

СОГЛАСОВАНО
Генеральный директор
ЗАО «БМЦ»
Ю.А. Данилович
2012

УТВЕРЖДАЮ
Директор БелГИМ
Н.А. Жагора
2012

Система обеспечения единства измерений Республики Беларусь

Регистраторы температуры веньшки нефтепродуктов
автоматические «Веньшка - АЗТ»

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МРБ МП. 2240 - 2012

Разработчик
Инженер ЗАО «БМЦ»
В.К. Русак
Русак В.К.
2012

Настоящая методика поверки распространяется на регистраторы температуры вспышки нефтепродуктов автоматические «Вспышка-АЗТ» (далее - регистраторы) и устанавливает методы и средства их первичной и периодической поверок.

Регистраторы предназначены для измерения температуры вспышки нефтепродуктов в закрытом тигле по методу Пенски-Мартенса по ГОСТ 6356-75, СТБ ИСО 2719-2002 метод А (ISO2719), СТБ ИСО 2719-2002 метод В (ISO2719), а так же температуры вспышки растительного масла по ГОСТ 9287(в ручном режиме).

Область применения – промышленные предприятия и научно-исследовательские лаборатории.

Настоящая методика поверки разработана в соответствии с требованиями ТКП 8.003-2011.

Межповерочный интервал -12 месяцев для регистраторов, предназначенных для применения либо применяемых в сфере законодательной метрологии.

1 ОПЕРАЦИИ И СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

1.1 Операции поверки

При проведении поверки должны быть выполнены операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Проведение операций при	
		первичной поверке	периодической поверке
1 Внешний осмотр	5.1	да	да
2 Опробование	5.2	да	да
3 Определение метрологических характеристик		да	да
3.1 Определение допускаемой абсолютной погрешности и сходимости результатов измерений температуры вспышки по СТБ ИСО 2719 метод А и по ГОСТ 6356	5.3	да	да
3.2 Определение допускаемой абсолютной погрешности и сходимости результатов измерений температуры вспышки по СТБ ИСО 2719 метод В и по ГОСТ 9287	5.3	да	нет
4 Оформление результатов поверки	6	да	да

1.2 Средства поверки

При проведении поверки должны применяться средства, указанные в таблице 2.

Таблица 2

Наименование операции	Наименование эталонного средства измерения, номер документа, регламентирующего технические требования к нему, разряд, класс точности
Внешний осмотр	
Опробование	Тигель
Определение абсолютной погрешности и сходимости результатов измерений температуры вспышки.	Прибор для определения температуры вспышки нефтепродуктов типа ПВНЭ (ТВЗ) (А ± 0,5°C), термометры ТН1-1, ТН1-2 по ГОСТ 400. Контрольные пробы нефтепродуктов с погрешностью аттестации ± 0,5°C с температурой вспышки до 110°C и от 110°C до 260°C или стандартные образцы температуры вспышки из ИСО (4088-4092). Контрольные пробы, представляющие собой стабильный простой углеводород из перечисленных: декан, ундекан, додекан, гексадекан, тетрадекан. Контрольные пробы растительного масла (только по ГОСТ9287) Секундомер; растворитель нефтепродуктов: бензин авиационный марки Б-70 по ГОСТ 1012 Барометр ртутный или барометр-анероид с погрешностью измерения не более 0,1 кПа. Бумага фильтровальная лабораторная, пипетка, вода дистиллированная

2 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЕЙ

2.1 К проведению поверки допускаются лица, имеющие необходимую подготовку для работы с регистраторами, а также имеющие достаточный опыт работы с используемыми эталонами..

2.2 Персонал, выполняющий поверку, должен иметь квалификацию поверителя.

3 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

3.1 При проведении поверки должны быть соблюдены требования ТКП 181-2009, «Правил технической эксплуатации электроустановок потребителей» и Правил техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителей», утвержденной Госэнергонадзором, а также указания по безопасности, изложенные в эксплуатационной документации.

4 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

При проведении поверки должны соблюдаться следующие условия:

- 1) температура окружающего воздуха, °С от 15 до 25;
- 2) относительная влажность окружающего воздуха, % от 30 до 80;
- 3) атмосферное давление, кПа от 84 до 106,7;
- 4) отсутствие вибрации, тряски, ударов.

5 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

5.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре проверяют:

- 1) комплектность (должна соответствовать ПС);
- 2) отсутствие механических повреждений;
- 3) наличие и прочность крепления органов управления, четкость фиксации их положения;
- 4) наличие вставок плавких;
- 5) чистота тигля.

5.2 Опробование

Опробование проводят согласно 9, 10 ПС с низкотемпературной пробой. Работу клавиатуры проверяют в процессе набора необходимых режима работы и предполагаемой температуры вешьшки, а работу устройств индикации проверяют визуально в процессе нагрева пробы до момента фиксации температуры вешьшки.

5.3 Определение допускаемой абсолютной погрешности измерения температуры вешьшки.

5.3.1 Для определения допускаемой абсолютной погрешности измерения температуры вешьшки в режимах А (ISO2719А), В (ISO2719В) и режиме, согласно ГОСТ 6356, выбирают две контрольные пробы нефтепродуктов с температурой вешьшки до 110°C и от 110°C до 260 °С или два стандартных образца температуры вешьшки из ГСО (4088 + 4092). Допускается так же использовать в качестве контрольных проб жидкости, представляющие собой стабильный простой углеводород из перечисленных в таблице 3. Для определения допускаемой абсолютной погрешности измерения температуры вешьшки растительного масла в режиме, согласно ГОСТ 9287, выбирают две контрольные пробы растительного масла.

Таблица 3

Углеводород	Температура вешьшки, °С
Декан	53
Ундекан	68
Додекан	84
Тетрадекан	109
Гексадекан	134

Определение температуры вешьшки контрольных проб нефтепродуктов должно быть проведено в день поверки на приборе для определения температуры вешьшки нефтепродуктов типа ПВНЭ (ТВЗ) ($\Delta = \pm 0,5^\circ\text{C}$) в соответствии с ГОСТ 6356-75 по двум свежим порциям каждой пробы.

Определение температуры вешьшки контрольных проб растительного масла должно быть проведено на приборе типа ПВНЭ, ТВЗ в соответствии с ГОСТ 9287-59 по двум свежим порциям каждой пробы.

5.3.2 Подготовка к поверке регистратора "Вешьшка-АЗТ".

Назначение клавиш и порядок работы с клавиатурой регистратора «Вешьшка-АЗТ» приведены в приложении А.

5.3.2.1 Установить регистратор на рабочее место (желательно в вытяжном шкафу) вдали от источников вибрации, нагревательных приборов и сильных потоков воздуха.

Регулируя ножки, добиться, чтобы регистратор устойчиво и строго горизонтально стоял на рабочем месте. Горизонтальность установки проверить по зеркалу воды, залитой в тигель до риски внутри тигля, установленного в нагреватель.

5.3.2.2 Подключить газовое оборудование к прибору.

5.3.2.3 Подключить регистратор шнуром питания в сеть и включить выключатель «СЕТЬ». На табло буквенно-цифрового индикатора «Информация» (БЦИ) появится сообщение:

**« Вспышка АЗТ »
« ЗДРАВСТВУЙТЕ! »**

Затем появится сообщение :

**« *Главное меню* »
« Выберите функцию »**

Это исходное положение (ИП) регистратора. В этом положении нажатием кнопки регистратора выбирают соответствующую функцию главного меню (ГМ). Чтобы войти в программу нужной вам функции необходимо нажать кнопку «ПУСК». При нажатии кнопки «СТОП» происходит возврат в ИП.

5.3.2.4 Дать возможность регистратору прогреться в течение 5 мин.

5.3.2.5 После этого регистратор готов к поверке.

5.3.3 Порядок поверки регистратора "Вспышка-АЗТ".

5.3.3.1 Обезжирить и высушить тигель и крышку камеры.

5.3.3.2 Отбор пробы и подготовку её к испытанию, в зависимости от выбранного режима работы, производить согласно требованиям ГОСТ 6356, ISO 2719, ГОСТ 9287.

Исследуемые вещества, имеющие температуру вспышки ниже 60°C, охладить до температуры, которая не менее чем на 30°C ниже предполагаемой температуры вспышки.

5.3.3.3 Заполнить тигель исследуемым веществом до верхней риски так, чтобы верхний мениск точно совпадал с риской. При наполнении тигля выше риски избыток нефтепродукта удалить пипеткой или другим соответствующим приспособлением. Не допускается смачивание стенок тигля выше уровня жидкости.

5.3.3.4 Вставить тигель в нагреватель регистратора.

5.3.3.5 Одеть крышку камеры.

5.3.3.6 Установить датчик фиксации температуры вспышки в гнездо крышки камеры.

5.3.3.7 Установить измеритель температуры (ТСН) в гнездо крышки камеры.

5.3.3.8 Установить трос в перемешивающее устройство.

5.3.3.9 Установить штангу поворотного механизма.

5.3.3.10 Зажечь пламя газовой горелки и установить необходимый размер шарика пламени.

5.3.3.11. Из «Главного меню» программы произвести набор команды работы регистратора в следующей последовательности.

1) Нажать клавишу «Настр.1», нажать клавишу «ПУСК». На экране появится сообщение:

**« -Режим регистрации- »
« < Автоматический > »
« Ручной »**

2) Нажатием клавиши «Настр.1» выбрать автоматический режим регистрации и нажать клавишу «ПУСК». После включения прибора по умолчанию установлен автоматический режим регистрации.

3) Из «Главного меню» программы нажатием соответствующей клавиши произвести выбор необходимого режима работы регистратора («ISO2719A», «ISO2719B», «ГОСТ6356», «ГОСТ9287») и нажать клавишу «ПУСК».

4) Набрать клавишами цифрового поля предполагаемую температуру вспышки и нажать клавишу «ПУСК».

5.3.3.12 Дальнейшая работа регистратора вплоть до завершения поверки происходит автоматически.

5.3.3.13 После завершения опыта перекрыть кран общей подачи газа.

5.3.4 Для определения допускаемой абсолютной погрешности измерения температуры вспышки нефтепродуктов в закрытом тигле (по ГОСТ 6356) проводят три отдельных наблюдения ($T'_{п}$, $T''_{п}$ и $T'''_{п}$) для каждой из двух контрольных проб нефтепродуктов, каждый со свежей порцией, или для двух стандартных образцов температуры вспышки из ГСО (4088 ÷ 4092).

Измеряют барометрическое давление и определяют поправку, ΔT

$$\Delta T = (101,325 - P) \cdot 0,27, \quad (5.1)$$

где P - фактическое барометрическое давление, кПа.

Формула (5.1) справедлива при барометрическом давлении в интервале от 98 кПа до 104,7 кПа.

Вычисляют температуру вспышки, $^{\circ}\text{C}$

$$\begin{aligned} T'_{в} &= T'_{п} + \Delta T \\ T''_{в} &= T''_{п} + \Delta T \\ T'''_{в} &= T'''_{п} + \Delta T, \end{aligned} \quad (5.2)$$

где $T'_{п}$, $T''_{п}$ и $T'''_{п}$ – измеренные значения температуры вспышки для каждой из двух контрольных проб или стандартных образцов ГСО.

Абсолютную погрешность регистратора (Δ , $^{\circ}\text{C}$) вычисляют по формуле:

$$\Delta = |T_{в} - T_{к}|, \quad (5.3)$$

где $T_{к}$ – температура вспышки контрольной пробы или стандартного образца ГСО, $^{\circ}\text{C}$;

$T_{в}$ – среднее арифметическое значение из температур вспышки $T'_{в}$, $T''_{в}$ и $T'''_{в}$, $^{\circ}\text{C}$.

Сходимость рассчитывается как разность между измеренными значениями температуры вспышки ($T'_{п}$, $T''_{п}$ и $T'''_{п}$) для каждого диапазона температур.

Если значение допускаемой абсолютной погрешности определения температуры вспышки нефтепродуктов или сходимость (повторяемость) результатов превышает значение 2°C в диапазоне до 104°C включительно и 5°C в диапазоне свыше 104°C регистратор бракуется.

Для определения допускаемой абсолютной погрешности измерения температуры вспышки растительного масла в закрытом тигле (по ГОСТ 9287) проводят три отдельных наблюдения ($T'_{п}$, $T''_{п}$, $T'''_{п}$) для каждой из двух контрольных проб.

Допускаемая абсолютная погрешность определения температуры вспышки растительного масла не должна превышать значения 5°C . Сходимость (повторяемость) результатов не должна превышать значения 3°C . При большем расхождении между двумя параллельными испытаниями делают третье испытание со свежей порцией масла и за окончательный результат принимают среднее арифметическое из двух определений, отличающихся друг от друга не более чем на 3°C .

При определении температуры вспышки растительного масла поправку на барометрическое давление не учитывают.

Допускаемая абсолютная погрешность измерения температуры вспышки, Δ_0 , °C

$$\Delta_0 = |T_{ko} - T_0|, \quad (5.6)$$

где T_{ko} - температура вспышки стандартного образца ГСО, °C;

T_0 – среднее арифметическое значение температур вспышки T''_n , T'''_n и T''''_n , °C.

Сходимость рассчитывается как разность между измеренными значениями температуры вспышки (T''_n , T'''_n и T''''_n) для каждого диапазона температур.

Если значение абсолютной погрешности определения температуры вспышки или сходимость результатов превышает значение 5 °C, регистратор бракуется.

6 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

6.1. Все результаты поверки заносят в протокол по форме приложения Б.

6.2. Результаты поверки считают положительными и приборы признают годными к применению, если они отвечают требованиям настоящей методики.

Положительные результаты поверки прибора удостоверяются нанесением оттиска поверительного клейма и делается отметка в паспорте.

6.3. При отрицательных результатах поверки выдается заключение о непригодности по форме, установленной ТКП 8.003-2011 с указанием причин. Приборы, не прошедшие поверку, к применению не допускаются, при этом оттиск поверительного клейма подлежит гашению, отметка в паспорте аннулируется.

ПРИЛОЖЕНИЕ А

Назначение клавиш и порядок работы с клавиатурой регистратора «Веньшика-А31»

Назначение клавиш следующее (Рис.1):

- 1) клавиша «ISO2719A» - устанавливает режим определения температуры веньшики согласно требованиям СТБ ИСО 2719-2002 метод А (ISO2719);
- 2) клавиша «ISO2719B» - устанавливает режим определения температуры веньшики согласно требованиям СТБ ИСО 2719-2002 метод В (ISO2719);
- 3) клавиша «ГОСТ 6356» - устанавливает режим определения температуры веньшики согласно требованиям ГОСТ 6356-75;
- 4) клавиша «ГОСТ 9287» - устанавливает режим определения температуры веньшики согласно требованиям ГОСТ 9287-59;
- 5) клавиша «Режим 1» - в данной модели регистратора не доступна;
- 6) клавиша «Режим 2» - в данной модели регистратора не доступна;
- 7) клавиша «Режим 3» - в данной модели регистратора не доступна;
- 8) клавиша «Давл.» - устанавливает режим индикации текущего барометрического давления;
- 9) клавиша «t °C» - устанавливает режим индикации текущей температуры;
- 10) клавиша «Звук» - включает и выключает звуковую сигнализацию;
- 11) клавиша «Настр.1» - используется для выбора режима регистрации;
- 12) клавиша «СТОП» - прерывает работу процессора для выхода из ранее выбранной функции и возврата в «Главное меню»;
- 13) клавиша «Служеб.» - используется для входа в «Служебное меню» при пуско-наладочных работах;
- 14) клавиша «Ускор.» - устанавливает режим ускоренного определения температуры веньшики;
- 15) клавиша «Настр.2» - в данной модели регистратора не доступна;
- 16) клавиша «ПУСК» - осуществляет запуск набранной команды;



Рис. 1 - Клавиатура регистратора

Порядок работы с клавиатурой регистратора.

1. После включения выключателя «СЕТЬ» на табло буквенно-цифрового индикатора «Информация» (БЦИ) появляется «бегущее» сообщение:

*« * Вспышка АЗТ* »
« Здравствуйте! »*

Затем на БЦИ высвечивается информация:

*« *Главное меню* »
« Выберите функцию »*

Это исходное положение регистратора. В этом положении нажатием клавиши регистратора выбирают соответствующую функцию главного меню. Чтобы войти в программу нужной вам функции необходимо нажать клавишу «ПУСК». При нажатии кнопки «СТОП» происходит возврат в исходное положение.

ВНИМАНИЕ: Если при включении прибора на табло загорелись сегменты в произвольном порядке, выключите прибор и включите повторно через 30 сек.

2. Клавиша «Настр.1» служит для перевода регистратора в режим работы «Автоматической регистрации» либо «Ручной регистрации». После нажатия на эту клавишу на БЦИ появляется информация:

*« *Главное меню* »
« -Режим регистрации- »*

при этом необходимо нажать клавишу «ПУСК», после чего на БЦИ появляется информация:

*« -Режим регистрации- »
« < Автоматический > »
« Ручной »*

если установлен режим «Автоматической регистрации» или:

*« -Режим регистрации- »
« Автоматический »
«< Ручной > »*

если ранее был установлен режим «Ручной регистрации».

При необходимости изменить режим работы регистратора нажатием клавиши «Настр.1» устанавливают необходимый режим, после чего необходимо нажать клавишу «ПУСК» и на БЦИ появляется информация:

*« *Главное меню* »
« Выберите функцию »*

Далее прибор готов выполнить любую другую функцию главного меню.

3. Клавиша «Звук» служит для включения (выключения) звуковой сигнализации регистратора. После нажатия на эту клавишу на БЦИ появляется информация:

*« *Главное меню* »
« - Звук - »*

при этом необходимо нажать клавишу «ПУСК», после чего на БЦИ появляется информация:

« - Звук - »
« Включен »

если разрешена работа звуковой сигнализации или:

« - Звук - »
« Выключен »

если ранее была запрещена работа звуковой сигнализации.

Если же необходимо изменить режим звуковой сигнализации, то нажатием клавиши «Звук» устанавливают необходимый режим, который индицируется нижней строкой БЦИ, после чего необходимо нажать клавишу «ПУСК» и на БЦИ появляется информация:

« *Главное меню* »
« Выберите функцию »

4. Клавиша «Давл.» используется для индикации барометрического давления. После нажатия на эту клавишу на БЦИ появляется информация:

« *Главное меню* »
« - Давление - »

при этом необходимо нажать клавишу «ПУСК», после чего на БЦИ появляется информация:

« - Давление - »
« P= XXX.X кПа »

где XXX.X – барометрическое давление в кПа.

Для выхода в главное меню нажать клавишу «СТОП».

5. Клавиша «t°C» используется для индикации текущей температуры датчика ТСП. После нажатия на эту клавишу на БЦИ появляется информация:

« *Главное меню* »
« - Температура - »

при этом необходимо нажать клавишу «ПУСК», после чего на БЦИ появляется информация:

« - Температура - »
« t= XXX.X °C »

где XXX.X – текущая температуры датчика ТСП в градусах Цельсия.

Для выхода в главное меню нажать клавишу «СТОП».

6. Клавиша «Ускор.» устанавливает режим ускоренного определения температуры вспышки неизвестного нефтепродукта (в случае отсутствия паспортных

данных на нефтепродукт). После нажатия на эту клавишу на БЦИ появляется информация:

« **Главное меню** »
« *-Ускоренный режим-* »

при этом необходимо нажать клавишу «ПУСК», предварительно выполнив процедуру подготовки к работе согласно раздела II данного паспорта. Для прекращения работы регистратора в ускоренном режиме и выхода в главное меню необходимо нажать клавишу «СТОП». После нажатия на эту клавишу на БЦИ появляется информация:

« **Главное меню** »
« *Выберите функцию* »

Далее регистратор готов выполнить любую другую функцию главного меню.

7. Клавиша «ISO2719A» - устанавливает режим определения температуры вспышки согласно требованиям СТБ ИСО 2719-2002 метод А (ISO2719). Предварительно необходимо выполнить процедуру подготовки к работе согласно инструкции по эксплуатации (паспорта). После нажатия на эту клавишу на БЦИ появляется информация:

« **Главное меню** »
« *- ISO 2719 метод А -* »

при этом необходимо нажать клавишу «ПУСК», после чего на БЦИ появляется информация:

« *- ISO 2719 метод А -* »
« *Ввести темп. вспышки* »
« *t = 000 °C* »

Далее необходимо ввести с клавиатуры предполагаемое значение температуры вспышки и нажать клавишу «ПУСК», после чего на БЦИ появляется информация:

« *- ISO 2719 метод А -* »
« *t = XXX °C Авт. рег.* »
« *t = AAA.A °C* »
« *P = 22%* »

В первой строке указан режим, в котором проводится опыт. Во второй строке указана предполагаемая температура вспышки ($t = XXX^{\circ}\text{C}$) и режим регистрации (по умолчанию установлен автоматический режим регистрации). В третьей строке отображается текущая температура исследуемого образца ($t = AAA.A^{\circ}\text{C}$). В четвертой строке отображается значение мощности в процентах, подаваемое на нагреватель.

Для прекращения работы в данном режиме и выхода в главное меню необходимо нажать клавишу «СТОП».

8. Клавиша «ISO2719B» - устанавливает режим определения температуры вспышки согласно требованиям СТБ ИСО 2719-2002 метод В (ISO2719).

Предварительно необходимо выполнить процедуру подготовки к работе согласно инструкции по эксплуатации (паспорта). Дальнейшие действия аналогичны пункту 7 данного приложения.

9. Клавиша «ГОСТ 6356» - устанавливает режим определения температуры вспышки согласно требованиям ГОСТ 6356-75. Предварительно необходимо выполнить процедуру подготовки к работе согласно инструкции по эксплуатации (паспорта). Дальнейшие действия аналогичны пункту 7 данного приложения.

10. Клавиша «ГОСТ 9287» - устанавливает режим определения температуры вспышки согласно требованиям ГОСТ 9287-59. Предварительно необходимо выполнить процедуру подготовки к работе согласно инструкции по эксплуатации (паспорта). Дальнейшие действия аналогичны пункту 7 данного приложения.

ПРИЛОЖЕНИЕ Б

Форма протокола поверки (рекомендуемая) для регистратора «Вспышка-АЗТ»

Протокол № _____

Регистратор автоматической температуры вспышки нефтепродуктов «ВСПЫШКА-АЗТ»
№ _____

Изготовитель _____

Дата поверки _____

Прибор принадлежит _____

- 1 Внешний осмотр и установление комплектности
- 2 Опробование
- 3 Условия поверки: температура окружающего воздуха _____ °С
относительная влажность _____ %
атмосферное давление _____ кПа.

4 Определение допускаемой абсолютной погрешности и сходимости измерений температуры вспышки нефтепродуктов в закрытом тигле.

Температура вспышки _____ на приборе для определения
(нефтепродукт)

температуры вспышки нефтепродуктов ТВЗ ($\Delta = \pm 0,5 \text{ } ^\circ\text{C}$) равна _____ °С

Регистратор № _____

Нефтепродукт _____

Стандартный образец _____

Температура вспышки _____

(свидетельство на стандартный образец)

Результаты поверки:

Таблица В.1 - Определение допускаемой абсолютной погрешности и сходимости измерений температуры вспышки нефтепродукта _____ и растительного масла _____ на испытываемом приборе

№ испытания	Температура вспышки по цифровому табло измерителя температуры регистратора $T_{\text{изм}}$ (°С)	Расхождение между отдельными измерениями (сходимость), $\sigma_{\text{из}}$ (°С)	Атмосферное давление во время вспышки, P , (кПа.)	Поправка к температуре на давление, $\Delta T_{\text{из}}$ (°С)	Значение температуры вспышки, приведенное к нормальному атмосферному давлению, $T_{\text{н}}$ (°С)	Абсолютная погрешность определения температуры вспышки, Δ
1						
2						
3						

Абсолютная погрешность определения температуры вспышки:

$$\Delta_{\text{из}} = \text{_____} \text{ } ^\circ\text{C}$$

Сходимость,

$$\sigma_{\text{из}} = \text{_____} \text{ } ^\circ\text{C}$$

Заключение

выписано свидетельство № _____

Подпись госповерителя _____