

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



Утверждаю
Директор ФГУП «СНИИМ»
Г.В.Шувалов
«31» *август* 2015 г.

АНАЛИЗАТОРЫ СИМ –11М
Методика поверки
СНМК. 414114.002 МП

и.р. 63030-16

Содержание

1. Операции поверки.....	3
2. Средства поверки.....	4
3. Требования к квалификации поверителей.....	4
4. Требования безопасности.....	4
5. Условия поверки	5
6. Подготовка к поверке	5
7. Проведение поверки.....	6
7.1. Внешний осмотр.....	6
7.2. Подготовка анализатора к работе.....	6
7.3. Определение метрологических характеристик.....	6
8. Оформление результатов измерения.....	8
Приложение А Протокол поверки анализатора.....	9

Настоящая методика распространяется на анализаторы СИМ-11М и устанавливает методику и средства первичной и периодической поверок в соответствии с техническими условиями СНМК. 414114.002 ТУ.

Проверку 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 по поверке	Проведение операции при поверке	
		Первичной	Периодической
1 Внешний осмотр	7.1	да	да
2 Проверка электрического сопротивления заземления	6.4	да	да
3 Проверка сопротивления изоляции питания	6.5	да	да
4 Опробование	7.2	да	да
5 Определение метрологических характеристик	7.3	да	да
5.1 Определение абсолютной погрешности	7.3.20		

2 Средства поверки

2.1 При проведении поверки применяют эталонные средства измерений, испытательное и вспомогательное оборудование, материалы, указанные в таблице 2.

Таблица 2

Номер пункта МП	Наименование, тип эталонных средств измерений и вспомогательного оборудования, обозначение нормативного документа, регламентирующего технические и метрологические характеристики
5.1	Гигрометр ИВА-6НР Диапазон измерения относительной влажности от 0 до 98 %, $\Delta_{абс} = \pm 3\%$ Диапазон измерения температуры от 0 до 50°C, $\Delta_{абс} = \pm 0,5^\circ\text{C}$
	Барометр – анероид контрольный М67 ТУ2504-1797-75 Диапазон измерения давления от 610 до 800 мм.рт.ст Цена деления шкал 1 мм.рт.ст; $\Delta_{абс} = \pm 8$ мм.рт.ст
6.4	Миллиомметр Е6-18/1 Диапазон сопротивлений от 0,0001 Ом до 100 Ом; допускаемая погрешность $\pm 1,5\%$
6.5	Мегомметр М4100/3 Измеряемый диапазон электрических сопротивлений (2-20) Мом; $\Delta_{абс} = \pm 2,5\%$
7.3	ГСО 7945-2001 (ТЗ-1) Температура замерзания – минус 53,0°C; $\Delta_{абс} = \pm 1,5^\circ\text{C}$ ГСО 7946-2001 (ТЗ-2) Температура замерзания – минус 29,5°C; $\Delta_{абс} = \pm 1,5^\circ\text{C}$
	Секундомер СОП Шкала 0-60 с; цена деления 0,2 с; допускаемая погрешность за 30 мин $\pm 1,6$ с
Примечание: Допускается использовать другие средства поверки, метрологические характеристики которых не хуже приведенных. Все средства поверки должны иметь действующие свидетельства о поверке.	

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.

4 Требования безопасности

4.1 По способу защиты человека от поражения электрическим током анализатор СИМ-11 соответствует классу 01 ГОСТ 12.2.007.0-75.

4.2 Перед включением в сеть анализатор СИМ-11 необходимо заземлить.

4.3 ГСО по степени воздействия на организм человека относится к 4 классу опасности в соответствии с ГОСТ 12.1.007-76.

4.4 Предельно допустимая концентрация паров углеводородов ГСО в воздухе производственных помещений – 300 мг/м³ в соответствии с ГОСТ 12.1.005-88. Наличие ГСО в питьевой воде недопустимо.

4.5 Наличие ГСО в питьевой воде недопустимо.

4.6 ГСО представляет собой в соответствии с ГОСТ 12.1.044-84 легковоспламеняющуюся жидкость с температурой самовоспламенения 300-330 °С.

4.7 Запрещается:

- 1) использовать инструмент, дающий при работе искру;
- 2) обращаться с открытым огнем.

4.8 Опасные факторы: напряжение питания 220В и взрывоопасная концентрация паров ГСО в смеси с воздухом.

4.9 При разливе ГСО или моторного масла его необходимо собрать в отдельную тару, место разлива протереть сухой х/б салфеткой.

4.10 При загорании ГСО применяют распыленную воду, пену, пар, углекислый газ, состав СЖБ.

4.11 Помещение для работы с ГСО должно быть оборудовано общеобменной вентиляцией, рабочее место - местной вытяжной вентиляцией.

4.12 При работе следует применять индивидуальные средства защиты по ГОСТ 12.4.011-87.

4.13 При работе необходимо соблюдать правила личной гигиены. При попадании ГСО на открытые участки тела их необходимо удалить и обильно промыть кожу теплой мыльной водой. При попадании ГСО на слизистую оболочку глаз - обильно промыть глаза теплой водой.

4.14 Отработанные ГСО необходимо сливать в емкость с герметичной крышкой.

Уничтожение отработанных ГСО проводят по инструкции (положению) предприятия-пользователя.

4.15 Персонал работающий с ГСО должен проходить периодический медосмотр в установленном порядке.

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

5 Условия поверки

5.1 Первичная поверка анализатора после монтажа, ремонта, а также периодическая и внеочередная поверки проводятся в следующих условиях эксплуатации:

- температура окружающего воздуха, °С10-35;
- относительная влажность при температуре 25°С, %, не более.....50-80;
- атмосферное давление кПа (мм.рт.ст.).....84,6-106,7(630-800).

6 Подготовка к поверке

6.1 Перед проведением поверки анализаторы и ГСО должны быть выдержаны в помещении, где проводят поверку, в условиях, указанных в 5.1 настоящей МП не менее 1 ч.

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

6.3 Подготовить ГСО следующим образом:

- ГСО перед поверкой анализаторов обезводить.

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

2) Подставить под разделительную колонку емкость не менее 200 мл.

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

4) Пролить через разделительную колонку с фильтром контролируемый нефтепродукт, после этого на испытания взять верхний слой.

Разрешается обезвоживать нефтепродукты другими известными способами.

- Промыть пробирку хромовой смесью (калий двухромовокислый ГОСТ 4220-75, кислота серная ГОСТ 4204-77 в соотношении 1:1), затем дистиллированной водой ГОСТ 6709-72. Просушить пробирку.

6.4 Перед включением в сеть анализатор должен быть заземлен. Электрическое сопротивление проверяется миллиомметром Е6-18/1 и должно быть не более 0,1 Ом

6.5 Электрическое сопротивление изоляции цепей питания анализатора относительно корпуса проверяется мегомметром М4100/3 и должно быть не менее 20 Мом.

7 Проведение поверки

7.1 Внешний осмотр

7.1.1 Распаковать анализатор и проверить комплектность согласно паспорту СНМК.414114.002 ПС.

7.1.2 Осмотреть анализатор на предмет механических повреждений.

7.1.3 Сверить маркировку на табличке с паспортными данными. Проверить наименование анализатора, заводской номер, дату выпуска.

7.1.4 Проверить наличие отиска клейма поверителя или наличие документа государственной поверки (при проведении периодической поверки).

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

7.2 Опробование

7.2.1 При опробовании проверяют работоспособность анализатора, для чего необходимо выполнить следующие операции:

1) Опустить криостат очень медленно в сосуд Дьюара. При касании металлической трубки криостата о поверхность жидкого азота в сосуде Дьюара слышится шум кипящего жидкого азота (Это говорит о том, что жидкий азот в сосуде Дьюара есть)

2) Соединить провод «Нагреватель» с криостатом (Гнездо находится на боковой поверхности цилиндрического криостата.)

3) Подключить провод с вилкой к сети питания 220В частотой 50Гц.

4) Включить измерительный прибор анализатора СИМ-11М нажав тумблер «Сеть». На индикаторе измерителя-регулятора температуры высвечивается текущее значение температуры.

5) Ручку «Охлаждение» повернуть по часовой стрелке до загорания нижнего светодиода. Если слышен шум кипящего жидкого азота – это значит, работает «Нагреватель» на конце металлической трубки криостата.

6) Ручку «Охлаждение» вывести до предела против часовой стрелки (должен погаснуть нижний светодиод).

Результат опробования считают положительным, если все элементы анализатора работают нормально.

7.3 Определение метрологических характеристик.

7.3.1 Промыть пробирку для нефтепродукта (ГСО) хромовой смесью (калий двухромовокислый ГОСТ 4220, кислота серная ГОСТ 4204 в соотношении 1:1), затем дистиллированной водой ГОСТ 6709. Просушить пробирку.

7.3.2 Подготовить образец ГСО 7945-2001 (ТЗ-1), обезводив его.

7.3.3 Установить очень осторожно и медленно криостат в сосуд Дьюара, наполненный жидким азотом, чтобы жидкий азот не выбрызгивался наружу. При этом в отверстие для пробирки неплотно поместить кусок сухой ткани (марли) для защиты от выхода брызг жидкого азота, которую, после опускания криостата в сосуд Дьюара, убрать.

7.3.4 Подключить криостат к анализатору, подключив кабель электронагревателя к разъему криостата.

7.3.5 Вывести ручку «Охлаждение» в крайнее левое положение (против часовой стрелки).

7.3.6 Включить питание анализатора на индикаторе температуры высвечивается текущее значение температуры окружающей среды.

7.3.7 Медленно выводить ручку «Охлаждение» по часовой стрелке, чтобы загорелся один нижний индикатор (светодиод) на панели измерительного прибора. Признаком работы прибора является шум кипящего жидкого азота и выход его в измерительный цилиндр криостата, там, где будет находиться пробирка с ГСО.

7.3.8 Вывести ручку «Охлаждение» обратно в левое положение (против часовой стрелки). Нижний индикатор гаснет.

7.3.9 Налить ГСО 7945-2001 (ТЗ-1) в пробирку до уровня 30 мм от ее дна.

7.3.10 В пробирку при помощи корковой пробки плотно вставить датчик температуры, укрепив его так, чтобы он проходил по оси пробирки, а его конец находился на расстоянии 8-10 мм от дна пробирки.

7.3.11 Вставить пробирку с ГСО (ТЗ-1) в измерительный цилиндр криостата. На индикаторе анализатора высвечивается температура образца ГСО (ТЗ-1).

7.3.12 Медленно выводить ручку «Охлаждение» по часовой стрелке, чтобы загорелся один нижний индикатор на панели измерительного прибора. Признаком работы прибора является шум кипящего жидкого азота и выход его в цилиндр криостата, где находится пробирка с ГСО ТЗ-1.

7.3.13 Следить за понижением температуры ГСО. Скорость понижения температуры образца ГСО должна быть ориентировочно 2-3°C в минуту, а за 5-6°C до предполагаемой температуры застывания образца ГСО скорость охлаждения должна быть около 1°C в минуту. Время, при этом, контролируется с помощью ручных часов.

7.3.14 При достижении предполагаемой температуры застывания образца вывести ручку «Охлаждение» в крайнее левое положение (против часовой стрелки), чтобы погасли светодиоды.

7.3.15 Вынуть пробирку из измерительного цилиндра криостата и установить ее на подставку под углом 45°C. Если мениск нефтепродукта смещается, то нефтепродукт не достиг температуры застывания. В этом случае продолжить охлаждение. Для этого снова поместить пробирку с ГСО (ТЗ-1) в криостат и продолжить испытания в соответствии с 7.3.12 настоящих ТУ.

7.3.16 Если при нижнем горящем индикаторе образец не замерзает, то ручку «Охлаждение» медленно поворачивать по часовой стрелке до загорания второго нижнего индикатора.

7.3.17 При достижении температуры образца ниже на 2°C предполагаемой температуры застывания опять вывести ручку «Охлаждение» в крайнее левое положение (против часовой стрелки), чтобы погасли светодиоды.

7.3.18 Вынуть пробирку с ГСО (ТЗ-1) из криостата и наклонить ее под 45°, используя приспособление.

7.3.19 Если мениск нефтепродукта (ГСО) не смещается, то это значение температуры записывают, но испытание на другом образце ГСО (ТЗ-1) продолжают, но уже предполагаемую температуру застывания устанавливают на 2°C выше той, при которой образец застыл. Если мениск нефтепродукта (ГСО) сместился, то за температуру застывания ГСО принимают среднее арифметическое значение двух измерений.

7.3.20 Абсолютную погрешность измерения температуры застывания ГСО (ТЗ-1) определяют по формуле:

$$\delta_{\text{абс}} = t_{\text{гсо}}^{\circ} - t_{\text{изм}}^{\circ}$$

где $t_{\text{гсо}}^{\circ}$ - паспортное значение температуры застывания ГСО (ТЗ-1);

$t_{\text{изм}}^{\circ}$ - значение температуры застывания ГСО (ТЗ-1), измеренное анализатором СИМ-11М.

7.3.21 Измерение температуры застывания провести с ГСО 7946-2001 (ТЗ-2) в соответствии с (7.3.1-7.3.20) настоящей МП.

7.3.22 Выключить анализатор, вынуть шнур питания из розетки, отсоединить кабель нагревателя от криостата, вынуть датчик температуры из пробирки, а исследованный нефтепродукт слить в специальную емкость.

Пробирку очистить согласно 7.3.1 настоящей МП.

Анализатор выдержал испытания по 7.3, если абсолютная погрешность измерения температуры застывания нефтепродуктов не превышает $\pm 2^{\circ}\text{C}$

8 Оформление результатов поверки

8.1 Результаты поверки анализаторов должны быть оформлены в виде протокола по форме обязательного приложения А.

8.2 При положительных результатах поверки выдают свидетельство о поверке анализатора установленной формы.

8.3 Анализаторы, прошедшие первичную поверку с отрицательными результатами, не допускаются к выпуску в обращение и применение их запрещено.

8.4 Анализаторы, прошедшие периодическую поверку с отрицательными результатами из обращения изымаются и направляются в ремонт.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(обязательное)

ПРОТОКОЛ
поверки анализатора

Анализатор СИМ-11, 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

Вывод: _____

2. Опробование

Вывод: _____

ОБЩИЙ ВЫВОД: _____
(Выдано свидетельство, номер или причина негодности)

Поверитель _____ (подпись) _____ (фамилия)

Дата: « ____ » _____ 20 г.

М.П.