



УТВЕРЖДАЮ
Директор
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

А.Н. Пронин

М.п. «10» декабря 2019 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

Анализаторы серы в нефти рентгено-абсорбционные поточные
СПЕКТРОСКАН IS
Методика поверки
МП-242-2050-2019

Заместитель руководителя отдела
Госэталонов в области физико-химических
измерений
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

А.В. Колобова

Старший научный сотрудник
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

М.А. Мешалкин

Оглавление

Введение	3
1 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ	3
2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ.....	3
3 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ И ПОДГОТОВКА К НЕЙ	5
4 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ	6
5 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЕЙ	6
6 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ	6
6.1 Внешний осмотр	6
6.2 Опробование	6
6.3 Подтверждение соответствия ПО	7
6.4 Определение метрологических характеристик анализатора с выводом из технологической линии.....	7
6.5 Определение метрологических характеристик анализатора без вывода из технологической линии.....	11
7 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ	12
Приложение А. Промывка проточной кюветы, заливка стандартного образца.....	13
Приложение Б. Измерение плотности ГСО массовой доли серы, используемых для поверки анализатора.	15

Введение

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы серы в нефти рентгено-абсорбционные поточные СПЕКТРОСКАН IS производства ООО «НПО «СПЕКТРОН», (Россия, Санкт-Петербург) (далее – анализаторы) и устанавливает методы и средства их первичной (при вводе в эксплуатацию и после ремонта) и периодической поверок.

1 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

1.1 При проведении поверки выполняют операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1

№п/п	Наименование операции	Номер пункта методики	Обязательность проведения	
			При первичной поверке	При периодической поверке
1	Внешний осмотр	6.1	+	+
2	Опробование	6.2	+	+
3	Подтверждение соответствия ПО	6.3	+	+
4	Определение метрологических характеристик при выводе анализатора из технологической линии	6.4	+	+
5	Определение метрологических характеристик без вывода анализатора из технологической линии	6.5	-	+

1.2 Если при проведении любой из операций поверки получен отрицательный результат, поверку прекращают, анализатор признают не прошедшим поверку.

1.3 На основании письменного заявления владельца анализатора допускается проводить поверку на меньшем числе поддиапазонов измерений (из числа поддиапазонов, указанных в описании типа) с обязательным указанием в свидетельстве о поверке информации об объеме проведенной поверки.

2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1 Комплект для поверки анализатора при выводе из технологической линии

Таблица 2 – Основные средства поверки

№ п/п	№ стандартного образца	Аттестованная характеристика ГСО	Интервал допускаемых аттестованных значений	Границы допускаемых значений относительной погрешности, при P = 0,95, %
1	ГСО 9406-2009	Массовая доля серы, %	от 0,054 до 0,066	± 2
2	ГСО 9410-2009		от 0,90 до 1,10	± 2
3	ГСО 9411-2009		от 1,35 до 1,65	± 2
4	ГСО 9416-2009		от 4,5 до 5,5	± 2

2.2 Поверка анализатора в поддиапазоне измерений массовой доли серы от 0,04 до 1,0% проводится по ГСО 9406 и ГСО 9410, в поддиапазоне св. 1,0 до 6,0 % - по ГСО 9411 и ГСО 9416.

2.3 При проведении поверки во всем диапазоне измерений анализатора, поверку проводят по двум СО с аттестованными значениями массовой доли серы, находящимися на верхней и нижней границах диапазона измерений (ГСО 9406 и ГСО 9416).

Таблица 3 – Вспомогательные средства поверки

№ п/п	Наименование и обозначение средств поверки	Рег. номер в ФИФ, ТУ, ГОСТ, метрологические характеристики	Наличие свидетельства о поверке
1	Термометр для испытаний нефтепродуктов ТН-3 исп. 1	Регистрационный номер в ФИФ 301-04, ТУ 92-887.019-90	+
2	Цилиндр для ареометров	1 50/415 ГОСТ 18481-81 (1 45/520 ГОСТ 18481-81)	-
3	Набор ареометров АН, АНТ-1	Регистрационный номер в ФИФ 69568-17	+
4	Анализаторы плотности DMA	Регистрационный номер в ФИФ 39787-08. Погрешность измерения плотности не более 0,0005 г/см ³ .	+
5	Жидкость для промывки кюветы (5 л)	Нефрас-С2-80/120 (Бензин «Калоша») ТУ 38.401-67-108-92 или Тoluол ГОСТ 5789-78	-
6	Приспособление для заливки промывочной жидкости и образцов ГСО в проточную кювету	РА17.720.000	-
7	Термостат жидкостной циркуляционный, суховоздушный или твердотельный	Диапазон регулировки температуры от 10 до 50°С	-
8	Термос, 750-1000 мл	ГОСТ Р 51968	-

2.4 Комплект для поверки анализатора без вывода из технологической линии

Таблица 4 – Основные средства поверки

№ стандартного образца	Аттестованная характеристика ГСО	Интервал допускаемых аттестованных значений	Границы допускаемых значений относительной погрешности, при P = 0,95, %
ГСО 9406-2009	Массовая доля серы, %	от 0,054 до 0,066	± 2
ГСО 9409-2009		от 0,45 до 0,55	± 2
ГСО 9410-2009		от 0,90 до 1,10	± 2
ГСО 9411-2009		от 1,35 до 1,65	± 2
ГСО 9412-2009		от 1,80 до 2,20	± 2
ГСО 9414-2009		от 2,7 до 3,3	± 2
ГСО 9416-2009		от 4,5 до 5,5	± 2

Таблица 5 – Вспомогательные средства поверки

№ п/п	Наименование и обозначение средств поверки	Рег. номер в ФИФ, ГОСТ	Наличие свидетельства о поверке
1	Анализатор рентгенофлуоресцентный энергодисперсионный серы в нефти и нефтепродуктах «СПЕКТРОСКАН S»	Регистрационный номер в ФИФ №26465-05	+
2	Стеклянная бутылка, 1 л	БТ-4-1000 по ГОСТ Р 51640-2000	-

2.5 Вспомогательные средства поверки для контроля условий поверки

Таблица 6 - Вспомогательные средства поверки для контроля условий поверки

№ п/п	Наименование и обозначение средств поверки	Рег. номер в ФИФ	Наличие свидетельства о поверке
1	Термогигрометр электронный или гигрометр психрометрический	Регистрационные номера в ФИФ 22129-09; 69566-17	+
2	Барометр цифровой (электронный) или барометр-анероид	Регистрационные номера в ФИФ 76583-19; 5738-76	+

Примечания:

- Допускается применение аналогичных средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемых анализаторов и условий проведения поверки с требуемой точностью.
- Средства поверки, которые должны иметь действующие свидетельства о поверке, указаны в таблицах 3, 5 и 6. ГСО должны иметь действующие паспорта.
- Необходимый объем каждого ГСО для проведения поверки составляет 0,5 л. Допускается использование ГСО любой фасовки при условии принадлежности их к одной партии.

3 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ И ПОДГОТОВКА К НЕЙ

3.1 При проведении поверки должны соблюдаться следующие условия:

Таблица 7 - Условия поверки

Температура окружающей среды, °С	От 15 до 30
Относительная влажность, %	до 80
Атмосферное давление, кПа	От 84 до 106

3.2 Подготовка анализатора к поверке, заземление, включение анализатора, запуск измерений осуществляется в соответствии с Руководством по эксплуатации (см. п. «Подготовка анализатора к работе»).

3.3 Перед проведением поверки анализатор должен быть прогрет и работать в режиме непрерывных измерений не менее 24 часов.

3.4 Не допускается остановка измерений поверяемого анализатора во время проведения поверки.

3.5 В случае возможности вывода анализатора СПЕКТРОСКАН IS из технологической линии контроля нефти, для поверки по стандартным образцам, измерить плотность ГСО, используемых для поверки, согласно приложению Б.

3.6 Процедура промывки кюветы и заливки в нее образца описана в Приложении А настоящей методики.

3.7 Каждое нажатие кнопок управления “1”, “2”, “3” и “4” на блоке измерительном необходимо производить с удержанием их в нажатом состоянии не менее 0,25 с.

3.8 Для измерений плотности стандартных образцов (по п. 6.4.5) и измерений, проводимых с помощью лабораторного анализатора (п. 6.5.3), должно быть оборудовано рабочее место поверителя с подводом электрического питания и рабочим столом, площадь которого позволяет использовать основные и вспомогательные средства поверки согласно условиям их эксплуатации.

4 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

4.1 Требования безопасности изложены в Руководстве по эксплуатации (см. п. «Требования безопасности»).

5 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЕЙ

К проведению измерений по поверке допускаются лица:

- имеющие действующее удостоверение и клеймо поверителя;
- имеющие опыт работы с промышленными анализаторами нефти и нефтепродуктов;
- имеющие опыт работы по измерению плотности нефтепродуктов;
- изучившие Руководство по эксплуатации анализатора СПЕКТРОСКАН IS и настоящую методику.

6 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

Поверка проводится на анализаторе, подготовленном к поверке по п. 3.

6.1 Внешний осмотр

6.1.1 При внешнем осмотре должно быть установлено соответствие анализатора следующим требованиям:

- наличие эксплуатационной документации;
- соответствие комплектности анализатора паспорту (см. п. «Комплектность» паспорта);
- отсутствие механических повреждений, нарушающих целостность оборудования, и значимых дефектов покрытия узлов анализатора;
- наличие маркировочной таблички со знаком утверждения типа СИ;
- чёткость надписей и обозначений на анализаторе.

6.1.2 Анализатор считается выдержавшими внешний осмотр, если выполнены перечисленные выше требования.

6.2 Опробование

6.2.1 При опробовании должна быть выполнена проверка общего функционирования анализатора:

- проверить световую индикацию на лицевой панели анализатора (должна гореть лампа «Питание», а при запуске измерений – лампа «Рентген»);
- проверить отсутствие сообщений о предупреждениях и отказах (см. рисунок 1);

И З М Е Р Е Н		Главное меню СПЕКТРОСКАН IS		11.06.2019 11:22:45		О П Е Р А Т И В Н О Е М Е Н Ю
		Статус Режим		Зав. №: 140046		
✓		Отсеч. узлы: Открыты Авто		Версия ПО ПЛК: 1.75		
✓		ВИП - 2: Готов 822 В		Версия ПО панели: 1.45		
✓		Дискрим.: Готов		Параметры		
✓		ВИП - 40: Готов 27.0 кВ 40 мкА		Продукт: OIL1		
		Температура		Экспозиция: 100 с		
✓		оболочка: -15 ... 19.3 ... 45		Состояние		
✓		внутр. воздух: -15 ... 25.4 ... 42		Измерения		
✓		кювета: -10 ... 23.1 ... 45		Предупреждение: 0		
✓		трубка: -15 ... 26.0 ... 45		Отказ: 0		
✓		ВИП - 40: -15 ... 34.7 ... 50				
✓		Вентилятор 1: 1468 об./мин				
✓		Вентилятор 2: 1360 об./мин				
Р Е Д А К Т						

Рисунок 1 - Вид окна «Главного меню» при положительном результате проверки работоспособности

- проверить работоспособность Панели оператора и всех внутренних узлов (в главном окне меню напротив наименования всех узлов и параметров должны стоять зеленые галочки, см. рисунок 1);

- при наличии автоматических отсечных узлов перевести анализатор в ручной режим управления отсечными узлами и опробовать их открытие/закрытие (см. Руководство по эксплуатации, п. «Управление отсечными узлами»), узлы должны открываться и закрываться согласно положению переключателей;

Примечание

При наличии ручных отсечных узлов опробовать их открытие и закрытие вручную.

- проверить работоспособность 4-х кнопок панели управления (см. Руководство по эксплуатации, п. «Меню интерфейса пользователя»). Окна меню панели оператора должны меняться согласно функциональному назначению, указанному на панели оператора.

6.3 Подтверждение соответствия ПО

Проверить соответствие серийного номера анализатора паспортным данным и версию программного обеспечения панели оператора и контроллера (ПЛК) (см. рисунок 1).

Версия ПО панели оператора должна быть не ниже 1.45, версия ПО ПЛК - не ниже 1.75.

6.4 Определение метрологических характеристик анализатора с выводом из технологической линии

6.4.1 При возможности вывода анализатора СПЕКТРОСКАН IS из технологической линии контроля нефти, провести поверку по стандартным образцам массовой доли серы.

6.4.2 Поверку проводят не менее чем по двум СО в поверяемом поддиапазоне измерений так, чтобы аттестованные значения массовой доли серы в СО находились на верхней и нижней границе поверяемого поддиапазона измерений.

6.4.3 Закрывать внешние краны, отсекающие анализатор от гидравлической сети на входе и на выходе (внешние краны не входят в состав анализатора, а принадлежат гидравлической обвязке блок-бокса, в котором установлен анализатор).

6.4.4 Зайти в пункт меню «Сервис» -> «Поверка» (см. рисунок 2).

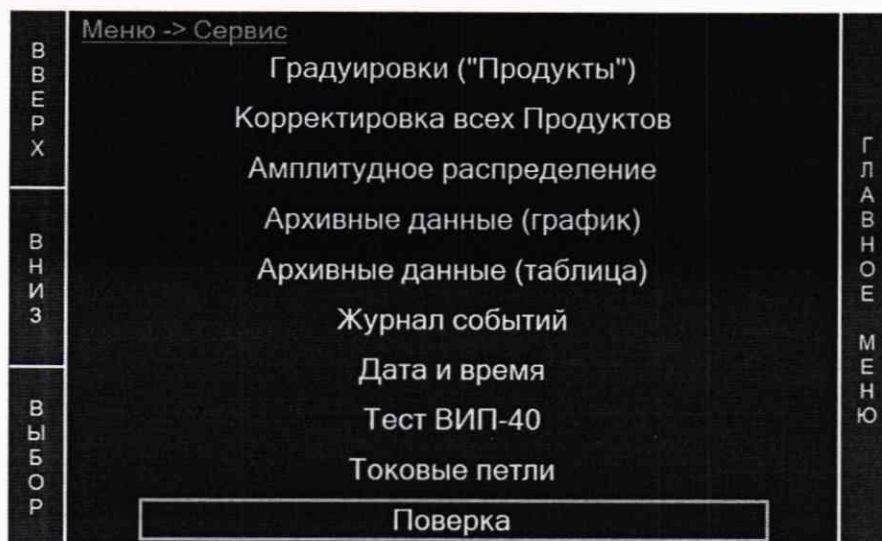


Рисунок 2 - Вид окна «Сервис».

Откроется окно «Настройки поверки» (см. рисунок 3).

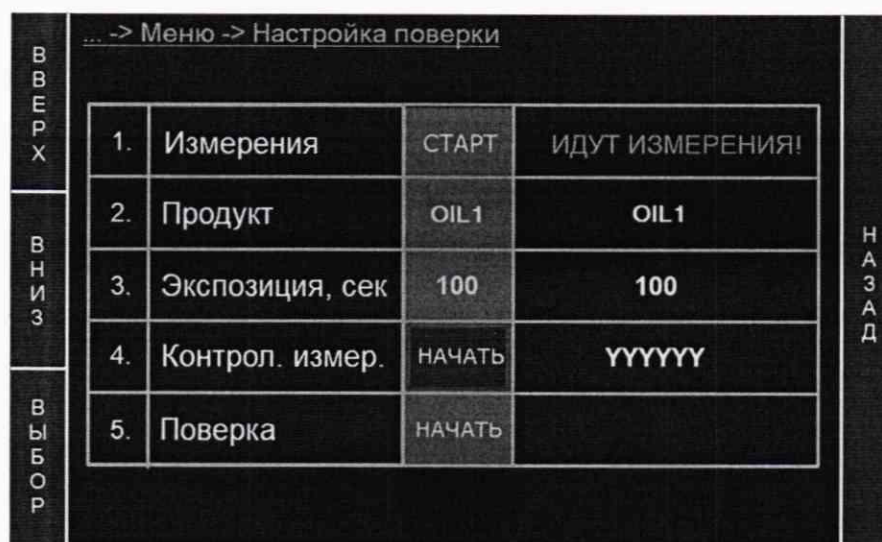


Рисунок 3 - Вид окна «Настройки поверки».

Используя функции контекстно зависимых кнопок, последовательно:

- выбрать заводскую градуировочную характеристику "OIL1", (см. рисунок 3);
- установить экспозицию 100 секунд;
- нажать на кнопку «Контрольное измерение - НАЧАТЬ». Откроется окно «Промывка» (см. рисунок 4);

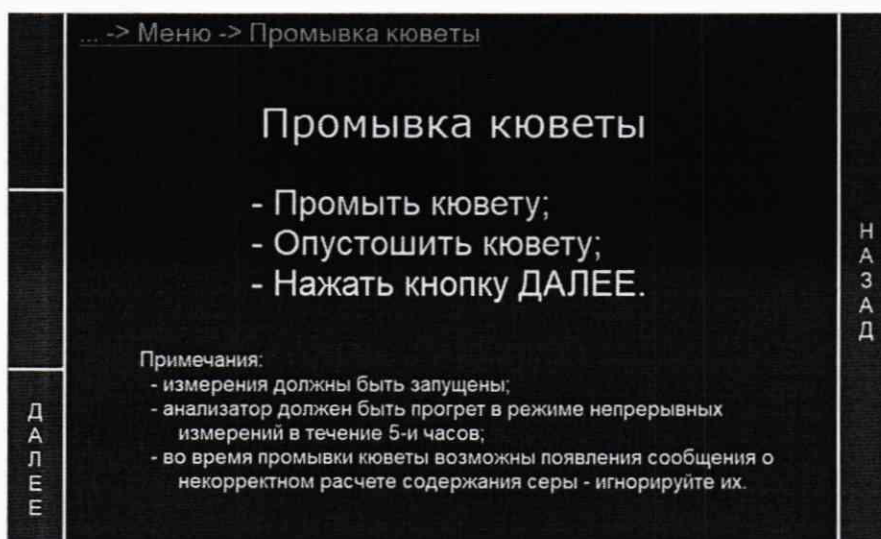


Рисунок 4 - Вид окна «Промывка кюветы».

- через дренажные краны (см. рисунок Приложения А) промыть кювету многократной заливкой в нее и сливом чистой промывочной жидкости;
- слить из анализатора промывочную жидкость через дренажный кран №3;
- нажать кнопку «ДАЛЕЕ» (см. рисунок 4);
- откроется окно «Контрольное измерение» на пустой кювете (см. рисунок 5);

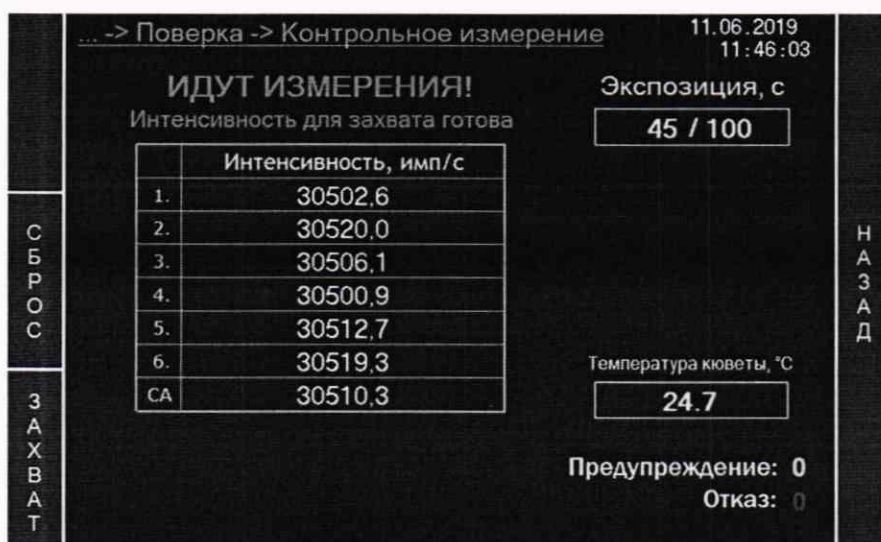


Рисунок 5 - Вид окна «Контрольное измерение».

- дождаться заполнения таблицы в окне измерений (см. рисунок 5) и нажать кнопку «ЗАХВАТ». На панели оператора отобразится окно «Настройки поверки» (см. рисунок 3);

Примечание

Контрольное измерение на пустой кювете производится для компенсации долговременного дрейфа интенсивности рентгеновской трубки за весь предыдущий период работы анализатора.

- 6.4.5 В окне «Настройки поверки» (см. рисунок 3) нажать на кнопку «Поверка - НАЧАТЬ». Откроется окно «Ввод параметров СО» (см. рисунок 6);

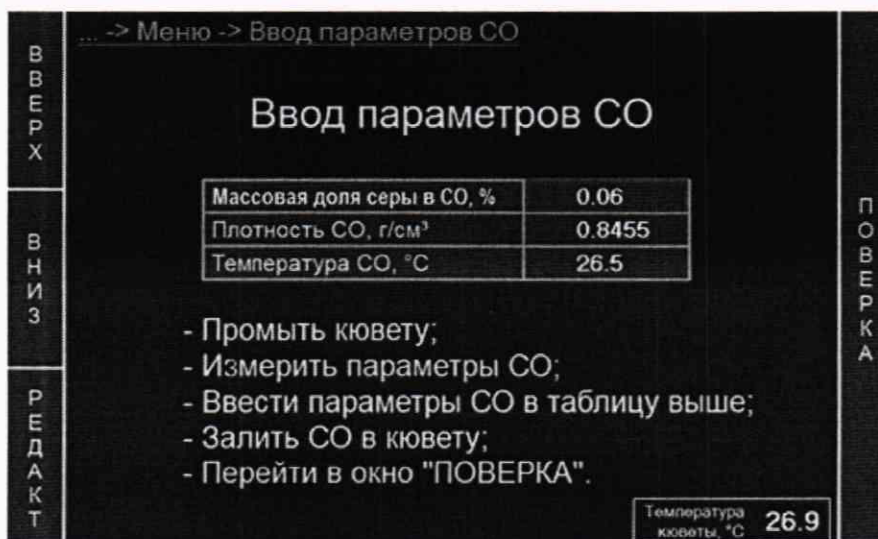


Рисунок 6 - Вид окна «Ввод параметров СО».

- ввести в таблицу окна «Ввод параметров СО» характеристики СО: массовую долю серы, плотность и температуру, при которой измерялась его плотность (полученные по приложению Б);

Примечание

Ввод в программу паспортного значения массовой доли серы в СО носит исключительно информационный характер и служит только для идентификации используемого в данный момент стандартного образца.

- если в кювете присутствуют остатки СО от предыдущей заливки, промыть ее многократной заливкой в нее чистой промывочной жидкости;
- залить СО в кювету (см. Приложение А);
- нажать на кнопку «ПОВЕРКА». Откроется окно «Поверка» (см. рисунок 7);



Рисунок 7 - Вид окна «Поверка».

- зафиксировать результаты 6-ти последовательных измерений массовой доли серы в анализируемом СО (C_{ji}^{CO}), отображаемых в таблице окна «Поверка»;
- выйти из окна «Поверка», нажав кнопку «Назад» (см. рисунок 7);
- слить из кюветы СО через дренажный кран.

Последовательно провести измерения массовой доли серы во всех СО, используемых для поверки, повторяя п. 6.4.5

6.4.6 Зафиксировать значение максимального отклонения измеренной массовой доли серы от аттестованного значения СО $|C_{ji}^{CO} - C_j^{CO}|_{max}$.

Значение максимального отклонения для каждого СО не должно превышать пределов допускаемой абсолютной погрешности δ , вычисленных по формулам:

в диапазоне от 0,04 до 1,0 %

$$\delta = \pm(0,022 + 0,018 \cdot C_j^{CO}); \quad (1)$$

в диапазоне от 1,0 до 6,0 %

$$\delta = \pm 0,04 \cdot C_j^{CO} \quad (2)$$

где C_j^{CO} - аттестованное значение массовой доли серы в j -м СО.

6.5 Определение метрологических характеристик анализатора без вывода из технологической линии

6.5.1 При отсутствии возможности вывода анализатора СПЕКТРОСКАН IS из технологической линии контроля нефти, поверку проводят методом сравнения, с использованием комплекта для поверки, указанного в п. 2.4.

6.5.2 Для проведения поверки без вывода анализатора из технологической линии на поверяемом анализаторе последовательно:

- установить экспозицию измерения 100 с;
- перейти в окно меню «Измерения» (см. рисунок 8);
- провести шесть последовательных измерений массовой доли серы в потоке нефти ($C_{прj}^п$), согласно его эксплуатационной документации и зафиксировать результаты измерений;
- перевести анализатор в ручной режим работы и перекрыть краны, отсекающие анализатор от гидравлической сети на входе и на выходе;
- отобрать пробу нефти через дренажный кран №3 (см. Приложение А). При этом первые 0,5 л сливаемой нефти не отбирают. В качестве рабочей пробы, в чистую сухую стеклянную бутылку, отобрать последующие 0,5 л нефти.



Рисунок 8 - Вид окна «Измерения».

6.5.3 В отобранной рабочей пробе нефти измерить массовую долю серы, используя метод сравнения со стандартными образцами с аттестованными значениями массовой доли серы и лабораторный рентгенофлуоресцентный анализатор серы. Для этого последовательно:

- из комплекта СО (см. таблицу 4), выбрать два СО с аттестованными значениями массовой доли серы, наиболее близкими к результатам измерения массовой доли серы в рабочей пробе нефти на поверяемом анализаторе;

- измерить интенсивность аналитического сигнала (имп/с), с вычитанием фона на линии серы, в двух выбранных СО (I_{ji}^{CO}) и рабочей пробе нефти (I_i^{PP}) на лабораторном анализаторе;

- измерения каждого СО и рабочей пробы выполнить по два раза, каждый раз заново заполняя кювету;

- полученные интенсивности усреднить ($\bar{I}^{PP} = (I_1^{PP} + I_2^{PP})/2$, $\bar{I}_j^{CO} = (I_{j1}^{CO} + I_{j2}^{CO})/2$);

- рассчитать значение массовой доли серы в рабочей пробе нефти (C_{PP}^{LAB}), методом сравнения со стандартными образцами на лабораторном рентгенофлуоресцентном анализаторе серы, по формуле:

$$C_{PP}^{LAB} = \frac{C_1^{CO} \cdot C_2^{CO} \cdot (\bar{I}_1^{CO} - \bar{I}_2^{CO}) \cdot \bar{I}^{PP}}{C_1^{CO} \cdot \bar{I}_2^{CO} \cdot (\bar{I}_1^{CO} - \bar{I}^{PP}) - C_2^{CO} \cdot \bar{I}_1^{CO} \cdot (\bar{I}_2^{CO} - \bar{I}^{PP})}, \quad (3)$$

где \bar{I}^{PP} – средняя интенсивность аналитического сигнала на линии серы за вычетом фона по измерениям рабочей пробы нефти, имп/с, \bar{I}_1^{CO} и \bar{I}_2^{CO} – средняя измеренная интенсивность аналитического сигнала на линии серы за вычетом фона 1-го и 2-го СО соответственно, имп/с, C_1^{CO} и C_2^{CO} – аттестованное значение массовой доли серы 1-го и 2-го СО соответственно, %.

Примечание

Допускается проводить поверку по п. 6.5 с одним СО, если его аттестованное значение менее 3,2 абс. % и отличается от массовой доли серы в рабочей пробе нефти не более чем на 0,2 абс. %. В этом случае значение массовой доли серы в рабочей пробе нефти (C_{PP}^{LAB}) рассчитывают по следующей формуле:

$$C_{PP}^{LAB} = C^{CO} \cdot \frac{\bar{I}^{PP}}{\bar{I}^{CO}}, \quad (4)$$

где C^{CO} – аттестованное значение массовой доли серы в СО, %, \bar{I}^{CO} – средняя измеренная интенсивность аналитического сигнала на линии серы за вычетом фона СО, имп/с.

Отклонение $|C_{PP}^{LAB} - \bar{C}_{PP}^P|$ не должно превышать пределов допускаемой абсолютной погрешности δ , вычисленных по формулам:

в диапазоне от 0,04 до 1,0 %

$$\delta = \pm(0,022 + 0,018 \cdot \bar{C}_{PP}^P) \quad (5)$$

в диапазоне от 1,0 до 6,0 %

$$\delta = \pm 0,04 \cdot \bar{C}_{PP}^P \quad (6)$$

где \bar{C}_{PP}^P – среднее арифметическое значение массовой доли серы в рабочей пробе нефти, определенное на поточном анализаторе (п. 6.5.2).

7 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1 Данные, полученные при поверке, оформляются в форме протокола в соответствии с требованиями, установленными в организации, проводящей поверку.

7.2 Анализатор, удовлетворяющий требованиям настоящей методики поверки, признается годным и на него оформляется свидетельство о поверке по установленной форме.

На оборотной стороне свидетельства приводится следующая информация:

- результаты опробования и внешнего осмотра;
- результат проверки соответствия ПО;
- результаты определения метрологических характеристик.

7.3 Анализатор, не удовлетворяющий требованиям настоящей методики, к дальнейшей эксплуатации не допускается и на него выдается извещение о непригодности.

7.4 Знак поверки наносится на лицевую панель анализатора (под названием) и (или) на свидетельство о поверке.

Приложение А. Промывка проточной кюветы, заливка стандартного образца

Внимание! Перед промывкой проточной кюветы анализатор должен быть отключен от внешней гидравлической сети с помощью внешних отсекающих кранов, входящих в состав внешней гидравлической обвязки анализатора.

А.1 Общие требования:

- Промывка кюветы и заливка ГСО должны производиться при открытом на Панели оператора окне «Промывка кюветы»;
- Заливка жидкости в проточную кювету осуществляется по схеме сообщающихся сосудов (оба нижних дренажных крана №2 и №3 и верхний дренажный кран №1 должны быть открыты, см. Рисунок А.1);
- Промывка кюветы от нефти осуществляется последовательной заливкой в неё чистой промывочной жидкости не менее 4-х раз. Каждый раз необходимо заливать чистую промывочную жидкость;
- Промывка после анализа ГСО осуществляется последовательной заливкой в неё чистой промывочной жидкости не менее 2-х раз. Каждый раз необходимо заливать чистую промывочную жидкость;
- Уровень заливки промывочной жидкости или стандартных образцов должен быть выше нижнего края измерительного блока не менее чем на 250 мм (см. рисунок А.1);
- Заливка промывочной жидкости или стандартных образцов в измерительную кювету осуществляется с помощью приспособления для заливки жидкости в кювету РА17.720.000 (см. рисунок А.1). Прозрачную трубку приспособления для заливки необходимо закрепить на самоклеящиеся площадки и стяжки, входящие в комплект устройства.

А.2 Для промывки кюветы необходимо последовательно:

- закрыть краны отсечных узлов анализатора (см. Руководство по эксплуатации, п. «Управление отсечными узлами»);
- с помощью приспособления РА17.720.000 залить в кювету через дренажный кран №2 промывочную жидкость (см. рисунок А.1) (дренажный кран №1 должен быть открыт);
- выждать паузу не менее 3-х минут;
- открыть краны отсечных узлов анализатора (см. Руководство по эксплуатации, п. «Управление отсечными узлами») и слить жидкость через дренажный кран №3 (см. рисунок А.1);
- выждать паузу не менее 3-х минут для слива остатков промывочной жидкости через дренажный кран №3;
- закрыть краны отсечных узлов анализатора (см. Руководство по эксплуатации, п. «Управление отсечными узлами»);
- повторить промывку требуемое количество раз.

Примечание – Дренажные краны №1, №2 и №3 в процессе заливки/слива жидкости должны быть постоянно открыты.

А.3 Для заливки стандартного образца необходимо последовательно:

- выждать паузу не менее 3-х минут для слива остатков промывочной жидкости через дренажный кран №3;
- закрыть краны отсечных узлов анализатора (см. Руководство по эксплуатации, п. «Управление отсечными узлами»);
- с помощью приспособления РА17.720.000 залить в кювету через дренажный кран №2 материал ГСО (см. рисунок А.1) (дренажный кран №1 должен быть открыт);
- после проведения измерений слить стандартный образец через дренажный кран №3, открыв краны отсечных узлов анализатора (см. Руководство по эксплуатации, п. «Управление отсечными узлами») (см. рисунок А.1);
- закрыть краны отсечных узлов анализатора (см. Руководство по эксплуатации, п. «Управление отсечными узлами»).

Примечания:

1 Дренажные краны №1, №2 и №3 в процессе заливки/слива жидкости должны быть постоянно открыты;

2 Во избежание заражения ГСО промывочной жидкостью после промывки кюветы и перед заливкой нового ГСО в кювету рекомендуется открутить штуцер устройства для заливки ГСО (входящего в комплект ЗИП) от дренажного крана №2, через который заливается ГСО, и просушить штуцер и кран от остатков промывочной жидкости. Также рекомендуется с помощью спринцовки, входящей в комплект ЗИП, продуть кран, через который заливается ГСО.

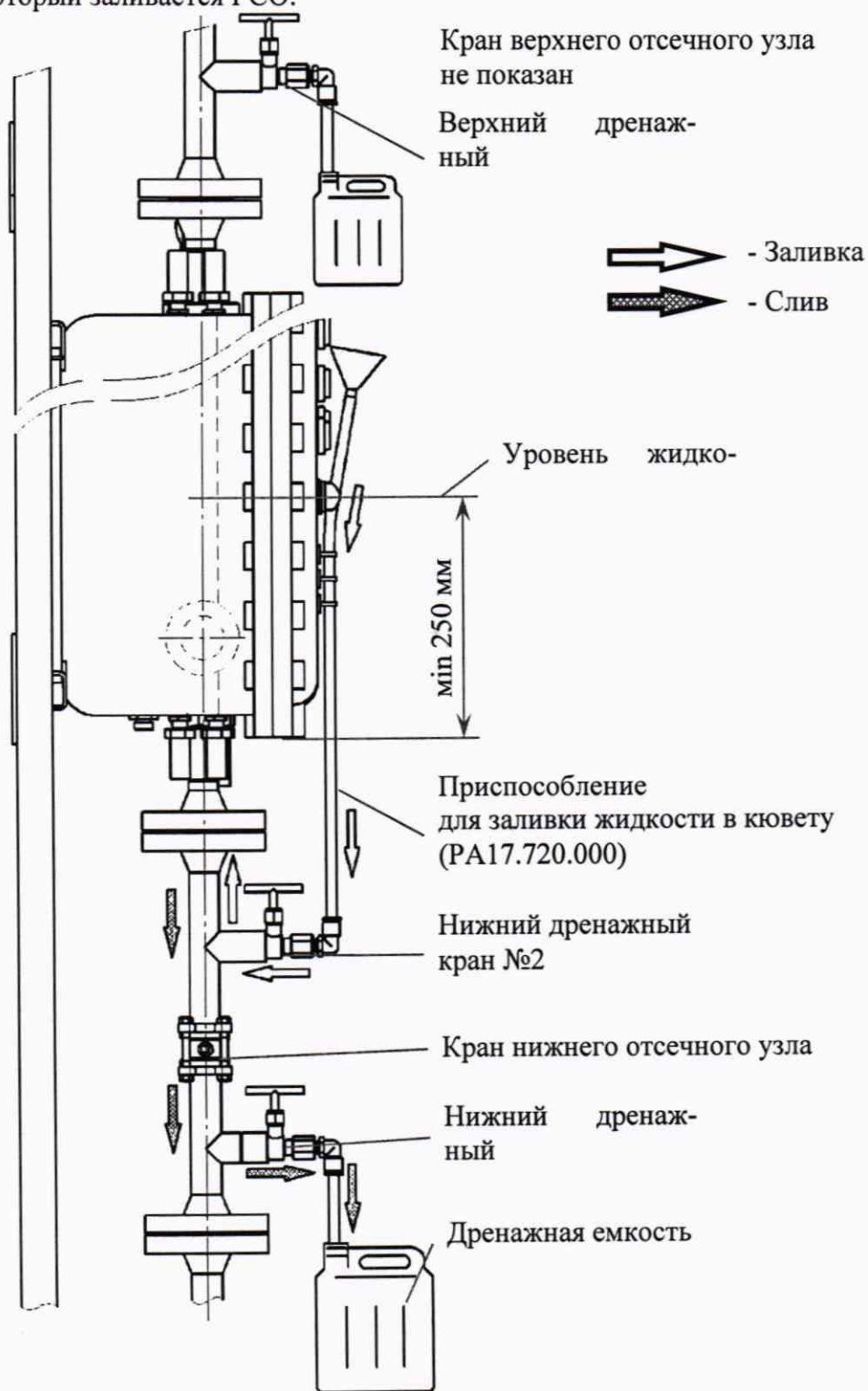


Рисунок А.1 – Схема заливки жидкости в кювету

Приложение Б. Измерение плотности ГСО массовой доли серы, используемых для поверки анализатора.

Б.1 Измерение плотности ГСО при помощи ареометра (см. таблицу 3, п. 2).

Набор ареометров и цилиндров для ареометров, а также предварительно маркированные термосы в открытом состоянии, выдержать при температуре лаборатории не менее 30 минут.

Получить с пульта оператора (или панели оператора анализатора) температуру измерительной проточной кюветы $T_{\text{кюв}}$ после её промывки (см. Приложение А) и установить эту температуру в качестве температурной уставки термостата.

Налить в цилиндр 500 мл ГСО, установить цилиндр с ГСО и открытый термос в термостат и включить термостатирование.

Опустить в цилиндр термометр (см. таблицу 3, п. 2). Термометр закрепить в штативе или установить так, чтобы столбик термометрической жидкости оказался на 5 – 10 мм выше уровня ГСО.

Опустить в цилиндр стеклянную палочку для перемешивания. В процессе термостатирования цилиндра, перед контролем температуры ГСО по показаниям термометра, стеклянной палочкой выполнить 3 – 4 движения от дна цилиндра до уровня ГСО и обратно, для выравнивания температуры ГСО по всему объему цилиндра. При достижении температуры ГСО величины $T_{\text{кюв}} \pm 0,5^{\circ}\text{C}$ вынуть палочку из цилиндра.

Опустить ареометр в цилиндр и выдержать в цилиндре с ГСО не менее 10 минут для стабилизации температуры ГСО и тела ареометра. Температура ГСО должна находиться в пределах $T_{\text{кюв}} \pm 0,5^{\circ}\text{C}$.

Провести измерение плотности в соответствии с ГОСТ 3900-85 Нефть и нефтепродукты. Методы определения плотности (п. 1.4.4). Показания ареометра отсчитывать, согласно черт. 2а, по нижнему краю мениска. При этом поправка на мениск не вводится.

Зафиксировать значение плотности ГСО (г/см^3) и температуру, при которой она измерена.

ГСО перелить из цилиндра в термос, находящийся при температуре $T_{\text{кюв}} \pm 0,5^{\circ}\text{C}$, и герметично закрыть.

Повторить процедуру подготовки для всех ГСО, используемых для поверки.

Б.2 Измерение плотности ГСО при помощи автоматических плотномеров (см. таблицу 3, п. 2)

Установить в программном обеспечении плотномера температуру проточной кюветы $T_{\text{кюв}}$ после промывки, полученную с пульта оператора (или с панели оператора анализатора, см. Руководство по эксплуатации, п. «Главное меню»).

Провести измерение плотности ГСО в соответствии с эксплуатационной документацией плотномера, при заданной температуре $T_{\text{кюв}}$. Зафиксировать значение плотности ГСО (г/см^3) и температуру, при которой она измерена.

Провести термостатирование цилиндров с ГСО, аналогично Б.1, до температуры проточной кюветы $T_{\text{кюв}} \pm 0,5^{\circ}\text{C}$.

Перелить ГСО в предварительно маркированный термос, находящийся при температуре $T_{\text{кюв}} \pm 0,5^{\circ}\text{C}$, и герметично закрыть его.

Повторить процедуру подготовки для всех ГСО, используемых для поверки.

Б.3 Герметично закрытые термосы с ГСО должны быть доставлены к месту поверки, для проведения поверки, не позднее чем через 2 часа после заполнения термосов.

Примечание

Для каждого ГСО, подготовленного для поверки, должны быть зафиксированы три характеристики: массовая доля серы по паспорту, его плотность и температура, при которой измерялась плотность.