

**УТВЕРЖДАЮ**  
Руководитель ГЦИ СИ ФГУП  
«ВНИИИМ им. Д.И. Менделеева»  
Н.И. Ханов  
» мая 2014 г.




Анализаторы нефти и нефтепродуктов LT NIR Analyzer

## МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 242-1318-2014

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

 Л.А.Конопелько

Ст. научный сотрудник  
ГЦИ СИ «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»

 А.Б. Копыльцова

Санкт-Петербург

2014

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы нефти и нефтепродуктов LT NIR Analyzer (далее «анализаторы») и устанавливает методы и средства их первичной поверки, поверки после ремонта и периодической поверки в процессе эксплуатации. Интервал между поверками - 1 год.

## 1. ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

При проведении поверки должны быть выполнены следующие операции (Таблица 1):

Таблица 1

№ п/п	Наименование операций	Номер пункта методики	Обязательность проведения	
			в процессе эксплуатации	после ремонта
1.	Подготовка к поверке.	5	Да	Да
2.	Внешний осмотр, проверка комплектности.	6.1	Да	Да
3.	Опробование	6.2	Да	Да
4.	Подтверждение соответствия программного обеспечения	6.3	Да	Да
5.	Определение метрологических характеристик:	6.4	Да	Да

## 2. СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1. Стандартные образцы состава бензола ГСО 7141-95, массовой и объемной доли бензола в бензинах МОДБ-ПА ГСО 10185-2013, массовой доли ароматических углеводородов в нефтепродуктах № 8718-2005, 8720-2005 и 8722-2005; детонационной стойкости бензина (октанового числа) № 8519-2004, №8520-2005; самовоспламеняемости дизельного топлива (цетанового числа) № 8931-2008, №8932-2008, бензола ГСО 7141-95, температуры помутнения ГСО 8790, 8791-2006, температуры вспышки в закрытом тигле ГСО 4088...4092-87, ГСО 8159-02, 90252-08. Метрологические характеристики ГСО приведены в Таблицах 2 - 6.

Таблица 2

№ п/п	№ стандартного образца	Аттестованная характеристика	Аттестованное значение (интервал аттестованных значений, %)	Границы относительной погрешности ( $\pm\delta$ ), % (P=0,95), %
1	ГСО 7141-95	Массовая доля основного вещества	99,30–99,99	0,2
2	ГСО 10185-2013	Объемная доля бензола	0,3 – 0,5	1,0
3			0,7 - 0,9	
4			1,4 – 1,6	
5			1,9 – 2,1	
6			2,8 – 3,0	
7			3,5 – 3,7	

Таблица 3

№ СО	Наименование ГСО	Аттестованное значение, %	Относительная погрешность аттестованного значения, %
ГСО 8718-2005	АН-5-ЭК	5,0	$\pm 2,5$
ГСО 8720-2005	АН-20-ЭК	20,0	$\pm 1,5$
ГСО 8722-2005	АН-40-ЭК	40,0	$\pm 1,5$

Таблица 4

№ СО	Наименование ГСО	Аттестованное значение, %	Абсолютная погрешность аттестованного значения
ГСО 8519-2004	ОЧ-2 (И)	92,3	$\pm 0,2$
ГСО 8520-2004	ОЧ-3 (И)	95,4	$\pm 0,2$
ГСО 8931-2008	ЦЧ ПЭТ-1	46,0	$\pm 0,3$
ГСО 8932-2008	ЦЧ ПЭТ-2	50	$\pm 0,3$

Таблица 5

№ СО	Наименование ГСО	Аттестованное значение, %	Абсолютная погрешность аттестованного значения
ГСО 8790-2006	ТПМТ-1	-7,5	$\pm 1,0$
ГСО 8791-2006	ТПМТ-2	-30,0	$\pm 1,0$

Таблица 6

№ ГСО	Наименование ГСО	Аттестованное значение ТВЗТ, °С	Абсолютная погрешность ( $\pm \Delta$ ), °С (P=0,95)
4088-87	ТЗТ-1	17-19	$\pm 1$
4089-87	ТЗТ-2	34-36	$\pm 1$
4090-87	ТЗТ-3	52-54	$\pm 1$
4091-87	ТЗТ-4	69-71	$\pm 1$
4092-87	ТЗТ-5	118-120	$\pm 2$
8159-02	ТЗТ-6	170-200	$\pm 2$
8133-2002	ТВЗТ-30-ЭК	29-35	$\pm 1$
8134-2002	ТВЗТ-50-ЭК	47-55	$\pm 1$
8135-2002	ТВЗТ-80-ЭК	77-87	$\pm 1$
8136-2002	ТВЗТ-110-ЭК	105-115	$\pm 2$
8137-2002	ТВЗТ-140-ЭК	135-149	$\pm 3$
8138-2002	ТВЗТ-180-ЭК	165-205	$\pm 3$

2.2. Изоктан эталонный ГОСТ 12433-83.

2.3. Гептан эталонный по ГОСТ 25828-83;

2.3. Ацетон по ГОСТ 2603-79.

2.4. Дозаторы объемные поршневые, диапазон дозирования 10 — 100 мкл, предел допускаемого относительного СКО не выше 0,3 % и 20 - 200 мкл, предел допускаемого относительного СКО не выше 0,3 %.

2.5. Пипетка вместимостью 2,0 см<sup>3</sup> по ГОСТ 1770-74

2.6. Колбы мерные вместимостью 50, 100, 250 см<sup>3</sup> по ГОСТ 1770-74.

Допускается применение других средств поверки с характеристиками не хуже указанных, допущенных к применению в установленном порядке.

### 3. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

Требования безопасности изложены в Руководстве по эксплуатации на анализаторы.

### 4. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

4.1. При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды, °С от 15 до 25
- атмосферное давление, кПа от 96 до 104
- относительная влажность воздуха, % от 30 до 80

### 5. ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

5.1. Подготовка анализатора к работе осуществляется в соответствии с РЭ.

5.2. Для подготовки лабораторной версии анализатора включить питание прибора и прогреть его в течение 30 мин. Промыть изооктаном оптоволоконный датчик анализатора и просушить его.

5.3. Для подготовки поточной версии анализатора отключить датчик от байпасной линии, промыть изооктаном оптоволоконный датчик для лабораторных измерений и просушить его.

5.4. Снимите спектр сравнения датчика по п. «Плановое обслуживание» РЭ и убедитесь, что он чист и готов к работе, что подтверждается появлением сообщения «reference complete».

### 6. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1. Внешний осмотр, проверка комплектности.

При проведении внешнего осмотра проверяют:

- отсутствие механических повреждений;
- соответствие анализатора комплектности, приведенной в Руководстве по эксплуатации.
- чистоту датчика лабораторного анализатора или проточной ячейки поточного анализатора.

6.2. Опробование.

Анализатор считается прошедшим опробование, если после включения питания программа анализатора проводит автоматическое тестирование, после успешного завершения которого на экране компьютера появляется меню. Анализатор автоматически переходит в режим ожидания.

6.3. Подтверждение соответствия программного обеспечения проводится визуально при включении системы: в процессе автотестирования на индикаторе должны отображаться наименование ПО и номер версии ПО (таблица 4).

Результат проверки соответствия программного обеспечения считают положительным, если наименование ПО и номер версии, отображающийся при включении системы, соответствует указанному в таблице 4.

Таблица 4

Идентификационные данные (признаки)	Значение	
Идентификационное наименование ПО	LT Vista	Grams
Номер версии (идентификационный номер) ПО	Не ниже 4.02	Не ниже 9.0

6.4. Определение метрологических характеристик осуществляют по тем показателям, для которых имеется соответствующая градуировка и библиотека ИК-спектров. В случае

лабораторного анализатора оптико-волоконный датчик помещают в стакан с материалом соответствующего СО. В случае поточного анализатора материалом СО заполняют проточную кювету анализатора или выносной оптико-волоконный датчик помещают в стакан с материалом соответствующего СО.

6.4.1. Определение относительной погрешности анализатора проводят по СО из таблиц 2-6.

6.4.1.2. В меню выберите соответствующую программу измерений (обычно маркируется «Verification of aromatics»; «Verification of MON/RON» или «Verification of CN» и т.д.) и запустите процесс измерений.

6.4.1.3. Проведите два последовательных измерения показателя, получите результаты измерений  $C_{i1}$  и  $C_{i2}$ .

6.4.1.4. После завершения измерений очистите оптико-волоконный датчик лабораторного анализатора или проточную кювету поточного анализатора следующим образом: тщательно промойте изоктаном, протрите мягким хлопковым материалом, промойте ацетоном, снова протрите и высушите на воздухе. В проточной кювете замените кольцевую прокладку заглушки входа для чистки и установите заглушку. Снимите спектр сравнения датчика и дождитесь появления сообщения «reference complete».

6.4.2.1. Относительную погрешность определения массовой доли ароматических углеводородов в нефтепродуктах, %, вычисляют по формуле (1).

$$\delta = \frac{C_{am} - C_{ij}}{C_{am}} * 100 \quad (1)$$

где:

$C_{ат}$  – аттестованное значение массовой доли ароматических углеводородов, %;

$C_{ij}$  — результат измерения для j-го ГСО массовой доли ароматических углеводородов, %

6.4.2.2. Абсолютную погрешность анализатора по октановому/цетановому числу вычисляют по формуле (2).

$$\Delta = C_{атт} - C_{ij} \quad (2)$$

где:

$C_{атт}$  – аттестованное значение октанового/цетанового числа;

$C_{ij}$ – результат i-го измерения октанового/цетанового числа

6.4.3. Анализатор считается выдержавшим поверку, если значение относительной/абсолютной погрешности, найденной для каждого измерения j-го показателя не превышает значений, указанных в таблице 5.

Таблица 5.

Наименование характеристики	Значение характеристики
Пределы допускаемой относительной погрешности измерения массовой доли бензола, %	±10
Пределы допускаемой относительной погрешности измерения массовой доли ароматических углеводородов, %	±10
Пределы допускаемой абсолютной погрешности при измерении октанового числа	± 1,5
Пределы допускаемой абсолютной погрешности при измерении цетанового числа от аттестованного значения ГСО, %	± 2,0
Пределы допускаемой абсолютной погрешности при измерении температуры помутнения, оС	± 3,0
Пределы допускаемой абсолютной погрешности при измерении температуры вспышки, оС	± 6,0

## **7. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ**

7.1. Положительные результаты поверки оформляются записью в формуляре и выпиской свидетельства о поверке.

7.2. В случае отрицательных результатов выписывается извещение о непригодности с указанием конкретных результатов поверки.

## ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ

Наименование: анализатор нефти и нефтепродуктов LT NIR Analyzer

Зав. Номер \_\_\_\_\_

Дата выпуска \_\_\_\_\_

Представлен \_\_\_\_\_

Поверка проводится согласно документу МП-242-1318-2013 «Анализатор нефти и нефтепродуктов LT NIR Analyzer. Методика поверки», утвержденному ГЦИ СИ ФГУП ВНИИМ им. Д.И.Менделеева» в феврале 2014 г.

Условия поверки:

- температура окружающего воздуха, °C
- атмосферное давление, кПа
- относительная влажность, %

Средства поверки:

Результаты поверки:

ПО:

Результат определения погрешности анализатора

Таблица 1

№ п/п	Номер и наименование ГСО	Аттестованное значение ГСО	Норматив отно- сительной по- грешности, %	Результат единич- ного измерения, ед		Погрешность, ед	
				№1	№2	№1	№2
1							

Погрешность измерения не превышает норматива.

Заключение \_\_\_\_\_

Подпись поверителя

Дата \_\_\_\_\_