

АО БСКБ «Нефтехимавтоматика»

**Аппарат автоматический для определения температуры
размягчения нефтебитумов**

ЛинтеЛ[®] КИШ-20

Программа и методика аттестации

АИФ 2.772.007-17 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	5
10 Обработка, анализ и оценка результатов аттестации	10
11 Требования к отчётности	10

1 Объект аттестации

- 1.1 Данный документ распространяется на аппараты автоматические для определения температуры размягчения нефтебитумов КиШ-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 11506, ГОСТ 33142, EN 1427(для температур размягчения от 30 до 80°С), ASTM D36 (для температур размягчения от 30 до 80°С).

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	Да	Да
Внешний осмотр	9.3	Да	Да	Да
Опробование	9.4	Да	Да	Да
Проверка размеров колец	9.5.1	Да	Да	Нет
Проверка диаметра и массы шарика	9.5.2	Да	Да	Нет
Проверка расстояния между нижней плоскостью кольца (планки) и контрольным диском	9.6	Да	Да	Да
Проверка программного терморегулятора	9.7	Да	Да	Да
Проверка устройства регистрации температуры размягчения битума	9.8	Да	Да	Да
Проверка диапазона измерения, погрешности термодатчика	9.9	Да	Да	Да
Идентификация программного обеспечения	9.10	Да	Да	Да

ВНИМАНИЕ

Если производится аттестация аппаратов, предназначенных для работы только с дорожными битумами, проверку по п.п. 9.7, 9.8, 9.9 допускается проводить только с водой в диапазоне температуры от +5 до +80°C.

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°C, не более, %: 80;
- 3) давление, мм рт.ст.: 680 - 800.

4.1.2 Параметры питания:

- 1) напряжение, В: от 187 до 253;
- 2) частота переменного тока, Гц: от 47 до 65.

4.1.3 Параметры рабочей среды:

- 1) рабочая жидкость в бане:
 - вода, для испытаний битумов с температурой размягчения от 20 до 80 °С;
 - смесь воды с глицерином в пропорции 1:2, для испытаний битумов с температурой размягчения от 80 до 110 °С;
 - глицерин, для испытаний битумов с температурой размягчения от 110 до 200 °С.
- 2) пробы битумов должны быть приготовлены в соответствии с требованиями ГОСТ 11506, ГОСТ 33142, EN 1427 или ASTM D36.

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

4.1.5 Аппарат является лабораторным прибором настольного типа. Место его установки обуславливается расстоянием до источника питания, которое не должно превышать 2 м, а также рациональным расположением его относительно средств подготовки проб.

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

5 Требования безопасности

5.1 При проведении аттестации необходимо выполнять следующие требования безопасности:

- 1) при подключении аппарата в питающую сеть необходимо использовать розетку, соответствующую общеевропейскому стандарту (с наличием клеммы заземления);
- 2) зажим заземления на задней части шасси должен быть подключен к внешней заземляющей шине;
- 3) при использовании измерительного инструмента и приборов должны выполняться требования безопасности в соответствии с эксплуатационной документацией на них;
- 4) во избежание получения ожогов необходимо поднимать подвеску только за подъёмную ручку (см. рисунок 1) до щелчка фиксатора. Не прикасаться открытыми участками тела к стакану во время анализа, а также к подвеске, поднятой из стакана сразу после анализа;
- 5) при опускании подвески необходимо потянуть за ручку фиксатора, придерживая подъёмную ручку, чтобы не повредить стеклянный стакан;
- 6) при работе с аппаратом обслуживающий персонал должен выполнять общие правила техники безопасности при работе с электрическими установками с напряжением до 1000 В, а также с нефтепродуктами с высокой температурой во избежание ожога.

5.2 К аттестации не допускаются технически неисправные аппараты.

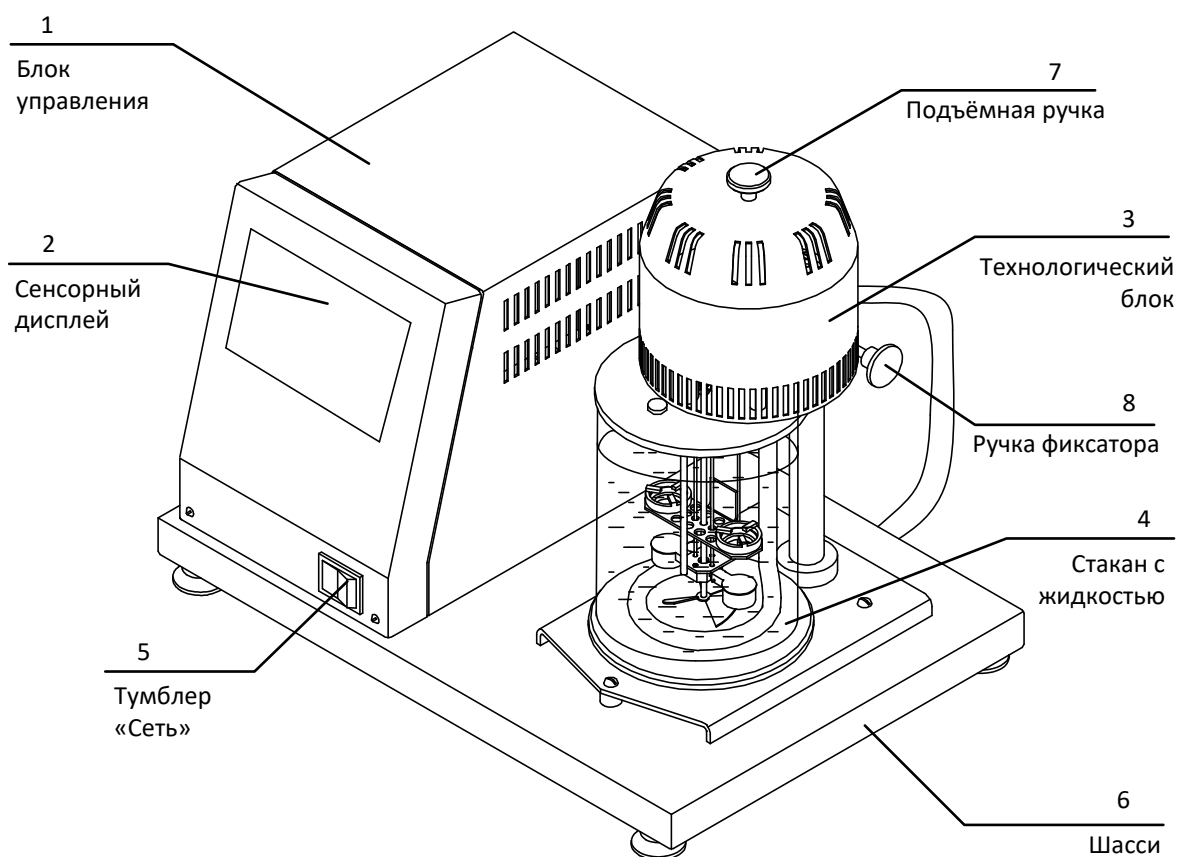


Рисунок 1 – Общий вид аппарата

6 Материально-техническое и метрологическое обеспечение аттестации

- 6.1 Средства измерения, применяемые при аттестации, должны 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. Допускается применение также других средств измерений, обеспечивающих измерение соответствующих параметров с такой же точностью.

Таблица 2 - Рекомендуемые средства измерений

Оборудование	Диапазон	Точность	Назначение	Рекомендуемые СИ
Секундомер	0...30 мин	КТ 2	Проверка скорости изменения температуры бани	Секундомер СОСпр-26-2-000
Штангенциркуль	0...150 мм	$\pm 0,05$ мм	Проверка размеров кольца, проверка расстояния между планкой и контрольным диском	Штангенциркуль ШЦЦ-II-150-0.05
Термометр	20...200 °С	$\pm 0,1$ °С	Проверка измерителя температуры	Измеритель температуры (ТЦМ 9410/М2) с датчиком ТТЦ01-180
Микрометр	0...25 мм	$\pm 0,004$ мм	Проверка диаметра шарика	Микрометр МК-25
Весы	0,05...10 г	± 2 мг	Проверка массы шарика	Весы лабораторные

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, указанным в таблице 3 АИФ 2.772.007-17 РЭ;

- 2) возможность аппарата воспроизводить и поддерживать условия испытания образцов в соответствии с требованиями нормативной документации на методы испытаний, указанные в п. 2.1 АИФ 2.772.007-17 РЭ;
- 3) соответствие внешнего вида, комплектности и технического состояния аппарата требованиям эксплуатационной документации;
- 4) наличие поверки средств измерений, применяемых при аттестации.

7.2.1 Требования по безопасности приведены в п.5.

7.2.2 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
Размеры колец и шарика		Размеры кольца латунного гладкого (без внутреннего выступа): 1) внутренний диаметр (15,9±0,2) мм; 2) верхний наружный диаметр (23±0,2) мм; 3) высота (6,4±0,2) мм. Размеры кольца латунного ступенчатого: 1) верхний внутренний диаметр (19,8±0,1) мм; 2) нижний внутренний диаметр (15,9±0,1) мм; 3) верхний наружный диаметр (23±0,1) мм. Диаметр шарика 9,525 или 9,50мм, предельное отклонение диаметра – в соответствии со стандартом.
Масса шарика		Масса шарика должна быть равна (3,5±0,05) г.
Расстояние между нижней плоскостью планки и контрольным диском		Плоскости диска и планки должны быть параллельны, расстояние между ними должно соответствовать указанному на рисунке 2 (в мм).
Скорость изменения температуры воды (глицерина) в бане	$V1=[t(2)-t(1)]/[\tau(2)-\tau(1)]$ $V2=[t(3)-t(2)]/[\tau(3)-\tau(2)],$ где V1, V2– скорость изменения температуры воды (глицерина) в бане, °С/мин.	t(1), t(2), t(3) – значение температуры на дисплее аппарата, °С; τ(1), τ(2), τ(3) – моменты времени, соответствующие показаниям на дисплее t(1), t(2), t(3), мин.
Максимальное отклонение температуры в течение всего испытания для EN 1427	$\Delta = t_{\text{кон}} - \left(\frac{t_{\text{кон}} - t_{\text{нач}}}{\tau} \cdot 600 + t_{\text{нач}} \right),$ где Δ - максимальное отклонение температуры в течение всего испытания, °С	t _{нач} – температура начала диапазона измерения, °С; t _{кон} – температура конца диапазона измерения, °С τ – время нагрева от t _{нач} до t _{кон} , с.
Регистрация температуры размягчения битума		Проверка устройства регистрации температуры размягчения битума производится путем имитации падения битума на поверхность дисков на поплавах.
Диапазон измерения и погрешность термодатчика		Проверка диапазон измерения производится на воде при температурах 40, 60, 80°С и глицерине при температурах 130, 160, 190°С. Погрешность термодатчика должна быть не более ±1°С.

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 аппарата;
- 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 блоков;
- 2) комплектности и маркировки аппарата в соответствии с эксплуатационной документацией;
- 3) отсутствия явных механических повреждений и дефектов.

9.4 Опробование

При опробовании проверяют:

- 1) соблюдение требований безопасности и условий аттестации (см. п. 4, 5);
- 2) возможность включения, выключения и функционирования аппарата;
- 3) работоспособность органов управления.

Технически неисправные аппараты к дальнейшей аттестации не допускаются.

9.5 Проверка точностных характеристик

9.5.1 Проверка размеров колец

Размеры колец измерить штангенциркулем ШЦ-II-150-0,05 ГОСТ 166-89. Они должны соответствовать:

- 1) размеры кольца латунного гладкого (без внутреннего выступа):
 - внутренний диаметр (15,9±0,2) мм;
 - верхний наружный диаметр (23,0±0,2) мм;
 - высота (6,4±0,2) мм.
- 2) размеры кольца латунного ступенчатого:
 - верхний внутренний диаметр (19,8±0,1) мм;
 - нижний внутренний диаметр (15,9±0,1) мм;
 - верхний наружный диаметр (23,0±0,1) мм;
 - высота (6,4±0,1) мм.

Результаты измерений записать в таблицу 5.

Таблица 5 – Результаты проверки размеров колец

Измеряемый размер	Номер кольца			
	1	2	3
1. Размеры кольца гладкого внутри: -внутренний диаметр -верхний наружный диаметр -высота 2. Размеры кольца ступенчатого внутри: -верхний внутренний диаметр -нижний внутренний диаметр -верхний наружный диаметр -высота				

9.5.2 Проверка диаметра и массы шарика

- Диаметр шарика измерить микрометром МК ГОСТ 6507-90.
Диаметр шарика 9,525 или 9,50 мм, предельное отклонение диаметра – в соответствии со стандартом.
- Массу шарика измерить на весах лабораторных. Она должна соответствовать $(3,50 \pm 0,05)$ г.

Результаты измерений записать в таблицу 6.

Таблица 6 – Результаты проверки диаметра и массы шарика

Измеряемый размер	Номер шарика			
	1	2	3
1. Диаметр шарика				
2. Масса шарика				

9.6 Проверка расстояния между нижней плоскостью кольца (планки) и контрольным диском

Расстояние между нижней плоскостью планки и контрольным диском (см. рисунок 2) измерить штангенциркулем ШЦ-II-150-0,05 ГОСТ 166-89, при этом плоскости диска и планки должны быть параллельны, расстояние между ними должно соответствовать указанному на рисунке (в миллиметрах).

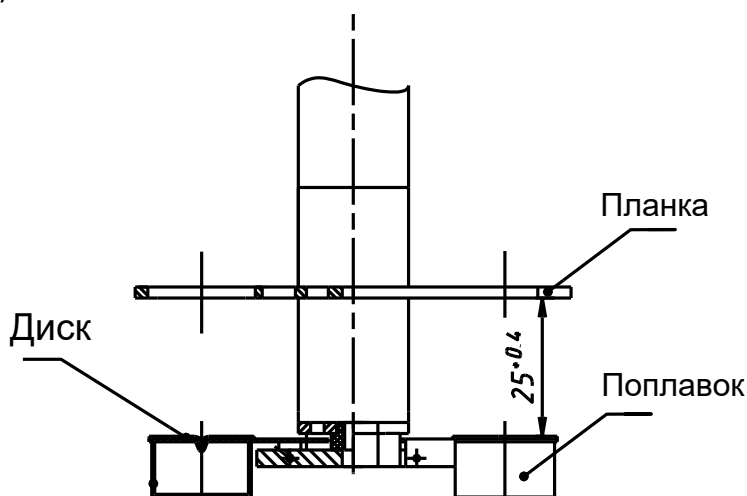


Рисунок 2 – Расстояние между планкой и контрольным диском

Результаты измерений записать в таблицу 7.

Таблица 7 - Проверка расстояния между нижней плоскостью кольца (планки) и контрольным диском

Место измерения	Расстояние между нижней плоскостью планки и контрольными дисками, мм			
	Номер измерения			Среднее значение
	1	2	3	
Поплавок №1				
Поплавок №2				

9.7 Проверка программного терморегулятора

9.7.1 Включить аппарат и запустить испытание. По истечении трёх минут от момента начала нагрева с постоянной скоростью температура жидкости бани должна повышаться со скоростью $(5 \pm 0,5)^\circ\text{C}/\text{мин}$ (см. рисунок 3).



Рисунок 3 - Окно процесса испытания (нагрев с постоянной скоростью)

Скорость рассчитывать по формулам:

$$V1 = [t(2) - t(1)] / [\tau(2) - \tau(1)]$$

$$V2 = [t(3) - t(2)] / [\tau(3) - \tau(2)],$$

где

$V1, V2$ - скорость изменения температуры воды (глицерина) в бане, $^\circ\text{C}/\text{мин}$;

$t(1), t(2), t(3)$ - значение температуры на дисплее электронного блока, $^\circ\text{C}$;

$\tau(1), \tau(2), \tau(3)$ - моменты времени, соответствующие показаниям на дисплее $t(1), t(2), t(3)$, мин.

Для воды $t(1), t(2), t(3)$ равны соответственно 40, 60, 80 $^\circ\text{C}$, для глицерина 120, 140, 160 $^\circ\text{C}$; для глицерина с водой 90, 100, 110 $^\circ\text{C}$.

Для каждого значения температуры t секундомером измерить соответствующее значение времени τ .

Результаты испытаний записать в таблицу 8.

Таблица 8 – Скорость изменения температуры воды (глицерина) в бане

Значение температуры $t, ^\circ\text{C}$	Время, соответствующее значению $t, \tau, \text{мин}$	Скорость повышения температуры $V, ^\circ\text{C}/\text{мин}$
Для воды		
$t(1)=40$	$\tau(1)$	
$t(2)=60$	$\tau(2)$	$V1$
$t(3)=80$	$\tau(3)$	$V2$
Для глицерина с водой (2:1)		
$t(1)=90$	$\tau(1)$	
$t(2)=100$	$\tau(2)$	$V1$
$t(3)=110$	$\tau(3)$	$V2$

Значение температуры t, °С	Время, соответствующее значению t, τ, мин	Скорость повышения температуры V, °С/мин
Для глицерина		
t(1)=120	τ(1)	
t(2)=140	τ(2)	V1
t(3)=160	τ(3)	V2

9.7.2 Проверка максимального отклонения температуры в течение всего испытания выполняется только для EN 1427 в диапазоне температур размягчения от 30°С до 80°С.

- 1) включить аппарат тумблером «Сеть»;
- 2) залить в стакан дистиллированную свежевскипячённую воду с температурой не выше 4 °С для испытания битумов с температурой размягчения до 80°С (допускается использовать водопроводную свежевскипячённую воду);
- 3) выбрать метод испытания – ГОСТ 33142, диапазон температуры размягчения – от 30 до 80°С;
- 4) запустить испытание;
- 5) после термостатирования при температуре воды испытания 30,0°С запустить секундомер и остановить при температуре испытания 80,0°С.
- 6) вычислить максимальное отклонение температуры в течение всего испытания согласно следующей формуле:

$$\Delta = t_{\text{кон}} - \left(\frac{t_{\text{кон}} - t_{\text{нач}}}{\tau} \cdot 600 + t_{\text{нач}} \right),$$

где $t_{\text{нач}}$ – температура начала диапазона измерения, °С;

$t_{\text{кон}}$ – температура конца диапазона измерения, °С

τ – время нагрева от $t_{\text{нач}}$ до $t_{\text{кон}}$, с.

- 7) максимальное отклонение температуры в течение всего испытания для EN 1427 не должно превышать $\pm 1^\circ\text{C}$.

ПРИМЕЧАНИЕ

При определении максимального отклонения температуры в течение всего испытания для $t_{\text{нач}} = 30^\circ\text{C}$ и $t_{\text{кон}} = 80^\circ\text{C}$ время нагрева должно попасть в диапазон от 588,2 до 612,2с.

9.8 Проверка устройства регистрации температуры размягчения битума

Проверку устройства регистрации температуры размягчения битума производить путем имитации падения битума на поверхность дисков на поплавках.

Установить планку с меткой для контроля расстояния между нижней плоскостью кольца и диском способом, указанным на рисунке 4.

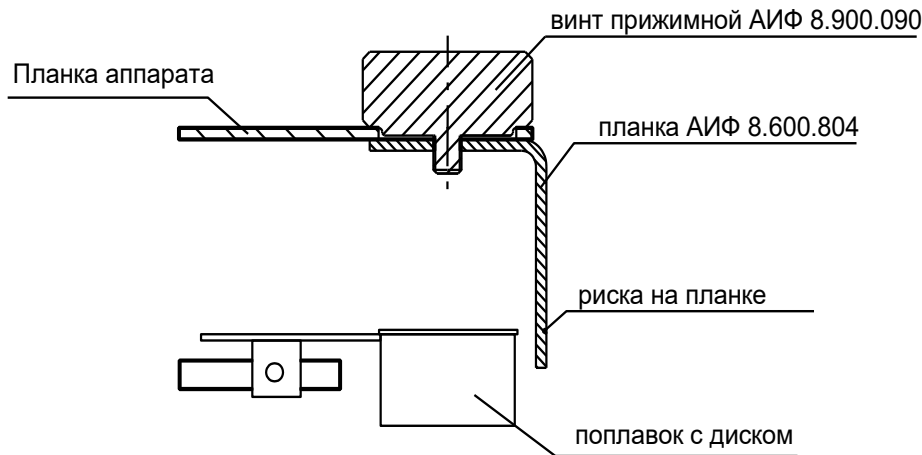


Рисунок 4 – Проверка устройства регистрации температуры размягчения битума

Заполнить стакан глицерином с температурой $(110 \pm 5)^\circ\text{C}$ (водой $(10 \pm 5)^\circ\text{C}$), опустить подвеску в стакан. Включить аппарат и не менее чем через 2 мин медленно нажать образцовым термометром на поплавок с диском.

В момент нахождения диска на уровне метки, нанесенной на планке, аппарат должен издавать звуковой сигнал, свидетельствующий о срабатывании устройства регистрации температуры размягчения.

9.9 Проверка диапазона измерения, погрешности термодатчика

Проверку диапазона измерения, погрешности термодатчика производить в следующем порядке:

- 1) Включить аппарат.
- 2) Осуществить проверку термодатчика способом, указанным в п. 5.3 АИФ 2.772.007-17 РЭ.
- 3) Проверку производить на воде при температурах 40, 60, 80 $^\circ\text{C}$ и глицерине при температурах 130, 160, 190 $^\circ\text{C}$. При каждой температуре осуществить замер через 15, 20, 25 мин после стабилизации температуры бани для определения статической погрешности термодатчика.

Результаты испытаний записать в таблицу 9.

Таблица 9 – Проверка диапазона измерения и погрешность термодатчика

Рабочая среда	Температура испытания, $^\circ\text{C}$	Данные измерений				Среднее значение	Погрешность термодатчика, $^\circ\text{C}$
			15 мин	20 мин	25 мин		
ВОДА	40	Аппарат					
		Термометр					
	60	Аппарат					
		Термометр					
	80	Аппарат					
		Термометр					
ГЛИЦЕРИН	130	Аппарат					
		Термометр					
	160	Аппарат					
		Термометр					
	190	Аппарат					
		Термометр					

- 4) Определить погрешность термодатчика в рабочих условиях аппарата для каждого измерения, как разность между показанием термодатчика и термометра.
- 5) Погрешность термодатчика должна быть не более $\pm 1^\circ\text{C}$.

9.10 Идентификация программного обеспечения

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

- 1) Включить аппарат.
- 2) После выхода в режим ожидания последовательно нажать кнопки: [Меню], [Сведения об аппарате].
- 3) В появившемся окне указаны версия и контрольная сумма программного обеспечения. Они должны соответствовать указанным в паспорте на аппарат.

ВНИМАНИЕ

Контрольная сумма вычисляется в течении 3 минут от момента включения аппарата.

Контрольная сумма вычислена, если значение на экране аппарата не меняется в течении 5 секунд.

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.