

**АО БСКБ «Нефтехимавтоматика»**

**Аппарат автоматический для ускоренного определения  
температур кристаллизации и замерзания**

*ЛинтеЛ*<sup>®</sup> Кристалл-20Э

**Программа и методика аттестации**

**АИФ 2.772.020 МА**

# Содержание

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

## 1 Объект аттестации

- 1.1 Данный документ распространяется на аппараты для ускоренного определения температур кристаллизации и замерзания *ЛинтеЛ*<sup>®</sup> Кристалл-20Э (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 и метрологических характеристик аппарата требованиям его эксплуатационной документации.

## 3 Общие положения

- 3.1 Организация и порядок проведения аттестации должны соответствовать требованиям, установленным в ГОСТ Р 8.568-2017.
- 3.2 При аттестации аппарата определяют:
  - 1) соответствие точностных характеристик требованиям нормативной документации, указанных в таблице 4 АИФ 2.772.020 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 2.772.020 РЭ;
  - 3) соответствие внешнего вида, комплектности и технического состояния средств измерений требованиям эксплуатационной документации на них, наличие поверки средств измерений, применяемых при аттестации.
- 3.2.1 Требования по безопасности приведены в п.б.
- 3.2.2 К проведению аттестации аппаратов допускаются лица, прошедшие инструктаж по технике безопасности, ознакомившиеся с настоящей инструкцией и технической документацией на аттестуемый аппарат.

#### 4 Объем 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 датчика температуры пробы	9.5.1	Да	Да	Да
Проверка повторяемости и воспроизводимости	9.5.2	Да	Да	Да
Идентификация программного обеспечения	9.6	Да	Да	Да

#### 5 Условия и порядок проведения аттестации

5.1 Аттестацию необходимо проводить в следующих условиях:

5.1.1 Параметры окружающей среды:

- 4) температура окружающего воздуха, °С: от плюс 10 до плюс 35;
- 5) относительная влажность воздуха при температуре +25°С, не более, %: 80;
- 6) атмосферное давление, мм рт.ст.: от 680 до 800.

5.1.2 Параметры питания:

- 1) напряжение, В: от 198 до 242;
- 2) частота переменного тока, Гц: от 49 до 51.

5.1.3 Для повышения эффективности охлаждения аппаратом пробы предусмотрена возможность его подключения к криостату вместо водопроводной воды. Холодопроизводительность криостата при требуемой температуре должна быть не менее 150 Вт. Зависимость нижнего предела температуры в ячейке блока охлаждения от температуры хладагента указаны в таблице 2.

Таблица 2 – Требования к температуре и типу хладагента

Параметр	Единицы измерения	Температура хладагента, °С		
		-15	+5	+20
Тип хладагента	-	спирт <sup>1</sup>	вода <sup>2</sup>	
Нижний предел температуры в ячейке блока охлаждения	°С	-80	-70	-60

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

5.1.5 Для работы аппарата необходимо наличие проточной воды или криостата (зависимость производительности от параметров хладагента представлена в таблице 2).

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

<sup>1</sup> Рекомендуется подключить аппарат к криостату *ЛинтеЛ*® ТКС-20.

<sup>2</sup> Минимальный расход 2 л/мин.

## 6 Требования безопасности

- 6.1 При проведении аттестации необходимо выполнять следующие требования безопасности:
- 1) клемма «Земля» на основании аппарата должна быть подключена к внешней заземляющей шине;
  - 2) лица, допущенные к работе с аппаратом, должны иметь подготовку по технике безопасности при работе с устройствами подобного типа;
  - 3) при работе с аппаратом обслуживающий персонал должен выполнять правила техники безопасности при работе с электрическими установками с напряжением до 1000 В;
  - 4) запрещается включение аппарата после попадания посторонних предметов внутрь до их извлечения; при попадании жидкости перед включением удалить жидкость, просушить аппарат в течение не менее 16 часов;
  - 5) запрещается включение аппарата ранее, чем через 5 минут после выключения во избежание выхода его из строя;
  - 6) во избежание ожогов запрещается прикасаться к пробирке после испытания в течение 10 минут;
  - 7) при использовании измерительного инструмента и приборов должны выполняться требования безопасности в соответствии с эксплуатационной документацией на них.
- 6.2 К аттестации не допускаются аппараты, не удовлетворяющие требованиям техники безопасности и технически неисправные.

### 7 Материально-техническое и метрологическое обеспечение аттестации

- 7.1 Средства измерения, применяемые при аттестации, должны иметь свидетельство о поверке (протоколы, клейма) с не истекшим сроком действия.
- 7.2 Средства измерения, рекомендуемые для применения при аттестации аппарата, приведены в таблице 3.

Таблица 3 - Рекомендуемые средства измерений

Оборудование	Диапазон	Точность	Назначение	Рекомендуемые СИ
Термометр	от -80 до 0°С	0,1°С	Проверка датчиков температуры пробы	Термометр лабораторный электронный ЛТИ-М

- 7.3 Средства измерений должны обеспечивать требуемую точность измерения.
- 7.4 Допускается применение других средств измерения, соответствующих требованиям стандартов на методы испытаний и совместимых с конструкцией аппарата.
- 7.5 Предельно допустимые погрешности измерений при всех испытаниях не должны превышать величин, указанных в настоящей методике аттестации.
- 7.6 В качестве контрольных образцов использовать ГСО(государственный стандартный образец).

---

#### **ПРИМЕЧАНИЕ**

*Могут быть применены аналогичные средства проверки с соответствующими пределами измерений и погрешностью, не превышающей таковую у рекомендованных.*

---

## 8 Оцениваемые характеристики и расчётные соотношения

Оцениваемые характеристики и расчётные соотношения приведены в таблице 4.

Таблица 4 - Оцениваемые характеристики

Характеристика	Формула расчёта	Используемые показатели
Точность датчика температуры пробы	$\Delta t = t^{\circ}_{\text{пробы}} - t^{\circ}_{\text{обр}}$ , где $\Delta t$ – разница показаний датчика температуры пробы и образцового термометра, °С	$t^{\circ}_{\text{пробы}}$ – показания датчика температуры пробы, °С; $t^{\circ}_{\text{обр}}$ – показания образцового термометра, °С. Расхождение показаний образцового термометра и встроенного измерителя температуры пробы не должно превышать $ 1+\alpha $ °С, где $\alpha$ – погрешность образцового термометра.
Повторяемость	Согласно ГОСТ 5066, ГОСТ Р 53706, ГОСТ ISO 3013, ASTM D2386	Расхождение результатов не должно превышать допустимого значения, указанного в стандарте на метод испытания.
Воспроизводимость		Расхождение результатов не должно превышать допустимого значения, указанного в паспорте ГСО

## 9 Порядок проведения аттестации

### 9.1 Условия проведения аттестации

Выполнить требования п. 5.1.

### 9.2 Экспертиза эксплуатационной документации

На рассмотрение представляют:

- 1) Руководство по эксплуатации, паспорт, программу и методику аттестации испытательного оборудования;
- 2) свидетельства о поверке СИ, используемых для проведения испытаний.

Содержание работ по рассмотрению документации и методика приведены в таблице 5.

Таблица 5 - 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 сборочных единиц;
- 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.

#### 9.4.1 Вход в режим проверки

Включить аппарат тумблером «Сеть» и во время отображения окна загрузки нажать [Режим] – на дисплее появится меню «СЕРВИС».

Вращением ручки управления выбрать пункт «Тест оборудования» и нажать [Пуск] – откроется меню «ТЕСТ ОБОРУДОВАНИЯ».

9.4.2 Установить механический блок в положение «наблюдение» (рисунок 1), убедиться, что параметр «Пробирка» принимает значение «извлечена».

9.4.3 Залить в пробирку нефрас до риски и установить пробирку в держатель (рисунок 1).

9.4.4 Залить в ячейку блока охлаждения примерно 3,5 мл чистого этилового спирта.

9.4.5 Задать значение параметра «Мешалка» = «вкл.» – при этом мешалка должна начать интенсивное перемешивание.

9.4.6 Задать значение параметра «Мешалка» = «откл.» – при этом мешалка должна прекратить перемешивание.

9.4.7 Установить технологический блок в положение «испытание» (рисунок 1), убедиться, что:

- 1) параметр «Пробирка» принимает значение «установлена»;
- 2) параметр «Подстройка прозр.» принимает значение «подстройка...»;
- 3) мешалка начинает интенсивное перемешивание;
- 4) через несколько секунд параметр «Подстройка прозр.» принимает значение «выполнена», мешалка прекращает перемешивание.

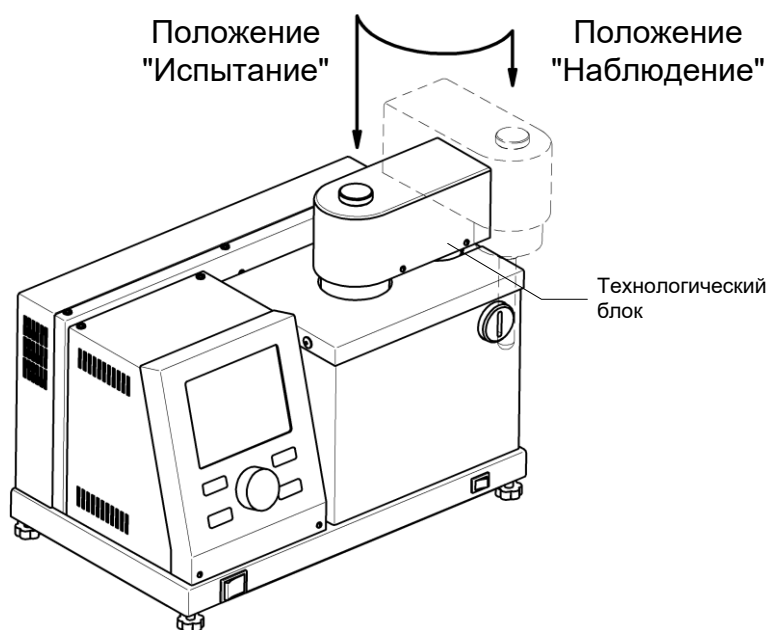


Рисунок 1 – Установка пробирки

9.4.8 Подключить к аппарату хладагент (п.4.4.4 АИФ 2.772.020 РЭ).

9.4.9 Задать значение параметра «Регулятор» = «мощность».

---

### **ВНИМАНИЕ**

*Во избежание выхода аппарата из строя запрещается включать охлаждение без подключения хладагента.*

---

9.4.10 Задать значение параметра «Уставка» = «100».

9.4.11 Убедиться, что в течение 20 секунд значение параметра «t° стакана, °С» начнёт уменьшаться.

9.4.12 Выйти из меню «ТЕСТ ОБОРУДОВАНИЯ» (охлаждение будет прекращено автоматически).

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

## 9.5 Определение метрологических характеристик

### 9.5.1 Проверка датчика температуры пробы

Проверку показаний датчика пробы выполнить в точках  $-20^{\circ}\text{C}$  и  $-60^{\circ}\text{C}$ . Для этого:

- 1) подключить к аппарату хладагент;
- 2) задать следующие условия испытания (п.4.4 АИФ 2.772.020 РЭ «Подготовка к проведению испытания»):

*Режим* ..... ручной;

*Ожидаемая  $t^{\circ}\text{нк}$*  .....  $-20$ ;

*Дополнительно* ►

*Скор.охлажд.,  $^{\circ}\text{C}/\text{мин}$*  ..... 1;

*Упреждение,  $^{\circ}\text{C}$*  ..... 5.

Значения остальных параметров могут быть любыми.

- 3) установить в пробирку образцовый термометр таким образом, чтобы его чувствительная часть находилась в центре пробы (рисунок 2);

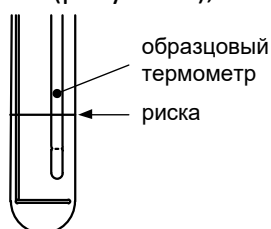


Рисунок 2 – Контроль глубины установки образцового термометра

- 4) установить пробирку в положение «испытание» (рисунок 1);
- 5) запустить испытание: в режиме ожидания нажать кнопку [Пуск];
- 6) в тот момент, когда температура пробы достигнет значения минус  $20^{\circ}\text{C}$  (параметр « $t^{\circ}\text{пробы}, ^{\circ}\text{C}$ »), записать показания аппарата и образцового термометра в таблицу А.1 ПРИЛОЖЕНИЕ А;
- 7) остановить испытание кнопкой [Стоп];
- 8) задать значение параметра «Ожидаемая  $t^{\circ}\text{нк}, ^{\circ}\text{C}$ » = « $-60$ » и повторно запустить испытание;
- 9) в тот момент, когда температура пробы достигнет значения минус  $60^{\circ}\text{C}$ , записать показания аппарата и образцового термометра в таблицу А.1 ПРИЛОЖЕНИЕ А;
- 10) остановить испытание.

Вычислить точность датчика температуры пробы по следующей формуле:

$$\Delta t = t^{\circ}\text{пробы} - t^{\circ}\text{обр},$$

где  $\Delta t$  – разница показаний датчика температуры пробы и образцового термометра,  $^{\circ}\text{C}$ ;

$t^{\circ}\text{пробы}$  – показания датчика температуры пробы,  $^{\circ}\text{C}$ ;

$t^{\circ}\text{обр}$  – показания образцового термометра,  $^{\circ}\text{C}$ .

Расхождение показаний образцового термометра и встроенного измерителя температуры пробы не должно превышать  $|1+\alpha|^{\circ}\text{C}$ , где  $\alpha$  – погрешность образцового термометра.

Если хотя бы в одной точке расхождение показаний образцового термометра и встроенного измерителя температуры пробы превышает допустимую величину, рекомендуется провести калибровку согласно п. 5.6 Руководства по эксплуатации.

Если при повторной проверке расхождение выше предельного, аппарат считается не прошедшим аттестацию.

### 9.5.2 Проверка повторяемости и воспроизводимости

Проверка повторяемости выполняется на продуктах, аналогичных испытываемым при эксплуатации, в режиме «Автомат».

Проверка воспроизводимости выполняется на ГСО в режиме «Автомат».

Допускается выполнять проверку только для тех методов, по которым производится лабораторный контроль проб продуктов на месте установки.

Для выбранного стандарта выполнить необходимое количество испытаний образцов, взятых из одной пробы, для получения значений повторяемости.

При расхождении между результатами, превышающими значения воспроизводимости для данного стандарта, необходимо провести калибровку датчика температуры по ГСО (руководство по эксплуатации п.5.7. АИФ 2.772.020 РЭ) и заново провести проверку.

Результаты испытаний занести в таблицы А.2-А.7 (ПРИЛОЖЕНИЕ А).

Аппарат считается не прошедшим аттестацию, если расхождение результатов превышает пределы повторяемости, указанные в стандартах на методы испытания или превышено отклонение от аттестованного значения ГСО (границы погрешности аттестованного значения плюс значение критической разности CD).

Рекомендованные ГСО:

1. ГСО 10483-2014 (СТ-РТ) производства АО «Сибтехнология» (методы ГОСТ 5066)
2. ГСО 8412-2003 (01000-860-51) производства РАС (методы ГОСТ 5066, ГОСТ Р 53706, ГОСТ ISO 3013, ASTM D2386)

Ввиду отсутствия зарегистрированного ГСО для метода ГОСТ 18995.5 и значений пределов повторяемости и воспроизводимости в стандарте, проверка вторичных метрологических характеристик не требуется.

#### 9.6 Идентификация программного обеспечения

Идентификация проводится для подтверждения правильности работы программного обеспечения. Проверку производить в следующем порядке:

- 1) Включить аппарат тумблером «Сеть» (рисунок 1).
- 2) После выхода в режим ожидания нажать кнопку [Режим]. На дисплее появится "Главное меню". Выбрать в нем пункт "Настройки" → "Сведения".
- 3) В появившемся окне "Сведения об аппарате" 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 – Проверка датчика температуры пробы

Точка проверки	$t_{обр}, ^\circ\text{C}$	$t^\circ_{пробы}, ^\circ\text{C}$	$\Delta t = t^\circ_{пробы} - t^\circ_{обр}, ^\circ\text{C}$
-20 $^\circ\text{C}$			
-60 $^\circ\text{C}$			

Таблица А.2 – Проверка для ГОСТ 5066 А

Метод: ГОСТ 5066 А		
Параметр	Результат определения	
	1	2
<b>Испытываемый продукт:</b> _____		
тнк, $^\circ\text{C}$		
Повторяемость, $^\circ\text{C}$		
tz, $^\circ\text{C}$		
Повторяемость, $^\circ\text{C}$		
Предел повторяемости согласно методу, $^\circ\text{C}$		
<b>Испытываемый стандартный образец:</b> _____		
тнк, $^\circ\text{C}$		
Аттестованное значение ГСО (тнк), $^\circ\text{C}$		
Допустимое отклонение, $^\circ\text{C}$		
Отклонение между результатом и аттестованным значением ГСО, $^\circ\text{C}$		
tz, $^\circ\text{C}$		
Аттестованное значение ГСО (tz), $^\circ\text{C}$		
Допустимое отклонение, $^\circ\text{C}$		
Отклонение между результатом и аттестованным значением ГСО, $^\circ\text{C}$		

Таблица А.3 Проверка для ГОСТ 5066 Б

Метод: ГОСТ 5066 Б				
Параметр	Результат определения			
	1	2	3	4
<b>Испытываемый продукт:</b> _____				
тнк, $^\circ\text{C}$				
Результат испытания, $^\circ\text{C}$				
Повторяемость, $^\circ\text{C}$				
Предел повторяемости согласно методу, $^\circ\text{C}$				
<b>Испытываемый стандартный образец:</b> _____				
тнк, $^\circ\text{C}$				
Аттестованное значение ГСО, $^\circ\text{C}$				
Допустимое отклонение, $^\circ\text{C}$				
Максимальное отклонение между результатом и аттестованным значением ГСО, $^\circ\text{C}$				

Таблица А.4 Проверка для ГОСТ Р 53706

Метод: ГОСТ Р 53706		
Параметр	Результат определения	
	1	2
Испыываемый продукт: _____		
t <sub>3</sub> , °C		
Повторяемость, °C		
Предел повторяемости согласно методу, °C		
Испыываемый стандартный образец: _____		
t <sub>3</sub> , °C		
Аттестованное значение ГСО, °C		
Допустимое отклонение, °C		
Отклонение между результатом и аттестованным значением ГСО, °C		

Таблица А.5 Проверка для ISO 3013

Метод: ISO 3013		
Параметр	Результат определения	
	1	2
Испыываемый продукт: _____		
t <sub>нк</sub> , °C		
Повторяемость, °C		
t <sub>3</sub> , °C		
Повторяемость, °C		
Предел повторяемости согласно методу, °C		
Испыываемый стандартный образец: _____		
t <sub>нк</sub> , °C		
Аттестованное значение ГСО (t <sub>нк</sub> ), °C		
Допустимое отклонение, °C		
Отклонение между результатом и аттестованным значением ГСО, °C		
t <sub>3</sub> , °C		
Аттестованное значение ГСО (t <sub>3</sub> ), °C		
Допустимое отклонение, °C		
Отклонение между результатом и аттестованным значением ГСО, °C		

Таблица А.6 Проверка для ASTM D2386

Метод: ASTM D2386		
Параметр	Результат определения	
	1	2
<b>Испытываемый продукт:</b> _____		
t <sub>3</sub> , °C		
Повторяемость, °C		
Предел повторяемости согласно методу, °C		
<b>Испытываемый стандартный образец:</b> _____		
t <sub>3</sub> , °C		
Аттестованное значение ГСО, °C		
Допустимое отклонение, °C		
Отклонение между результатом и аттестованным значением ГСО, °C		