

АО БСКБ «Нефтехимавтоматика»

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

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

1 Объект аттестации

- 1.1 Данный документ распространяется на аппараты для ускоренного определения температур кристаллизации и замерзания *ЛинтеЛ*[®] 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 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 отклонения результатов испытания от аттестованных значений ГСО	9.5.1	Да	Да	Да
Проверка повторяемости	9.5.2	Да	Да	Да
Идентификация программного обеспечения	9.6	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, мм рт.ст.: от 680 до 800.
- 4.1.2 Параметры питания:
- 1) напряжение, В: от 187 до 253;
 - 2) частота переменного тока, Гц: от 49 до 51.

4.1.3 Для повышения эффективности охлаждения аппаратом пробы, а также повышения экологичности путём исключения потребности в проточной воде, предусмотрена возможность его подключения к криостату¹ 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. Расход – не менее 2л/мин.

Таблица 2 – Зависимость нижней температурной границы определения кристаллизации от температуры теплоносителя

Параметр	Единицы измерения	Значение		
		-80	-70	-60
Нижний предел температуры в ячейке блока охлаждения	°С	-80	-70	-60
Тип теплоносителя	-	спирт	вода	
Температура теплоносителя	°С	-15	+5	+20

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

4.1.5 Допускается проводить проверку параметров повторяемости и отклонения от аттестованного значения ГСО только для тех методов испытания и температурных диапазонов, которые используются при эксплуатации данного аппарата.

4.1.6 Для работы аппарата необходимо наличие проточной воды или криостата (см. таблицу 2).

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) 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.

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

6 Материально-техническое и метрологическое обеспечение аттестации

6.1 В качестве контрольных образцов использовать ГСО (государственный стандартный образец).

6.2 Рекомендованные ГСО:

¹ Рекомендуется подключить аппарат к термокриостату *ЛинтеЛ*[®] ТКС-20

1. ГСО 8412-2003 (01000-860-51) производства РАС (методы ГОСТ 5066 А, ГОСТ Р 53706, ISO 3013, ASTM D2386) или аналог: ГСО 12160-2023 ТЗК-ПА производства ООО «ПЕТРОАНАЛИТИКА».
 2. ГСО 10591-2015 (ТНК-ПА) производства ООО «ПЕТРОАНАЛИТИКА» (метод ГОСТ 5066 Б);
- 6.3 Ввиду отсутствия зарегистрированного ГСО для метода ГОСТ 18995.5, выполнить только проверку отклонения результатов на продукте, испытываемом при эксплуатации аппарата на месте установки.

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 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.
- 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
Повторяемость	Согласно ГОСТ 5066, ГОСТ Р 53706, ISO 3013, ASTM D2386	Расхождение результатов не должно превышать допустимого значения, указанного в стандарте на метод испытания.
Проверка отклонения результатов испытания от аттестованных значений ГСО	$CD = \frac{1}{\sqrt{2}} \cdot \sqrt{R^2 - \frac{r^2 \cdot (n-1)}{n}}$ $(X - Y) \leq CD$	R – предел воспроизводимости метода; r – предел повторяемости метода; n – количество испытаний; X – результат испытания ГСО на аппарате; Y – аттестованное значение ГСО;

Примечание

Допустимое отклонение единичного результата испытания от аттестованного значения

ГСО (критическая разность) $CD = \frac{1}{\sqrt{2}} \cdot \sqrt{R^2 - \frac{r^2 \cdot (n-1)}{n}}$ соответствует требованиям ГОСТ Р ИСО

5725-6-2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике» и приведено в паспортах ГСО.

9 Порядок проведения аттестации

- 9.1 Условия проведения аттестации
Выполнить требования п. 4.1.
- 9.2 Экспертиза эксплуатационной документации

- 9.2.1 Перечень представляемой эксплуатационной документации (с учётом требований п.4.1.5):
- 1) ГОСТ 5066 – «Межгосударственный стандарт. Топлива Моторные. Методы определения температур помутнения, начала кристаллизации и замерзания»;
 - 2) ГОСТ 53706 – «Топлива авиационные. Метод определения температуры замерзания»;
 - 3) ГОСТ 18995.5 – «Продукты химические органические. Методы определения температуры кристаллизации»;
 - 4) ISO 3013 – «Petroleum products — Determination of the freezing point of aviation fuels»;
 - 5) ASTM D2386 – «Standard Test Method for Freezing Point of Aviation Fuels»;
 - 6) Аппарат автоматический для ускоренного определения температур кристаллизации и замерзания Кристалл-20Э. Паспорт АИФ 2.772.020 ПС;
 - 7) Аппарат автоматический для определения температур кристаллизации и замерзания Кристалл-20Э. Руководство по эксплуатации АИФ 2.772.020 РЭ;
 - 8) Паспорта и инструкции по применению используемых ГСО.
- 9.2.2 При экспертизе устанавливается соответствие приведённых в паспорте на изделие технических характеристик требованиям стандартов на методы испытания. Проверяется наличие в руководстве по эксплуатации описания ошибок, процедуры технического обслуживания.
- 9.2.3 Подтверждается, исходя из паспортов ГСО, соответствие характеристик ГСО методам и диапазонам температур при испытании.

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.

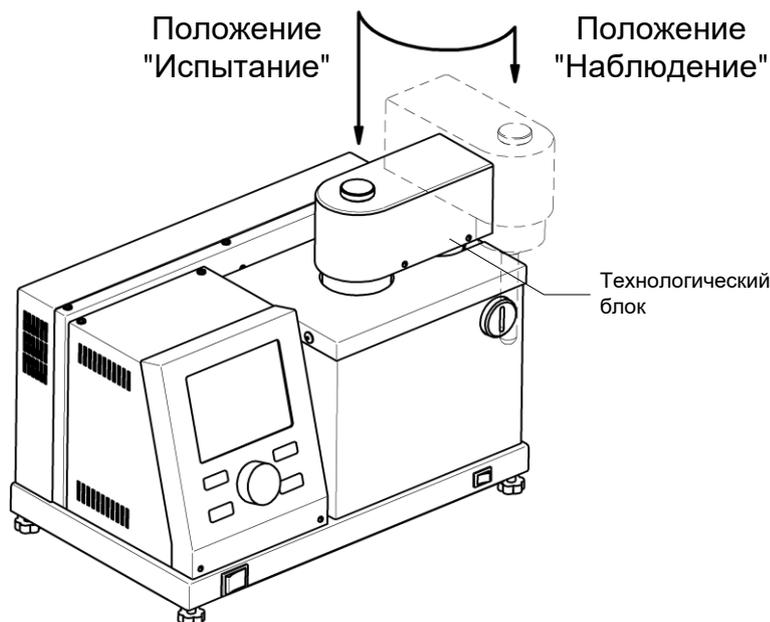


Рисунок 1 – Установка пробирки

9.4.8 Подключить к аппарату теплоноситель (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, °C» 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

Примечание

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

9.5.1 Проверка отклонения результатов испытания от аттестованных значений ГСО

Проверка выполняется на ГСО в режиме «автомат». Провести одно испытание выбранного ГСО.

Рассчитать допустимые отклонения результатов испытания от аттестованных значений ГСО (критические разности) по формуле

$$CD = \frac{1}{\sqrt{2}} \cdot \sqrt{R^2 - \frac{r^2 \cdot (n-1)}{n}}, \text{ где}$$

R – предел воспроизводимости метода;

r – предел повторяемости метода;

n – количество испытаний (n = 1 в данном случае).

Для испытаний должно выполняться условие

$$(X - Y) \leq CD, \text{ где}$$

X – результат испытания ГСО на аппарате;

Y – аттестованное значение ГСО;

CD - допустимое отклонение результатов испытания от аттестованного значения ГСО.

При невыполнении условия, провести проверку с помощью другого ГСО. В случае повторного несоответствия провести калибровку датчика температуры по ГСО (руководство по эксплуатации п. 5.7. АИФ 2.772.020 РЭ) и заново провести проверку. Если несоответствие не устранено, аппарат считается не прошедшим аттестацию.

Результаты испытаний занести в таблицы А.1-А.3 (ПРИЛОЖЕНИЕ А).

Аппарат считается прошедшим аттестацию, если отклонение результатов от аттестованного значения ГСО не превышает значение критической разности CD.

9.5.2 Проверка повторяемости

Проверка повторяемости выполняется на образце, удовлетворяющем следующим требованиям:

- 1) $t^{\circ}нк$ образца соответствует продуктам, которые будут испытываться на аппарате после аттестации;
- 2) $t^{\circ}нк$ образца остаётся стабильной в течение времени, необходимого для двух или четырех(в зависимости от стандарта) последовательных испытаний;
- 3) при кристаллизации образца происходит повышение температуры пробы (если после аттестации будут выполняться испытания согласно ГОСТ 18995.5);
- 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).

Выполнить 2 последовательных испытания согласно настоящей методики испытаний по ГОСТ 5066(А), ГОСТ Р 53706, ISO 3013, ГОСТ 18995.5, ASTM D2386 или 4 последовательных испытания по ГОСТ 5066(Б). Условия испытания задать в соответствии с требованиями стандарта на метод испытания (см. п. 4.4 РЭ).

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

Результаты испытаний заносить в таблицы А1-А3 (ПРИЛОЖЕНИЕ А). Таблицы, соответствующие неиспользуемым методам, не заполняются.

Аппарат считается прошедшим аттестацию, если расхождение результатов не превышает предел повторяемости, указанный в стандарте на метод испытания.

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 вторичных метрологических характеристик согласно ГОСТ 5066 А, ISO 3013

Параметр	Результат определения	
	1	2
Испыываемый продукт: _____		
t _{нк} , °С		
Повторяемость, °С		
t _з , °С		
Повторяемость, °С		
Предел повторяемости согласно методу, °С		
Испыываемый стандартный образец: _____		
t _з , °С		
Аттестованное значение ГСО (t _з), °С		
Допустимое отклонение, °С		
Отклонение между результатом и аттестованным значением ГСО, °С		

Таблица А.2 – Проверка вторичных метрологических характеристик согласно ГОСТ 5066 Б

Параметр	Результат определения			
	1	2	3	4
Испыываемый продукт: _____				
t _{нк} , °С				
Результат испытания, °С				
Повторяемость, °С				
Предел повторяемости согласно методу, °С				
Испыываемый стандартный образец: _____				
t _{нк} , °С				
Аттестованное значение ГСО, °С				
Допустимое отклонение, °С				
Максимальное отклонение между результатом и аттестованным значением ГСО, °С				

Таблица А.3 – Проверка вторичных метрологических характеристик согласно ГОСТ Р 53706, ASTM D2386

Параметр	Результат определения	
	1	2
Испыываемый продукт: _____		
t _з , °С		
Повторяемость, °С		
Предел повторяемости согласно методу, °С		
Испыываемый стандартный образец: _____		
t _з , °С		
Аттестованное значение ГСО, °С		
Допустимое отклонение, °С		
Отклонение между результатом и аттестованным значением ГСО, °С		

Таблица А.4 – Проверка вторичных метрологических характеристик согласно ГОСТ 18995.5

Параметр	Результат определения
----------	-----------------------

	1	2
Испытываемый продукт: _____		
Температура кристаллизации, полученная на аппарате (результат определения), °С		
Расхождение результатов определения, °С		
Допускаемое расхождение результатов определения, °С	1	