

С О Г Л А С О В А Н О

Директор ЗАО «БМЦ»

Данилович Ю.А.

"11" сентября 2014 г.

У Т В Е Р Ж Д А Ю

Директор РУП «БелГИМ»

Н.А.Жагора

2014 г.



Система обеспечения единства измерений

**АНАЛИЗАТОР АВТОМАТИЧЕСКИЙ ФРАКЦИОННОГО СОСТАВА
НЕФТЕПРОДУКТОВ «АФСА»**

Зач.З.

**МЕТОДИКА ПОВЕРКИ
МП. МН 393-2014**

н.р. 32559-16

Разработчик

Инженер ЗАО «БМЦ»

Косарев П.В.

"11" сентября 2014г.

Настоящая методика устанавливает методы и средства первичной и периодической поверки анализаторов автоматических фракционного состава нефтепродуктов "АФСА" (далее - анализатор), предназначенных для определения зависимости температуры кипения светлых нефтепродуктов и сырой нефти от количества отгона по ГОСТ 2177-99 (СТБ ИСО 3405-2003) при атмосферном давлении в лабораторных условиях.

Анализатор состоит из корпуса, блока управления, узла нагрева, охлаждающего устройства и приемной камеры.

Анализатор изготавливается в двух модификациях: анализатор автоматический фракционного состава нефтепродуктов "АФСА-С" (со встроенной панелью оператора с сенсорным экраном) и анализатор автоматический фракционного состава нефтепродуктов "АФСА" (под управлением ПЭВМ, подключаемого к анализатору через интерфейсный порт RS-232), отличающиеся габаритными размерами и системой управления.

До декабря 2014 года анализатор «АФСА» выпускался под названием «АФСА-1» и «АФСА-2». Межповерочный интервал – 2 года.

1 ОПЕРАЦИИ И СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

1.1 При проведении поверки должны выполняться операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1

| Наименование операции | Номер пункта методики поверки | Проведение операции при | |
|--|-------------------------------|-------------------------|-----------------------|
| | | первичной поверке | периодической поверке |
| Внешний осмотр | 6.1 | + | + |
| Опробование | 6.2 | + | + |
| Проверка сопротивления изоляции | 6.3 | + | + |
| Определение метрологических характеристик | 6.4 | + | + |
| Определение абсолютной погрешности измерения температуры кипения | 6.4.1 | + | + |
| Определение абсолютной погрешности измерения объема | 6.4.2 | + | + |
| Определение абсолютной погрешности измерения скорости разгонки | 6.4.3 | + | + |

1.2 При проведении поверки должны применяться средства поверки, указанные в таблице 2.

Таблица 2

| Номер пункта методики поверки | Наименование и тип (условное обозначение) эталонов и вспомогательных средств поверки, их метрологические и основные технические характеристики, обозначение ТНПА |
|--|--|
| 6.3 | Мегаомметр Ф4102 (напряжение 500 В, кл.2.0) |
| 6.4.1 | Термостат масляный (диапазон температур от 20 до 300 °С СКО не более 0,05 °С); цифровой калибратор температуры с внешним эталонным термометром (диапазон температур от 33 до 700 °С СКО не более 0,11 °С); термометры ртутные по ГОСТ 2045-71 (ТЛ-4) (диапазон от 20 до 400 °С, цена деления 0,1 °С); магазин сопротивлений Р4831 (кл. точн. 0,02/2-10-6), толуол чистый для анализа (температура кипения 110,6 °С при 101,3 кПа), ГСО 8785-2006, ГСО 8786-2006, ГСО 8787-2006, данные средства поверки должны пройти метрологическую аттестацию или поверку в органах государственных метрологических |
| 6.4.2 | Набор мерных колб по ГОСТ 1770 объемом 10, 25, 50 и 100 см ³ , кл.2.; толуол чистый для анализа (температура кипения 110,6 °С при 101,3 кПа), ГСО 8785-2006, ГСО 8786-2006, ГСО 8787-2006, данные средства поверки должны пройти метрологическую аттестацию или поверку в органах государственных метрологических |
| 6.4.3 | По п.6.4.2, дополнительно секундомер СД-СОС-пр-100 (диапазон от 0 до 30 мин. кл.2, цена дел.0,2 с), пробирка П-1-10-0.1 исполнения 1, цена дел. 0.1 см ³ ; толуол чистый для анализа (температура кипения 110,6 °С при 101,3 кПа), ГСО 8785-2006, ГСО 8786-2006, ГСО 8787-2006, данные средства поверки должны пройти метрологическую аттестацию или поверку в органах государственных метрологических |
| Примечание: Допускается применять другие средства поверки, прошедшие метрологическую аттестацию или поверку в органах государственных метрологических служб и удовлетворяющие по точности требованиям настоящей методики | |

1.3 При обнаружении несоответствия технических характеристик в процессе проведения хотя бы одной операции дальнейшая поверка прибора прекращается и результат поверки считается отрицательным. Поверительное клеймо на анализаторе гасится, свидетельстве о поверке аннулируется.

2 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЕЙ

- 2.1 Перед проведением поверки персонал, проводящий поверку, должен изучить паспорт на анализатор, ГОСТ 2177-99, СТБ ИСО 3405-2003, ГОСТ 12.1.044-89.
- 2.2 К поверке анализатора допускаются лица, имеющие квалификацию поверителя.

3 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

При проведении поверки должны быть соблюдены требования ГОСТ 12.2.091-2002, ГОСТ 12.1.005-76, а также требования безопасности, изложенные в разд. 8 ПС.

Помещение, в котором будет установлен анализатор должно быть оснащено приточно - вытяжной вентиляцией, средствами пожаротушения, сигнализатором дозврывоопасных концентраций.

4 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

- 4.1. При проведении поверки должны соблюдаться следующие условия:

температура окружающего воздуха..... 20 ± 5 °С;
относительная влажность воздуха, при температуре 25°С, не более.....80 %;
атмосферное давление.....84...106,7 кПа;
напряжение питающей сети переменного тока..... 230 ± 23 В;
частота питающей сети по ГОСТ 13109-67..... 50 ± 1 Гц.

5 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

- 5.1 Перед проведением поверки анализатор и средства поверки должны быть выдержаны в помещении, где проводится поверка, до выравнивания их температуры с температурой в помещении, не менее 2 часов.
- 5.2 Перед проведением поверки анализатор и средства поверки должны быть подготовлены к работе в соответствии с эксплуатационной документацией.

6 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1 Внешний осмотр.

6.1.1 При проведении внешнего осмотра необходимо убедиться в отсутствии повреждений и других дефектов, препятствующих нормальному функционированию анализаторов и приводящих к нарушению требований безопасности, охраны труда, производственной санитарии и охраны окружающей среды.

6.1.2 Комплектность анализаторов должна соответствовать паспорту (проверяется при выпуске из производства).

6.1.3 Маркировка должна быть четкой.

6.2 Опробование.

6.2.1 АФСА-С: включите анализатор. Дождитесь загрузки главного окна программы «АФСА».

6.2.2 АФСА: включите системный блок компьютера. Дождитесь загрузки операционной системы Windows. Включите анализатор. Загрузите программу «АФСА».

6.3 Проверка сопротивления изоляции.

6.3.1 Сопротивление изоляции проверяется мегаомметром между замкнутыми накоротко выводами цепи питания каждого блока и его корпусом, а также между замкнутыми накоротко выводами цепи питания каждого блока и выходами вторичных цепей, соединенными вместе. Сопротивление должно быть не менее 20 МОм.

6.4 Определение метрологических характеристик.

6.4.1 Определение абсолютной погрешности измерения температуры кипения.

Для индикации измеренной температуры необходимо открыть:

АФСА-С: окно «Колба». Для этого нажать кнопку «Тесты» и выбрать закладку «Колба».

АФСА: окно «Тест ТСП». Для этого в главном меню программы выберите пункт «Настройки»-«Тесты системы»-«Тест ТСП».

6.4.1.1 Первичная поверка.

Абсолютную погрешность измерения температуры кипения определяют сравнением показаний поверяемого анализатора с показаниями эталонного термометра в восьми точках: 20 °С; 60 °С; 100 °С; 150 °С; 200 °С; 250 °С; 300 °С; 360 °С.

Выводят термостат (калибратор) на температуру, соответствующую выбранной точке поверки и устанавливают в термостат (калибратор) эталонный термометр.

Датчик температуры паров в колбе анализатора погружают в термостатирующую область термостата (калибратора) не менее, чем на 50 мм.

Эталонный термометр и датчик температуры паров в колбе должны находиться на одной глубине в термостате (калибраторе).

После выдержки не менее 5 минут при каждой температуре, соответствующей выбранным точкам поверки, производят отсчет показаний поверяемого анализатора и эталонного термометра. Результаты поверки заносятся в протокол (приложение А).

Абсолютную погрешность измерения температуры Δt , °С определяют в каждой точке поверки по формуле:

$$\Delta t = t_a - t_3, \quad (1)$$

где: t_a – температура на индикаторе анализатора, °С;
 t_3 – температура внешнего эталонного термометра, °С.

Рассчитанные значения абсолютной погрешности измерения температуры кипения не должны превышать $\pm 0,5$ °С.

6.4.1.2 Периодическая поверка.

Периодическая поверка может проводиться двумя способами.

Первый способ изложен в п. 6.4.1.1.

Второй способ: определение абсолютной погрешности канала измерения температуры проводят имитационным методом с использованием магазина сопротивлений. Магазин сопротивлений подключают к входу датчика температуры паров в колбе и имитируют сопротивления в соответствии с номинальной статической характеристикой платиновых термопреобразователей сопротивления $R_0 = 100$ Ом, $\alpha = 0,00385$ °С⁻¹ (таблица А.1 ГОСТ 6651-2009).

Абсолютную погрешность определяют сравнением показаний поверяемого анализатора и значений температуры по ГОСТ 6651-2009 (приложение А) в восьми точках: 20 °С; 60 °С; 100 °С; 150 °С; 200 °С; 250 °С; 300 °С; 360 °С по формуле:

$$\Delta t = t_a - t_{\text{таб}}, \quad (2)$$

где: t_a – температура на индикаторе анализатора, °С;
 $t_{\text{таб}}$ – значение в соответствии с таблицей А.1 ГОСТ 6651-2009 (приложение А), °С.

Рассчитанные значения абсолютной погрешности не должны превышать $\pm 0,3$ °С. Результаты записывают в протокол поверки (таблица 4.4 приложение А).

Абсолютную погрешность канала измерения температуры с датчиком температуры паров определяют при перегонке толуола чистого для анализа. Перегонку проводят в соответствии с паспортом на анализатор.

Абсолютную погрешность измерения температуры Δt , °С определяют в точке 50 % объема отгона по формуле:

$$\Delta t = t_a - t_r, \quad (3)$$

где: t_a – температура на индикаторе анализатора, °С;
 t_r – действительная температура кипения толуола чистого для анализа (109,3 °С при 101,3 кПа), без учета поправки на выступающий ртутный столбик, в соответствии с п. 8.2.1 СТБ ИСО 3405-2003.

Рассчитанные значения абсолютной погрешности измерения температуры кипения не должны превышать $\pm 0,5$ °С. Результаты записывают в протокол поверки (таблица 4.3 приложение А).

При превышении допустимого значения абсолютной погрешности измерения температуры кипения при перегонке толуола, нужно повторить перегонку 2 раза, чтобы удостовериться, что толуол обладает чистотой, достаточной для поверки.

6.4.2 Определение абсолютной погрешности измерения объема.

6.4.2.1 Определение абсолютной погрешности измерения объема проводят с использованием предварительно откалиброванного цилиндра.

Для этого необходимо:

АФСА-С: нажать кнопку "Сервис", ввести пароль и открыть закладку «Цилиндр».

АФСА: выбрать закладку «Датчик уровня отгона». Для этого в главном меню программы выбрать пункт «Настройки»-«Тесты системы»-«Оборудование».

1) Нажать на кнопку «> 0 <».

2) Нажать кнопку «> 100 <». Следуя инструкции на экране, налить в мерную колбу на 100 см³ (класс 2 по ГОСТ 1770) 100 см³ бензина (нижний мениск по риску), затем перелить его в откалиброванный цилиндр анализатора "АФСА", поместить цилиндр в приёмную камеру и нажать кнопку "ОК". Дождаться пока анализатор измерит объём и выдаст данные.

3) Для измерения объёма 100 см³, перелитого в приёмный цилиндр из мерной колбы, необходимо нажать кнопку «Измерить». Дождаться пока анализатор измерит объём и выдаст данные. Измерения повторяют 3 раза. Абсолютная погрешность рассчитывают, как разность показаний на индикаторе и контрольного объёма.

4) Определение (пункт 3) повторяют последовательно для объёмов 50, 25, 10, 5 см³, измеренных с помощью колб мерных класса 2 по ГОСТ 1770-74.

В качестве контрольных образцов нефтепродуктов используют чистый толуол, либо ГСО.

Результаты испытаний считают положительными, если ни одно из значений погрешности не превышает $\pm 0,5$ см³.

6.4.3 Определение абсолютной погрешности измерения скорости разгонки.

6.4.3.1 Скорость разгонки нефтепродуктов равна объёму отгона, полученному в минуту. С помощью секундомера 2 класса точности с ценой деления 0,2 с определяют время, в течение которого получают определённое количество отгона. Рекомендуемые объёмы отгона представлены в п.4.2 приложения А. Объём отгона измеряют с помощью датчика уровня анализатора. Во время разгонки текущий уровень отгона выводится на индикатор с точностью 0,1 см³ в окне «Объём». Например, для измерения скорости разгонки первого рекомендованного диапазона 10...25 см³ секундомер необходимо включить при достижении датчиком уровня отгона 10 см³ и выключить при достижении датчиком уровня отгона 25 см³. Дальнейший расчёт скорости разгонки ведут по формуле:

$$S = V / t * 60 \quad (4)$$

где: S – скорость разгонки нефтепродуктов, см³/мин;

V – объём отгона, см³;

t – время, за которое перегнался объём V , с.

Результаты испытаний считаются положительными, если ни одно из значений не превышает $4,5 \pm 0,5$ см³/мин.

Скорость разгонки нефтепродуктов проверяют при перегонке чистого толуола, либо ГСО.

7 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

7.1 Результаты поверки заносятся в протокол, форма которого дана в приложении А.

7.2 При положительных результатах поверки на анализатор наносятся оттиски клейм ОТК в местах, препятствующих доступу к органам регулировки. В паспорте делается отметка о поверке и на переднюю панель анализатора наносится поверительное клеймо-наклейка.

7.3 При обнаружении несоответствия технических характеристик в процессе проведения хотя бы одной операции дальнейшая поверка прибора прекращается и результат поверки считается отрицательным. Поверительное клеймо на анализаторе гасится, свидетельство о поверке аннулируется, выдается заключение о непригодности оборудования.

Приложение А
(Обязательное)
Форма протокола поверки (рекомендуемая)

Протокол № _____

Поверки анализатора фракционного состава автоматического «АФСА-__» заводской № _____

Наименование организации, проводившей поверку: _____

ТНПА, по которому проводилась поверка: _____

Перечень средств поверки:

1. Секундомер СПД-1-2 2кл., цена дел. 0,1с
2. Набор мерных колб (10, 25, 50, 100 см³) по ГОСТ17170
3. Магазин сопротивлений Р4831 (кл. точн. 0,02/2·10⁻⁶)

Условия поверки:

Температура окружающей среды, °С _____
Относительная влажность, % _____
Атмосферное давление, кПа _____
Напряжение сети, В _____
Частота питающей сети, Гц _____

Результаты поверки:

1. Внешний осмотр: _____
соответствует/не соответствует (указать причину)

2. Опробование: _____
соответствует/не соответствует (указать причину)

3. Сопротивление изоляции, МОм _____

4. Определение погрешностей при измерении температуры кипения, объема и скоростей отгона на испытываемом приборе

4.1 Определение абсолютной погрешности измерения объема:

| Номинальное значение объема, см ³ | Показания анализатора, см ³ | | | Абсолютная погрешность анализатора, см ³ | | | Требования ТУ, см ³ |
|--|--|--|--|---|--|--|--------------------------------|
| 5,0 | | | | | | | Не более ±0,5 |
| 10,0 | | | | | | | |
| 25,0 | | | | | | | |
| 50,0 | | | | | | | |
| 100,0 | | | | | | | |

4.2 Определение абсолютной погрешности измерения скорости разгонки:

| Объем отгона, см ³ | Время для анализатора, с | Скорость для анализатора, см ³ /мин | Требования ТУ, см ³ /мин |
|-------------------------------|--------------------------|--|-------------------------------------|
| 10...25 | | | 4,5±0,5 |
| 25...50 | | | |
| 50...90 | | | |

4.3 Определение абсолютной погрешности измерения температуры кипения при разгонке толуола:

| Объем отгона, см ³ | Показания анализатора, °С (толуол 110,6 °С при 101,3 кПа) | Абсолютная погрешность, анализатора, °С | | Требования ТУ, °С |
|----------------------------------|--|--|--|----------------------|
| 50,0 | | | | Не более ±0,5 |

4.4 Определение погрешности измерения температуры с помощью имитации сигнала ТСП (с использованием магазина сопротивления):

| Задаваемая температура турная отметка | | Показания анализатора, °С | Абсолютная погрешность, анализаторов, °С | | Требования ТУ, °С |
|--|--------|------------------------------|---|--|----------------------|
| °С | Ом | | | | |
| 20 | 107,79 | | | | Не более ±0,3 |
| 60 | 123,24 | | | | |
| 100 | 138,51 | | | | |
| 150 | 157,33 | | | | |
| 200 | 175,86 | | | | |
| 250 | 194,10 | | | | |
| 300 | 212,05 | | | | |
| 360 | 233,21 | | | | |
| | | | | | |

Заключение: _____
годен/не годен (указать причину)

Дата поверки _____

Госповеритель _____ / _____ /
(подпись, расшифровка подписи)

Приложение Б (Обязательное)

Перечень документов, на которые даны ссылки в настоящей методике

| <i>Обозначение</i> | <i>Название</i> |
|--------------------|--|
| ТКП 8.003-2011 | Поверка средств измерений. Правила проведения работ. |
| ГОСТ 2177-99 | Нефтепродукты. Методы определения фракционного состава. |
| ГОСТ 12.1.044-89 | Пожаровзрывоопасность веществ и материалов. Номенклатура показателей и методы их определения. |
| ГОСТ 12.1.005-76 | Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны. |
| ГОСТ 26104-89 | Средства измерений электронные. Технические требования в части безопасности. Методы испытаний. |
| ГОСТ 2045-71 | Термометры стеклянные ртутные. Общие технические условия. |
| ГОСТ 1770-74 | Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Технические условия. |
| СТБ ИСО 3405-2003 | Нефтепродукты. Метод определения фракционного состава при атмосферном давлении |