

АО БСКБ «Нефтехимавтоматика»

**Аппарат автоматический для определения
температуры вспышки в закрытом тигле Тага**

***ЛинтеЛ*[®] АТВТ-20**

Программа и методика аттестации

АИФ 2.821.024 МА

Содержание

1 Объект аттестации	1
2 Цели и задачи аттестации	1
3 Объём аттестации	1
4 Условия и порядок проведения аттестации	2
5 Требования безопасности	2
6 Материально-техническое и метрологическое обеспечение аттестации	3
7 Общие положения	3
8 Оцениваемые характеристики и расчётные соотношения	4
9 Порядок проведения аттестации	4
10 Обработка, анализ и оценка результатов аттестации	6
11 Требования к отчётности	7
ПРИЛОЖЕНИЕ А. АТТЕСТАЦИОННЫЕ ТАБЛИЦЫ	8

1 Объект аттестации

- 1.1 Данный документ распространяется на аппараты автоматические для определения температуры вспышки в закрытом тигле Тага АТВТ-20 (далее - аппарат).
- 1.2 Комплектность аппарата при аттестации должна соответствовать его эксплуатационной документации.

2 Цели и задачи аттестации

При аттестации аппарата определяют соответствие технического состояния аппарата требованиям его эксплуатационной документации и возможность реализовывать методы по ГОСТ Р 53717 (ASTM D 56, ГОСТ 33192).

3 Объём аттестации

При проведении аттестации должны выполняться операции в последовательности, указанной в таблице 1. Периодичность аттестации аппарата 1 год.

Таблица 1 - Операции при аттестации

Наименование операции	Номер пункта МА	Обязательность проведения операций при аттестации		
		первичной	периодической	повторной
Экспертиза эксплуатационной документации	9.2	Да	Нет	Нет
Внешний осмотр	9.3	Да	Да	Да
Опробование	9.4	Да	Да	Да
Проверка показаний датчика атмосферного давления	9.5	Да	Да	Да
Проверка поддержания скорости нагрева (при температуре вспышки ниже плюс 60°C)	9.5	Да	Да	Да
Проверка поддержания скорости нагрева (при температуре вспышки от плюс 60°C и выше)	9.7	Да	Да	Да
Определение повторяемости и воспроизводимости результатов испытаний	9.8	Да	Да	Да
Идентификация программного обеспечения	9.9	Да	Да	Да

4 Условия и порядок проведения аттестации

4.1 Аттестацию необходимо проводить в следующих условиях:

4.1.1 Параметры окружающей среды:

- 1) температура окружающего воздуха, °С: от плюс 10 до плюс 35;
- 2) относительная влажность воздуха при температуре +25°С, не более, %: 80;
- 3) атмосферное давление, кПа (мм рт.ст.): от 84 до 106,6 (от 630 до 800);
- 4) содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать ПДК гигиенических норм ГН 2.2.5.1313-03.

4.1.2 Параметры питания:

- 1) напряжение, В: от 187 до 253;
- 2) частота переменного тока, Гц: от 49 до 51.

4.1.3 Температура хладагента (вода), °С: от +4 до +15.

4.1.4 Расход хладагента (вода), л/мин: от 2,5 до 5.

4.1.5 Место установки аппарата должно исключать воздействие тряски, ударов и вибраций, влияющих на нормальную работу.

4.1.6 Место установки аппарата должно исключать попадания прямых солнечных лучей на дисплей.

4.1.7 Место установки обуславливается расстоянием подключения к источнику питания, а также рациональным удалением его от средств подготовки проб и источника хладагента (воды).

4.1.8 Если испытание проходит в комнате или в камере с тягой, аппарат закрывают с трех сторон экранами для защиты от сквозняка. Испытания нельзя производить в лабораторном вытяжном шкафу при включенной вытяжке или около вентиляторов.

4.2 Условия прерывания (прекращения) аттестации указаны в тексте операций.

5 Требования безопасности

5.1 При проведении аттестации необходимо выполнять следующие требования безопасности:

- 1) клемма «Земля» на основании аппарата должна быть подключена к внешней заземляющей шине;
- 2) повторное включение аппарата допускается не ранее чем через 5 минут после выключения;
- 3) запрещается попадание посторонних предметов в водяную баню аппарата. В аппарате имеются узлы, находящиеся под высоким напряжением, в том числе запальное устройство (разрядник);
- 4) запрещается включение аппарата при снятых защитных кожухах;
- 5) испытание токсичных продуктов необходимо производить в вытяжном шкафу при соблюдении правил техники безопасности, принятых для работ с токсичными веществами;
- 6) во избежание получения ожогов после проведения испытания необходимо дождаться охлаждения крышки тигля (охлаждение происходит автоматически);
- 7) лица, допущенные к работе с аппаратом, должны иметь подготовку по технике безопасности при работе с устройствами подобного типа;
- 8) при использовании измерительного инструмента и приборов должны выполняться требования безопасности в соответствии с эксплуатационной документацией на них.

5.2 К аттестации не допускаются аппараты, не удовлетворяющие требованиям техники безопасности и технически неисправные.

6 Материально-техническое и метрологическое обеспечение аттестации

- 6.1 Средства измерений, применяемые при аттестации, должны пройти государственную поверку и иметь свидетельство о поверке (протоколы, клейма) с не истекшим сроком действия.
- 6.2 Средства измерений, рекомендуемые для применения при аттестации аппарата, приведены в таблице 2.

Таблица 2 - Рекомендуемые средства измерений

Оборудование	Диапазон	Точность	Назначение	Рекомендуемые СИ
Секундомер	от 0 до 30 мин	КТ 2	Измерение скорости нагрева	Секундомер СОСпр-26-2-000
Барометр	от 630 до 800 мм рт.ст.	±1,5 мм рт.ст.	Измерение атмосферного давления	Барометр М-110
Контрольные образцы нефтепродуктов, аттестуемых согласно ГОСТ Р 53717 (ASTM D 56, ГОСТ 33192)	-	-	Измерение скорости нагрева Проверка повторяемости показаний	н-Декан, н-Ундекан

- 6.3 Средства измерений должны обеспечивать требуемую точность измерения.
- 6.4 Предельно допустимые погрешности измерений, при всех испытаниях не должны превышать величин, указанных в настоящей методике аттестации.
- 6.5 В место указанных средств измерения допускается применять другие аналогичные средства, обеспечивающие измерение соответствующих параметров с требуемой точностью.
- 6.6 В качестве контрольных образцов выбирают продукты, которые используются при эксплуатации аппарата.

7 Общие положения

- 7.1 Организация и порядок проведения аттестации должны соответствовать требованиям, установленным в ГОСТ Р 8.568-2017.
- 7.2 При аттестации аппарата определяют:
- 1) соответствие точностных характеристик требованиям нормативной документации, указанных в таблице 3 АИФ 2.821.024 РЭ;
 - 2) возможность аппарата воспроизводить и поддерживать условия испытаний образцов в соответствии с требованиями нормативной документации на методы испытаний, указанных в п. 2.1 АИФ 2.821.024 РЭ;
 - 3) соответствие внешнего вида, комплектности и технического состояния средств измерений требованиям эксплуатационной документации на них;
 - 4) наличие поверки средств измерений, применяемых при аттестации.
- 7.3 Особенностью при аттестации является то, что в связи с невозможностью размещения в тигле образцового измерителя температуры, проверка показаний встроенного измерителя температуры производится по результатам испытаний стандартного образца.
- 7.3.1 Требования по безопасности приведены в п.5.
- 7.3.2 К проведению аттестации аппаратов допускаются лица, прошедшие инструктаж по технике безопасности, ознакомившиеся с настоящей инструкцией и технической документацией на аттестуемый аппарат.

8 Оцениваемые характеристики и расчётные соотношения

Оцениваемые характеристики и расчётные соотношения приведены в таблице 3.

Таблица 3 - Оцениваемые характеристики

Характеристика	Формула расчёта	Используемые показатели
Точность поддержания скорости нагрева (при температуре вспышки ниже плюс 60°C)	$V = T_{(i)} - T_{(i-1)}$, где V – скорость повышения температуры, °С/мин	$T_{(i-1)}$ и $T_{(i)}$ – значения температуры, измеренные через минуту, °С. Скорость повышения температуры должна находиться в пределах от 0,9 до 1,1°С/мин.
Точность поддержания скорости нагрева (при температуре вспышки от плюс 60°C и выше)	$V = T_{(i)} - T_{(i-1)}$, где V – скорость повышения температуры, °С/мин	$T_{(i-1)}$ и $T_{(i)}$ – значения температуры, измеренные через минуту, °С. Скорость повышения температуры должна находиться в пределах от 2,7 до 3,3°С/мин.
Повторяемость и воспроизводимость результатов испытаний	Согласно ГОСТ Р 53717, ASTM D 56, ГОСТ 33192	При аттестации аппарата рекомендуется использовать н-Декан с температурой вспышки плюс 50,9 ± 2,3°C (чистота 99+ % моль) и использовать н-Ундекан с температурой вспышки плюс 67,1 ± 2,3°C (чистота 99+ % моль) (см. ГОСТ Р 53717 (ASTM D 56, ГОСТ 33192)).
Показания датчика атмосферного давления	$\Delta P = P_{\text{ап}} - P_{\text{обр}}$, где ΔP – разница показаний датчика атмосферного давления и образцового барометра, мм рт.ст.	$P_{\text{ап}}$ – показания датчика атмосферного давления аппарата, мм рт.ст.; $P_{\text{обр}}$ – показания образцового барометра, мм рт.ст. Отклонение показаний аппарата от показаний образцового барометра (погрешность измерения) не должно превышать (12,0+ α) мм рт.ст., где α – погрешность образцового измерителя атмосферного давления.

9 Порядок проведения аттестации

9.1 Условия проведения аттестации

Выполнить требования п. 4.1.

9.2 Экспертиза эксплуатационной документации

На рассмотрение представляют:

- 1) руководство по эксплуатации испытательного оборудования;
- 2) свидетельства о поверке СИ, используемых для проведения испытаний.

Содержание работ по рассмотрению документации и методика приведены в таблице 4.

Таблица 4 - Содержание работ по рассмотрению документации и методика рассмотрения

Содержание работ по рассмотрению представленной документации	Указания по методике рассмотрения
1 Оценка эксплуатационной документации с точки зрения удобства ее использования потребителем	Эксплуатационная документация должна быть составлена в соответствии с ГОСТ 2.601 и ГОСТ 2.610. Проверяют возможность использования документации исполнителем и обслуживающим персоналом. Проверяют наличие в эксплуатационной документации указаний по настройке и устранению возможных неисправностей испытательного оборудования.
2 Предварительная оценка возможности проведения исследований технических характеристик	Проводят оценку метрологического обеспечения испытываемого оборудования, а также определение оптимального интервала времени между периодическими аттестациями.
3 Установление действия свидетельств о поверке	Устанавливают, что срок действия свидетельств о поверке не истек.

9.3 Внешний осмотр

Внешний осмотр производят путем визуальной проверки:

- 1) внешнего вида аппарата и его узлов;
- 2) наличия комплектности эксплуатационной документации;
- 3) комплектности и маркировки аппарата в соответствии с эксплуатационной документацией;
- 4) отсутствия явных механических повреждений и дефектов.

9.4 Опробование

При опробовании проверяют:

- 1) соблюдение требований безопасности и условий аттестации;
- 2) возможность включения, выключения и функционирования аппарата;
- 3) работоспособность органов управления;
- 4) функционирование жидкокристаллического дисплея;
- 5) правильность и надежность заземления;
- 6) возможность проведения испытаний в автоматическом режиме.

Если в процессе опробования на дисплее аппарата появилось сообщение об обнаруженной неисправности, то аппарат считается технически неисправным.

9.5 Проверка показаний датчика атмосферного давления

9.5.1 Во время проверки точности поддержания скорости нагрева по п.9.5 или 9.7 снять и записать показания датчика атмосферного давления с дисплея и показания образцового барометра в таблицу А.3 (ПРИЛОЖЕНИЕ А).

9.5.2 Отклонение показаний аппарата от показаний образцового барометра (погрешность измерения) определяется по следующей формуле:

$$\Delta P = P_{\text{ап}} - P_{\text{обр}},$$

где ΔP – разница показаний датчика атмосферного давления и образцового барометра, мм рт.ст.;

$P_{\text{ап}}$ – показания датчика атмосферного давления аппарата, мм рт.ст.;

$P_{\text{обр}}$ – показания образцового барометра, мм рт.ст.

9.5.3 Если показания встроенного датчика атмосферного давления, выводимые на дисплей в режиме испытания, не превышают $\pm(12,0+\alpha)$ мм рт.ст.¹, где α – погрешность образцового измерителя атмосферного давления, измеритель атмосферного давления считается выдержавшим испытание.

9.6 Точность поддержания скорости нагрева (при температуре вспышки ниже плюс 60°C)

9.6.1 Выбрать продукт с температурой вспышки ниже плюс 60°C.

9.6.2 Выполнить подготовку аппарата к работе в соответствии с п.4.4 АИФ 2.821.024 РЭ.

9.6.3 Подготовить пробу в соответствии со стандартом ГОСТ Р 53717(ASTM D56, ГОСТ 33192).

9.6.4 Задать условия испытания по ГОСТ Р 53717, указав предполагаемую температуру вспышки, соответствующую температуре вспышки испытуемого продукта.

9.6.5 Через 5 минут после перехода в режим испытания, начать контролировать показания встроенного цифрового измерителя через каждую минуту и записывать в таблицу А.1 (ПРИЛОЖЕНИЕ А).

9.6.6 По завершению испытания нажать клавишу «Стоп».

9.6.7 Скорость повышения температуры определять на основании данных таблицы **Таблица** (ПРИЛОЖЕНИЕ А) по формуле:

$$V = T_{(i)} - T_{(i-1)},$$

где V – скорость повышения температуры, °С/мин;

$T_{(i)}$ и $T_{(i-1)}$ – значения температуры, измеренные через минуту, °С.

¹ Если погрешность превысила $\pm(12,0+\alpha)$ мм рт.ст. , аппарат бракуется.

- 9.6.8 Скорость повышения температуры должна находиться в пределах от 0,9 до 1,1°С/мин.
- 9.7 Точность поддержания скорости нагрева (при температуре вспышки от плюс 60°С и выше)
- 9.7.1 Выбрать продукт с температурой вспышки от плюс 60°С и выше.
- 9.7.2 Выполнить подготовку аппарата к работе в соответствии с п.4.4 АИФ 2.821.024 РЭ.
- 9.7.3 Подготовить пробу в соответствии со стандартом ГОСТ Р 53717(ASTM D56, ГОСТ 33192).
- 9.7.4 Задать условия испытания по ГОСТ Р 53717, указав предполагаемую температуру вспышки, соответствующую температуре вспышки испытуемого продукта.
- 9.7.5 Через 5 минут после перехода в режим испытания, начать контролировать показания встроенного цифрового измерителя через каждую минуту и записывать в таблицу А.2 (ПРИЛОЖЕНИЕ А)
- 9.7.6 По завершению испытания нажать клавишу «Стоп».
- 9.7.7 Скорость повышения температуры определять на основании данных таблицы А.2 (ПРИЛОЖЕНИЕ А) по формуле:

$$V = T_{(i)} - T_{(i-1)},$$

где V – скорость повышения температуры, °С/мин;

T_(i) и T_(i-1) – значения температуры, измеренные через минуту, °С.

- 9.7.8 Скорость повышения температуры должна находиться в пределах от 2,7 до 3,3°С/мин.
- 9.8 Проверка повторяемости и воспроизводимости показаний аппарата в ожидаемом температурном диапазоне
- 9.8.1 Выбрать продукт с предполагаемой температурой вспышки из ожидаемого температурного диапазона.
- 9.8.2 Определяется температура вспышки выбранного нефтепродукта на аппарате согласно 9.5-9.7 настоящей методики аттестации.
- 9.8.3 Результаты испытаний записать в таблицу А.4 (ПРИЛОЖЕНИЕ А).
- 9.8.4 Если расхождение результатов температур вспышки, определенная аппаратом, отличается на величину, превышающую 1.2°С (для продукта с предполагаемой температурой вспышки до плюс 60°С) или 1.6°С (для продукта с предполагаемой температурой вспышки свыше или равной плюс 60°С), аппарат бракуется.

Допускается проведение аттестации (определение повторяемости показаний) с использованием сертифицированных стандартных образцов. Аппарат считается выдержавшим испытание, если отклонение показаний не превышает допустимую величину погрешности, указанную в паспорте на используемый ГСО.

При аттестации аппарата рекомендуется использовать н-Декан с температурой вспышки плюс 50,9 ± 2,3°С (чистота 99+ % моль) и использовать н-Ундекан с температурой вспышки плюс 67,1 ± 2,3°С (чистота 99+ % моль) (ГОСТ Р 53717(ASTM D 56, ГОСТ 33192)).

9.9 Идентификация программного обеспечения

Идентификация проводится для проверки соответствия программного обеспечения аппарата аттестованному. Проверку производить в следующем порядке:

- 1) Включить аппарат;
- 2) В режиме ожидания нажать клавишу «Режим», и выбрать пункт меню «Настройки» → «Сведения»;
- 3) В появившемся окне указаны версия и контрольная сумма программного обеспечения. Они должны соответствовать указанным в паспорте на аппарат.

10 Обработка, анализ и оценка результатов аттестации

Аппарат считается выдержавшим испытание, если все фактические точностные характеристики соответствуют требованиям его эксплуатационной документации.

11 Требования к отчётности

Положительные результаты аттестации оформляются в соответствии с требованиями ГОСТ Р 8.568-2017.

ПРИЛОЖЕНИЕ А. АТТЕСТАЦИОННЫЕ ТАБЛИЦЫ

Таблица А.1 - Точность поддержания скорости нагрева (при температуре вспышки ниже плюс 60°C)

Время, мин	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	...
Температура, °С																
$V = T_{(i)} - T_{(i-1)}$, °С/мин																

Таблица А.2 - Точность поддержания скорости нагрева (при температуре вспышки от плюс 60°C и выше)

Время, мин	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	...
Температура, °С																
$V = T_{(i)} - T_{(i-1)}$, °С/мин																

Таблица А.3 – Показания датчика атмосферного давления

Параметр	Значение
$P_{ан}$, мм рт.ст.	
$P_{обр}$, мм рт.ст.	
ΔP , мм рт.ст.	

Таблица А.4 – Проверка повторяемости и воспроизводимости

Дата	Метод	Продукт	$T_{предп.}$, °С	$R_{атм.}$, мм рт.ст.	$T_{всп.}$, °С	Повторяемость, °С	Воспроизводимость, °С