

АО БСКБ «Нефтехимавтоматика»

**Аппарат автоматический для определения температур помутнения,
начала кристаллизации и замерзания**

ЛинтеА[®] Кристалл-21

**Программа и методика аттестации
АИФ 2.772.025 МА**

Содержание

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

1 Объект аттестации

- 1.1 Данный документ распространяется на аппараты для определения температур помутнения, начала кристаллизации и замерзания Кристалл-21 (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 5066, ГОСТ Р 53706, ГОСТ 18995.5, ISO 3013, ASTM D2386.

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 датчика температуры бани	9.5	Да	Да	Да
Проверка датчика температуры продукта	9.6	Да	Да	Да
Проверка повторяемости	9.7	Да	Да	Да
Идентификация программного обеспечения	9.8	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, %: до 80 при температуре 25°С;

- 3) атмосферное давление, мм рт.ст.: от 680 до 800.
- 4.1.2 Параметры питания:
- 1) напряжение от 187 до 242В;
 - 2) частота переменного тока, Гц: от 49 до 51.
- 4.1.3 Место установки аппарата должно исключать воздействие тряски, ударов и вибраций, влияющих на нормальную работу.
- 4.1.4 В месте установки допускается вибрация частотой от 5 до 25 Гц с амплитудой не более 0,1 мм.
- 4.1.5 Поверхность установки должна быть горизонтальной, в противном случае, вращением регулируемых ножек необходимо добиться горизонтального положения аппарата с помощью уровня.
- 4.2 Условия прерывания (прекращения) аттестации указаны в тексте операций.

5 Требования безопасности

- 5.1 При проведении аттестации необходимо выполнять следующие требования безопасности:
- 1) клемму заземления подключить к внешней заземляющей шине;
 - 2) запрещается эксплуатация аппарата после попадания жидкостей или посторонних предметов внутрь аппарата до их извлечения;
 - 3) повторное включение аппарата допускается не ранее чем через 5 минут после выключения;
 - 4) при работе с аппаратом обслуживающий персонал должен выполнять правила техники безопасности при работе с электрическими установками с напряжением до 1000 В, а также с нефтепродуктами, охлажденными до низкой температуры, во избежание ожога;
 - 5) лица, допущенные к работе с аппаратом, должны иметь подготовку по технике безопасности при работе с устройствами подобного типа;
 - 6) 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
Термометр	от -80 до 0°С	0,1°С	Проверка датчика температуры бани и датчика температуры продукта	Термометр ЛТИ-М с диаметром щупа 3 мм

- 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 Допускается применение других измерительных устройств, обеспечивающих точность и диапазон измерения, соответствующих требованиям стандартов на методы испытания и конструктивно совместимых с аппаратом.
- 6.6 В качестве 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 2.772.025 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 2.772.025 РЭ;
 - 3) соответствие внешнего вида, комплектности и технического состояния требованиям эксплуатационной документации на них;
 - 4) наличие поверки средств измерений, применяемых при аттестации.
- 7.3 Особенностью при аттестации является то, что датчики температуры бани и продукта проверяются отдельно.
- 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 датчика температуры бани	$\Delta T_1 = T_6 - T_{обр}$, где ΔT_1 – разница показаний датчика температуры бани и образцового термометра, °С	T_6 – показания датчика температуры бани, °С; $T_{обр}$ – показания образцового термометра, °С.
Точность датчика температуры продукта	$\Delta T_2 = T_{пр} - T_{обр}$, где ΔT_2 – разница показаний датчика температуры продукта и образцового термометра, °С	$T_{пр}$ – показания датчика температуры продукта, °С; $T_{обр}$ – показания образцового термометра, °С.
Повторяемость	Согласно ГОСТ 18895.5, ГОСТ 5066, ГОСТ Р 53706, ISO 3013, ASTM D2386	Расхождение результатов не должно превышать допустимого значения, указанного в стандарте на метод испытания.

9 Порядок проведения аттестации

9.1 Условия проведения аттестации

Выполнить требования п. 4.1.

9.2 Экспертиза эксплуатационной документации

На рассмотрение представляют:

- 1) техническое описание и 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 испытуемого 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 дисплея;
- 5) правильность и надежность заземления.

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

9.5 Проверка датчика температуры бани

9.5.1 Извлечь блок технологический из бани.

9.5.2 Залить в баню спирт¹ (55 мл).

9.5.3 Снять пробирку с блока технологического, если она установлена (рисунок 1).

9.5.4 Снять крышку с блока технологического, чтобы была возможность вставить образцовый датчик температуры.

¹ Спирт этиловый технический гидролизный ректифицированный (ГОСТ Р 55878-2013)

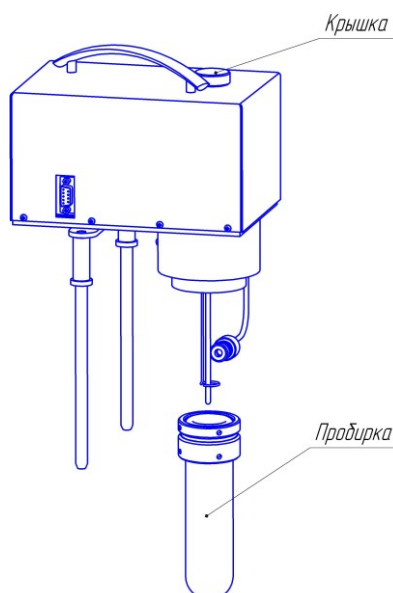


Рисунок 1 – Блок технологический

9.5.5 Вставить блок технологический в положение для проведения испытания (рисунок 2).

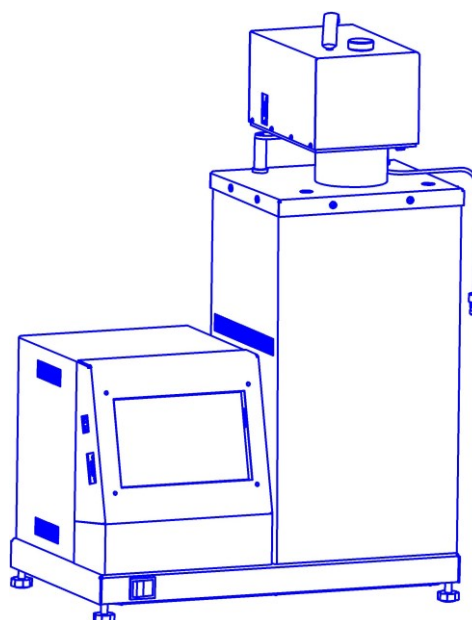


Рисунок 2 – Расположение блока технологического в положении для проведения испытания

9.5.6 Вставить в специальное отверстие, которое находится под крышкой, образцовый датчик температуры (ЛТИ-М или аналогичный). Нижний конец образцового датчика температуры должен быть расположен на расстоянии 5 мм от дна бани.

ПРИМЕЧАНИЕ

Для того, чтобы нижняя часть образцового датчика температуры находилась на расстоянии 5 мм от дна бани, необходимо вставить датчик в специальное отверстие. Затем необходимо зафиксировать образцовый датчик температуры резиновым кольцом (в комплект поставки не входит). Далее опустить образцовый датчик температуры вниз, чтобы нижняя часть датчика касалась дна бани, после чего нанести метку. После нанесения метки необходимо приподнять датчик температуры продукта на 5 мм и нанести вторую метку. Зафиксировать резиновым кольцом датчик температуры по второй метке.

9.5.7 Включить аппарат.

9.5.8 В режиме ожидания нажать кнопку **[Меню]**, после чего откроется окно «Меню».

9.5.9 Нажать кнопку **[Тест оборудования]**.

- 9.5.10 Если температура бани выше 20°C, то перейти к пункту 9.5.13.
- 9.5.11 Нажать **[Тест нагревателя]** и в открывшемся меню «Тест нагревателя» нажать кнопку **[Нагрев до 25°C]**.
- 9.5.12 После окончания нагрева до 25°C нажать кнопку **[Заккрыть]**.
- 9.5.13 Нажать кнопку **[Тест охладителя]**.
- 9.5.14 В открывшемся окне «Тест охладителя» задать уставку -20°C.
- 9.5.15 Нажать кнопку **[Вкл. охл.]**.
- 9.5.16 Ожидать до тех пор, пока напротив надписи «Тест охладителя» не появится таймер, на котором начнется отсчет времени (ожидание может занять более часа).
- 9.5.17 С интервалом в 10 минут снимать показания с датчика температуры бани и образцового термометра. Результаты записывать в таблицу 5 ПРИЛОЖЕНИЕ А для уставки -20°C.
- 9.5.18 После заполнения всех значений для уставки -20°C изменить уставку на -60°C. Перед сменой уставки выключать охладитель не обязательно. Если охладитель все же был выключен, то после смены уставки нажать **[Вкл. охл.]**.
- 9.5.19 Ожидать до тех пор, пока напротив надписи «Тест охладителя» не появится таймер, на котором начнется отсчет времени.
- 9.5.20 С интервалом в 10 минут снимать показания с датчика температуры бани и образцового термометра. Результаты записывать в таблицу 5 ПРИЛОЖЕНИЕ А для уставки -60°C.
- 9.5.21 После заполнения всех значений для уставки -60°C необходимо выключить аппарат.
- 9.5.22 Извлечь образцовый термометр.
- 9.5.23 Вернуть крышку в блок технологический.
- 9.5.24 Удалить спирт из бани.
- 9.5.25 Для каждой из уставок необходимо вычислить разницу показаний датчика температуры бани по следующей формуле:

$$\Delta T_1 = T_6 - T_{\text{обр}};$$

где ΔT_1 – разница показаний датчика температуры бани и образцового термометра, °C,
 T_6 – показания датчика температуры бани, °C,
 $T_{\text{обр}}$ – показания образцового термометра, °C.

- 9.5.26 Вычисленные значения разницы показаний датчика температуры бани ΔT_1 необходимо записать в таблицу 5 ПРИЛОЖЕНИЕ А.
- 9.5.27 Значение $|\Delta T_1|$ не должно превышать $|1,0 + \alpha|$ °C, где α – погрешность образцового измерителя температуры. В противном случае аппарат не прошел испытание.
- 9.6 Проверка датчика температуры продукта
- 9.6.1 Снять крышку с блока технологического, чтобы была возможность вставить образцовый датчик температуры (рисунок 1).
- 9.6.2 Снять пробирку с блока технологического, если она установлена (рисунок 1).
- 9.6.3 Установить образцовый термометр таким образом, чтобы чувствительные части датчика температуры продукта и образцового датчика находились на одной высоте.
- 9.6.4 Залить в баню спирт спирт¹ (85 мл).
- 9.6.5 Вставить блок технологический в положение для проведения испытания (рисунок 2).
- 9.6.6 Включить аппарат, нажать кнопку **[Меню]**.
- 9.6.7 Нажать кнопку **[Тест оборудования]**.
- 9.6.8 Если температура бани выше 20°C, то перейти к пункту 9.6.11.

¹ Спирт этиловый технический гидролизный ректификованный (ГОСТ Р 55878)

9.6.9 Нажать [Тест нагревателя] и в открывшемся меню «Тест нагревателя» нажать кнопку [Нагрев до 25°C].

9.6.10 После окончания нагрева до 25°C нажать кнопку [Заккрыть].

9.6.11 Нажать кнопку [Тест охладителя].

9.6.12 В открывшемся окне «Тест охладителя» задать уставку -20°C.

9.6.13 Нажать кнопку [Вкл. охл].

9.6.14 Ожидать до тех пор, пока напротив надписи «Тест охладителя» не появится таймер, на котором начнется отсчет времени (ожидание может занять более часа).

9.6.15 С интервалом в 10 минут снимать показания с датчика температуры продукта и образцового термометра. Результаты записывать в таблицу 6 ПРИЛОЖЕНИЕ А для уставки -20°C.

9.6.16 После заполнения всех значений для уставки -20°C изменить уставку на -60°C. Перед сменой уставки выключать охладитель не обязательно. Если охладитель все же был выключен, то после смены уставки нажать [Вкл. охл].

9.6.17 Ожидать до тех пор, пока напротив надписи «Тест охладителя» не появится таймер, на котором начнется отсчет времени.

9.6.18 С интервалом в 10 минут снимать показания с датчика температуры продукта и образцового термометра. Результаты записывать в таблицу 6 ПРИЛОЖЕНИЕ А для уставки -60°C.

9.6.19 После заполнения всех значений для уставки -60°C необходимо выключить аппарат.

9.6.20 Извлечь образцовый термометр.

9.6.21 Удалить спирт из бани.

9.6.22 Для каждой из уставок необходимо вычислить разницу показаний датчика температуры продукта по следующей формуле:

$$\Delta T_2 = T_{\text{пр}} - T_{\text{обр}};$$

где ΔT_2 – разница показаний датчика температуры продукта и образцового термометра, °C,

$T_{\text{пр}}$ – показания датчика температуры продукта, °C,

$T_{\text{обр}}$ – показания образцового термометра, °C.

9.6.23 Вычисленные значения разницы показаний датчика температуры продукта ΔT_2 необходимо записать в таблицу 6 ПРИЛОЖЕНИЕ А.

9.6.24 Значения $|\Delta T_2|$ не должны превышать $|1,0 + \alpha|$ °C, где α – погрешность образцового измерителя температуры. В противном случае аппарат не прошел испытание.

9.7 Проверка повторяемости

Проверка повторяемости выполняется на образце, удовлетворяющем следующим требованиям:

- 1) $t_{\text{нк}}$ образца соответствует продуктам, которые будут испытываться на аппарате после аттестации;
- 2) $t_{\text{нк}}$ образца остается стабильной в течение времени, необходимого для трех последовательных испытаний;
- 3) При кристаллизации образца происходит повышение температуры пробы (если после аттестации будут выполняться испытания согласно ГОСТ 18895.5);
- 4) При кристаллизации образца прозрачность существенно уменьшается, а при нагреве и исчезновении кристаллов прозрачность восстанавливается (если после аттестации будут выполняться испытания по ГОСТ 5066, ГОСТ Р 53706, ISO 3013 или ASTM D2386).

Если при кристаллизации происходит резкое повышение температуры, значение $t_{\text{нк}}$, полученное по детектору прозрачности, может оказаться некорректным – для проверки сходимости по методам ГОСТ 5066, ГОСТ Р 53706, ISO 3013 или ASTM D2386 такой образец применять не рекомендуется.

В качестве образца может использоваться топливо для реактивных двигателей (при кристаллизации не всегда наблюдается повышение температуры).

Выполнить 2 последовательных испытания согласно настоящей методики испытаний по ГОСТ Р 53706, ISO 3013, ASTM D2386 или 4 последовательных испытания по ГОСТ 5066, ГОСТ 18895.5. Испытания выполнять каждый раз на новой пробе из одного образца. Условия испытания задать в соответствии с требованиями стандарта на метод испытания, по которому будут испытываться продукты после аттестации.

В случае недопустимого расхождения результатов испытаний выполнить дополнительное испытание, и сравнивать два ближайших результата.

Результаты испытаний заносить в таблицы 7, 8, 9, 10, 11, 12 ПРИЛОЖЕНИЕ А. Таблицы, соответствующие неиспользуемым методам, не заполняются.

Аппарат считается не прошедшим аттестацию, если расхождение результатов превышает допустимое значение, указанное в стандарте на метод испытания.

9.8 Идентификация программного обеспечения

- 1) Включить аппарат;
- 2) Находясь в режиме ожидания нажать кнопку **[Меню]**, выбрать пункт меню «Об аппарате»;
- 3) В появившемся окне указаны версия и контрольная сумма программного обеспечения. Они должны соответствовать указанным в паспорте на аппарат.

Примечание – Контрольная сумма вычисляется в течении некоторого времени. 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.

ПРИЛОЖЕНИЕ А. АТТЕСТАЦИОННЫЕ ТАБЛИЦЫ

Таблица 5 – Проверка датчика температуры бани

Уставка, °С	-20						
Время, мин	0	10	20	30	40	50	60
$T_b, °C$							
$T_{обр}, °C$							
$ \Delta T_1 , °C$							
Уставка, °С	-60						
Время, мин	0	10	20	30	40	50	60
$T_b, °C$							
$T_{обр}, °C$							
$ \Delta T_1 , °C$							

Таблица 6 – Проверка датчика температуры продукта

Уставка, °С	-20						
Время, мин	0	10	20	30	40	50	60
$T_{пр}, °C$							
$T_{обр}, °C$							
$ \Delta T_2 , °C$							
Уставка, °С	-60						
Время, мин	0	10	20	30	40	50	60
$T_{пр}, °C$							
$T_{обр}, °C$							
$ \Delta T_2 , °C$							

Таблица 7 – Проверка повторяемости для ГОСТ 5066 А

Метод		ГОСТ 5066 А				
Испытываемый продукт	Параметр	Результат определения				Повторяемость, °С
		1	2	3	4	
	t _{нк} , °С					
	Результат испытания (ср. арифм.)					
	t _з , °С					
	Результат испытания (ср. арифм.)					

Таблица 8 – Проверка повторяемости для ГОСТ 5066 Б

Метод		ГОСТ 5066 Б				
Испытываемый продукт	Параметр	Результат определения				Повторяемость, °С
		1	2	3	4	
	t _{нк} , °С					
	Результат испытания (ср. арифм.)					

Таблица 9 – Проверка повторяемости для ГОСТ Р 53706

Метод		ГОСТ Р 53706		
Испытываемый продукт	Параметр	Результат испытания		Повторяемость, °С
		1	2	
	t _з , °С			

Таблица 10 – Проверка повторяемости для ISO 3013

Метод		ISO 3013		
Испытываемый продукт	Параметр	Результат испытания		Повторяемость, °C
		1	2	
	t _{нк} , °C			
	t _з , °C			

Таблица 11 – Проверка повторяемости для ASTM D2386

Метод		ASTM D2386		
Испытываемый продукт	Параметр	Результат испытания		Повторяемость, °C
		1	2	
	t _з , °C			

Таблица 12 – Проверка повторяемости для ГОСТ 18995.5

Метод		ГОСТ 18995.5				
Испытываемый продукт	Параметр	Результат определения				Повторяемость, °C
		1	2	3	4	
	t _{min} , °C					
	Результат испытания (ср. арифм.)					
	t _{max} , °C					
	Результат испытания (ср. арифм.)					