УТВЕРЖДАЮ Генеральный директор ООО «ЭКРОСХИМ»





Анализатор серы рентгенофлуоресцентный энергодисперсионный ЭКРОС-7700

Паспорт Руководство по эксплуатации БКРЕ.415312.003ПС

Версия 1.0 от 27.02.2018

Номер по каталогу: 1.15.30.0011





ЕНС Санкт-Петербург 2018

Содержание

1.	ОБЩИЕ СВЕДЕНИЯ	2
2.	НАЗНАЧЕНИЕ	2
3.	ОСНОВНЫЕ СВЕДЕНИЯ И ТЕХНИЧЕСКИЕ ДАННЫЕ	2
4.	ТЕХНИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ	4
5.	УСЛОВИЯ ЭКСПЛУАТАЦИИ И ТРЕБОВАНИЯ К ПОМЕЩЕНИЮ	5
6.	СВЕДЕНИЯ О СОДЕРЖАНИИ ДРАГОЦЕННЫХ МАТЕРИАЛОВ	7
7.	КОМПЛЕКТ ПОСТАВКИ	7
8.	ПРИНЦИП ДЕЙСТВИЯ	8
9.	УСТРОЙСТВО АНАЛИЗАТОРА	10
10.	КОНСТРУКТИВНОЕ ИСПОЛНЕНИЕ	11
11.	ВСТРОЕННОЕ ПРОГРАММНОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ И ИНТЕРФЕЙС ПОЛЬЗОВАТЕЛЯ	12
12.	ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ	14
13.	ПОРЯДОК РАБОТЫ	15
14.	УСТАНОВОЧНЫЕ ОБРАЗЦЫ	38
15.	МЕТОДИЧЕСКИЕ РЕКОМЕНДАЦИИ ПО ПОДГОТОВКЕ И ПРОВЕДЕНИЮ АНАЛИЗА	40
16.	РУКОВОДСТВО ПО ИЗМЕРЕНИЮ НИЗКИХ КОНЦЕНТРАЦИЙ СЕРЫ	41
17.	СВЕДЕНИЯ ОБ УТИЛИЗАЦИИ	42
18.	ПРАВИЛА ХРАНЕНИЯ И ТРАНСПОРТИРОВАНИЯ	42
19.	ГАРАНТИЙНЫЕ ОБЯЗАТЕЛЬСТВА	42
20.	СВЕДЕНИЯ О РЕКЛАМАЦИЯХ	43
21.	СВИДЕТЕЛЬСТВО О ПРИЁМКЕ	43
22.	СВЕДЕНИЯ О ПРОИЗВЕДЁННЫХ РЕМОНТАХ	44

Перечень принятых сокращений

- СО стандартный образец массовой доли серы, используется для градуировки анализатора.
- ГСО государственный стандартный образец массовой доли серы, используется для градуировки и поверки анализатора.
- LMM жидкий установочный образец серы 0 % (лёгкое минеральное масло с содержанием серы менее 1 мг/кг), используется для корректировки градуировки.
- SU-OS твёрдый установочный образец серы приблизительно 0 %, используется для корректировки градуировки.
- SU-05S твёрдый установочный образец серы приблизительно 0,5 %, используется для корректировки градуировки.
- SU-15S твёрдый установочный образец серы приблизительно 1,5 %, используется для корректировки градуировки.
- SU-35S твёрдый установочный образец серы приблизительно 3,5 %, используется для корректировки градуировки.
- SU-Mo образец контрольный молибден образец химического элемента молибден, имеющий рентгеновскую линию, по энергии совпадающую с рентгеновской линией серы 2307 эВ (S K-L_{2,3}), используется для энергетической калибровки и корректировки градуировки и для проверки скорости счёта.
- SU-Ti образец контрольный титан (выполнен как защитная задвижка измерительного узла) – образец химического элемента титана, имеющий рентгеновскую линию с энергией 4508 эВ (Ті К-L_{2,3}), используется для энергетической калибровки и выполнения АРУ.
- АРУ автоматическая регулировка усиления, функция позволяющая корректировать энергетическую калибровку анализатора.

Соответствие нормам

Анализатор ЭКРОС-7700 соответствует требованием нормативных документов по электробезопасности и электромагнитной совместимости:

- ГОСТ 12.2.091-2012 (IEC 61010-1:2001, MOD) Безопасность электрического оборудования для измерения, управления и лабораторного применения. Часть 1. Общие требования.
- ГОСТ Р МЭК 61326-1-2014 (IEC 61326-1:2012, MOD) Оборудование электрическое для измерения, управления и лабораторного применения. Требования электрической совместимости. Часть 1. Общие требования.

Предупреждение: анализатор ЭКРОС-7700 не предназначен для использования в промышленных условиях. В промышленных условиях внешние электромагнитные воздействия в окружающей среде могут привести к несоответствию анализатора техническим и метрологическим характеристикам, в этом случае пользователю может потребоваться принять адекватные меры.

1. Общие сведения

- 1.1 Настоящий паспорт, объединённый с руководством по эксплуатации, предназначен для ознакомления с техническими характеристиками, конструкцией и правилами эксплуатации анализатора серы рентгенофлуоресцентного энергодисперсионного ЭКРОС-7700 (далее – «анализатор» или «прибор»).
- 1.2 Опасные и вредные производственные факторы.
- 1.2.1 Функциональные блоки и узлы анализатора являются источником опасных производственных факторов:
 - повышенного значения напряжения в электрических цепях, замыкание которых может произойти через тело человека;
 - повышенного уровня рентгеновского излучения в рабочей зоне.
- 1.2.2 Анализатор содержит техногенный источник ионизирующего (рентгеновского) излучения. После его наладки и пуска в эксплуатацию проведение дополнительной юстировки и наладки не требуется, поэтому анализатор относится к аппаратам первой группы в соответствии СанПиН 2.6.1.3289-15.
- 1.2.3 Анализатор освобождается от радиационного контроля и учёта в соответствии с «Основными санитарными правилами обеспечения радиационной безопасности» (ОСПОРБ 99/2010) и «Гигиенических требований по обеспечению радиационной безопасности при обращении с источниками, генерирующими рентгеновское излучение при ускоряющем напряжении до 150 кВ» СанПиН 2.6.1.3289-15.

2. Назначение

- 2.1 Анализатор предназначен для определения массовой доли серы от 0,0003 % до 5,0 % (в зависимости от модификации) в сырой нефти, бензине (неэтилированном), дизельном топливе, керосине, нефтяных остатках, основах смазочных масел, гидравлических маслах, реактивном топливе и других дистиллятных нефтепродуктах в соответствии с ГОСТ Р 51947-2002, ГОСТ 32139-2013, ГОСТ ISO 8754-2013, АСТМ Д 4294-16, ISO 8754-2003.
- 2.2 Анализатор может быть использован в лабораториях нефтедобывающей и нефтеперерабатывающей промышленности, лабораториях нефтепроводов и нефтепродуктопроводов, лабораториях научно-исследовательских и учебных заведений, а также для исследований в области экологии и охраны окружающей среды.

3. Основные сведения и технические данные

- 3.1 Сведения о производителе
- 3.1.1 Анализатор серы рентгенофлуоресцентный энергодисперсионный ЭКРОС-7700 изготовлен:
 - ООО «ЭКРОСХИМ»
 - Юридический адрес:

194044, Санкт-Петербург, пер. Евпаторийский, д.7, лит. А, Пом.1Н, 11Н (часть).

Почтовый адрес: 199178, Санкт-Петербург, 17-я линия В.О., д. 22, корп. И, оф. 406. Телефон/Факс: (812) 322-9600, 449-3122, 449-3123 E-mail: info@ecohim.ru, URL: http://ecohim.ru

3.2 Информация о сертификации

Анализатор ЭКРОС-7700 имеет свидетельство об утверждении типа средств измерений RU.C.31.001.А №_____, выданное Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии _____ 2018 года, и зарегистрирован в Государственном реестре средств измерений под № 5хххх-18. Свидетельство действительно до __ ____ 202_г.



4. Технические характеристики

- 4.1 Питание анализатора осуществляется от сети переменного тока с частотой 50/60 Гц номинальным напряжением от 100 до 240 В.
- 4.2 Мощность, потребляемая анализатором не более 90 В.А.
- 4.3 Габаритные размеры анализатора не более 290 мм х 390 мм х 145 мм.
- 4.4 Масса анализатора не более 8 кг.
- 4.5 Диапазон показаний массовой доли серыот 2 мг/кг до 100000 мг/кг.
- 4.6 Диапазон измерений массовой доли серы:
 - модификация анализатора S3от 3 мг/кг до 50000 мг/кг;
 - модификация анализатора S5от 5 мг/кг до 50000 мг/кг.

Примечания:

- Вариант модификации анализатора указывается в свидетельстве о приёмке.
- Для расчёта диапазона определения массовой доли в % необходимо указанные выше значения разделить на 10000.
- 4.7 Запись результата измерений, фиксируемого в протоколе испытаний, производится с округлением результата анализа по следующим правилам:
 - в диапазоне массовой доли серы до 0,0099 % (99 мг/кг) результат округляется до двух значащих цифр;
 - в диапазоне массовой доли серы от 0,01 % (100 мг/кг) результат округляется до трёх значащих цифр.

При работе по методике измерений (ГОСТ Р 51947-2002, ГОСТ 32139-2013, ГОСТ Р ЕН ИСО 20847-2010, ГОСТ ISO 8754:2003, ГОСТ ИСО 20847-2014, ISO 20847:2004, СТБ 1420-2003, EN ISO 8754:2003, ISO 20847:2004) округление результатов проводится по соответствующему пункту МИ.

4.8 Предел допускаемой абсолютной погрешности измерения массовой доли серы, мг/кг:

-	в диапазоне от 3 мг/кг до 16 мг/кг включ	$\pm 1,3041 \cdot C^{0,6446};$
-	в диапазоне св. 16 мг/кг до 46000 мг/кг включ.	$\pm 0,8694 \cdot C^{0,6446};$
-	в диапазоне св. 46000 мг/кг до 50000 мг/кг	$\pm 1,7388 \cdot C^{0,6446}$,

где С - измеренное значение массовой доли серы, мг/кг.

Примечание: для расчёта предела допускаемой абсолютной погрешности измерения массовой доли в % необходимо указанные выше значения разделить на 10 000.

- 4.9 Относительное среднеквадратичное отклонение СКО случайной составляющей погрешности¹ при измерении массовой доли серы 500 мг/кг: не более 0,5 %.
- 4.10 Предел повторяемости² результатов единичных измерений массовой доли серы r (P=0,95), мг/кг:

¹ В соответствии с п. 6.1.6 ASTM D 4294-16, ГОСТ 32139-2013.

-	в диапазоне от 3 мг/кг до 16 мг/кг включ	.r=0,8694·C ^{0,6446} ;
-	в диапазоне св. 16 мг/кг до 46000 мг/кг включ.	.r=0,4347·C ^{0,6446} ;
-	в диапазоне св. 46000 мг/кг до 50000 мг/кг	.r=1,3041·C ^{0,6446} ,

где С - измеренное значение массовой доли серы, мг/кг.

Примечание: для расчёта предела допускаемой абсолютной погрешности измерения массовой доли в % необходимо указанные выше значения разделить на 10 000.

- 4.11 Время непрерывной работы анализатора не менее 17 часов.
- 4.12 Изменение показаний анализатора [скорость счета на контрольном образце (SU-Mo)] при изменении номинального напряжения питающей сети на ±10% (ГОСТ 29322-2014) не должно превышать ±1,5%.
- 4.13 Средняя наработка на отказ не менее 15000 часов.
- 4.14 Указанная наработка на отказ обеспечивается при соблюдении потребителем условий эксплуатации и выполнении мероприятий, предусматривающих техническое и ремонтное обслуживание анализатора.
- 4.15 Полный средний срок службы анализатора не менее 8 лет.
- 4.16 Анализатор имеет встроенное программное обеспечение для управления и обработки данных.
- 4.17 На задней панели корпуса анализатора размещены соединения следующих коммуникационных интерфейсов:
 - два разъёма USB типа А стандарт ГОСТ Р МЭК 62680-4-2015, предназначенных для подключения внешних устройств и носителей информации;
 - гнездо 8Р8С для присоединения анализатора к ЛВС Ethernet стандарт IEEE Std 802.3ab-1999;
 - коннектор DB9m, предназначенный для соединения с ПК и системами LIMS по последовательному интерфейсу стандарта ГОСТ 18145-81.

5. Условия эксплуатации и требования к помещению

- 5.1 Анализатор изготовлен в климатическом исполнении УХЛ категории 4.2 в соответствии с требованиями ГОСТ 15150-69 и предназначен для эксплуатации в лабораторных условиях. Корпус прибора обеспечивает степень защиты IP20XH в соответствии с ГОСТ 14254-2014.
- 5.2 Анализатор предназначен для работы в следующих климатических условиях:
 - температура окружающего воздуха..... от +10°С до +35°С;

 - атмосферное давление.....от 84 кПа до 107 кПа.
- 5.3 Пусконаладочные работы и эксплуатация анализатора должны производиться в соответствии с руководством по эксплуатации.

² Модуль разности результатов единичных измерений массовой доли серы в двух порциях одной пробы.

- 5.4 Прибор должен устанавливаться на прочном горизонтальном основании.
- 5.5 Анализатор не должен подвергаться воздействию внезапных перепадов температуры или прямых солнечных лучей (изменение температуры более чем на 2°С в процессе измерения низкой серы может привести к отклонениям в результатах текущих измерений). Нужно избегать установки анализатора вблизи выхода из комнаты, в коридорах или вблизи окна.
- 5.6 При установке анализатора в помещении на высоте более 500 м над уровнем моря требуется произвести новую градуировку анализатора.
- 5.7 При эксплуатации анализатора должно быть обеспечено отсутствие в окружающей среде пыли и химических соединений серы (превышающие стандарты атмосферного воздуха), взрывоопасных или агрессивных газов и паров.
- 5.8 Содержание пыли в воздухе должно быть не более 1 мг/м³ при размере частиц не более 3 мкм.
- 5.9 Помещение, в котором эксплуатируется анализатор, должно быть сухим и отапливаемым, с естественным и искусственным освещением и соответствовать действующим нормам для лабораторных помещений.
 - Внимание. Влажность в помещении должна быть достаточно низкой во избежание конденсации влаги на входном усилительном элементе рентгеновского детектора.
 - Внимание. В самом рабочем помещении и в непосредственной близости от него не должны располагаться источники электромагнитных полей (сварочные установки, искровые генераторы, разрядники, мощные электродвигатели и генераторы, компрессоры и т.д.).
- 5.10 Вибрация пола в помещении не должна превышать 0,1 мм с частотой до 25 Гц.
- 5.11 Помещение должно быть оборудовано розеткой с подводкой к ней однофазной электрической сети (L цепь фазы, N нулевая рабочая цепь, PE нулевая защитная цепь) переменного тока частотой 50/60 Гц, напряжение 100÷240 В.
- 5.12 Сопротивление заземляющего устройства (цепь PE) должна быть не более 4 Ом во все времена года.

Внимание:

- 1. При измерении концентрации серы ниже 20 мг/кг необходимо обеспечить сетевое питание анализатора со стабильностью напряжения ±1%. Например, использовать инверторный (с двойным преобразованием) источник бесперебойного питания мощностью 500 В·А (типа ИМПУЛЬС МИНИ 500).
- 2. При использовании источника бесперебойного питания или сетевого фильтра категорически запрещается одновременно включать в это устройство другие потребители электрической мощности.
- 5.13 Эксплуатация анализатора должна производиться в соответствии с требованиями «Правил технической эксплуатации электроустановок потребителей», «Правил по

охране труда при эксплуатации электроустановок», «Гигиенических требований по обеспечению радиационной безопасности при обращении с источниками, генерирующими рентгеновское излучение при ускоряющем напряжении до 150 кВ» (Сан-ПиН 2.6.1.3289-15), «Основных санитарных правил обеспечения радиационной безопасности» (ОСПОРБ-99/2010).

5.14 К техническому обслуживанию анализатора следует допускать лиц, имеющих квалификацию в соответствии с указанными документами, прошедших специальное обучение представителями предприятия-изготовителя продукции или другой организации по его доверенности.

Внимание. Проведение работ по настройке (юстировке) аналитических параметров анализатора персоналу пользователя запрещается.

- 5.15 В соответствии с п.1.7.2 ОСПОРБ-99/2010 обращение с анализатором может быть освобождено от контроля при условии получения пользователем соответствующего санитарно-эпидемиологического, после чего обращение с анализатором производится как с изделием, не представляющим радиационной опасности. Для этого необходимо обратиться в управление Роспотребнадзора по субъекту Российской Федерации, представив им Экспертное заключение на анализатор, копия которого прилагается в комплекте поставки анализатора.
- 5.16 В случае нарушения указанных выше правил эксплуатации оборудования может ухудшаться защита от опасных и вредных производственных факторов, перечисленных в разделе 1.

	Таблица 2
Материал	Содержание
Золото	нет
Серебро	0,091 г
Платина	нет
Иридий	нет
Родий	нет
Палладий	нет
Рутений	нет
Осмий	нет
Алмаз	нет

6. Сведения о содержании драгоценных материалов

7. Комплект поставки

7.1	Анализатор ЭКРОС-7700	1 шт.
7.2	Кабель сетевой ³	1 шт.
7.3	Кювета защитная	1 шт.
7.4	Комплект установочных образцов	1 шт.

³ Кабель сетевой с разъёмом IEC-320 С13 и штепсельным соединителем, соответствующим стандарту страны поставки.

7.5	Кювета измерительная	50 шт.
7.6	Плёнка майларовая	2 рул.
7.7	Термобумага для встроенного принтера	6 рул.
7.8	Паспорт Руководство по эксплуатации БКРЕ.415312.003ПС	1 экз.
7.9	Копия экспертного заключения о радиационной безопасности	1 экз.

8. Принцип действия

- 8.1 Анализатор является рентгенофлуоресцентным энергодисперсионным прибором.
- 8.2 Принцип действия анализатора (Рисунок 1) основан на измерении интенсивности рентгено-флуоресцентного излучения серы в измеряемом образце и интенсивности рассеянного излучения углеводородной матрицы, являющейся основой образца. Измеренное значение интегральной интенсивности серы (или отношения интенсивности серы к рассеянному излучению матрицы) пропорционально её концентрации.
- 8.3 Излучение рентгеновской трубки (1) падает на образец (2), возбуждает в нём характеристическое рентгеновское излучение серы и рассеянное излучение (3), которые регистрируются рентгеновским газовым пропорциональным детектором (4).



- 1 рентгеновская трубка;
- 2 образец;
- 3 вторичное излучение;
- 4 детектор;
- 5 селективный фильтр;
- 6-усилитель импульсов;
- 7 многоканальный амплитудный анализатор;
- 8 микропроцессорное устройство.

Рисунок 1

- 8.4 Непосредственно перед окном детектора установлен селективный фильтр (5), пропускающий характеристическое излучение серы и ослабляющий характеристическое излучение аргона воздуха и хлора, иногда присутствующего в нефти и некоторых нефтепродуктах.
- 8.5 В детекторе возникают электрические импульсы пропорционально энергии рентгеновских лучей. Эти электрические импульсы усиливаются и формируются усилителем (6) и диспергируются по энергии многоканальным амплитудным анализатором (7). Последовательность импульсов различной амплитуды образует спектр излучения образца. Спектр обрабатывается микропроцессорным устройством (8), и в нём определяется количество зафиксированных импульсов определённой амплитуды

(энергии), пропорциональное концентрации измеряемого элемента (серы). Далее с помощью предварительно построенных градуировочных уравнений производится количественный расчёт результата измерения.

8.6 На примере спектра химического элемента серы (Рисунок 2) можно наблюдать рентгеновскую линию серы с энергией 2307 эВ (S K-L_{2,3}) (белая область в районе 51 канала) и спектр рассеянного излучения Bs, белая область которого в районе 100 канала используется для получения необходимого отношения.





- 8.7 При необходимости можно измерить спектр любого неизвестного образца от алюминия AI до меди Cu и, определив энергию излучения неизвестного образца, установить химический состав образца.
- 8.8 Например, химический элемент титан имеет рентгеновскую линию с энергией 4508 эВ (Ті К-L_{2,3}), что и наблюдается на спектре титана (Рисунок 3).



Рисунок 3

9. Устройство анализатора

- 9.1 Структурная схема анализатора приведена на рисунке ниже (Рисунок 4).
- 9.2 Кювета с измеряемым образцом помещается в кюветное отделение (1). На время измерения кюветное отделение закрывается крышкой с электромагнитным механизмом блокировки (2), при этом открывается титановая заслонка с электромеханическим приводом (3), обеспечивая прохождение рентгеновского излучения между измеряемым образцом и рентгенооптической схемой.
- 9.3 Температура и атмосферное давление измеряются соответствующими датчиками (4), расположенными в непосредственной близости от рентгенооптического узла, состоящего из рентгеновской трубки (5) и детектора (пропорционального счётчика) (7).
- 9.4 Необходимые режимы работы рентгеновской трубки обеспечиваются программируемым высоковольтным источником питания ВИП РТ (6), также имеющим функции мониторинга текущих параметров (напряжения, тока эмиссии и тока накала).
- 9.5 Питание детектора осуществляется управляемым высоковольтным источником питания ВИП Д (8).



Рисунок 4

- 9.6 Сигнал от детектора усиливается предварительным усилителем ПУ (9) и поступает на цифровой обработчик импульсов ЦОИ (10), выполняющий функции формирующего усилителя, режектора наложений, спектрометрического АЦП и многоканального амплитудного анализатора.
- 9.7 Полученный спектр образца передаётся в микропроцессорное устройство управления МУУ (14) для дальнейшей обработки. Устройство управления представляет со-

бой одноплатный микрокомпьютер на базе микропроцессора apxитектуры x86, paботающий под управлением операционной системы Microsoft[®] Windows[®] Embedded Standard. Все функции управления работой составных частей анализатора, выполнение аналитических и вспомогательных процедур, математические вычисления, обработка, хранение и обмен данными и интерфейс пользователя реализованы во встроенном программном обеспечении (раздел 11).

- 9.8 Программное обеспечение и данные хранятся в энергонезависимой флэш-памяти Disk on Module (DOM) (15), установленной в устройстве управления.
- 9.9 Для взаимодействия с пользователем устройство снабжено цветным сенсорным экраном (16) и звуковым каналом (17). Протоколирование градуировок и результатов измерений осуществляется с помощью присоединённого к устройству управления термического печатающего устройства ТПУ (12) с кнопкой протяжки бумаги (13). Разъёмы внешних интерфейсов (18) служат для подключения внешних устройств и линий передачи данных.
- 9.10 Через подключённый модуль цифровых преобразователей МЦП (11) МУУ осуществляет управление работой кюветного отделения (пп. 9.2, 9.3), программирование режимов высоковольтных источников питания и получение данных мониторинга их параметров (п. 9.4), управление и проверку состояния сигнальных ламп радиационной опасности (19), опрос положения кнопки включения (20), замка-выключателя питания источника рентгеновского излучения (21), а также управление общим импульсным источником питания ИИП (22) с системным вентилятором охлаждения (23).



10. Конструктивное исполнение

10.1 Анализатор (Рисунок 5) представляет собой стационарный настольный лабораторный прибор, состоящий из электронных и электромеханических узлов, установленных в едином корпусе (1). На площадке в верхней части корпуса расположено кюветного отделение (2), крышка печатающего устройства (3) и два световых индикатора радиационной опасности (4). На наклонной передней панели анализатора находится цветной сенсорный экран (5), обеспечивающий функции ввода и вывода необходимой информации и кнопка включения (6) со встроенной световой индикацией. В передней части правой боковой стенки корпуса установлен электромеханический замок-выключатель питания источника рентгеновского излучения (7). На задней панели прибора расположены: кнопка протяжки бумаги (8) печатающего устройства, гнездо (9) для подключения сетевого кабеля со встроенным сетевым выключателем (10), дверца для заправки термобумаги (11), а также два разъёма USB A (12) для подключения внешних устройств, гнездо 8P8C (13) для присоединения прибора к ЛВС и разъём DB9m (14) для соединения с ПК и системами LIMS. На дне корпуса имеется съёмная решётка для доступа к фильтру вентилятора охлаждения.

11. Встроенное программное обеспечение и интерфейс пользователя



Рисунок 6

11.1 Анализатор работает под управлением встроенного программного обеспечения «PE7700FW», выполняющегося в операционной системе Microsoft[®] Windows[®] Embedded Standard, установленной на логическом диске интегрированной энергонезависимой флэш-памяти (п. 9.7).

- 11.2 Программное обеспечение состоит из двух программных модулей главного (исполняемый файл «PE7700FW.exe») и вспомогательного (исполняемый файл «FWUpdate.exe»). Главный программный модуль является основной метрологически значимой частью ПО анализатора, второй вспомогательная программа для выполнения функции обновления главного программного модуля.
- 11.3 Актуальные версии программных модулей ПО приведены в Таблице 3.

Таблица З

Программный модуль	Номер версии
PE7700FW.exe	не ниже 1.0.1.0
FWUpdate.exe	не ниже 1.0.0.0

- 11.4 Структурная схема ПО анализатора приведена на рисунке выше (Рисунок 6). В программном обеспечении реализованы следующие основные группы функций:
- 11.4.1 Управление аппаратной частью прибора, в частности, функционированием отдельных узлов анализатора для выполнения аналитических и вспомогательных процедур, настройка их параметров, выполнение самодиагностики при включении питания, вывод диагностических сообщений при возникновении сбоев в работе, а также мониторинг текущих параметров.
- 11.4.2 Авторизация пользователей, управление учётными записями, разграничение прав доступа к настройкам, процедурам и данным.
- 11.4.3 Основные метрологические функции: создание и сохранение методик измерения, выполнение измерения образцов, вывод и сохранение данных измерения, корректировка методик измерения. Расчётные алгоритмы для данных процедур описаны ниже в разделе 13.
- 11.4.4 Вспомогательные аналитические и диагностические процедуры: энергетическая калибровка анализатора, снятие энергетического спектра образца, определение инструментальной ошибки в соответствии с ГОСТ 24745-81, измерение энергетического разрешения детектора.
- 11.4.5 Группа функций отображения информации об анализаторе и настройки его параметров: вывод информации об анализаторе, его программном и метрологическом обеспечении, выполнение обновления ПО со съёмного носителя; настройки некоторых параметров интерфейса пользователя; язык и региональные настройки; настройки параметров функционирования узлов аппаратной части; настройки вывода данных на печать и в последовательный порт, а также заводские настройки анализатора (доступны только на этапе производства и в сервисном режиме).
- 11.4.6 Встроенное программное обеспечение идентифицируется по следующим признакам: название исполняемого файла, номер версии, контрольная сумма исполняемого файла, вычисляемая по алгоритму CRC32. Номер версии ПО содержится в самом исполняемом файле, в нём же содержится процедура вычисления собственной контрольной суммы. При выполнении процедуры самотестирования ПО сравнивает вычисленную контрольную сумму с ранее сохранённым в недоступ-

ной пользователю области энергонезависимой памяти значением и в случае обнаружения расхождения выдаёт соответствующее предупреждение и блокирует дальнейшую работу с анализатором.

- 11.4.7 Все данные получаемые при создании методик, выполнении измерений образцов и измерениях спектров хранятся в энергонезависимой памяти в виде двоичных файлов. Файлы настроек, список пользователей, языковые ресурсы имеют текстовый формат и также хранятся в энергонезависимой памяти анализатора. При этом пользователь не имеет непосредственного доступа к файловой системе, что обеспечивает защиту данных от несанкционированного изменения. Работа пользователей с полученными данными ограничена средствами, предоставляемыми интерфейсом анализатора, в котором отсутствует возможность их модификации.
- 11.4.8 Данные методик и результатов измерений не могут передаваться через присоединяемые к анализатору внешние запоминающие устройства. Реализовано только два вида передачи этих наборов данных из прибора – через печатающее устройство на бумажный носитель и через последовательный порт по интерфейсу RS-232. Возможность передачи данных и команд в анализатор отсутствует. Параметры интерфейса для передачи данных: 19200, 8, 1, none. Данные передаются в текстовом виде, структура передаваемых данных полностью соответствует структуре данных печатных отчётов.

12. Требования безопасности

- 12.1 Конструкция анализатора обеспечивает защиту обслуживающего персонала от опасных и вредных производственных факторов в соответствии с ГОСТ 12.0.003:
 - повышенное значение напряжения в электрических цепях, замыкание которых может произойти через тело человека;
 - повышенный уровень рентгеновского излучения в рабочей зоне.
- 12.2 Конструкция анализатора предусматривает подключение анализатора к розетке с подводкой к ней электрической сети цепи (L - цепь фазы, N - нулевая рабочая цепь, PE - нулевая защитная цепь) переменного тока частотой 50/60 Гц, напряжением 100÷240 В.
- 12.3 Источники вредных и опасных факторов.
- 12.3.1 Источниками опасного электрического напряжения являются:
 - источник питания рентгеновской трубки;
 - источник питания детектора.
- 12.3.2 Источником рентгеновского излучения в анализаторе является рентгеновская трубка.
- 12.3.3 На анализаторе нанесён знак радиационной опасности ЗРО-2 по ГОСТ 17925.
- 12.3.4 Включение источника рентгеновского излучения сопровождается автоматическим включением двух световых индикаторов жёлтого цвета с нанесёнными на них знаками радиационной опасности.

Мигание световых индикаторов предупреждает о работе источника питания рентгеновской трубки при открытой верхней крышке измерительной камеры.

Дополнительно предусмотрена блокировка включения источника рентгеновского излучения механическим замком-выключателем с ключом; замок расположен на правой боковой поверхности анализатора.

- 12.3.5 Мощность эквивалентной дозы рентгеновского излучения, измеренная при максимальном режиме рентгеновской трубки:
 - напряжение 10 кВ, ток 200 мкА;
 - напряжение 8 кВ, ток 500 мкА;
 - напряжение 6 кВ, ток 600 мкА

в любом доступном для оператора месте на расстоянии 0,1 м от поверхности конструктивной защиты анализатора, не превышает 1,0 мкЗв/ч (0,03 мкР/с). Это условие выполняться при всех режимах работы анализатора, включая смену образцов.

12.3.6 Конструкция анализатора исключает возможность включения генерации рентгеновского излучения при снятых элементах корпуса или открытых технологических дверцах, обеспечивающих радиационную защиту персонала.

Внимание. Проведение работ по настройке (юстировке) аналитических параметров анализатора персоналу пользователя запрещается.

12.3.7 Защитный плавкий предохранитель размещён внутри анализатора, и его замена предусмотрена только в условиях технического обслуживания обученными специалистами или в условиях ремонта на предприятии-изготовителе.

13. Порядок работы

- 13.1 Анализатор поставляется Заказчику подготовленным для проведения количественного определения массовой доли серы в нефти и нефтепродуктах энергодисперсионным методом, изложенным в ГОСТ Р 51947-02, ГОСТ 32139-13, ГОСТ ISO 8754-13, ASTM D 4294-16, ISO 8754-2003.
- 13.2 В память микропроцессорного устройства занесены заводские методики (градуировки), охватывающие диапазон определения массовой доли серы в соответствии с вариантом модификации анализатора и требованиями потребителя.
- 13.3 Заводские градуировки выполнены с помощью стандартных образцов (СО) массовой доли серы в минеральном масле. Поверка анализатора выполняется с помощью Государственных стандартных образцов, изготовленных на основе белого минерального масла с содержанием серы меньше 1 мг/кг.
- 13.4 Подготовительные работы
- 13.4.1 Перед началом работ необходимо установить бумагу для печати в принтер. Для этого следует откинуть крышку принтера на торцевой части анализатора. В рулон с бумагой продеть съёмную ось принтера, свободный конец бумаги продеть в принтер и вывести через прорезь между корпусом анализатора и крышкой принтера. Для продвижения бумаги служит кнопка, расположенная в левой части задней стенки анализатора.

13.4.2 Установить полиэфирную или полипропиленовую плёнку в наружную защитную кювету. Перед установкой следует обратить особое внимание на чистоту. Для очистки кювет следует использовать только сухую и мягкую ткань или фильтровальную бумагу.

Для сборки наружной кюветы на внутреннюю часть корпуса кюветы положить плёнку, сверху положить наружную часть корпуса и, нажатием руки, соединить корпуса. Лишнюю часть плёнки срезать. Плёнка должна быть натянута равномерно, без морщин. Если на кювете видны пылинки грязи или морщины, плёнку следует сменить.

Установить защитную кювету в кюветное отделение. Красные точки на корпусе анализатора, корпусе защитной кюветы должны совпадать.

13.4.3 В измерительную кювету, указанная выше плёнка, устанавливается следующим образом. Положить плёнку на цилиндр, сверху установить кольцо-корпус и нажать на кольцо до щелчка. Лишнюю часть плёнки следует удалить ножницами. Проверить качество натяжения плёнки. После заливки образца кювета должна быть закрыта крышкой.

Если образец газонасыщен, следует в крышке сделать отверстие с целью исключения выдавливания тонкой плёнки окна кюветы. Заливать исследуемый образец в измерительную кювету следует непосредственно перед началом измерений. Перед установкой измерительной кюветы в защитную кювету, убедиться, что она не протекает. Объем заливаемого образца должен не менее 10 мл, оптимально 2/3 объёма измерительной кюветы.

Внимание. Если для создания новой градуировки или для анализа будут использоваться СО или пробы, матрица которых значительно отличается от углеводородного состава белого минерального масла (например, СО на основе изооктана, толуола; пробы бензина, с большим содержанием ароматических соединений и др.), необходимо учитывать растворимость плёнок, используемых в окнах измерительных кювет.

© [©] Самотестирование	28.09.2018 16:10
Анализатор серы ЭКРОС-7700; версия ПО: 1.0.0; заводс	кой №: 7К7Е059
Структуры данных интерфейсного модуля	
Источник питания и Модуль цифровых преобразовате	елей 🗒
Цифровой обработчик импульсов	
Печатающее устройство	
🕢 Опции 🗸	В Пропустить

Рисунок 7

13.4.4 На задней панели анализатора перевести выключатель «СЕТЬ» в положение І. Ключ-замок включения источника питания рентгеновской трубки перевести в положение ВКЛЮЧЕНО.

Нажать кнопку включения, которая расположена на передней панели корпуса анализатора. Произойдёт загрузка операционной системы и ПО анализатора и начнётся процедура самотестирования, в ходе которой проверяется и отображается состояние основных узлов прибора (Рисунок 7).



Рисунок 8

13.4.5 При обнаружении каких-либо неполадок, соответствующий пункт списка будет отмечен красным значком, и будет подан кратковременный звуковой сигнал.

В случае если неполадка не является критической, в правой нижней части экрана будет активирована кнопка «Пропустить», нажатием на которую можно продолжить работу, перейдя к выбору оператора.

В противном случае следует завершить работу анализатора с помощью выбора пункта «Выключение» меню, вызываемого нажатием кнопки «Опции» и отключить электропитание выключателем «СЕТЬ», расположенным на задней стенке прибора. Для продолжения работы с анализатором необходимо устранить выявленную неисправность.

13.4.6 При успешном прохождении самотестирования появится окно «Выбор оператора» (Рисунок 8).

В этом окне при первом включении необходимо создать оператора Администратор, имеющего право:

- создавать учётные записи других операторов в меню **Оператор**;
- выполнять настройки параметров анализатора в меню Настройки;
- выполнять и изменять градуировки анализатора в меню Методики;
- проверять параметры анализатора в меню **Тесты и сервис**.
- 13.4.7 Нажмите кнопку **Создать**. Отобразится панель создания учётной записи оператора.

Наберите имя пользователя с правами администратора, например, Администратор. Задайте пароль для входа пользователя Администратор (Рисунок 9).

🕹 Выбор оператора	12.03.2018 12:23:12	
🚑 Новый оператор		
Имя: Администратор		
(минимум 3 символа)		
Уровень доступа		
Стандартный		
🗹 Администратор		
Введите пароль: ******	🕢 ок	
Подтвердите пароль: ******	🗴 Отмена	
🖉 Опции 👻	Главное меню	

Рисунок 9

Нажмите кнопку ОК. Появится сообщение об успешном создании учётной записи нового оператора (Рисунок 10). Нажмите кнопку ОК.

🕹 Выбор оператора	12.03.2018 12:23:31
Администратор	💄 Выбрать
Запись оператора Администратор соз ок	здана успешно. ать чить ить
🕖 Опции 🗸	Главное меню

Рисунок 10

13.4.8 Выберите в списке нужного оператора и нажмите кнопку Выбрать.

В появившемся окне наберите ранее заданный пароль. Нажмите ОК.

Вы войдёте в систему. Уровень доступа будет отображаться с правой стороны от имени выбранного оператора (Рисунок 11).

💄 Выбор оператора	12.03.2018 12:25:10
Администратор	» Администратор
Администратор	Выбрать
Пользователь	Создать
	Изменить
	よ Удалить
🗭 Опции 🗸	Главное меню

Рисунок 11

13.4.9 После создания пользователя Администратор с правами администратора необходимо аналогичным образом создать пользователя со стандартными правами оператора для работы в меню **Измерение** и **Спектр**, например Пользователь (Рисунок 12).

👗 Выбор оі	ператора	12.03.2018 12:25:00
🚑 Новый оп	ератор	
Имя:	Пользователь	
	(минимум 3 символа)	
	Уровень доступа	
	🗹 Стандартный	
	Администратор	
Введите па	ароль:	ОК
Подтвердите па	ароль:	🗴 Отмена
🕢 Опции 🗸		Главное меню

Рисунок 12

Пароль для оператора пользователя можно не создавать. Достаточно нажать кнопку ОК.

13.4.10 Выберите оператора Пользователь, если нужно проводить только измерения образцов в режиме **Измерение** и **Спектр**. Выберите оператора Администратор, если нужно выполнять другие функции.

💄 Пользоват	гель	15.01.2018 17:21:16
ВНИМ состоян К работ	АНИЕ! Данный прибор во ии генерирует рентгеновск е с ним допускается тольк подготовленный персок	включённом ое излучение. о специально нал.
	ОК	
🟈 Опции 🗸		🔅 Настройки

Рисунок 13

При выборе оператора с правами Администратора необходимо по запросу ввести пароль.



Рисунок 14

При регистрации в учётной записи оператора активируется кнопка **Главное меню**. Нажмите кнопку, чтобы войти в окно **Главное меню**.

Сначала появится окно предупреждения о работе с рентгеновским излучением (Рисунок 13). Нажмите кнопку ОК чтобы подтвердить свою ответственность при работе с источником рентгеновского излучения. Появится окно **Главное меню** (Рисунок 14).

После прогрева в течение 40 минут анализатор готов к работе.

- 13.5 Настройка анализатора
- 13.5.1 Находясь в Главном меню (Рисунок 14), нажмите кнопку Настройки. Отобразится окно настроек анализатора (Рисунок 15).

С Настройки 19.07.2018 17:18										
Прибор	Регион	Каналы	Рентген	цои	Вывод	Сервис				
Информация о приборе Модель: ЭКРОС-7700 Серийный номер: 7К7Е055 Текущее ПО: РЕ7700FW, версия 1.0.1.0 Контрольная сумма ПО CRC32: F63D249D Проверить обновление ПО История обновлений ПО										
Информация о поверке Поверен до: 22.02.2018 Предупреждать об истечении за, дней 14 Отображать Т(°С) и Р(hPa)										
On	ции 🗸					🖒 Выход				

Рисунок 15

- 13.5.2 Вкладка Прибор в окне Настройки содержит следующие элементы:
 - информацию об анализаторе включая идентификационную информацию о его программном обеспечении (текущую версию и контрольную сумму);
 - кнопку запуска процедуры обновления ПО со съёмного носителя;

्रिंHac	гройки				15.10.2018 18:08
Прибор	Регион	Каналы	Рентген	Вывод	
Язык:					
Русски	й -				
Формат	даты:			-	
dd.MN	l.yyyy •	ycı	гановить дату		
Формат	времени:			-	
HH:mn	n •	٢	Установить время		
Десятич ,	ный разде. •	литель:			
G On	ции 🗸				Выход

Рисунок 16

- кнопку вывода истории обновлений программного обеспечения (выводится информация обо всех попытках обновления, в том числе и неудачных);
- информацию о дате поверки прибора и средства для включения информирования о приближении её истечения;

- настройки уровня громкости звуковых оповещений и кнопки отключения звуковых оповещений и общего звукового канала;
- настройку отображения текущих значений температуры в кюветном отделении и атмосферного давления.
- 13.5.3 Вкладка **Регион** (Рисунок 16) содержит набор региональных настроек интерфейса анализатора:
 - выбор языка интерфейса;
 - задание формата отображения даты и кнопку задания текущей даты;
 - задание формата отображения времени и кнопку установки текущего времени;
 - выбор десятичного разделителя.

{ੁੰ}Hac⁻	О4.12.2018 11:52									
Прибор	Регион	Каналы	Рентге	ген Вывод						
Энергети <u>Окно S:</u> П	ческие окн Цент олуширин	а р, кан.: а, кан.:	50 10	Эн	ергетическ Номер к Номер	кая калибров анала Мо: канала Ті:	50 100			
<u>Окно Bs</u> П	<u>:</u> Цент олуширин	р, кан.: а, кан.:	100 25	Πρ	ооцедура А Начальн	. РУ ный канал: При со	25 менить и хранить			
Ø Or	ции 🗸					ŀ	> Выход			

Рисунок 17

13.5.4 На вкладке Каналы (Рисунок 17) можно отрегулировать положение и ширину энергетических окон спектра серы и рассеянного излучения для выполнения измерений, а также начальный предел процедуры автоматической регулировки усиления (АРУ), Эта вкладка доступна только пользователям с уровнем доступа администратора.

Внимание. Эти параметры влияют на работу анализатора, не изменяйте их без необходимости.

13.5.5 Вкладка Рентген (Рисунок 18) предназначена для установки параметров рентгеновской трубки и детектора в различных режимах. На ней также имеется счётчик времени работы рентгеновской трубки. Эта вкладка доступна только пользователям с уровнем доступа администратора.

Внимание. Эти параметры влияют на работу анализатора, не изменяйте их без необходимости.

€}́H	О4.12.2018 11:53									
Приб	ор Регио	н Кан	алы	Рентген	Вывод					
Режимы рентгеновской трубки: Режимы детектора:										
<u>Энер</u>	<u>гетическая</u>	калибро	овка и л	АРУ Ожи	дание и р	абота				
Ut =	8000	В		Uo =	- 5	00 B	🕘 Вкл/Выкл			
		_ O	Вкл/Вы	кл						
IT =	100	мкА		Up =	9	60 B	🔘 Вкл/Выкл			
Спек	тр			Врел	ия стабили	изации				
Ut =	8000	В		Tc =	-	25 c				
r r		0	Вкл/Вы	кл			Заводские			
IT =	100	мкА					установки			
<u>Общ</u>	ее время ра	аботы								
	25,37	ч					Применить и Сохранить			
Ø	Опции	·					Выход			

Рисунок 18

13.5.6 Вкладка **Вывод** содержит настройки печатных отчётов и вывода данных в последовательный порт (Рисунок 19).

Другие вкладки в окне **Настройки** предназначены для конфигурации аппаратных и аналитических параметров анализатора, поэтому они доступны только в сервисном режиме.



Рисунок 19

13.6 Режим «Спектр»

13.6.1 В режиме Спектр можно снять рентгеновский спектр любого образца, в том числе контрольного образца молибден (SU-Mo), у которого рентгеновская (характеристическая) L-линия по энергии соответствует рентгеновской (характеристической) К-линии серы (2307эВ).

<u>М</u> Спектр)ы			15.10	2018 18:24
Дата		Наименов	ание		
					\sim
Общие дан	ные		Новый	度 Просм	отр
🕢 Опции	•				Выход

Рисунок 20

Снятие спектра SU-Mo позволяет определить возможные причины неисправности анализатора. Успешно определить по спектру молибдена исправность анализатора может специалист, проводящий техническое обслуживание анализатора.



Рисунок 21

13.6.2 Для снятия спектра установите измеряемый образец, например SU-Mo, в измерительную камеру. Красные точки на образце, защитной кювете и корпусе измерительной камеры должны совпадать.

Шифр	о обра	зца:									
Вв	од		Ð		€	Back	Del		Home		End
Отм	ена		ľ							▼	►
1	2	3	4	5	6	7	8	9	0	-	=
й	ц	y	ĸ	e	н	г	ш	щ	3	x	ъ
ф	ы	в	a	п	р	o	л	А	ж	э	ë
١	я	ч	с	м	и	т	ь	6	ю	•	¢
介 Shift CapsLock		Русский 🕀 Язык Вв				вод					

Рисунок 22

- 13.6.3 В Главном меню нажмите кнопку Спектр. Появится экран базы спектров (Рисунок 20). Нажмите кнопку Новый. Отобразится окно задания параметров спектра (Рисунок 21).
- 13.6.4 Прикоснитесь к строке Шифр образца, после появления буквенно-цифровой клавиатуры, дайте шифр образцу, например, Мо.



Рисунок 23

Аналогично задайте время экспозиции, например, 100 сек.

13.6.5 При открытой крышке измерительной камеры (т.е. используя закрытую заслонку, изготовленную из титана, как образец для измерения), нажмите кнопку АРУ. Анализатор начнёт шагами менять коэффициент усиления спектрального усилителя, до момента попадания центра спектрального пика титана в канал 100 (данный канал имеет энергию рентгеновской характеристической К-линии излучения Ti = 4508 эВ). Данная операция позволяет учитывать дрейф анализатора, который влияет на заводскую калибровку анализатора по энергии (Рисунок 23).



Рисунок 24

13.6.6 По окончании выполнения АРУ нажмите кнопку **Измерить спектр**. Начнётся установка параметров измерения, после этого будет выполнена операция измерения спектра образца молибдена.

Процесс измерения энергетического спектра отображается в окне «График спектра» (Рисунок 24).

В данном окне отображается информация об общей интенсивности спектра, интенсивностях энергетических окон S и BS (серы и рассеянного излучения), в нём можно передвигая маркер по графику просматривать скорость счёта в каждом канале. Чтобы сохранить данные спектра для дальнейшего просмотра, нажмите кнопку **Сохранить**.

Чтобы вернуться окно базы сохранённых спектров нажмите кнопку Выход.

- 13.7 Режим «Методики».
- 13.7.1 Режим Методики позволяет провести градуировку анализатора для измерения массовой доли серы в неизвестном образце.
- 13.7.2 В Главном меню нажмите кнопку **Методики**, откроется окно базы методик (Рисунок 25).



Рисунок 25

13.7.3 Прикоснитесь к строке с названием нужной методики, активируя методику. Нажмите кнопку **Просмотр**, появиться панель просмотра методики (Рисунок 26).

	15.10.2018 19:26
Создана: 20.07.2018 18:00:57 Корректировка:	
Наименование: S [0 - 0.1] % пленка майлар 3.0 мкм	Изменить
Примечание:	
	Копировать
	Переместить
Параметр X: S/BS Коррекция отношения: 1,0	
Уравнение: C, m/m% = -0,02608+0,13350·X	Удалить
σ = 0,00063	
СО всего/включено: 10/6	Печать
🟹 SU измерены	
Законченная	🗙 Закрыть
🕢 Опции 🗸	Выход

Рисунок 26

В этой панели можно редактировать, копировать, удалять и распечатывать выбранную градуировку. Также в этом окне выбранную градуировку можно перемещать из списка данного Пользователя в список Общие данные. Чтобы закрыть панель и вернуться к списку методик нажмите кнопку **Закрыть**.

13.7.4 Перед началом измерения массовой доли серы в образце неизвестного состава следует выбрать существующую заводскую методику (градуировку) или создать

новую методику (градуировку) по стандартным образцам (СО) с известным содержанием серы.

: — Методика		15.10.201	18 18:28
Создана:		Корректировка:	
12.09.2017 14:38:54			
Наименование:			1
S [0 - 0,1] %			2
Примечание:			3
			4
			5
			6
			~
🏈 Опции 🗸	ЭК Выполнить ЛК АРУ	Сохранить	Выход

Рисунок 27

13.7.5 Для создания новой методики (градуировки) следует нажать кнопку Создать. Появится окно задания параметров новой методики (Рисунок 27).

Прикоснитесь к строке «Наименование» и дайте название новой градуировке, например, S[0-0,1] %. Также можно ввести описание методики.

ЕМетодика 15.10.201	8 18:28
Единица концентрации: Параметр X: m/m% мг/кг S/Bs S S-So	^
Уравнение:	1
$\mathbf{I} = \mathbf{a} + \mathbf{b} \cdot \mathbf{X} \qquad \mathbf{I} = \mathbf{a} + \mathbf{b} \cdot \mathbf{X} + \mathbf{c} \cdot \mathbf{X}^2$	2
Измерение:	3
Экспозиция (с): 100 Кратность: 3	4
Режим рентгеновской трубки:	5
Напряжение (В): 5500 Ток эмиссии (мкА): 450	
Измерение СО (текущая процедура):	6
Экспозиция (с): 300	~
Опции - Сохранить Сохранить	Выход

Рисунок 28

 13.7.6 Нажмите на кнопку ▽. Появиться окно настройки параметров создаваемой градуировки (Рисунок 28).

В этом окне задайте:

- единицы концентрации, параметр X, вид уравнения, экспозицию в режиме градуировки;
- экспозицию и кратность измерения в режиме измерения;
- напряжение и ток эмиссии, в режимах градуировки и измерения.

😂 Мет	одика			11.0	9.2017 1	17:01:33
Кол-во об	разцов: 9		Измерить Рас образец и п	остроить О	шибки	•
Вкл. №	С, мг/кг	I(S)	l(Bs)	x	1/2	
1	0,0				<u> </u>	
2	5,0					
🗹 з	10,0					3/6
4	25,0					
5	50,0					
6	100,0					
7	500,0				•	•
	ции 🗸	<u>ы</u> Я К	Выполнить АРУ	💾 Сохранит	⊳ Ð	Выход

Рисунок 29

13.7.7 Нажмите на кнопку ▽. Появится окно задания набора градуировочных образцов (СО) (Рисунок 29). В этом окне задайте количество (например, 9) и концентрации градуировочных (стандартных) образцов СО.

€ Методика 11.09.2017 16:08:46										
Кол-	во об	разцов: 9		Измерить образец	Рассчитать и построить	Ошибки	-			
Вкл.	N2	С, мг/кг	I(S)	l(Bs)	х	1/2				
\square	1	0,0	68,3	173,0	0,39467	<u>~</u>				
$\mathbf{\nabla}$	2	5,0	69,3	172,7	0,40117					
$\mathbf{\nabla}$	3	10,0	71,7	174,3	0,41115		3/6			
$\mathbf{\nabla}$	4	25,0	76,1	174,2	0,43664					
$\mathbf{\nabla}$	5	50,0	82,4	174,3	0,47299					
$\mathbf{\nabla}$	6	100,0	94,8	175,0	0,54191					
$\mathbf{\nabla}$	7	500,0	192,5	172,6	1,11476	•	-			
Ø	Оп	ции 👻	У К Л К	Выполнить АРУ	Сохрани	ть	Выход			

Рисунок 30

Это можно сделать с помощью буквенно-цифровой клавиатуры, прикоснувшись к соответствующим белым строкам этих позиций. 8 и 9 образцы можно задать, передвинув список с помощью кнопки прокрутки.

😂 Методика	12.03.2018 1	16:23:39
Измерение установочных обра Экспозиция (с): 300	зцов (SU):	•
Шифр SU низкой серы:	Шифр SU высокой серы:	
LMM	SU-05S	
Is = 904,0; Ibs = 2756,7	Is = 5428,1; Ibs = 1958,3	4/6
Измерить образец низкой серы	Измерить образец высокой серы	
Зафик	сировать	
31141		•
🏈 Опции 🗸	Сохранить	Выход

Рисунок 31

Задавать концентрации стандартных образцов следует с последовательным увеличением, начиная с наименьшей.

Выполните операцию АРУ, как написано в окне **Спектр**. Выделяя нажатием строку заданного образца и нажимая кнопку **Измерить образец**, последовательно выполните измерения всех заданных градуировочных образцов (Рисунок 30).



Рисунок 32

13.7.8 Нажмите на кнопку ▽. Появиться окно **Измерение установочных образцов**, предназначенное для задания Установочных образцов, необходимых для корректировки аппаратурного дрейфа созданной градуировки (Рисунок 31). Задайте экспозицию корректировки и название необходимых установочных образцов.

⊗ M	Мето∆ика 11.09.2017 17:40:36					
N≌	С, мг/кг	С_расч., мг/кг	Ошибка	1/2		
1	0,0	-1,6	-1,6			
2	5,0	2,9	-2,1			
3	10,0	9,8	-0,2			
4	25,0	27,5	2,5		6/6	
5	50,0	52,6	2,6			
6	100,0	100,4	0,4			
7	500,0	497,1	-2,9	•		
		Назад			~	
Ø	Опции 🔻	У К Выполнить Л К АРУ	Сохранит	⋼	Выход	

Рисунок 33

Измерьте эти образцы, последовательно нажимая на кнопки измерения заданных образцов. Зафиксируйте значения измеренных установочных образцов, нажав кнопку **Зафиксировать значения SU**.



Рисунок 34

 13.7.9 Нажмите на кнопку ▽. Появиться окно расчёта градуировочного уравнения (Рисунок 32). В данном окне можно видеть коэффициенты градуировочного уравнения и значение СКО для выполненной градуировки. 13.7.10 Нажмите на кнопку ▽. Появиться окно ошибок измеренных образцов относительно паспортных данных (Рисунок 33).

😂 Методики	12.09.2017 15:27:18
Создана: 12.09.2017 15:18:45	Корректировка:
Наименование: s [0 - 0,1]%	
Примечание:	Изменить
	П Копировать
Параметр X: S/BS	Переместить
Уравнение: С, мг/кг = -274,9+692,6·Х	
σ = 1,91646	Удалить
СО всего/включено: 9/9	
SU измерены	
Законченная	Закрыть
Опции • Нача измере	ть Выполнить корректировку

Рисунок 35

Образец с большой ошибкой можно исключить из расчёта градуировки на странице задания образцов (3), сняв для него галочку в графе «Вкл.» списка. При этом обязательно нужно выполнить новый расчёт уравнения, нажав кнопку **Рассчитать и построить**. Выполнив все необходимые действия, сохраните созданную градуировку, нажав кнопку **Сохранить**. Нажмите кнопку **Выход**, чтобы вернуться к списку методик. Созданная методика теперь будет отображена в данном списке. (Рисунок 34).

♦ Методики 12.09.2017 1			5:32:22
Дата	Наименование		
12.09.2017	S-So [0 - 0.1] %		
29.08.2017	S [0.1 - 5.0] %		
12.09.2017	s [0 - 0,1]%		
			_
			Ť.
Общие дан	ные Создать	🔥 Просмотр	
🕢 Опции	- Начать измерение Вып корре	олнить ктировку	Выход

Рисунок 36

13.7.11 Если необходимо, чтобы созданной методикой могли пользоваться все операторы, нажмите кнопку **Просмотр**, в окне просмотра методики (Рисунок 35) нажмите кнопку **Переместить** и переместите созданную градуировку в общую область данных (Рисунок 36).

<i>П</i> змер	ения 03.10.2017	18:58:16
Дата	Наименование	
		7
Общие дан	ные Новое Просмотр]
🕢 Опции	-	Выход

Рисунок 37

- 13.8 Режим «Измерение»
- 13.8.1 Режим Измерение предназначен для измерения концентрации неизвестных образцов по ранее созданным градуировкам.

Л измерение		03.10.2017 18:58:31
Методика		
Наименование:		
Описание:		
Образец		
Наименование:		
Описание:		
Экспозиция (с):	Кратность:	
Опции - ЗК АРУ	Выполнить корректировку	Начать измерение Выход

Рисунок 38

В Главном меню нажмите кнопку **Измерение**, появится окно базы измерений (Рисунок 37).

Нажмите кнопку **Новое** – отобразится окно задания параметров нового измерения (Рисунок 38).

Мето∆ики 03.10.2017 1			
Дата Наименование			
03.10.2017	S [0.1- 5.0)] %		
03.10.2017	S [0 - 1000] мг/кг		
03.10.2017	(S -So)[0 - 1000] мг/кг		
		~	
Общие дан	ные Просл	лотр	
🕢 Опции	• Выбрать	Выход	

Рисунок 39

13.8.2 Для того чтобы выбрать методику, содержащую градуировку, по которой будет выполняться измерение, нажмите кнопку «…». Откроется база методик с возможностью просмотра существующих градуировок (Рисунок 39).

<i>П</i> эмерение	03.10.2017 18:59:26
Методика	
Наименование: S [0 - 1000] мг/кг	
Описание:	
Образец	
Наименование: 100	
Описание:	
Экспозиция (с): 100 Кратность: 4	
Опции - 💥 АРУ 🐸 Выполнить Глан Н	ачать верение Выход

Рисунок 40

Активируйте нужную методику и нажмите кнопку Выбрать. Произойдёт переход обратно в окно конфигурации измерения с выбранной методикой (Рисунок 40).

1	% Измерение образца 03.10.2017 20:09:40						
	Наименование: 100						
	Экспозиция (с): 100 Кратность: 4						
	NՉ			Результат изме	ерения		
	1/4	С = 104,7 мг/н	(r; Is = 8	4,2 и/с			
	2/4	С = 102,6 мг/н	(r; Is = 8	3,7 и/с			
	3/4	С = 99,4 мг/кг	; Is = 83,	,0 и/с			
	4/4	С = 101,7 мг/н	(r; Is = 8	3,5 и/с			
				Сср. = 102,1 мг/кг		σ = 2,2 мг/кг	
		Общие данны	e				
	Ð	Опции 🗸		📑 Печать	6	хранить Выход	

Рисунок 41

13.8.3 Задайте идентификатор измеряемого образца, например, «100». Введите описание образца. Экспозиция и кратность измерения будут автоматически подставлены из методики, но при необходимости их можно изменить.

<i>П</i> эмерение	03.10.2017 18:59:26
Методика	
Наименование: S [0 - 1000] мг/кг	
Описание:	
Образец	
Наименование: 100	
Описание:	
Экспозиция (с): 100 Кратность: 4	
Опции - 💥 АРУ 🐸 Выполнить 🕅 Изм	ачать мерение Выход

Рисунок 42

13.8.4 Перед первым измерением выполните операцию АРУ и нажмите кнопку Начать измерение, установите образец и нажмите кнопку ОК. Образец будет измерять-

ся с указанной Экспозицией и Кратностью (Рисунок 41). Для сохранения результатов нажмите кнопку **Сохранить**. Для выполнения следующего измерения нажмите кнопку **Выход**.

🕹 Коррект	ировка		30.01.2018 15:54:27
Методика			
Наименование:	S [0 - 1000] мг/кг		
Описание:			
Шифр SU низкой	серы:	Шифр	SU высокой серы:
LMM		SU-05	S
	Экспозиция (с):	400	
Измерить образе серы	ц низкой		Измерить образец высокой серы
	Просмо	отр результатов	
🔗 Опции 🗸		е При корр	именить ектировку Выход

Рисунок 43

- 13.9 Режим «Корректировка»
- 13.9.1 Для компенсации изменений условий текущих измерений относительно условий при градуировке (изменение температуры воздуха, давления, изменения интенсивности излучения рентгеновской трубки, параметров детектора и др.) необходимо выполнять функцию Корректировки градуировки по Установочным образцам.

Корректировка 12.03.2018 16:43:19						
Методика	Методика					
Наименование: S [0 - 1000] мг/кг						
Описание:						
Шифр SU н	изкой серь	a:	Шифр SU в	ысокой сер)ы:	
LMM			SU-05S			
Значение	I(S)	I(BS)	Значение	I(S)	I(BS)	
Начальное	904,0	2756,7	Начальное	5428,1	1958,3	
Текущее	862,1	2853,6	Текущее	5375,8	2040,1	
Изменение	-4,6 %	3,5 %	Изменение	-1,0 %	4,2 %	
Изменение наклона Is: 0,231 % Изменение наклона Ibs: -1,846 %						
Опции • Применить корректировку						

Рисунок 44

- 13.9.2 Установочные образцы входят в комплект анализатора (гл. 14 Установочные образцы).
- 13.9.3 Корректировка выполняется, если измерения контрольных образцов на рабочей градуировке не удовлетворяют требованиям лаборатории.
- 13.9.4 Для выполнения корректировки необходимо войти в окно Измерение (Рисунок 42), выбрать необходимую градуировку, нажать кнопку Выполнить корректировку.
- 13.9.5 В открывшемся окне **Корректировка** (Рисунок 43) нажать кнопку **Измерить образец низкой серы**, предварительно установив в измерительную камеру необходимый Установочный образец низкой серы.
- 13.9.6 По окончанию измерения установочного образца низкой серы аналогично измерить установочный образец высокой серы.
- 13.9.7 По окончанию измерений нажать кнопку Просмотр результатов. Отобразиться панель просмотра результатов корректировки (Рисунок 44). Убедившись в правильности измеренных значений установочных образцов, нажать кнопку Применить корректировку.
- 13.9.8 Продолжить измерения неизвестных образцов.

14. Установочные образцы

- 14.1 Установочные образцы являются важной частью количественного анализа для EDXRF анализаторов серы в нефти и нефтепродуктах.
- 14.2 Установочные образцы поставляются вместе с анализатором.
- 14.3 Установочные образцы имеют спектры излучения, подобные градуировочным стандартам.
- 14.4 Во время создания градуировки производится измерение двух установочных образцов – одного для нижней, другого – для верхней части заданного градуировочного диапазона. При этом в данных градуировки сохраняются интенсивности серы Js и рассеянного излучения Jbs для каждого из этих образцов.
- 14.5 По мере эксплуатации анализатора меняются параметры детектора, рентгеновской трубки и других элементов анализатора, а также плотность воздуха в измерительной камере. Поскольку градуировка используется на протяжении длительного времени, необходимо компенсировать дрейф, наблюдаемый у анализатора, даже если он небольшой.
- 14.6 Для компенсации аппаратурного дрейфа без новой градуировки должны быть заново измерены скорости счета установочных образцов, измерявшихся при создании градуировки. По сохранённым в процессе создания градуировки и вновь полученным значениям интенсивности серы Js и рассеянного излучения Jbs для каждого из этих образцов рассчитываются коэффициенты коррекции интенсивностей Js и Jbs, подставляемых в градуировочное уравнение при измерении образцов неизвестной концентрации. Данная процедура называется корректировкой градуировки (п. 13.9).

- 14.7 В комплект входит четыре установочных образца для охвата всего диапазона измерений серы в нефти и нефтепродуктах:
 - SU-0S твёрдый установочный образец серы приблизительно 0 %, используется для корректировки градуировки;
 - SU-05S твёрдый установочный образец серы приблизительно 0,5 %, используется для корректировки градуировки;
 - SU-15S твёрдый установочный образец серы приблизительно 1,5 %, используется для корректировки градуировки;
 - SU-35S твёрдый установочный образец серы приблизительно 3,5 %, используется для корректировки градуировки.
- 14.8 Обращение с установочными образцами:
- 14.8.1 Брать образец только за боковые поверхности, избегать прикосновения к рабочей поверхности (стекловидная торцовая поверхность, противолежащая поверхности с нанесённой маркировкой).
- 14.8.2 Не класть установочный образец рабочей поверхностью вниз.
- 14.9 Измерение установочных образцов.
- 14.9.1 Перед измерением протереть рабочую поверхность образца тканью, смоченной спиртом и высушить её.
- 14.9.2 Каждый установочный образец имеет красную контрольную метку на верхнем ободе. При установке в анализатор для измерения выровнять эту метку с аналогичными метками на защитной кювете и корпусе анализатора.
- 14.9.3 Выполнить измерение, убедиться, что рабочая поверхность образца не загрязнилась и убрать образец в эксикатор для хранения.
- 14.10 Хранение установочных образцов.
- 14.10.1 Установочные образцы следует хранить в эксикаторе в сухой стабильной атмосфере рабочими поверхностями вверх.
- 14.11 Меры предосторожности
- 14.11.1 Не допускать смачивания рабочей поверхности установочного образца любой жидкостью (за исключение процесса очистки).
- 14.11.2 Не позволять установочному образцу находиться во влажной атмосфере воздействие влаги приводит к выветриванию кристаллов.
- 14.11.3 Не прикасаться пальцами к рабочей поверхности образца пот от пальцев может вызвать загрязнение хлором и коррозию поверхности.
- 14.12 Очистка установочных образцов.
- 14.12.1 Незначительное потускнение рабочей поверхности образца при хранении можно устранить путём её энергичной полировки абразивной пастой, нанесённой на ватный тампон, смоченный деионизированной (или дистиллированной) водой.
- 14.12.2 Эта паста готовится из порошка тетрабората лития особой чистоты и деионизированной (или дистиллированной) воды. В тетраборате лития не содержится каких-либо мешающих элементов. Удалить остатки пасты с помощью ткани, смо-

ченной деионизированной (или дистиллированной) водой, после чего протереть поверхность тканью, смоченной спиртом.

Примечание. Рекомендуется использовать чистый тетраборат лития ($Li_2B_2O_7$) с содержанием примесей не более 0,03 % и размером частиц не более 0,05 микрон.

14.13 Если в установочном образце произошли какие-либо изменения, это повлияет на весь последующий анализ, и потребуется повторное выполнение полной градуировки анализатора по всем исходным стандартным образцам.

15. Методические рекомендации по подготовке и проведению анализа

- 15.1 Основная рекомендация при использовании анализатора для анализа различных видов нефти и нефтепродуктов - это хороший подбор матрицы стандартных образцов для градуировки анализатора и измеряемой пробы либо дополнительные мероприятия по учёту различия их матриц. Неверный подбор матриц связан с различием углеводородного соотношения С/Н стандартных градуировочных образцов и измеряемых проб или наличие других гетероатомов приводит к дополнительной ошибки в результатах измерений.
- 15.2 Так как в анализаторе ЭКРОС-7700 автоматически выполняется поправка на отношение С/Н, эта ошибка мала, и ею можно пренебречь при обычных измерений, например, разных видов нефти (а градуировка выполнена на масляных стандартах). Однако, если выполняется измерение образца, в котором отношение С/Н сильно отличается от градуировочных образцов, следует контролировать значения С/Н и принимать адекватные меры.
- 15.3 Стандартно анализатор градуируется и поверяется с помощью стандартных образцов на основе белого масла, с содержанием серы меньше 1 мг/кг. Данные градуировки позволяют проводить анализ основной группы нефти и нефтепродуктов при содержании серы от 0,01 % до 5,0 % массовой доли.
- 15.4 Современное моторное и реактивное топливо (бензин, дизельное топливо и керосин) должны содержать серы, как правило, меньше 10 мг/кг. При анализе таких проб необходимо делать градуировку по стандартным образцам с углеводородной матрицей, приближенной к составу пробы.

Например:

- бензин можно имитировать смешиванием изооктана и толуола в соотношении, приближенном к подлинному содержанию ароматических веществ исследуемой пробы;
- дизельное топливо лучше анализировать, используя для градуировки стандартные образцы на основе синтетического дизельного топлива с содержанием серы меньше 1 мг/кг;
- целесообразно использовать готовые сертифицированные комплекты таких стандартных образцов, например:
 - для дизельного топлива комплект ГСО9321-2009 (ULSD) на основе синтетического дизельного топлива;

• для бензина – комплект Сертифицированных образцов S (BS) IT 10 на основе изооктан/толуол американской фирмы ASI Standards.

Также можно при измерении бензина использовать градуировку, с градуировочным уравнением C=A+ B(S-SO),

где S - площадь пика серы;

SO - площадь того же пика для образца с нулевым содержанием серы.

При этом градуировка делается с помощью стандартных образцов на основе белого масла, а при измерении пробы используется в качестве нулевой пробы смесь изооктан и белого масла в соотношении 1:1.

16. Руководство по измерению низких концентраций серы

16.1 Подготовка пробы.

- 16.1.1 Подготавливают пробы и измерительные кюветы в чистом помещении без пыли вдали от инструмента и любых проб или стандартных образцов с содержанием высоких концентраций серы. Также убеждаются, что неиспользованные кюветы и плёнка хранятся в чистом помещении без пыли, если их не применяют (например, в запаянном пластиковом пакете).
- 16.1.2 Никогда не используют одноразовые кюветы повторно.
- 16.1.3 При сборе кювет избегают касаний пальцами части плёнки, образующей окно кюветы. После сбора кювет убеждаются, что окно не имеет складок и что оно не контактирует ни с какой поверхностью перед проведением измерений (например, плёнка не выдавливается газом пробы).
- 16.1.4 Если инструмент предусматривает вторичное окно, его меняют после каждой пробы.
- 16.2 Измерение пробы.
- 16.2.1 Градуировка и анализ проб с низким содержанием серы должны поводиться в условиях постоянной плотности воздуха в помещении, где установлен анализатор, что исключает работу в это время приточно-вытяжной вентиляции.
- 16.2.2 Перед измерением проб с малым содержание серы от 2 мг/кг до 100 мг/кг целесообразно сделать корректировку градуировки с помощью установочных образцов.
- 16.2.3 Пробу наливают в кювету непосредственно перед измерением (чтобы свести к минимуму возможную протечку, провисание окна или испарение пробы).
- 16.2.4 Для летучих проб (напр., моторного бензина) используют кювету с вентиляционным отверстием, чтобы свести к минимуму испарение в ходе измерения.
- 16.2.5 Окно кюветы проверяют на незначительные течи или провисание непосредственно перед установкой чашки с пробой в инструмент и вновь непосредственно после измерения. При наличии таких дефектов любое измерение не учитывается и подготавливается новая кювета до проведения (или повторения) измерения. Также проверяют вторичное окно непосредственно после измерения и не учитывают любые результаты в случае любых признаков жидкости на окне (повторяют измерение с новой кюветой и новым вторичным окном).

17. Сведения об утилизации

- 17.1 При утилизации анализатора необходимо строго соблюдать соответствующие законы и правила, действующие в стране, в которой производится утилизация данного анализатора.
- 17.2 Рентгеновская трубка и детектор рентгеновского излучения содержит бериллий, который относится к группе опасных химических веществ.
- 17.3 Убедитесь в соблюдении законов по утилизации компонентов, содержащих бериллий.
- 17.4 Порядок утилизации определяет организация, эксплуатирующая прибор.

18. Правила хранения и транспортирования

- 18.1 Анализатор должен храниться в закрытом помещении в заводской упаковке при температуре воздуха от +5 до +40°С и относительной влажности воздуха не более 80%.
- 18.2 Хранение прибора без упаковки следует производить при температуре окружающего воздуха от +10 до +35°С и относительной влажности до 80%.
- 18.3 Анализатор может транспортироваться всеми видами транспорта в крытых транспортных средствах в диапазоне температур от -40 до +50°С и относительной влажности не более 95%.

19. Гарантийные обязательства

- 19.1 ООО «ЭКРОСХИМ» гарантирует соответствие анализатора характеристикам, указанным в пункте 4 настоящего документа при соблюдении потребителем условий эксплуатации, транспортирования и хранения.
- 19.2 Гарантийный срок эксплуатации анализатора составляет 12 месяцев со дня ввода анализатора в эксплуатацию.
- 19.3 Гарантийные обязательства на рентгеновскую трубку в соответствии с нормативно-технической документацией предприятия изготовителя.
- 19.4 Гарантийный срок хранения 18 месяцев со дня изготовления.
- 19.5 Срок ввода в эксплуатацию не должен превышать 12 месяцев со дня отгрузки.
- 19.6 При вводе в эксплуатацию после 12 месяцев со дня отгрузки соответственно сокращается гарантийный срок эксплуатации.
- 19.7 Гарантийное обслуживание производится только авторизованными сервисными центрами производителя.

Внимание! Производитель принимает оборудование для гарантийного обслуживания только в заводской упаковке или (по согласованию с производителем) в упаковке, надёжно обеспечивающей сохранение целостности изделия при транспортировке.

20. Сведения о рекламациях

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

ООО «ЭКРОСХИМ»

199178, Санкт-Петербург, 17-я линия В.О., д. 22, корп. И, оф. 406 Телефон (812) 322-96-00, факс (812) 448-76-00 E-mail: info@ecohim.ru URL: www.ecohim.ru

- 20.2 Рекламацию на изделие не предъявляют:
- 20.2.1 по истечении гарантийного срока;
- 20.2.2 при нарушении потребителем правил эксплуатации, хранения, транспортирования, предусмотренных эксплуатационной документацией.

21. Свидетельство о приёмке

Анализатор серы рентгеновский энергодисперсионный ЭКРОС-7700 заводской номер **7К7Е** модификация _____ проверен в соответствии с техническими условиями БКРЕ.415312.003ТУ, обязательными требованиями государственных стандартов и признан годным для эксплуатации.

Дата выпуска _____

Штамп ОТК

Контролёр_____

Дата	Описание неисправности	Ремонт произвёл	Примечание

22. Сведения о произведённых ремонтах

Лист регистрации изменений										
Изм.	на изме- нённых	омера листо заме- нённых	ов (страниц новых	ц) аннули- рован- ных	Всего ли- стов (страниц) в докум.	№ до- кум.	Входящий № сопро- водитель- ного до- кум. и да- та	Подп.	Дата	