

Федеральное государственное унитарное предприятие
«Сибирский государственный ордена Трудового Красного Знамени научно-
исследовательский институт метрологии» (ФГУП «СНИИМ»)



УТВЕРЖДАЮ

Директор ФГУП СНИИМ

Г.В. Шувалов

2015 г.

АНАЛИЗАТОРЫ СИМ-4

Методика поверки

СНМК.413412.002 МП

н.р. 26138-16

Содержание

1	Операции поверки	4
2	Средства поверки	4
3	Требования к квалификации поверителей	5
4	Требования безопасности при проведении поверки	5
5	Условия поверки и подготовка к ней	6
6	Проведение поверки	6
6.1	Внешний осмотр	6
6.2	Опробование	6
6.3	Определение метрологических характеристик	7
7	Оформление результатов поверки	8
	Приложение А (рекомендуемое) Протокол поверки анализатора	9
	Приложение Б Методика приготовления стандартных образцов	10

Настоящая методика распространяется на анализатор СИМ-4 (далее – анализатор), предназначенный для измерения процентного содержания воды в моторных маслах и дизельном топливе (далее – нефтепродукты), и устанавливает методику и средства первичной и периодической поверок в соответствии с техническими условиями СНМК.413412.002 ТУ.

Поверку проводят для установления пригодности анализаторов к применению:

- первичную, проводимую при выпуске анализаторов в обращение из производства и ремонта;
- периодическую, проводимую при эксплуатации анализаторов. Межповерочный интервал – 1 год;
- внеочередную, проводимую в установленном порядке, в частности, при утере документов на поверку, после длительного хранения в условиях, когда необходимо удостовериться в исправности анализаторов.

1 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

При проведении поверки должны быть выполнены операции, приведенные в таблице 1.

Таблица 1

Наименование операции	Номер пункта методики поверки
1 Внешний осмотр	6.1
2 Опробование	6.2
3 Проверка диапазона измерений процентного содержания воды в моторных маслах и дизтопливе	6.3.1
4 Определение относительной погрешности измерения содержания воды в моторных маслах и дизтопливе	6.3.2

2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

Перечень средств поверки приведен в таблице 2.

Таблица 2

Номер пункта НД по поверке	Наименование и тип средства поверки, Обозначение нормативного документа, регламентирующего технические требования. Метрологические и технические характеристики средства поверки
6.3.1; 6.3.2	<p>Стандартные образцы массовой доли воды в нефти и нефтепродуктах:</p> <p>ГСО 5760-90 В-1 0,11 % ПГ ±0,02 % ГСО 5761-90 В-2 0,46 % ПГ ±0,02 % ГСО 5762-90 В-3 1,02 % ПГ ±0,03 %</p> <p>Гигрометр психрометрический ВИТ-2, цена деления 0,2 °С Барометр-анероид М-110, погрешность 1,5 мм рт.ст.</p>
Примечание: Допускается использовать другие средства поверки, метрологические характеристики которых не хуже приведенных.	

3 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЕЙ

3.1 К поверке анализаторов допускаются лица, аттестованные на право поверки приборов, измеряющих физико-химические параметры нефтепродуктов, в соответствии с действующими нормативными документами и имеющие документы установленного образца.

3.2 Поверитель должен иметь, как правило, высшее образование и опыт работы поверителем не менее года.

4 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

4.1 По способу защиты человека от поражения электрическим током анализатор СИМ-4 должен соответствовать классу 01 ГОСТ 12.2.007.0-75.

4.2 Углеводороды по степени воздействия на организм человека относятся к 4 классу опасности в соответствии с ГОСТ 12.1.007-76.

4.3 *Запрещается при проведении поверки:*

1) поверять анализаторы в условиях и режимах, отличных от заданных настоящей МП;

2) использовать инструмент, дающий при работе искру;

3) обращаться с открытым огнем.

4.4 *Опасные факторы* – напряжение питания 220 В, возможная взрывоопасная концентрация паров углеводородов в смеси с воздухом (НКПР > 1,1 %).

4.5 При разливе нефтепродуктов их необходимо собрать в отдельную тару, место разлива протереть сухой тканью.

4.6 При загорании нефтепродуктов применяют распыленную воду, пену, пар, углекислый газ, состав СЖБ.

4.7 Помещение для работы должно быть оборудовано общеобменной вентиляцией, рабочее место – местной вытяжной вентиляцией.

4.8 При поверке следует применять индивидуальные средства защиты по ГОСТ 12.4.011-87.

4.9 При поверке необходимо соблюдать правила личной гигиены. При попадании нефтепродуктов на открытые участки тела необходимо их удалить и обильно промыть кожу теплой мыльной водой. При попадании на слизистую оболочку глаз – обильно промыть глаза теплой водой.

4.10 Отработанные нефтепродукты необходимо сливать в емкость с герметичной крышкой.

4) Уничтожение отработанных нефтепродуктов проводят по инструкции (положению) предприятия-пользователя или поверяющего органа.

4.11 Персонал, работающий с нефтепродуктами, должен проходить периодический медицинский осмотр в установленном порядке.

4.12 Лица, допущенные к работе с анализаторами, должны проходить ежегодную проверку знаний по технике безопасности.

5 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ И ПОДГОТОВКА К НЕЙ

5.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

температура окружающего воздуха, °С 10 – 35
 верхнее значение относительной влажности
 при температуре 25 °С не более, % 90
 атмосферное давление, кПа (мм рт.ст.) 84 – 106,7 (630 – 800)

5.2 Перед проведением поверки анализаторы и стандартные образцы должны быть выдержаны в помещении, где проводят поверку, в условиях, указанных в 5.1, не менее 1 ч.

5.3 Средства поверки должны быть подготовлены согласно требованиям эксплуатационной документации на них.

5.4 При подготовке анализаторов к поверке необходимо выполнить следующие операции.

5.4.1 Снять крышку с внешнего электрода. Открутить внешний электрод. Очистить наружную поверхность внутреннего электрода, внутреннюю и наружную поверхности внешнего электрода от консервационного масла хлопчатобумажной салфеткой (далее х/б салфетка), смоченной нефрасом-С 50/170 ГОСТ 8505-80. Электроды просушить. Поставить внешний электрод на место.

5.4.2 Подсоединить первичный преобразователь к измерительному блоку анализатора СИМ-4 (на передней панели разъем «ПП»).

5.4.3 Подключить питание анализатора СИМ-4.

5.4.4 Подготовить стандартные образцы (далее – СО):

СО-1 – разбавленный трансформаторным маслом ГОСТ 10121-76 в пропорции 1 к 10 стандартный образец ГСО 5760-90 В-1 – 0,11 % (см. приложение Б);

СО-2 – ГСО 5760-90 В-1 – 0,11 %;

СО-3 – ГСО 5761-90 В-2 – 0,46 %;

СО-4 – ГСО 5762-90 В-3 – 1,02 %.

Стандартные образцы должны находиться на рабочем месте не менее 30 мин.

6 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1 Внешний осмотр

6.1.1 Распаковать анализатор и проверить комплектность согласно паспорту СНМК.413412.002 ПС.

6.1.2 Осмотреть анализатор на предмет механических повреждений.

6.1.3 Сверить маркировку на табличке (шильдике) с паспортными данными.

Проверить наименование анализатора, заводской номер, дату выпуска.

6.1.4 Проверить наличие оттиска клейма поверителя или наличие документа о государственной поверке (при проведении периодической поверки).

6.1.5 Проверить целостность пломбировочных клейм.

6.1.6 Анализатор не допускается к поверке, если при внешнем осмотре обнаружены повреждения.

6.2 Опробование

6.2.1 При опробовании проверяют работоспособность анализаторов и идентификацию программного обеспечения (ПО).

6.2.1.1 При проверке работоспособности анализатора необходимо выполнить следующие операции:

1) Включить анализатор СИМ-4, нажав тумблер «СЕТЬ».

2) На передней панели анализатора загорается индикатор и высвечивается надпись:

Шкала АЦП-обезвоженный $\delta = 1,00 \pm 0,05$
--

что подтверждает работоспособность анализатора.

6.2.1.2 Проверку идентификации ПО проводят в соответствии с эксплуатационной документацией на анализатор.

Встроенное программное обеспечение (ПО) выполнено на базе процессора AT89S52.

ПО разработано специально для анализатора и является его неотъемлемой функциональной составляющей. ПО следует идентифицировать по наименованию анализатора СИМ-4.

Если целостность пломбировочных клеев не нарушена, то возможность воздействия на ПО анализатора отсутствует.

6.3 Определение метрологических характеристик

6.3.1 Проверку диапазона измерений процентного содержания воды в стандартных образцах и определение допускаемой относительной погрешности проводят следующим образом.

6.3.1.1 Включить анализатор и дать ему прогреться в течение 30 мин.

6.3.1.2 Провести обезвоживание СО-1 следующим образом.

1) Укрепить на лабораторном штативе разделительную колонку ГОСТ 23932-90 емкостью не менее 200 мл.

2) Поставить на разделительную колонку емкость не менее 100 мл.

3) Установить в разделительную колонку ватно-марлевый фильтр по объему порядка 1/3 высоты разделительной колонки.

4) Пролить через разделительную колонку с фильтром СО-1.

5) Залить обезвоженный СО в первичный преобразователь до верхнего края внешнего электрода. На индикаторе высвечивается значение диэлектрической проницаемости СО. Показания индикатора должны соответствовать значению диэлектрической проницаемости обезвоженного СО в диапазоне от 2,10 до 2,35.

6) Пролить СО-1 через разделительную колонку с фильтром несколько раз до тех пор, пока значение диэлектрической проницаемости не будет изменяться.

Примечание – Фильтр в разделительной колонке необходимо менять перед каждым проливом СО.

7) Открутить внешний электрод первичного преобразователя и протереть электроды х/б салфеткой, смоченной в нефрасе-С ГОСТ 8505-80. Электроды просушить. Внешний электрод поставить на место.

6.3.1.3 Залить обезвоженный СО-1 в первичный преобразователь до верхнего края внешнего электрода.

6.3.1.4 Показания индикатора должны соответствовать значению 2,10-2,35.

6.3.1.5 Нажать кнопку «РЕЖИМ РАБОТЫ». Анализатор переводится в режим точного измерения диэлектрической проницаемости обезвоженного СО. Показания индикатора должны находиться в пределах 2,10000-2,35000.

6.3.1.6 Последовательно нажать кнопку «РЕЖИМ РАБОТЫ». На индикаторе высвечиваются надписи:

1) Шкала АЦП – обезвоженный;

2) Д.пр. А - обезвоженный,

где А – значение диэлектрической проницаемости.

3) Зап. – обезвоженный.

Значение диэлектрической проницаемости заносится в память прибора.

6.3.1.7 Слить СО. Открутить внешний электрод первичного преобразователя и протереть электроды х/б салфеткой, смоченной в нефрасе-С ГОСТ 8505-80. Электроды просушить. Внешний электрод поставить на место.

6.3.1.8 Залить исходный стандартный образец в первичный преобразователь до верхнего края внешнего электрода.

6.3.1.9 Нажать кнопку «РЕЖИМ РАБОТЫ». Анализатор измеряет диэлектрическую проницаемость СО.

6.3.1.10 Последовательно нажать кнопку «РЕЖИМ РАБОТЫ». На индикаторе высвечиваются надписи:

- 1) Шкала АЦП – проверяемый;
- 2) Д.пр. А - проверяемый,

где А – значение диэлектрической проницаемости.

- 3) Зап. – проверяемый.

Значение диэлектрической проницаемости заносится в память прибора и вычисляется результат измерения.

- 4) % - В
г/т – В,

где В – результат измерения, выдается в процентах массовой доли воды в СО, а также в граммах на тонну.

6.3.1.11 Считать показания индикатора и нажать кнопку «СБРОС». Анализатор приходит в исходное состояние.

6.3.1.12 Выполнить указания 6.3.1.7 настоящей методики.

6.3.1.13 Провести измерение процентного содержания воды в СО-1 три раза в соответствии с указаниями 6.1.3.3-6.3.1.11.

За результат измерения процентного содержания воды в СО-1 принимают среднее арифметическое значение трех измерений.

6.3.1.14 Повторить измерения в соответствии с указаниями 6.3.1.1-6.3.1.13 с СО-2, СО-3 и СО-4.

6.3.2 Определение относительной погрешности измерения содержания воды в СО.

6.3.2.1 Выполнить операции по 6.3.1.

6.3.2.2 Относительную погрешность измерения содержания воды в СО в процентах определяют по формуле

$$\delta_{\text{отн}} = \pm \left(\frac{B_{\text{изм}} - B_{\text{уст}}}{B_{\text{уст}}} \right) \cdot 100$$

где $B_{\text{изм}}$ - среднее арифметическое значение трех измерений содержания воды в СО, %.

$B_{\text{уст}}$ - действительное значение содержания воды в СО, %;

6.3.2.3 Все результаты по 6.1, 6.2 и 6.3 заносятся в протокол по приложению А. Анализатор выдержал испытания по 6.3, если относительная погрешность измерения содержания воды в СО не превышает ± 10 %.

6.3.2.4 Выключить анализатор, вынуть шнур питания из розетки, отсоединить кабель первичного преобразователя.

6.3.2.5 Выполнить указания 6.3.1.7.

7 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1 При положительных результатах поверки выдают свидетельство о поверке анализатора установленной формы в соответствии с приказом № 1815 от 02.06.2015 Минпромторга России.

7.2 Анализатор, прошедший первичную поверку с отрицательными результатами, не допускается к выпуску в обращение и применение его запрещено.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(рекомендуемое)

ПРОТОКОЛ
поверки анализатора
по методике СНМК.413412.002 МП

Анализатор _____, заводской номер _____,
Принадлежащий _____,
Поверенный _____
«__» _____ 20 г.

Условия поверки

Температура окружающего воздуха, °С _____
Относительная влажность, % _____
Атмосферное давление, кПа(мм рт.ст.) _____

Применяемые средства поверки

1 Внешний осмотр _____ Результаты поверки _____
_____ соответствуют /не соответствуют/ 6.1 МП _____

2 Опробование _____ соответствует /не соответствует/ 6.2 МП _____

3 Измерение метрологических характеристик

Таблица А.1

Значение процентного содержания воды в стандартном образце, %	Измеренное значение, % H ₂ O	Относительная погрешность, %	Предел допускаемой относительной погрешности, %
			±10

Погрешность измерения не превышает паспортных данных. По результатам поверки анализатор _____ № _____ признан пригодным к эксплуатации.

ОБЩИЙ ВЫВОД: _____
(выдано свидетельство номер № или причина негодности)

Поверитель _____
(подпись) _____ (Ф.И.О.)

Дата: « _____ » _____ 20 г.

ПРИЛОЖЕНИЕ Б (рекомендуемое)

Методика приготовления стандартных образцов

Б.1 Назначение и область применения

Настоящая методика устанавливает порядок приготовления стандартных образцов, предназначенных для проведения прямо-сдаточных и периодических испытаний, а также проведения поверки анализатора СИМ-4 с целью определения содержания массовой доли воды в дизельных топливах, моторных и автотракторных маслах.

Б.2 Приготовление стандартного образца СО-1

Приготовление СО-1 заключается в получении из ГСО 5760-90 В-1 – 0,11 % раствора в требуемом диапазоне содержания массовой доли воды путем последовательного разбавления стандартного образца трансформаторным маслом ГОСТ 10121-76 в пропорции 1 к 10.

Б.2.1 Средства измерений, вспомогательные устройства, посуда, реактивы и материалы

- весы лабораторные ВЛА	ГОСТ 24104 2-го класса точности;	
- колба мерная 2-250-2	ГОСТ 1770;	
- пипетка 1-2-2-5	ГОСТ 29227;	
- пипетка 1-2-2-50	ГОСТ 29227;	
- стеклянная палочка;		
- стандартный образец	ГСО 5760-90 В-1 – 0,11 %	50 мл;
- трансформаторное масло	ГОСТ 10121-76	500 мл;
- калий двуххромовокислый	ГОСТ 4220	100 мл;
- кислота серная	ГОСТ 4204	100 мл;
- вода дистиллированная	ГОСТ 6709	500 мл.

Б.2.2 Методика приготовления СО-1

Б.2.2.1 Стандартный образец СО-1 с содержанием массовой доли воды 0,011 % готовят разбавлением ГСО 5760-90 В-1 – 0,11 % трансформаторным маслом в пропорции 1 к 10.

Б.2.2.2 Готовить СО-1 следует при температуре (20 ± 2) °С.

Б.2.2.3 Промыть посуду хромовой смесью (калий двуххромовокислый, кислота серная в соотношении 1:1), прополоскать в дистиллированной воде и просушить.

Б.2.2.4 Взвесить на весах колбу с точностью не хуже 0,01 г.

Б.2.2.5 ГСО 5760-90 В-1 – 0,11 % хорошо перемешать стеклянной палочкой и с помощью пипетки 1-2-2-50 налить в колбу в количестве 50 г и взвесить на весах с точностью не хуже 0,01 г.

Б.2.2.6 Не снимая колбу с платформы весов, налить в нее с помощью пипетки трансформаторное масло в таком количестве, чтобы суммарный вес раствора составлял $(500 \pm 0,01)$ г, без массы колбы.

Б.2.2.7 Полученный стандартный образец хорошо перемешать с помощью стеклянной палочки или встряхиванием колбы.

Примечание:

Количество ГСО 5760-90 В-1 можно брать иное, четко выдерживая соотношение 1:10.

Б.2.2.8 Стандартный образец хранят в емкости с притертой пробкой. Срок хранения не более 96 ч. На емкости должна быть этикетка с датой приготовления раствора и подпись ответственного лица.

Б.2.2.9 Абсолютная погрешность действительного значения содержания массовой доли воды в стандартном образце СО-1 рассчитывают с учетом процедуры его приготовления в соответствии с МИ 1992-89 по формуле

$$\Delta C = 1,1C \sqrt{\left(\frac{\Delta A}{A}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V}{V}\right)^2}$$

где С – содержание массовой доли воды в растворе, %

ΔA – абсолютная погрешность аттестованного значения ГСО 5760-90 В-1, %;

A – аттестованное значение содержания массовой доли воды в ГСО 5760-90 В-1, %;

ΔV – абсолютная погрешность взвешивания, г;

V – масса раствора, г;

Б.2.2.10 В случае необходимости полученный стандартный образец может быть аттестован по ГОСТ 8.614-2013 Государственная система обеспечения единства измерений. Государственная поверочная схема для средств измерений объемного влагосодержания нефти и нефтепродуктов.