEED для подачи бумаги.) Закройте крышку и затяните винты.

ПРИЛОЖЕНИЕ С

ПРОТОКОЛ
выполнения измерений

____ _____ 19___ г.

Характеристика и обозначение анализируемых проб, место отбора проб _____

_____

_____

Дата получения проб _____ _____ 19___ г.

Дата проведения измерений (анализа) _____ _____ 19___ г.

Методика выполнения измерений _____

_____

Описание процедуры пробоподготовки (при необходимости)_____

_____

_____

Результаты измерений (с указанием погрешности) : _____

_____

_____

Заведующий лабораторией _____

Аналитик, проводивший измерения _____

Примечание -- Частичная или полная перепечатка (копирование) данного протокола без согласия аналитической лаборатории не допускается

gost.e-ecolog.ru