

**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 <sup>3</sup> , 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 <sup>3</sup> ; 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..... $20 \pm 5$  °С;  
относительная влажность воздуха, при температуре 25°С, не более.....80 %;  
атмосферное давление.....84...106,7 кПа;  
напряжение питающей сети переменного тока..... $230 \pm 23$  В;  
частота питающей сети по ГОСТ 13109-67..... $50 \pm 1$  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  $\Delta t$ , °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<sup>-1</sup> (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  $\Delta t$ , °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 см<sup>3</sup> (класс 2 по ГОСТ 1770) 100 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup>, 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 см<sup>3</sup>, 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  $\pm 0,5$  см<sup>3</sup>.

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 см<sup>3</sup> в окне «Объём». Например, для измерения скорости разгонки первого рекомендованного диапазона 10...25 см<sup>3</sup> секундомер необходимо включить при достижении датчиком уровня отгона 10 см<sup>3</sup> и выключить при достижении датчиком уровня отгона 25 см<sup>3</sup>. Дальнейший расчёт скорости разгонки ведут по формуле:

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

где:  $S$  – скорость разгонки нефтепродуктов, см<sup>3</sup>/мин;

$V$  – объём отгона, см<sup>3</sup>;

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

Результаты испытаний считаются положительными, если ни одно из значений не превышает  $4,5 \pm 0,5$  см<sup>3</sup>/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 см<sup>3</sup>) по ГОСТ17170
3. Магазин сопротивлений Р4831 (кл. точн. 0,02/2·10<sup>-6</sup>)

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 <sup>3</sup>	Показания анализатора, см <sup>3</sup>			Абсолютная погрешность анализатора, см <sup>3</sup>			Требования ТУ, см <sup>3</sup>
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 <sup>3</sup>	Время для анализатора, с	Скорость для анализатора, см <sup>3</sup> /мин	Требования ТУ, см <sup>3</sup> /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 <sup>3</sup>	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