

На правах рукописи

ВИТКОВСКИЙ ОЛЕГ СЕРГЕЕВИЧ

**РАЗРАБОТКА И ИССЛЕДОВАНИЕ РАБОЧЕГО ЭТАЛОНА ДЛЯ
МЕТРОЛОГИЧЕСКОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ В ОБЛАСТИ ИЗМЕРЕНИЙ
ДАВЛЕНИЯ НАСЫЩЕННЫХ ПАРОВ НЕФТЕПРОДУКТОВ**

Специальность 05.11.01 – Приборы и методы измерения по видам измерений
(механические величины)

ДИССЕРТАЦИЯ

на соискание ученой степени
кандидата технических наук

Научный руководитель:
к.т.н. Горобей Владимир Николаевич

Санкт-Петербург

2019

Содержание

| | |
|---|----|
| Общая характеристика работы..... | 4 |
| Введение..... | 10 |
| ГЛАВА 1. Обзор и анализ состояния метрологического обеспечения в области измерений давления насыщенных паров (ДНП) нефти и нефтепродуктов | 12 |
| 1.1 Методы и средства измерений давления насыщенных паров до 2002 года | 12 |
| 1.2 Обзор методов измерения ДНП за последние 15 лет | 15 |
| 1.3 Обзор средств измерения ДНП появившихся на мировом рынке за последние 15 лет | 22 |
| ГЛАВА 2. Термодинамические методы измерения абсолютного давления. | |
| Создание установки для измерений ДНП на основе нового метода..... | 41 |
| 2.1 Термодинамические методы измерения давления насыщенных паров и их исследования..... | 42 |
| 2.2 Теоретический расчет давления насыщенных паров чистых жидкостей и экспериментальные исследования..... | 45 |
| 2.3 Разработка установки для измерения давления насыщенных паров нефтепродуктов на основе нового метода | 49 |
| ГЛАВА 3. Создание рабочего эталона в области измерений ДНП и исследование его метрологических характеристик..... | 61 |
| 3.1 Модернизация установки для измерения ДНП..... | 61 |
| 3.2 Создание рабочего эталона в области измерений ДНП | 67 |
| 3.3 Разработка автоматизированной установки для измерения давления насыщенных паров нефти и нефтепродуктов | 70 |
| ГЛАВА 4. Разработка метрологического обеспечения в области измерений ДНП | 78 |
| 4.1 Соответствие ASTM стандартам результатов измерений ДНП, полученных на эталоне | 78 |
| 4.2 Экспериментальные и теоретические исследования рабочего эталона. | |
| Расчет погрешностей | 85 |

| | |
|--|-----|
| 4.3 Разработка государственных стандартных образцов абсолютного давления насыщенных паров и методики их аттестации | 91 |
| 4.4 Разработка методик испытаний и поверки анализаторов давления насыщенных паров нефти и нефтепродуктов | 97 |
| Основные выводы..... | 106 |
| Заключение..... | 108 |
| Список литературы..... | 109 |
| Приложения | 114 |

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность проблемы

Развитие нефтедобывающего комплекса Российской Федерации имеет одно из ключевых значений для повышения экономической мощи страны и роста ее авторитета на международной арене. Устойчивая работа нефтедобывающего комплекса обеспечивает энергетическую безопасность нашей страны. Поступление значительной части валютной выручки, от продажи нефти и нефтепродуктов, является опорой государственной бюджетной системы, поскольку Россия — один из основных поставщиков нефти и нефтепродуктов на мировые рынки.

Стоимость нефти и нефтепродуктов напрямую зависит от их качества. Поэтому необходимо обеспечить контроль качества нефти и нефтепродуктов, как на стадии транспортировки, так и непосредственно при переработке и хранении. Качество характеризуется несколькими критериями и параметрами, прямо или косвенно влияющими на стоимость продукции.

При оценке качества нефтепродуктов одной из главных характеристик является давление насыщенных паров (ДНП). От этой характеристики зависят эксплуатационные свойства нефтепродуктов (топлив, масел, растворителей и т.д.) и результаты расчетов ряда технологических процессов.

В то же время нефть и нефтепродукты являются одним из основных источников загрязнения окружающей среды. Больше половины всей массы технологических потерь приходится на выделяющиеся из нефтепродуктов углеводороды. При прочих равных внешних условиях их количество зависит от испаряемости нефти, которая характеризуется ДНП и содержанием в нефти растворенных и свободных газов. Без должного контроля этих параметров невозможно выявление основных причин потерь и, следовательно, принятие соответствующих мер по их предотвращению.

В Европе для контроля качества нефти и нефтепродуктов уже более 15 лет используются анализаторы давления насыщенных паров. Анализатор представляет собой компактный, полностью автоматизированный прибор, позволяющий быстро определять ДНП испытываемого образца.

В России аналогичные анализаторы или приборы для измерения ДНП нефти и нефтепродуктов, способные конкурировать с европейскими средствами измерений, не выпускаются. Поэтому для повышения контроля качества данного параметра нефти и нефтепродуктов эти анализаторы стали появляться и на территории РФ. И поскольку метрологического обеспечения в данной области в России практически не существовало, появилась необходимость разработки и совершенствования метрологического обеспечения в области измерений ДНП.

Были поставлены задачи: повышения точности измерения ДНП, проведение испытаний с целью утверждения типа зарубежных анализаторов на территории РФ, передачи им размера единицы ДНП, разработки методик испытаний и поверки приборов данного направления.

Цель работы

Целью работы является разработка, создание, исследование и внедрение установки для измерения ДНП, с последующим утверждением в качестве рабочего эталона. Установка должна удовлетворять потребностям современной нефтяной промышленности. Работа должна быть выполнена на основании комплексного анализа современного рынка методов и средств измерений давления насыщенных паров нефти и нефтепродуктов, а также основных направлений развития метрологического обеспечения в данной области.

В связи с этим были поставлены следующие задачи:

- проанализировать существующие современные методы и средства измерений давления насыщенных паров нефти и нефтепродуктов;
- разработать, создать и исследовать установку для измерения ДНП жидкостей, которая бы измеряла ДНП с высокой точностью;

- на базе установки создать рабочий эталон, в ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»;
- провести исследования метрологических характеристик созданной установки по наиболее существенным источникам погрешности для определения функциональных зависимостей и введения поправок согласно современным методам измерения, и передачи размера единицы давления насыщенных паров более грубым приборам;
- разработать комплекс мер для проведения поверки, калибровки и утверждения типа на территории РФ анализаторов ДНП на базе данной установки.

Научная новизна

Научная новизна диссертации заключается в том, что:

- предложен, исследован и внедрен новый пневматический метод измерения давления насыщенных паров нефтепродуктов, основанный на термодинамических методах измерения давления, позже реализованный в государственном рабочем эталоне номер 3.1.ZZB.0033.2015. Новый метод позволил обеспечить необходимую точность измерений ДНП, что не было возможно с применением существующих методов и СИ.
- разработан проект локальной поверочной схемы для средств измерения ДНП;
- разработана методика аттестации государственных стандартных образцов (ГСО) жидкостей абсолютного давления насыщенных паров. До разработки данной методики подобных документов по стандартным образцам ДНП не существовало;
- разработаны и внедрены методики испытаний и поверки зарубежных анализаторов ДНП. Методики для анализаторов были разработаны впервые, они внедрены и используются отечественными центрами стандартизации и метрологии (ЦСМ).

Практическая ценность работы

Основной практической ценностью работы является совершенствование метрологического комплекса, направленного на развитие области измерений давления насыщенных паров нефти и нефтепродуктов в России.

Практической ценностью работы является:

- разработан, исследован и утвержден в установленном порядке государственный рабочий эталон единицы давления для насыщенных паров жидкости;

- разработанный государственный рабочий эталон № 3.1.ZZB.0033.2015 позволяет ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» осуществлять поверку и калибровку средств измерений давления насыщенных паров, а также проводить аттестацию стандартных образцов;

- разработаны и утверждены методики испытаний и поверки средств измерений давления насыщенных паров;

- разработана и утверждена методика аттестации государственных стандартных образцов давления насыщенных паров нефти и нефтепродуктов. По результатам исследований улучшены стандартные образцы АДНП;

- государственный рабочий эталон № 3.1.ZZB.0033.2015 позволяет исследовать метрологические характеристики новейших средств измерений давления насыщенных паров, таких как анализаторы ДНП, и проводить государственные испытания с целью утверждения типа СИ.

Основные положения и результаты, выносимые на защиту

Основные положения и результаты, выносимые на защиту:

- разработка и исследование государственного рабочего эталона № 3.1.ZZB.0033.2015 для измерения давления насыщенных паров жидкостей;

- разработка высокоточной установки для измерения давления насыщенных паров жидкостей на базе которой был создан рабочий эталон;

- новый пневматический метод измерений давления насыщенных паров жидкостей, основанный на термодинамических методах измерений давления, а также результаты его исследований;

- методики испытаний и поверки средств измерений давления насыщенных паров нефти и нефтепродуктов;

- методика аттестации государственных стандартных образцов ДНП.

Апробация работы

Основные положения диссертационной работы и отдельные её результаты докладывались и обсуждались на:

- IX международный технический семинар «Разработка, производство, применение и метрологическое обеспечение средств измерения давления и вакуума», Санкт-Петербург, ФГУП «ВНИИМ им. Менделеева», ноябрь 2004 г.

- X международный технический семинар «Разработка, производство, применение и метрологическое обеспечение средств измерения давления и вакуума», Санкт-Петербург, ФГУП «ВНИИМ им. Менделеева», ноябрь 2006 г.

- Конкурс НИОКР ВНИИМ-06, Санкт-Петербург, ФГУП «ВНИИМ им. Менделеева», декабрь 2006 г., 2 место.

- Международный научный семинар-конкурс «Лучший молодой метролог КООМЕТ», Минск, республика Беларусь, апрель 2009 г.

- Научный семинар «Актуальные задачи военной метрологии», Москва, МО, Мытищи, апрель 2009 г.

- Второй международный симпозиум «Механические измерения и испытания МЕХАНОМЕТРИКА 2010», Москва, апрель 2010 г.

- Всероссийская конференция «Метрология и стандартизация нефтегазовой отрасли-2011», Санкт-Петербург, сентябрь 2011 г.

- Вторая Всероссийская конференция «Метрология и стандартизация нефтегазовой отрасли-2012», Санкт-Петербург, октябрь 2012 г.

- Третья Всероссийская конференция «Метрология и стандартизация нефтегазовой отрасли-2013», Санкт-Петербург, октябрь 2013 г.
- Конференция «Конгресс молодых ученых», ИТМО, Санкт-Петербург, апрель 2015 г.
- Расширенный семинар научно-исследовательского отдела в области измерений давления, ФГУП «ВНИИМ им. Менделеева», СПб., июль 2017 г.

Публикации, структура и объём работы

Основные положения диссертационной работы представлены в 16 печатных работах, из них 5 без соавторов, 3 статьи опубликованы в ведущих научных журналах, рекомендованных ВАК.

Диссертационная работа состоит из введения, 4-х глав, заключения, списка источников и приложения. Общий объем работы составляет 110 страниц машинописного текста, включая 19 рисунков, 24 таблицы, 2 графика и списка источников из 55 наименований.

В диссертационной работе изложены и обобщены результаты работы, выполненной в период с 2002 по 2019 гг.

Введение

В настоящее время развитие нефтедобывающего и нефтеперерабатывающего комплекса Российской Федерации имеет одно из ключевых значений для повышения экономического роста страны, а также повышения ее авторитета на международной арене. Его устойчивая работа обеспечивает энергетическую безопасность страны, а также поступление значительной части валютной выручки, от продажи нефти и нефтепродуктов, в настоящее время, является опорой государственной бюджетной системы страны. Российская Федерация является одним из основных поставщиков нефти на мировые рынки.

Стоимость нефти и нефтепродуктов зависит от их качества. Поэтому необходимо обеспечить контроль качества нефти при добыче, на стадии транспортировки, а также непосредственно при переработке и её хранении. Качество нефти может характеризоваться несколькими критериями и параметрами, прямо или косвенно влияющими на стоимость продукции. Так при оценке качества нефтепродуктов одной из главных характеристик является давление насыщенных паров. От этого параметра зависят эксплуатационные свойства нефтепродуктов (топлив, масел, растворителей и т.п.) и результаты расчетов ряда технологических процессов. [1]

В то же время нефть и нефтепродукты являются одним из основных источников загрязнения окружающей среды, а большая часть всех технологических потерь приходится на выделяющиеся из нефтепродуктов углеводороды. При прочих равных внешних условиях их количество зависит от испаряемости нефти, которая характеризуется ДНП, и содержанием в ней растворенных и свободных газов. Без должного контроля этих параметров невозможно оценить качество нефти и выявить основные причины потерь, а, следовательно, и принять соответствующие меры по их предотвращению [2].

В Европе для контроля качества нефти и нефтепродуктов с 2002 года используются анализаторы давления насыщенных паров. Они представляют собой

компактные, полностью автоматизированные приборы, позволяющие быстро определять ДНП испытуемого образца.

В России аналогичные анализаторы или приборы для измерения ДНП нефти и нефтепродуктов, способные конкурировать с европейскими средствами измерений, не выпускаются [3]. Метрологическое обеспечение в данной области в нашей стране на 2002 год не соответствовало современным требованиям. Поэтому вопрос о совершенствовании метрологического обеспечения в этой области измерений является актуальным. Данная диссертационная работа посвящена решению этой проблемы.

ГЛАВА 1. Обзор и анализ состояния метрологического обеспечения в области измерений давления насыщенных паров (ДНП) нефти и нефтепродуктов

1.1 Методы и средства измерений давления насыщенных паров до 2002 года

Единственным и основным стандартом, определяющим измерение ДНП в России, являлся ГОСТ 1756-52 «Нефтепродукты. Методы определения давления насыщенных паров». В 2000 году этот документ был переиздан и действует по сей день. Его название: ГОСТ 1756-2000 «Нефтепродукты. Определение давления насыщенных паров». Этот стандарт устанавливает метод определения абсолютного давления пара летучей сырой нефти и летучих невязких нефтепродуктов, кроме сжиженных нефтяных газов [4].

Метод измерения, заложенный в нем, основан на использовании прибора называемого бомбой Рейда. На 2002 год прибор (и его модификации) был единственным, измеряющим ДНП. Определенное по этому методу давление, являлось, как отмечено в стандарте ГОСТ 1756-2000, приблизительным и не соответствовало истинному. Проведенные автором исследования показали, что метод Рейда имеет следующие основные составляющие погрешности:

- погрешность, обусловленную наличием в камере прибора воздуха, зависящую от компонентного состава нефти и нефтепродуктов и составляющую в среднем 11%;

- погрешность, связанную с негерметичным отбором пробы в топливную камеру, нелинейно зависящую от ДНП и оцениваемую примерно 15-20 %;

- погрешность, возникающую из-за неточного задания соотношения фаз, от величины которого значительно зависит ДНП [5].

Современным зарубежным аналогом ГОСТ 1756-2000 является ASTM D 323-82 «Метод определения давления насыщенных паров нефтепродуктов (метод Рейда)» [6]. Данный метод предназначен в основном для

определения ДНП бензина, а также он может быть использован для определения ДНП летучей сырой нефти и летучих нефтепродуктов, за исключением сжиженных нефтяных газов и оксиганизированных топлив. Часть этого стандарта вошло в новую редакцию ГОСТ 1756-2000.

Сущность метода Рейда заключается в следующем. Топливную камеру бомбы Рейда заполняют охлажденной пробой испытуемого продукта и подсоединяют к воздушной камере, имеющей объем 4:1 по отношению к топливной камере. Бомбу погружают в водяную баню, находящуюся при температуре 37,8 °С и периодически встряхивают для перемешивания жидкости, что способствует наилучшему достижению постоянного давления, которое показывает манометр, соединенный с бомбой. Соответствующим образом скорректированное показание манометра записывается, как давление насыщенных паров по Рейду. Высокая чувствительность измерений ДНП к потерям от испарения и связанные с ними изменения состава пробы требуют тщательной подготовки исследуемого образца.

Следует отметить несколько тонкостей работы с бомбой Рейда. После окончания подготовительных работ охлажденный контейнер для пробы вынимают из бани, открывают и вставляют охлажденное устройство в виде трубки, для переноса пробы. Опорожняют охлажденную бензиновую камеру и надевают ее в перевернутом положении на трубку для переноса пробы. Затем переворачивают всю систему так, чтобы бензиновая камера оказалась в вертикальном положении и конец трубки для переноса пробы касался дна бензиновой камеры. Бензиновую камеру наполняют до краев. Вынимают трубку для переноса пробы из бензиновой камеры, давая возможность пробе вытекать до момента полного извлечения.

После выдерживания собранного аппарата погруженного в водяную баню в течение 5 мин, снимают показания. Вынимают аппарат из бани и повторяют процедуру. Для обеспечения условий равновесия повторяют встряхивание и снимают показания манометра не менее пяти раз, с интервалами не менее 2 мин, пока два последовательных показания не будут идентичны. На эти операции обычно уходит 20-30 мин. Снимают окончательное показание манометра и

записывают эту величину как «не откорректированное ДНП» испытываемой пробы. Манометр отключают от аппаратуры и, не удаляя жидкости, которая может попасть в него, проверяют его показание по другому манометру при воздействии на оба общего постоянного давления, отличающегося от зарегистрированного неоткорректированного давления насыщенных паров не более чем на 1,0 кПа. Если между показаниями приборов есть различие, разницу прибавляют или вычитают из неоткорректированного ДНП испытанной пробы, полученную величину записывают как давление насыщенных паров по Рейду испытанной пробы.

1.2 Обзор методов измерения ДНП за последние 15 лет

Начиная с 2002 года повысился темп развития метрологической базы в области измерений ДНП [7]. Стали появляться новые методы и средства измерений ДНП, а как следствие – новые стандарты.

В первом разделе первой главы автором были рассмотрены ГОСТ 1756-2000 и ASTM D 323-82, основанные на измерении ДНП при помощи бомбы Рейда. Ниже приведены основные стандарты, которые используются на территории РФ в настоящее время.

1.2.1 Модификацией метода описанного в ASTM D 323-82, является ASTM D 4953-99 «Метод определения ДНП бензина и смесей паров бензина с оксигенатами (сухой метод)» [8]. Ниже приведены его особенности.

Жидкостная камера заполняется охлаждённым образцом и подсоединяется к паровой камере. Бомба Рейда погружается в баню, находящуюся при температуре 37,8 °С и находится в ней до тех пор, пока не будет наблюдаться постоянное давление. Показание давления записывается как ДНП.

После подготовки аппаратуры вынимают контейнер с пробой из охлаждающей бани, высушивают снаружи контейнер поглощающим материалом, снимают крышку и вставляют охлаждённую трубку для переносов.

Жидкостную камеру вынимают из охлаждающей бани, верхнюю часть с резьбой осушают поглощающим материалом и в перевёрнутом положении камеру помещают над верхом трубки для переноса. Быстро переворачивают всю систему так, чтобы жидкостная камера находилась вертикально, а конец трубки для переноса находился от дна жидкостной камеры на расстоянии 6 мм. Далее заполняют камеру до краёв. Извлекают трубку для переноса из жидкостной камеры, позволяя пробе продолжать стекать, чтобы восполнить отсутствие трубки.

Удаляют паровую камеру из водяной бани, сушат и убирают затвор, подсоединяют её к жидкостной камере стараясь не допустить обмен воздуха при комнатной температуре, с воздухом в камере при 37,8 °С (100 °F).

Помещают собранный аппарат в водяную баню с температурой $37,8 \pm 0,1$ °С ($100 \pm 0,2$ °F) таким образом, чтобы дно жидкостной камеры зацепляло муфту привода, а другой конец аппарата покоился на опоре. Проверяют аппарат на утечку во время всего испытания. Во всем остальном метод аналогичен ASTM D 323-82 и используется крайне редко.

1.2.2 Одним из наиболее востребованных методов является ASTM D 6377-99 «Метод определения ДНП сырой нефти (метод расширения)» [9]. Он предусматривает использование автоматических средств измерений для определения ДНП сырой нефти при температуре от 5 до 80 °С, при соотношении пар/жидкость от 4:1 до 0,02:1 и давлении от 7 до 500 кПа.

В этом методе используется измерительная камера со встроенным поршнем. Образец жидкости заданного объёма с помощью цилиндра с плавающим поршнем попадает в измерительную камеру, объём которой после герметизации, перемещением поршня увеличивают до заданного значения пар/жидкость. Далее температуру в измерительной камере регулируют до температуры измерений. После установления необходимой температуры и давления, измеряется ДНП образца жидкости.

Для получения результатов, соответствующих методу ASTM D 323-82, окончательный объём измерительной камеры должен быть в пять раз больше объёма испытуемого образца, а температура измерения равна 37,8 °С.

Измерительная камера должна иметь систему впускной/выпускной клапан для ввода и удаления образца. Во избежание любой конденсации или чрезмерного испарения поршень и система клапанов должны находиться при той же температуре, что и измерительная камера.

Рассмотрим аппаратуру, предусмотренную данным методом испытания. Она имеет малый объём. Измерительная камера имеет цилиндрическую форму и соединена с датчиком контроля температуры камеры в диапазоне от 5 до 80 °С. Измерительная камера должна иметь подвижный поршень с минимальным мёртвым объёмом менее 1 % от общего объёма в самом низком положении, чтобы обеспечить ввод в нее образца и расширение до желаемого соотношения объемов

газ/жидкость. В поршень должен быть вмонтирован преобразователь статического давления.

Измерительная камера должна быть спроектирована на общий объём от 5 до 15 мл и обеспечивать поддержание соотношения объёмов пар/жидкость, равным от 4:1 до 0,02:1. Точность регулируемого соотношения должна находиться в пределах 0,01.

Кроме того, измерительные камеры с общим объёмом 5 мл, используемые при получении точностных характеристик и отклонений, должны быть изготовлены из алюминия, гальванически покрытого никелем или из нержавеющей стали, во избежание разрушения агрессивными средами. Допускается использование измерительных камер вместимостью более 5 мл и другой конструкции, но точность и отклонение для них не установлены.

Определение давления паров на первом испытуемом образце, взятом из цилиндра с плавающим поршнем, выполняют после стадии промывки. Оставшийся в цилиндре с плавающим поршнем образец не используют более чем для трёх определений ДНП.

Если проба находится под давлением, например в трубопроводе, используют цилиндр с плавающим поршнем и получают пробы непосредственно из трубопровода под давлением. Цилиндр ополаскивают, открывая клапан для промывки до появления сырой нефти на втором впускном отверстии. Клапан для промывки закрывают и позволяют поршню медленно двигаться до тех пор, пока в цилиндр не войдёт, по крайней мере, 200 мл пробы. Закрывают впускной клапан и немедленно прилагают противодействие. Проверяют заполнение цилиндра, чтобы там находилось не менее 200 мл. Образец переносят из цилиндра в измерительную камеру при комнатной температуре. Прилагают противодействие, которое выше давления паров образца при температуре ввода минимум на 100 кПа при движении поршня. После всех процедур переходят к проведению испытания.

Устанавливают температуру ввода образца измерительной камеры между 20 °С и 37,8 °С. Затем устанавливают соотношение объёмов на желаемое значение X:1 (для результатов испытания, имеющих отношение к методу

испытания ASTM D 323-82, устанавливают соотношение объемов на 4:1). X - может принимать значения от 0,02 до 4.

Введение испытуемого образца в измерительную камеру производят согласно руководству по эксплуатации на прибор. Объем образца должен быть таким, чтобы после расширения до окончательного объема достигалось запрограммированное соотношение объемов.

Затем, закрыв впускной клапан, объем измерительной камеры расширяют до окончательного объема. Включают шейкер и оставляют его включенным в течение всей процедуры измерения.

Настраивают температурный датчик на температуру измерения. Температура измерения должна быть выше температуры текучести образца не менее чем на 10 °С.

Ожидают установления температурного равновесия между измерительной камерой и испытуемым образцом и проверяют общее давление паров каждые 30 секунд. Записывают результирующее ДНП, когда три последовательных показания совпадают в пределах 0,3 кПа. Отработанная проба сливается в специальный контейнер, а позднее – утилизируется.

1.2.3 Аналогом ASTM D 6377-99 является ASTM D 6378-2003 «Стандартный метод определения давления паров нефтепродуктов, углеводородов и углеводородно-воздушных смесей (метод тройного расширения)» [10]. Разница заключается в том, что это тест-метод предназначен для определения ДНП нефтепродуктов, углеводородов и смесей углеводородов с оксигенатами, иначе называемый - метод тройного расширения. Кроме области применения и поэтапного увеличения объема измерительной камеры различий между методами 1.2.2 и 1.2.3 нет.

1.2.4 ГОСТ Р 8.601-2003 «ГСИ. Давление насыщенных паров нефти и нефтепродуктов. Методика выполнения измерений» [11]. Этот стандарт устанавливает методику выполнения измерений ДНП в диапазоне от 10 до 160 кПа и в интервале температур от 10 °С до 60 °С при соотношении объемов

паровой и жидкой фаз 4:1. Это своего рода адаптированный аналог ASTM D 6377-99.

В документе приведены средства измерений, вспомогательные устройства и реактивы для выполнения измерений ДНП методом расширения, алгоритм выполнения измерений, требования безопасности и охраны окружающей среды, требования к квалификации операторов, а также требования к обработке результатов измерений.

1.2.5 Метод ASTM D 5482-07 «Стандартный тест метод измерения давления насыщенных паров нефтепродуктов» [12]. Он используется для измерения давления паров бензина относительно атмосферного давления. Поправочная формула для «сухого метода» бомбы Рейда ASTM D 4953-99 была разработана на основе круговых ASTM испытаний в нескольких лабораториях. По этой эмпирической поправочной формуле вычисляется эквивалентное давление сухих паров по Рейду (DVPE, Dry Vapor Pressure Equivalent).

1.2.6 Метод ASTM D 6897-09. «Стандартный метод измерения давления паров (VP) сжиженного нефтяного газа (LPG) относительно атмосферного давления» [13], при отношениях пар/жидкость от 0,1:1 до 4:1.

В большинстве случаев используется отношение пар/жидкость 0,5:1 при температуре 37,8 °C. Согласно этому методу стандартный анализатор должен быть ограничен максимальным давлением 1000 кПа. Однако модификация клапанов измерительной ячейки и датчика давления позволяет увеличить максимальное давление до 3500 кПа.

1.2.7 ASTM D 5191-07 «Стандартный метод испытаний для определения давления паров нефтепродуктов (мини-метод)» [14].

Он распространяется на автоматические приборы для измерения ДНП с целью определения общего давления создаваемого в вакууме летучими, жидкими нефтепродуктами с содержанием воздуха. Данный метод подходит для испытания образцов с точками кипения выше 0°C (32°F), при температуре 37,8°C (100°F) и при отношении пар/жидкость 4:1, в диапазоне воспроизведения давления

от 7 до 130 кПа. Измерения проводятся на жидких пробах объемом от 1 до 10 мл. Растворенной в пробе водой пренебрегают.

1.2.8 Следует отметить метод, описанный в стандарте EN 13016-1 «Жидкие нефтепродукты. Давление пара. Определение ДНП, насыщенных воздухом (ASVP)» [15]. Он используется для измерения давления паров бензина и позволяет измерять полное давление $P_{\text{полн}}$ относительно вакуума. Полное давление состоит из парциального давления паров бензина и парциального давления растворенного в бензине воздуха. Поскольку практический интерес представляет только давление паров бензина, то в результате круговых EN и ASTM испытаний в нескольких лабораториях была получена поправочная формула для «сухого метода» бомбы Рейда (ASTM D 4953-99). Применяя эту полученную эмпирически поправочную формулу $DVPE = 0,965 \cdot P_{\text{полн}} - 3,78$ кПа, можно вычислить давление паров бензина.

Особенностью метода является то, что до начала измерения для пробы необходимо создать определенные условия, требуемые методом ASTM D 5191-07. Охладить пробу до температуры $0...1$ °С в сосуде емкостью 1 л, заполненном на 70-80 %. Открыть охлажденный сосуд для доступа некоторого количества воздуха, затем сразу закрыть и резко встряхнуть. Затем необходимо поставить сосуд обратно в холодильник или в ледяную баню и оставить его там на 5 минут, а затем дважды повторить эту процедуру, которая называется насыщение образца воздухом при температуре $0...1$ °С и обеспечивает готовность пробы к испытаниям.

Описанные выше методы отличаются друг от друга определенными особенностями. Одни используются часто, другие гораздо реже. Ниже будут рассмотрены приборы, измеряющие ДНП, на основе рассмотренных выше методов. Каждый прибор может отвечать требованиям сразу нескольких стандартов, поскольку все эти документы связаны определенными, перекликающимися требованиями и взаимосвязанными уравнениями, разработанными по результатам круговых сличений нескольких независимых

лабораторий. Данные уравнения автором будут отдельно рассмотрены в третьей главе.

1.3 Обзор средств измерения ДНП появившихся на мировом рынке за последние 15 лет

С постоянным развитием нефтяной отрасли, в настоящее время, продолжают разрабатываться новые методы измерений, а также более высокоточные типы анализаторов ДНП. Ниже представлены описания и особенности приборов и анализаторов, появившихся за последние десять лет, которые были использованы автором в процессе исследований и в ходе государственных испытаний с целью утверждения типов СИ.

1.3.1 Как было отмечено выше, до 2000-х годов на территории РФ ДНП измерялось только по ГОСТ 1756-2000 с использованием Бомбы Рейда [16].

Бомба Рейда (Рисунок 1.1) – соответствует ASTM D 323-82 и служит для измерения ДНП летучей сырой нефти и летучих невязких нефтепродуктов. За последние годы у нее появилось множество модификаций (в том числе и автоматизированных), но по точности они по-прежнему оставляют желать лучшего [17].

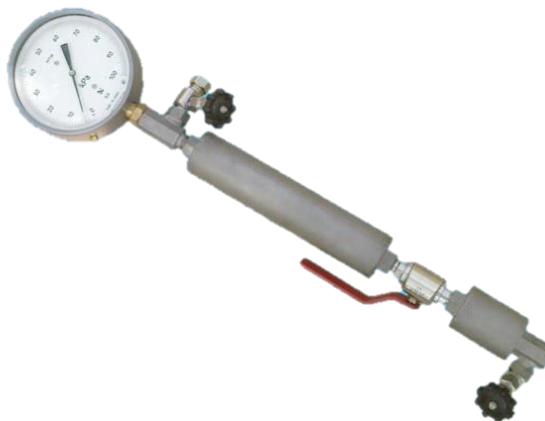


Рисунок 1.1 - Внешний вид бомбы Рейда

1.3.2 В 2003 году компанией ООО НПЦ "СКПнефть" в Уфе был разработан прибор АЛП-01 ДП-01 [18] (рисунок 1.2).



Рисунок 1.2 - Внешний вид прибора АЛП-01 ДП-01

Он предназначен для измерения в автоматическом и ручном режимах давления насыщенных паров нефти и нефтепродуктов по ГОСТ Р 8.601-2010 [19].

В автоматическом режиме прибор осуществляет самостоятельный отбор до десяти термостатированных порций продукта, их испытание с выдачей и запоминанием каждого отдельного и усредненного результатов анализов.

Технические характеристики прибора:

- Диапазон измерения давления, кПа от 10 до 160
- Пределы абсолютной погрешности измерения давления, кПа ± 1
- Соотношение фаз пар/жидкость в измерительной камере 4:1
- Погрешность определения соотношения фаз, %, не более 2,5
- Максимальное количество одного цикла измерений ДНП в автоматическом режиме, не более 10
- Время одного измерения, мин, не более 1,5

Принцип действия прибора основан на герметичном отборе пробы анализируемого продукта, расширении измерительной камеры до объема, необходимого для создания соотношения фаз 4:1, впрыске в нее отобранной

пробы, приведении системы пар/жидкость в термодинамическое равновесие и регистрации давления.

Для повышения качества измерений и обеспечения требований стандартов ASTM связанных с измерением ДНП рядом компаний был разработан и освоен серийный выпуск современных средств измерений ДНП нефти и нефтепродуктов – анализаторов, которые широко применяются в нефтедобывающей, нефтеперерабатывающей и нефтехимической промышленности, в системах транспортирования, хранения и потребления топлива, а также в лабораториях контроля качества нефтепродуктов.

Автор принимал непосредственное участие в испытаниях с целью утверждения типа всех описанных ниже анализаторов.

1.3.3 В 2002 году на территории РФ одними из первых анализаторов ДНП начали применяться анализаторы MINIVAP (рисунок 1.3) которые имели модификации MINIVAP VPS и MINIVAP VPSH [20], выпускаемые фирмой «GRABNER INSTRUMENTS», Австрия. Они предназначены для измерений ДНП нефти, невязких углеводородов и растворителей, в том числе бензина, а также смесей бензина с оксигенатами в соответствии с требованиями ASTM D 6377-99 (п. 1.2.2) (метод расширения), ASTM D 6378-03 (п. 1.2.3) (метод тройного расширения).



Рисунок 1.3 - Внешний вид анализатора MINIVAP

Анализатор MINIVAP представляет собой компактный, полностью автоматизированный прибор, позволяющий быстро определять ДНП испытуемого образца.

Его технические характеристики приведены в таблице 1.1.

Таблица 1.1 - Технические характеристики анализаторов MINIVAP

| Наименование характеристики | Значение характеристики | |
|---|-----------------------------------|--------------|
| | MINIVAP VPS | MINIVAP VPSH |
| Диапазон показаний давления насыщенных паров, кПа | 0...1000 | |
| Диапазон измерений давления насыщенных паров, кПа | 8...115 | |
| Пределы допускаемой относительной погрешности измерений, % в диапазоне 8-12 кПа в остальном диапазоне измерений | ±10 ±5 | |
| Диапазон показаний температуры, °С | 20...60 | 0...100 |
| Соотношение пар-жидкость | 4:1 | 4:1...0,02:1 |
| Потребляемая мощность, В·А, не более | 65 | |
| Напряжение питающей сети, В | 220 ⁺²² ₋₃₃ | |
| Частота питающей сети, Гц | 50±1 | |
| Габаритные размеры (длина×высота×ширина), мм, не более | 175×315×196 | |
| Масса, кг, не более | 8 | |
| Средний срок службы, лет | 10 | |

В состав анализатора MINIVAP входят:

- измерительная камера с поршнем;
- датчики давления;
- датчик температуры;
- термоэлектрический модуль;
- устройство отбора проб;
- приемный контейнер;
- буквенно-цифровой дисплей;

- клавиатура;
- встроенное программное обеспечение.

Принцип действия прибора заключается в измерении давления паров пробы, которая всасывается поршнем в герметичную термостатированную измерительную камеру. Диапазон температуры, поддерживаемой термостатом, составляет

(20-60) °С для MINIVAP VPS и (0-100) °С для MINIVAP VPSH. В зависимости от положения поршня в камере может создаваться различное соотношение объемов паровой и жидкой фаз. Температура измерительной камеры регулируется с помощью термоэлектрического модуля и измеряется датчиком температуры. Давление измеряется встроенным в поршень пьезорезистивным датчиком. После установления равновесия производится измерение ДНП исследуемого вещества. Программа анализатора позволяет с помощью корреляционных уравнений вычислять:

- ДНП по Рейду в соответствии с ГОСТ 1756-2000 и ASTM D 323-82;
- давление паров бензина и бензиновых смесей в соответствии с ASTM D 4953-99;
- давление паров нефтепродуктов по формуле, приведенной в ASTM D 5191-07.

Результаты измерений и расчетов отображаются на дисплее анализатора, который снабжен интерфейсом RS 232 для прямой передачи результатов на принтер или компьютер и встроенному процессору для хранения полученных данных с целью их последующей распечатки.

1.3.4 В 2002 году фирмой «GRABNER INSTRUMENTS» была разработана автоматическая поточная модель анализатора ДНП – MINIVAP ON-LINE (рисунок 1.4), которая позволяет контролировать ДНП в трех магистралях одновременно [21]. Также анализатор можно использовать для контроля качества выпускаемой продукции в соответствии с ASTM D 6377-99, ASTM D 6378-03, ASTM D 5191-07, ASTM D 4953-99 и ASTM D 323-82.



Рисунок 1.4 - Внешний вид анализатора MINIVAP ON-LINE

Анализатор работает полностью автоматически. Проба втягивается в измерительную камеру из измеряемого потока с помощью системы пробоподготовки. Во избежание загрязнения от предыдущей, следующая проба используется для промывки измерительной ячейки.

Все результаты измерений отображаются на жидкокристаллическом дисплее с подсветкой. При этом пользователь может выбрать язык, а также единицы измерений давления (гПа, кПа, psi, атм.) и температуры (градус Цельсия или Фаренгейта). Кроме того, прибор снабжен множеством дополнительных функций.

Основные узлы анализатора MINIVAP ON-LINE закреплены на корпусе из нержавеющей стали, установленном на шасси. Контроллер с большим дисплеем расположен на двух шарнирах и его можно повернуть в нужную сторону для обеспечения быстрого доступа. Входные клапаны пробы и клапан для калибровочной жидкости расположены на нижней стенке внутри корпуса. Порт для вывода отработанной пробы также расположен на этой стенке. В передней дверце имеется большое смотровое окно, обеспечивающее возможность считывания информации с дисплея контроллера. Ниже этого окна расположены

три внешние клавиши, позволяющие работать с блоком при закрытом корпусе, когда блок подключен к системе продувки (для работы в опасной зоне).

1.3.5 Одновременно с анализаторами MINIVAP в 2002 году на российском рынке появились анализаторы ДНП SETAVAP II (рисунок 1.5).

Разработанный английской фирмой «STANHOPE–SETA» анализатор SETAVAP II [22], представляет собой настольный, автоматизированный прибор, позволяющий быстро и точно определять ДНП невязких жидкостей. В его состав входят:

- измерительная камера;
- датчики давления и температуры;
- мембрана с держателем;
- сливной контейнер;
- буквенно-цифровой дисплей;
- программное обеспечение.



Рисунок 1.5 - Внешний вид анализатора SETAVAP II

Технические характеристики анализатора SETAVAP II приведены в таблице 1.2.

Таблица 1.2 - Технические характеристики анализатора SETAVAP II

| Наименование характеристики | Значение характеристики |
|--|-----------------------------------|
| Диапазон показаний давления насыщенных паров, кПа | 0...200 |
| Диапазон измерений давления насыщенных паров, кПа | 8...115 |
| Пределы допускаемой относительной погрешности измерений, % | |
| • в диапазоне 8-12 кПа | ±10 |
| • в остальном диапазоне измерений | ±5 |
| Напряжение питающей сети, В | 220 ⁺²² ₋₃₃ |
| Частота питающей сети, Гц | 50±1 |
| Потребляемая мощность, В·А | 70 |
| Габаритные размеры (длина×высота× ширина), мм | 205×365×240 |
| Масса, кг | 3,5 |

Принцип действия заключается в измерении давления паров насыщенной воздухом пробы, которая с помощью специального шприца (метод впрыскивания) вводится через мембрану в предварительно откачанную с помощью вакуумного насоса измерительную камеру. Камера перед вводом пробы герметизируется. Давление паров пробы определяется при температуре $(37,8 \pm 0,1)^\circ\text{C}$ и соотношении объемов пар/жидкость 4:1. Прибор автоматически, с интервалом в одну минуту, производит измерения давления паров пробы. Когда значения давления паров становятся устойчивыми и расхождение между тремя последовательными результатами измерений не превышает 0,1 кПа, процедура измерений автоматически заканчивается. Результаты измерений и расчетов отображаются на буквенно-цифровом дисплее анализатора. Программное обеспечение которого позволяет рассчитывать эквивалентное давление насыщенных паров по Рейду в соответствии с ГОСТ 1756-2000, ASTM D 323-82, ASTM D 4953-99, ASTM D 6378-03 и по формуле, приведенной в ASTM D 5191-07.

Благодаря своей универсальности и дизайну анализатор SETAVAP II составляет серьезную конкуренцию серии анализаторов MINIVAP, не уступая им ни по точности, ни по быстродействию.

1.3.6. В 2008 году на территории РФ были утверждены анализаторы типа – ERAVAP (рисунок 1.6), разработанных фирмой «Eralytics GmbH» [23], Австрия. Они предназначены для автоматического измерения давления паров автомобильных и авиационных бензинов, углеводородных растворителей, сырой нефти, а также отношения пар/жидкость измеряемого бензина в соответствии с требованиями современных стандартов.



Рисунок 1.6 - Внешний вид анализатора ERAVAP

Портативность анализатора и возможность использования в качестве источника электропитания автомобильной аккумуляторной батареи позволяет проводить измерения давления паров исследуемого вещества, как в лабораторных, так и в полевых условиях.

Технические характеристики анализатора ERAVAP приведены в таблице 1.3

Таблица 1.3 - Технические характеристики анализатора ERAVAP

| Наименование характеристики | Значение характеристики |
|--|-------------------------|
| Диапазон показаний давления насыщенных паров, кПа | 0 - 1000 |
| Диапазон измерений давления насыщенных паров, кПа | 10 - 115 |
| Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений, кПа | ± 1 |
| Температурный диапазон, °С | 0-110 |
| Соотношения пар - жидкость | 4:1 ... 0,02:1 |
| Напряжение питающей сети, В | 220^{+22}_{-33} |
| Потребляемая мощность, В-А, не более | 100 |
| Частота питающей сети, Гц | 50 ± 1 |
| Габаритные размеры (длина x ширина x высота), мм, не более | 220x320x280 |
| Масса, кг | 8 |
| Средний срок службы, лет | 10 |

Принцип действия анализатора заключается в измерении давления паров пробы, которая всасывается поршнем в герметичную, термостатированную измерительную камеру. В зависимости от положения поршня в камере может создаваться различное соотношение объемов паровой и жидкой фаз. Температура измерительной камеры регулируется с помощью термоэлектрического модуля и контролируется датчиком температуры. Давление измеряется встроенным в поршень пьезорезистивным датчиком.

После установления равновесия температуры и давления производится измерение ДНП исследуемого вещества.

Результаты измерений и расчетов отображаются на цветном сенсорном дисплее анализатора. Анализатор снабжен интерфейсом RS 232, Ethernet, встроенным процессором и USB для прямой передачи результатов на принтер или компьютер.

Анализатор ERAVAP способен автоматически измерять давление паров автомобильных и авиационных бензинов, углеводородных растворителей и сырой нефти. Он соответствует требованиям современных зарубежных стандартов и не уступает аналогичным приборам [24] [25].

1.3.7 Также в 2008 году были проведены испытания с целью утверждения типа анализатора ДНП RVP-4 (рисунок 1.7) разработанного фирмой «Bartec Venke GmbH», Германия [26].



Рисунок 1.7 - Внешний вид анализатора RVP-4

Анализаторы ДНП поточные RVP-4 предназначены для непрерывных циклических измерений давления насыщенных паров нефти и нефтепродуктов непосредственно в трубопроводах или технологических линиях.

Технические характеристики анализатора RVP-4 приведены в таблице 1.4.

Таблица 1.4 - Технические характеристики анализатора RVP-4

| Наименование характеристики | Значение характеристики |
|---|-------------------------|
| Диапазон показаний давления насыщенных паров, кПа | 7...1000 |
| Диапазон измерений давления насыщенных паров, кПа | 8...115 |
| Пределы допускаемой относительной погрешности измерений, % в диапазоне 8-12 кПа в остальном диапазоне измерений | ± 10 ± 5 |
| Диапазон показаний температуры, °С | 0...50 |
| Соотношение пар-жидкость | 4:1 |
| Потребляемая мощность, В·А, не более | 500 |
| Напряжение питающей сети, В | 220^{+22}_{-33} |
| Частота питающей сети, Гц | 50 ± 1 |
| Габаритные размеры (длина×высота×ширина), мм, не более | 1191×1930×710 |
| Масса, кг, не более | 350 |
| Средний срок службы, лет | 10 |

Анализаторы представляют собой автоматизированные приборы, подключенные к потоку продукта через систему пробоотбора и подготовки пробы. Сущность метода заключается в том, что порция анализируемой пробы нагревается и подается в измерительную камеру анализатора. Затем измерительная камера термостатируется при температуре испытания 37,8 °С, при этом увеличивается объем камеры за счет движения поршня до соотношения объемов паровой фазы к объему жидкой фазы 4:1. Далее происходит выдержка смеси в камере до установления равновесия пар/жидкость, после чего совершается измерение текущего значения и фиксирование максимального показания электронного преобразователя давления.

Программа анализатора переводит показания датчика в величины эквивалентные ДНП по методу Рейда (ГОСТ 1756-2000) или по

ГОСТ 28781-90 «Нефть и нефтепродукты. Метод определения давления насыщенных паров на аппарате с механическим диспергированием».

В состав анализатора входят:

- камера подогрева;
- камера термостатирования пробы с программируемым режимом и контролем температур на входе и выходе из камеры;
- механизм дозирования порции пробы и ее подачи в измерительную камеру;
- испытательная камера, обеспечивающая соотношение пар/жидкость 4:1;
- датчик давления, фиксирующий текущее и максимальное давление пара нефти или нефтепродукта;
- электронный контроллер, обеспечивающий контроль параметров испытания, задание условий испытания и управление аппаратурой;
- жидкокристаллический дисплей для индикации параметров испытаний и настроек.

В рабочем режиме анализатора на дисплей выводятся следующие показатели:

- наименование текущей операции, проводимой аппаратурой и время ее протекания;
- температура бани-термостата;
- температура пробы на входе в испытательную камеру;
- температура пробы на входе в баню-термостат;
- текущие показания датчика давления;
- результат испытания - максимальное значение давления в измерительной камере, зафиксированное в процессе эксплуатации RVP-4.

1.3.8 В последнее время на отечественном рынке появились новые анализаторы давления насыщенных паров MINIVAP VPSH Xpert (MINIVAP VPXpert) и MINIVAP LPG.

Анализаторы MINIVAP VPSH Xpert (MINIVAP VPXpert) предназначены для измерений давления насыщенных паров нефти, невязких углеводородов и растворителей, в том числе бензина, а также смесей бензина с оксигенатами.

Анализатор представляет собой компактный, полностью автоматизированный прибор, позволяющий быстро и точно определять давление насыщенных паров невязких жидкостей [27].

В его состав входят:

- измерительная камера с поршнем;
- датчики давления и температуры;
- термоэлектрический модуль;
- устройство отбора проб;
- приемный контейнер;
- буквенно-цифровой дисплей;
- клавиатура;
- встроенное программное обеспечение.

Внешний вид анализатора приведен на рисунке 2.8.



Рисунок 1.8 - Внешний вид анализатора MINIVAP VPSH Xpert
(MINIVAP VPXpert)

Технические характеристики анализатора MINIVAP VPSH Xpert приведены в таблице 1.5.

Таблица 1.5 - Технические характеристики анализатора MINIVAP VPSH Xpert

| Наименование характеристики | Значение характеристики |
|---|-------------------------|
| Диапазон показаний давления насыщенных паров, кПа | от 0 до 1000 |
| Диапазон измерений давления насыщенных паров, кПа | от 8 до 115 |
| Пределы допускаемой относительной погрешности измерений, % в диапазоне от 8 до 12 кПа в остальном диапазоне измерений | ± 10 ± 5 |
| Диапазон показаний температуры, °С | от 0 до 120 |
| Соотношение пар-жидкость | от 4:1 до 0,1:1 |
| Потребляемая мощность, В·А, не более | 200 |
| Напряжение питающей сети, В | 220^{+22}_{-33} |
| Частота питающей сети, Гц | 50 ± 1 |
| Габаритные размеры (длина×высота×ширина), мм, не более | 153×368×277 |
| Масса, кг, не более | 9 |
| Средняя наработка до метрологического отказа, ч | 10000 |
| Средний срок службы, лет | 10 |

Принцип действия анализатора заключается в измерении давления паров пробы, которая всасывается поршнем в герметичную, термостатированную измерительную камеру. В зависимости от положения поршня в камере может создаваться различное соотношение объемов паровой и жидкой фаз. В измерительной камере создается и поддерживается с помощью термостата заданная температура, значение которой регулируется с помощью термоэлектрического модуля и контролируется по показаниям датчика температуры. Давление измеряется встроенным в поршень пьезорезистивным датчиком. После установления равновесия температуры и давления производится измерение ДНП исследуемого вещества. При измерениях соотношение объемов пар/жидкость выбирается в соответствии с требованиями ASTM D 6377-99, ASTM D 6378-03 и EN 13016-1.

Программа анализатора позволяет с помощью корреляционных уравнений вычислять:

- ДНП по Рейду в соответствии с ГОСТ 1756-2000 и ASTM D 323-82;
- давление паров бензина и бензиновых смесей в соответствии с ASTM D 4953-99;
- давление паров нефтепродуктов по формуле, приведенной в ASTM D 5191-07.

Результаты измерений и расчетов отображаются на дисплее анализатора. Анализатор оснащен интерфейсом RS 232 для прямой передачи результатов на принтер или компьютер, а также встроенным процессором для хранения полученных данных с целью их последующей распечатки.

Для реализации различных задач в соответствии с необходимыми стандартами данный анализатор снабжен многочисленными функциями. Поэтому сначала он производит впечатление очень сложного прибора. Однако после установки параметров и программирования процедур измерения в соответствии с требованиями оператора, работать с анализатором очень просто, аналогично работе с анализатором MINIVAP VPS, успешно используемым во всем мире [28].

1.3.9 Анализатор MINIVAP LPG (рисунок 1.9) – стандартизированный прибор, проводящий измерения в соответствии со стандартом ASTM D 6897-09. Он рассчитан на автоматическое определение давления паров сжиженных нефтепродуктов. Полученные с его помощью результаты эквивалентны данным, получаемым по стандарту ASTM D 1267-12 «Давление насыщенных паров сжиженных нефтяных газов» [29].

Давление паров определяется с высокой точностью при предварительно заданной температуре в диапазоне от +5 °С до +70 °С и диапазоне измерения давления до 2000 кПа.



Рисунок 1.9 - Внешний вид анализатора MINIVAP LPG

Прибор работает полностью автоматически, требуемый объем пробы 15 мл. Сосуд, находящийся под давлением и содержащий испытываемую пробу, присоединяется к прибору с помощью быстродействующего соединителя, находящегося с правой стороны анализатора. Промывка и заполнение пробой выполняются полностью автоматически. 10 мл жидкой пробы используются для промывки измерительной ячейки, для измерения давления паров используется 3,3 мл пробы.

Технические характеристики анализатора MINIVAP LPG приведены в таблице 1.6.

Таблица 1.6 - Технические характеристики анализатора MINIVAP LPG

| Наименование характеристики | Значение характеристики |
|---|-------------------------|
| Диапазон показаний давления насыщенных паров, кПа | от 0 до 2000 |
| Диапазон измерений давления насыщенных паров, кПа | от 8 до 115 |
| Пределы допускаемой относительной погрешности измерений, % в диапазоне от 8 до 12 кПа в остальном диапазоне измерений | ± 10 ± 5 |
| Диапазон показаний температуры, °С | от 5 до 70 |
| Потребляемая мощность, В·А, не более | 240 |
| Напряжение питающей сети, В | 220^{+22}_{-33} |
| Частота питающей сети, Гц | 50 ± 1 |
| Габаритные размеры (длина×высота×ширина), мм, не более | 196×315×175 |
| Масса, кг, не более | 8 |
| Средняя наработка до метрологического отказа, ч | 10000 |
| Средний срок службы, лет | 10 |

Анализатор MINIVAP LPG – автономный прибор, не требующий дополнительных принадлежностей. Измеренные данные отображаются на жидкокристаллическом подсвечиваемом дисплее с двумя строками по 40 буквенно-цифровых знаков и легко считываются с него.

Для распечатки полученных данных можно подключить к прибору принтер с последовательным интерфейсом.

При использовании анализатора в полевых условиях он питается от гнезда прикуривателя автомашины, а все измеренные данные сохраняются в его внутренней памяти и могут быть распечатаны позднее.

Давление паров сжиженного газа (LPG) определяется с высокой точностью и воспроизводимостью, и полученные результаты эквивалентны данным, получаемым по стандарту ASTM D 1267-12.

Все вышеперечисленные анализаторы ДНП внесены в Государственный реестр средств измерений РФ и широко используются на территории нашей страны. По погрешностям они почти все находятся на одном уровне и отличаются принципом действия и функциональными возможностями. Самыми удобными в обращении являются анализаторы Eravar и Minivar VPSH Xpert. Они универсальны и используются для большего количества операций и методов. Остальные приборы узко специализированы для конкретных целей.

Бомбы Рейда по-прежнему используются в нефтяной промышленности и рядом специализированных лабораторий для грубой оценки качества нефтепродукта. В настоящее время все предприятия, связанные с нефтью и её производными, переходят на анализаторы, поскольку они дают большую точность по сравнению с бомбами Рейда, а также просты и удобны в обращении.

В связи с постоянным развитием нефтедобывающей и нефтеперерабатывающей промышленности и повышением требований к качеству нефтепродуктов, потребность в более высокоточных приборах и анализаторах ДНП будет продолжать расти, что повлечет за собой необходимость совершенствования системы метрологического обеспечения в этой области [30] [31].

ГЛАВА 2. Термодинамические методы измерения абсолютного давления. Создание установки для измерений ДНП на основе нового метода

В области измерений давления, альтернативно существующим методам измерения давления: через массу и площадь (2.1) или через плотность и высоту водяного столба жидкости (2.2), исследовалась возможность создания естественных эталонов на основе чистых жидкостей с использованием зависимости давления от температуры (2.3; 2.10).

$$P = m \cdot g / S, \quad (2.1)$$

где P – давление; m – масса; g – ускорение силы тяжести; S – площадь поверхности.

$$P = \rho \cdot g \cdot h, \quad (2.2)$$

где P – давление; ρ – плотность рабочей жидкости; g – ускорение силы тяжести; h – высота водяного столба жидкости.

Анализа термодинамических методов, основанных на зависимости давления от температуры, позволил сделать выводы о возможности создания нового метода для области измерений давления насыщенных паров жидкостей. Были проведены сравнения нового пневматического метода с уже существующими методами измерений ДНП, которые подтвердили его уникальность. Его суть и принципы были опубликованы в 2006 году в статье «Методы и средства измерений давления насыщенных паров нефтепродуктов», журнал «Измерительная техника» №3, март 2006. – С.42-45 [7]

Новый пневматический метод был исследован, получены теоретические и экспериментальные результаты. Метод был реализован в высокоточной установке по измерению ДНП, которая вошла в состав государственного рабочего эталона единицы давления для области измерений ДНП. Этот эталон стал первым в своём роде и доказал перспективность развития направления создания естественных эталонов на основе чистых жидкостей.

Рассмотрим данные исследования подробнее.

2.1 Термодинамические методы измерения давления насыщенных паров и их исследования

Прежде чем перейти к созданию эталона в области измерений ДНП нефтепродуктов необходимо рассмотреть термодинамические процессы и методы, на основе которых был построен новый пневматический метод, легший в основу эталона. Термодинамические методы измерения абсолютного давления основаны на свойствах чистых веществ две или три фазы которых (газ, жидкость и твердое тело) находятся в термодинамическом равновесии, при этом давление паров вещества однозначно зависит от его температуры [32]. Методы и устройства, реализующие термодинамические методы классифицируют по физическому принципу действия. Этот принцип действия основан на использовании фиксированных точек фазовых переходов чистых веществ, так называемых тройных точек, либо на использовании непрерывных участков P-T (где P – давление, T – температура) кривой фазового перехода чистых веществ (кривой плавления; кривой сублимации; кривой жидкость-пар.)

В качестве температурных реперных точек используются тройные точки чистых веществ. Тройная точка – это точки равновесия твердой, жидкой и парообразной фаз. Реализация тройной точки вещества, находящегося при комнатной температуре в газообразном состоянии, требует его охлаждения до некоторой низкой температуры. Как частный случай они используются в качестве реперных точек в области измерений давления. Так например в 70-х годах 20 века для измерения давления было предложено использовать тройную точку воды. Вещество достигает сначала точки росы, при которой начинает появляться жидкая фаза. Затем давление падает с понижением температуры в соответствии с кривой изменения давления пара, пока жидкость не начнет замерзать. В процессе затвердевания (пологий участок характеристики, соответствующий замерзанию в условиях тройной точки) температура и давление, сохраняют стабильное значение. Этот процесс можно наблюдать при аттестации стандартного образца

АДНП-20 на основе циклогексана. Фазовая диаграмма воды приведена на рисунке 2.1 [32].

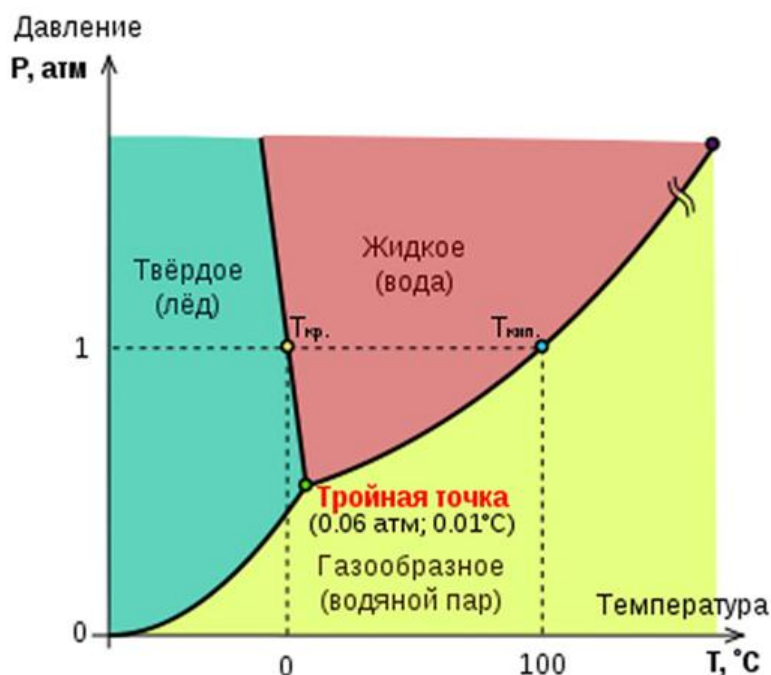


Рисунок 2.1 – Фазовая диаграмма воды

Для того чтобы обеспечить точность и стабильность параметров состояния тройной точки, вещество должно находиться в условиях адиабатического режима. Адиабатический режим – это термодинамический процесс в макроскопической системе, при котором система не обменивается теплотой с окружающим пространством.

Устройства на основе тройной точки газов имеют ограниченное число воспроизводимых точек давления, определяемое определенным набором чистых жидкостей. Кроме того, есть ряд технических неудобств, связанных с расчетом различных поправок для определения абсолютного давления [33].

Для реализации нашей задачи, построения высокоточной измерительной установки для определения ДНП жидкостей, можно использовать метод, основанный на фиксированных точках давления кривых фазовых переходов чистых веществ. Получить такие точки можно при помощи набора жидкостей и датчика температуры, в качестве которого целесообразно использовать термостат с необходимыми нам метрологическими характеристиками.

Конструкция измерительной камеры и аппаратура управления процессом воспроизведения температуры с погрешностью не более $0,05\text{ }^{\circ}\text{C}$ просты в эксплуатации и сравнительно недороги, что позволяет реализовать новый метод измерения ДНП без каких-либо существенных затрат.

Таким образом, существует возможность измерения и воспроизведения давления в отдельных фиксированных точках Р-Т кривой. Если мы будем выбирать большое количество веществ то столкнемся с неодинаковостью их состава, количеством примесей, что потребует при каждом измерении тщательного анализа и специальных исследований по определению временных характеристик веществ, таких как изменение свойств вещества во времени, плотности жидкости, насыщенность жидкости воздухом и т.д. Указанные факторы не позволяют использовать данный метод в широком диапазоне измерений ДНП, но для рабочего диапазона измерений (от 8 до 115 кПа) анализаторов давления насыщенных паров, бомб рейда и т.д. он подходит.

2.2 Теоретический расчет давления насыщенных паров чистых жидкостей и экспериментальные исследования

Рассмотрим возможность применения теоретических и экспериментальных исследований (п. 2.1) проведенных в ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» для измерения давления насыщенных паров жидкостей с повышенной точностью.

Как уже было сказано выше, давление насыщенных паров - это давление паров, находящихся в равновесии с жидкой фазой при определенных соотношениях объемов жидкой и паровой фаз при заданной температуре [34]. Для нефти и нефтепродуктов ДНП является функцией их фракционного состава и характеризует интенсивность испарения, оказывающую влияние на условия хранения, транспортировки и применения. Давление насыщенного пара чистого вещества, как и нефтепродуктов является функцией температуры [35]. Температура, при которой ДНП становится равным давлению в системе, называется температурой кипения вещества. Давление насыщенных паров нефти и нефтепродуктов до некоторой степени характеризует их испаряемость, наличие в них легких компонентов, растворенных газов и т. д. Оно резко увеличивается с повышением температуры. При одной и той же температуре меньшим давлением насыщенных паров характеризуются более легкие нефтепродукты. Основные эмпирические зависимости давления насыщенных паров от температуры берутся из справочной литературы.

Давление насыщенного пара чистого вещества можно рассчитать по формуле Антуана (2.8) [36].

$$\lg P = A - \frac{B}{(t+C_A)}, \quad (2.3)$$

где P - давление насыщенного пара, кПа;

A, B, C_A - константы формулы Антуана;

t - температура, °С.

Справочные данные констант формулы Антуана могут отсутствовать и тогда, определить зависимость давления пара от температуры можно будет

расчетным путем, пользуясь корреляцией Миллера [36]. Корреляция Миллера определяет связь давления с критической температурой $T_{кр}$, теплотой парообразования r и температурой кипения вещества $T_{кип}$. Эта корреляция используется для диапазона низких абсолютных давлений (от 1 до 200 кПа).

$$\lg P = A - \frac{B}{T} + C_1 \cdot T + C_2 \cdot T^2 \quad (2.4)$$

где P - давление насыщенного пара, мм рт. ст.;

T - расчетная температура;

A, B, C_1 и C_2 - экспериментальные коэффициенты.

Теоритический расчет справочных коэффициентов равен:

$$A = 0,607 \cdot k \cdot \left[4 \cdot \frac{T_{кр}}{T_{кип}} - \left(\frac{T_{кип}}{T_{кр}} \right)^2 \right] - 1,448 \cdot k \cdot \left[\frac{T_{кр}}{T_{кип}} - \frac{T_{кип}}{T_{кр}} \right] + 2,88081 \quad (2.5)$$

$$B = 0,98 \cdot k \cdot T_{кр} \quad (2.6)$$

$$C_1 = \frac{-1,448 \cdot k}{T_{кр}} \quad (2.7)$$

$$C_2 = \frac{0,607 \cdot k}{T_{кр}^2} \quad (2.8)$$

$$k = \frac{r_{T_1}}{4,567 \cdot T_{кр} \left(1 - \frac{T_1}{T_{кр}} \right)^{0,38}} \quad (2.9)$$

где r_{T_1} - теплота парообразования при температуре T_1 , кал/моль.

На практике, формулу Антуана не корректно использовать для определения давления насыщенного пара нефтепродуктов, так как нефтепродукты являются нефтяной фракцией углеводородов.

Средняя погрешность формулы Миллера составляет 2,9%, таким образом теоретический расчет ДНП нефтепродуктов корректнее осуществлять по формуле М.К. Жоховского (2.10) [38]. Эта формула была выведена при исследовании термодинамического метода измерения давления на основе непрерывных участков Р-Т кривых плавления, сублимации и парообразования чистых веществ в процессах фазовых переходов 1-го рода. и имеет вид:

$$P = \left(P_{\text{нач}}^{1-c} + \frac{(P_{\text{кон}}^{1-c} - P_{\text{нач}}^{1-c}) \cdot \left[1 - \left(\frac{T_{\text{нач}}}{T} \right)^n \right]}{\left[1 - \left(\frac{T_{\text{нач}}}{T_{\text{кон}}} \right)^n \right]} \right)^{\frac{1}{1-c}} \quad (2.10)$$

где P , T , $P_{\text{нач}}$, $T_{\text{нач}}$, $P_{\text{кон}}$, $T_{\text{кон}}$ - давление и температура прямой насыщения Р-Т, для начальной и конечной точки.

c , n - взаимосвязанные эмпирические константы.

Данный метод позволяет по установленному значению температуры воспроизводить необходимое значение давления. Для воспроизведения конкретного значения давления в измерительной камере, заполненной экспериментальным веществом, достаточно поддерживать соответствующую ему по Р-Т кривой температуру процесса до тех пор, пока не будет достигнуто состояние термодинамического равновесия. Значение установившегося при этом давления будет равно искомому.

Для реализации возможности измерения ДНП с высокой точностью во ВНИИМ при участии автора была разработана экспериментальная установка для реализации нового метода основанного на термодинамических зависимостях. Установка получила название: Установка для измерения давления насыщенных паров (УДНП).

Давление насыщенного пара воды в диапазоне рабочих температур (от 15 до 50) °С, полученное теоретическим и экспериментальным путем, приведено в таблице 2.1, и совпадает со справочными данными [37]. Для экспериментальных исследований использовалась УДНП.

Таблица 2.1 - Давление насыщенного пара воды

| t, °C | Р днп | | Приведенная погрешность, % |
|-------|----------------|-----------|----------------------------|
| | расчетное, кПа | УДНП, кПа | |
| 15 | 1,706 | 1,730 | -0,20 |
| 20 | 2,339 | 2,330 | 0,07 |
| 25 | 3,169 | 3,190 | -0,17 |
| 30 | 4,245 | 4,272 | -0,22 |
| 35 | 5,627 | 5,653 | -0,21 |
| 40 | 7,381 | 7,410 | -0,24 |
| 45 | 9,589 | 9,610 | -0,17 |
| 50 | 12,344 | 12,320 | 0,19 |

Давление насыщенных паров воды в зависимости от температуры в других температурных диапазонах, также можно найти в справочной литературе.

Результаты теоретических и экспериментальных исследований УДНП, реализующей новый термодинамический метод, позволяют сделать вывод о возможности измерения абсолютного давления насыщенных паров в диапазоне (0,1 - 160) кПа, что позволяет разработать и исследовать макет рабочего эталона.

Перспективность применения метода, описанного выше, заключается также в том, что на его базе можно создавать переносные эталоны сравнения и стандартные образцы, необходимые для сличений, поверки и калибровки эталонных стационарных установок, анализаторов ДНП и бомб Рейда абсолютного давления на месте их эксплуатации.

2.3 Разработка установки для измерения давления насыщенных паров нефтепродуктов на основе нового метода

Руководствуясь требованиями современных стандартов, а также опытом измерений в области давления во ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева», было разработано экспериментальное устройство для измерения ДНП нефтепродуктов и различных жидкостей. Измерения абсолютного давления насыщенных паров испытуемого образца должны были, с целью преемственности методик, проводится при температуре 37,8 °С, при соотношении фаз пар/жидкость в измерительной камере - 4:1. Погрешность в ГОСТ 1756-2000 не регламентирована, указано лишь, что сходимость результатов измерений не должна превышать 2 кПа. ASTM D 323-82 рекомендует погрешность не более 1 кПа [39].

При непосредственном участии автора, в основу создаваемой установки для измерения давления насыщенных паров положен разработанный и исследованный способ измерений ДНП, соответствующий документам [40, 41]. Предложенный пневматический метод прямого откачивания содержит новый подход к измерению ДНП за счет новых конструктивных решений по сравнению с существующими методами (Бомба Рейда и анализаторы ДНП), и соответствует стандартам (ГОСТ, ASTM) благодаря соблюдению основных моментов измерения, а именно:

- поддержание соотношения пар:жидкость равным 4:1;
- измерение ДНП при температуре 37,8°С (100°F);
- вакуумизация измерительной камеры.

Суть метода заключается в следующем. В измерительную камеру через входной клапан подается испытуемый образец давления насыщенных паров, в таком объеме, что бы соотношение объемов пар:жидкость было равным 4:1. Для достижения наилучших результатов образец охлаждается до температуры + 3°С. После заливки образца входной клапан закрывается, и открывается откачной клапан, соединяющий измерительную камеру с насосом. Процесс вакуумизации измерительной камеры заканчивается в тот момент, когда показания датчика

давления перестают уменьшаться, после этого закрывается откачной клапан. Остаточное давление $P_{ост.}$ в камере необходимо учесть при определении давления насыщенных паров.

После того как все клапаны закрыты начинается процесс нагрева измерительной камеры и испытуемого образца с помощью термостата. Нагрев продолжается до температуры $37,8^{\circ}\text{C}$ (100°F). При этой температуре установившееся в измерительной камере давление является давлением насыщенных паров испытуемого образца за вычетом остаточного давления.

Давление, измеряемое по этому методу, можно рассчитать по формуле:

$$P = gh(\rho_1 - \rho_2)[1 + \alpha(20 - t)] \quad (2.11)$$

где P – давление насыщенных паров; Па

h – высота столба аттестуемой жидкости в измерительной камере, м;

g – ускорение свободного падения, м/с^2 ;

ρ_1 – плотность аттестуемого образца в измерительной камере при температуре измерений и при атмосферном давлении, кг/м^3 ;

t – температура окружающей среды, $^{\circ}\text{C}$

α – температурный коэффициент линейного расширения материала измерительной камеры, град^{-1} ;

ρ_2 – плотность воздуха при условиях измерений, кг/м^3 ;

$$\rho_2 = \rho_6 \frac{P_{ам} - P_{ост.}}{P_n} \cdot \frac{T}{273 + t} \quad (2.12)$$

где ρ_6 – плотность воздуха при нормальном атмосферном давлении $P_{нор}=760$ мм рт. ст. и нормальной температуре $T=293$ К ($\rho_6=1,205$ кг/м^3);

$P_{ам}$ – атмосферное давление, мм рт. ст.;

$P_{ост.}$ – давление, оставшееся в измерительной камере после откачки воздуха; Па,

P_n – определяемое по формуле:

$$P_n = 0,0075 \cdot \rho_1 \cdot g \cdot h. \quad (2.13)$$

В процессе создания установки автором были рассмотрены систематические и случайные составляющие погрешности, были рассчитаны коэффициенты, входящие в состав уравнения измерений. А также, рассчитано среднее квадратическое отклонение (СКО) и неисключенная составляющая погрешности (НСП) и неопределенности. Результаты расчета будут приведены далее по тексту.

Одним из коэффициентов, вносящих большой вклад в погрешность УДНП, является высота столба аттестуемой жидкости в измерительной камере h .

В итоге, одной из основных конструктивных проблем, которую необходимо решить, стала разработка специальной измерительной камеры, поскольку вся установка строилась вокруг неё. В результате экспериментов и расчетов главным функциональным узлом установки стала трехгорлая стеклянная колба (рисунок 2.2). Данный вид измерительной камеры был применен впервые.



Рисунок 2.2 - Внешний вид измерительной камеры

Изначально было взято и исследовано несколько вариантов камеры, но в основу установки была положена сферическая трехгорлая стеклянная колба. Данный выбор был обусловлен следующими факторами:

- стекло химически устойчиво;
- относительная простота воспроизведения камеры в случае утраты;
- легкость подсоединения датчиков и насоса;

- повышенное обеспечение герметичности;
- легкость обеспечения химической чистоты такой колбы;
- визуализация степени загрязненности измерительной камеры.

Расчет объема измерительной камеры для правильного задания фаз пар/жидкость проводился по специально разработанной методике.

Трехгорлая колба состоит условно из сферы и трех цилиндров (рисунок 2.3), причем крайние ответвления симметричны и по объему равны между собой.

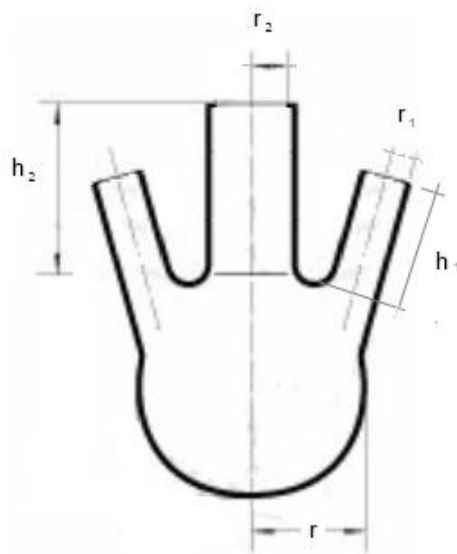


Рисунок 2.3 - Эскиз трехгорлой колбы

Объем сферы вычисляется по формуле:

$$V_{сф} = \frac{4}{3} \pi \cdot r^3 \quad (2.14)$$

где r – радиус сферы;

π – математическая константа равная 3,14.

Объем одного цилиндра равен:

$$V_{ц} = \pi r^2 \cdot h \quad (2.15)$$

где r – радиус одного из горлышек колбы;

h – высота цилиндра.

Таким образом, объем колбы будет складываться из суммы объемов всех элементов:

$$V = \frac{4}{3} \pi r^3 + 2\pi r_1^2 \cdot h_1 + \pi r_2^2 \cdot h_2 \quad (2.16)$$

Колба была спроектирована таким образом, чтобы объем измерительной камеры соответствовал бомбе Рейда и требованиям ГОСТ 1756-2000 и ASTM D 323-82.

Изначально объем измерительной камеры был равен $V=1000$ мл, и для правильного соотношения пар/жидкость 4:1 необходимо было в нее наливать 200 мл испытуемой пробы. Это нерационально, так как для испытания образца необходимо минимум 3 измерения, а это 600 мл. пробы. В процессе модернизации установки автор произвел расчет и смоделировал новую измерительную камеру, которая и вошла в состав нового эталона. Подробный расчет новой измерительной камеры можно увидеть в пункте 3.2.1.

Важным компонентом в решении задачи уменьшения погрешности от времени откачки измерительной камеры являлся выбор насоса.

Для откачки воздуха из измерительной камеры необходимо было выбрать насос, позволяющий за короткое время создать максимальное разрежение в измерительной камере и при этом максимально сократить энергозатраты на его питание.

Были рассмотрены и исследованы насосы со следующими характеристиками (таблица 2.2):

Таблица 2.2 – Варианты выбора насоса

| № | Марка насоса | Быстрота действия, л/с | Остаточное давление, мм рт. ст. | Двигатель, кВт/ об/мин | Габариты, мм | Масса, кг |
|---|----------------------|------------------------|---------------------------------|------------------------|--------------|-----------|
| 1 | 2НВР-0,1Д (220В) | 0,12 | 0,05 | 0,04/5000 | 147x70x105 | 1,6 |
| 2 | НВР-0,1Д (27В) | 0,12 | 0,05 | 0,04/4500 | 147x70x105 | 1,6 |
| 3 | НВР-0,1Д (12В) | 0,2 | 0,05 | 0,04/4500 | 147x70x105 | 1,6 |
| 4 | НВР-1 | 1 | 10 | 0,25/3000 | 290x170x143 | 8 |
| 5 | НВР-4,5Д (НВР-1,25Д) | 1,25 | 0,01 | 0,25/3000 | 340x135x210 | 10 |
| 6 | 2НВР-5ДМ | 5,5 | 0,005 | 0,55/1500 | 555x170x280 | 26 |
| 7 | 2НВР-60Д(НВР-16Д) | 18 | 0,005 | 2,20/1500 | 800x265x415 | 78 |
| 8 | 2НВР-90Д | 25 | 0,005 | 2,20/1500 | 800x300x400 | 100 |
| 9 | НВР-250Д | 63 | 0,005 | 5,50/1500 | 1060x370x530 | 210 |

Насосы 1-3 не подходят по причине низкого быстродействия. Необходимо обеспечить высокую скорость откачки для достижения нужного разрежения в измерительной камере за наименьшее время.

Насосы 4 и 5 не подходят по причине большого остаточного давления. Так как остаточное давление напрямую влияет на ДНП образца – оно должно быть сведено к минимуму.

Насосы 7 – 9 не подходят из-за большой массы и габаритных размеров.

Наилучшие результаты при исследованиях были получены автором при использовании вакуумного насоса типа 2НВР-5ДМ.

Со временем стало очевидным, что масляные насосы устарели и им на смену пришли новые – безмасляные насосы. Они выгоднее по энергопотреблению и создают меньше шума во время работы. По производительности они так же превосходят старый 2НВР-5ДМ. Исходя из вышесказанного насос в установке был заменен на вакуумный безмасляный насос Scroll meister японской фирмы Anest Iwata.

Вторым важным компонентом, непосредственно влияющим на случайную погрешность измерения ДНП, является выбор термостата.

К термостату выдвигались требования:

- нагрев до температуры 40 °С;
- жидкостная среда;
- объем водяной бани;
- оптимальная цена.

Для нагрева измерительной камеры с испытуемым образцом до температуры 37,8 °С изначально был выбран термостат U-15, но поскольку по габаритам, нагреву и эксплуатационным возможностям он не устраивал современным требованиям, он был заменен автором на современный водяной термостат TW-2 компании ELMi. Точность поддержания температуры в термостате – 0,1 °С.

Для контроля температуры внутри измерительной камеры изначально был выбран термометр ТЛ-2 с шагом 0,1 °С и погрешностью 0,05 °С. Термометр закрепляется в центральном цилиндре трехгорлой колбы. Данный термометр был выбран по причине универсальности, достаточной точности, стабильности метрологических характеристик, легкой заменимости и цены. Поскольку ртутные

термометры не имеют четкой цифровой индикации автором было принято решение заменить его на более точный и современный термометр ЛТ-300. Это цифровой термометр, производства ООО «Термэкс», г. Томск с диапазоном измерений от минус 50 до плюс 300°С и погрешностью $\pm 0,05$ °С.

Для измерения давления в измерительной камере вместо устаревшего датчика давления ТИМОС ДА класса точности 0,2 был по нашим требованиям разработан датчик давления компании МИДА (рисунок 2.4). Выбор данного датчика был обусловлен тем, что на данный момент это один из лучших цифровых датчиков, как по универсальности применения, так и по точности.

Метрологические характеристики датчика МИДА-ДА:

- верхний предел измерений – 160 кПа;
- выходной сигнал – 4...20 мА;
- основная приведенная погрешность – $\pm 0,15$ %.



Рисунок 2.4 - Датчик давления МИДА

Решающую роль в выборе датчика давления сыграли диапазон и погрешность измерений, согласно ГОСТ 1756-2000 и ASTM D 323-82.

Для визуализации результатов измерения ДНП было решено подключить датчик давления к ноутбуку. Кроме того, это было выгодным решением, поскольку питание датчика может идти через специальный контроллер, связывающий их с ноутбуком.

Была разработана и предложена новая методика по работе с рабочим эталоном. Принцип действия эталона заключается в измерении ДНП жидкости с помощью датчика давления, который герметично подсоединен к измерительной камере с определенным количеством исследуемой жидкости и заданным соотношением пар/жидкость, а соотношение фаз пар/жидкость 4:1. Из камеры с помощью насоса откачивают воздух, нагревают измерительную камеру и термостатируют в термостате до температуры 37,8 °С. При этой температуре измеряют установившееся в измерительной камере давление, которое и является ДНП исследуемой жидкости за вычетом остаточного давления в измерительной камере. Значение ДНП с датчика давления визуализируется на экране ноутбука в цифровом и графическом исполнениях (на графике). Всё это обеспечено лицензионным программным пакетом компании МИДА. Такая методика соответствует современным ГОСТ и ASTM.

Исследования датчика абсолютного давления МИДА-ДА проводились в два этапа. Вначале были проведены испытания датчика на рабочем эталоне давления 2 разряда (класс точности 0,05) результаты которых приведены в таблице 2.3:

Таблица 2.3 - Исследование метрологических характеристик датчика МИДА с помощью эталона 2 разряда

| № п/п | Эталон, кПа | МИДА, кПа | Δ , кПа | Приведенная погрешность, % |
|-------|-------------|-----------|----------------|----------------------------|
| 1 | 32 | 32,04 | 0,04 | 0,025 |
| 2 | 64 | 64,12 | 0,12 | 0,075 |
| 3 | 96 | 96,10 | 0,10 | 0,063 |
| 4 | 128 | 128,11 | 0,11 | 0,069 |
| 5 | 160 | 160,19 | 0,13 | 0,081 |
| 6 | 128 | 128,18 | 0,09 | 0,056 |
| 7 | 96 | 96,11 | 0,11 | 0,069 |
| 8 | 64 | 64,03 | 0,03 | 0,019 |
| 9 | 32 | 32,08 | 0,08 | 0,050 |

Исследования подтвердили, что погрешность датчика МИДА-ДА составляет $\pm 0,15\%$, поэтому данный датчик подходит для обеспечения необходимой погрешности измерения, превосходя предыдущий датчик, чья приведенная погрешность составляла $\pm 0,20\%$. Более того, погрешность датчика при исследованиях не превысила $\pm 0,10\%$, что указывает на метрологический запас по точности.

На втором этапе датчик МИДА-ДА исследовался в составе установки с использованием чистых жидкостей, таких как вода, толуол, ацетон, которые имеют стандартное (справочное) значение ДНП при определенных значениях температуры, что позволило оценить погрешность всей установки в целом.

В таблице 2.4 приведены средние значения десяти измерений результатов исследований.

Таблица 2.4 - Исследование метрологических характеристик УДНП с преобразователем МИДА-ДА при помощи чистых жидкостей

| № п/п | Наименование образца | Справочное значение, кПа | Измеренное значение, кПа | Δ , кПа | Приведенная погр. % |
|-------|----------------------|--------------------------|--------------------------|----------------|---------------------|
| 1 | Вода | 6,61 | 6,58 | -0,03 | 0,02 |
| 2 | Толуол | 32,00 | 31,90 | -0,10 | 0,06 |
| 3 | Ацетон | 48,20 | 48,31 | 0,11 | 0,07 |

Исследования на чистых веществах подтвердили соответствие теоретических расчетов практике, а также высокую точность измерений усовершенствованной УДНП в области измерений ДНП.

В таком составе УДНП была утверждена в качестве рабочего эталона для области измерения давления насыщенных паров.

Основные технические характеристики эталона:

- Диапазон измерений абсолютного давления, кПа 0...160
- Пределы допускаемой основной приведенной погрешности, % $\pm 0,25$
- Рабочая жидкость термостата вода
- Диапазон рабочих температур, °C 15...50
- Напряжение питающей сети, В 220

- Частота питающей сети, Гц 50±1
- Потребляемая мощность от сети переменного тока, кВт, не более 3

Структурная схема эталона приведена на рисунке 2.5.

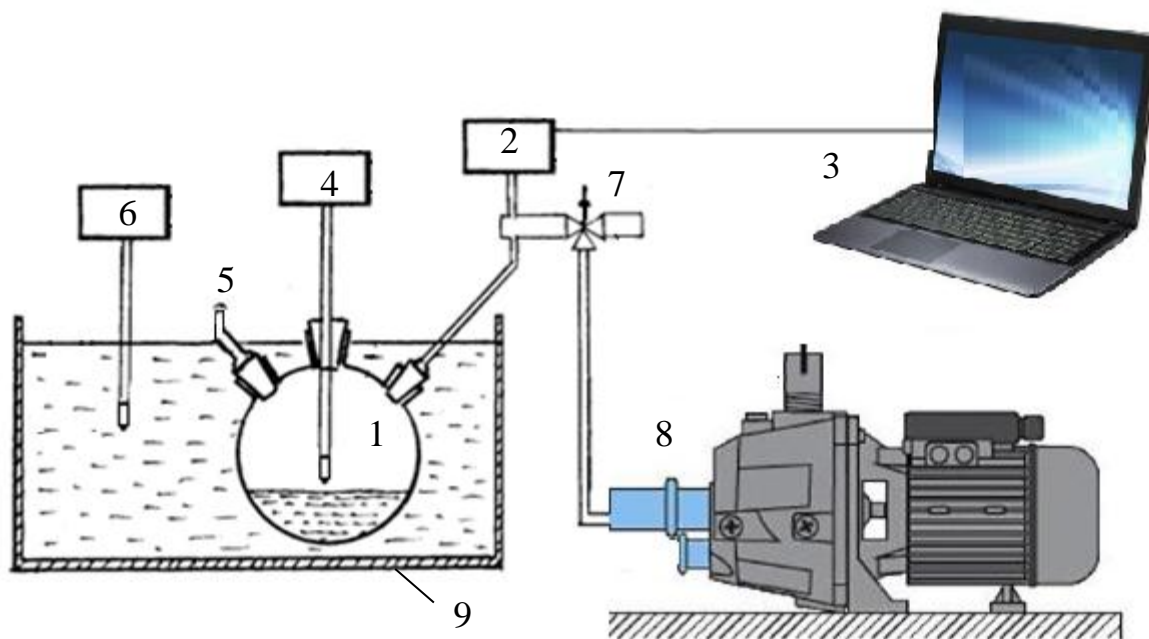


Рисунок 2.5 - Схема рабочего эталона для измерений давления насыщенных паров жидкости

- 1 - измерительная камера;
- 2 - преобразователь давления МИДА-ДА;
- 3 - компьютер;
- 4 - измерительный термометр;
- 5 - штуцер для заливки образца;
- 6 - термометр термостата;
- 7 - трехходовой кран;
- 8 - вакуумный насос;
- 9 – термостат.

Эталон предназначен для измерения абсолютного ДНП различных жидкостей в диапазоне от 0 до 160 кПа и применяется для контроля качества продукции, выпускаемой нефтеперерабатывающими и нефтехимическими предприятиями, при проведении научно-исследовательских работ и при создании стандартных образцов жидкостей. В их число входят стандартные образцы

абсолютного давления насыщенных паров нефтепродуктов (АДНП), предназначенные для калибровки и поверки средств измерений давления насыщенных паров нефтепродуктов, аттестации методик выполнения измерений, контроля достоверности результатов испытаний нефтепродуктов по ГОСТ 1756-2000, ASTM D 323-82, ASTM D 4953-99, ASTM D 6377-99, ASTM D 6378-2003.

Внешний вид эталона приведен на рисунке 2.6



Рисунок 2.6 - Внешний вид эталона для области измерений давления насыщенных паров жидкости

Были проведены измерения для сравнения результатов показанных УДНП с результатами измерений бомбы Рейда в одинаковых условиях. Результаты средних значения десяти измерений приведены в таблице 2.5.

Таблица 2.5 - Сравнение результатов измерений ДНП чистых жидкостей показанных УДНП и Бомбой Рейда

| № п/п | Наименование образца | Справочное значение, кПа | УДНП, кПа | УДНП, % | бомба Рейда, кПа | бомба Рейда, % |
|-------|----------------------|--------------------------|-----------|---------|------------------|----------------|
| 1 | Вода | 6,61 | 6,58 | 0,02 | 9,8 | 1,99 |
| 2 | Толуол | 32,00 | 31,90 | 0,06 | 37,2 | 3,25 |

| | | | | | | |
|---|--------|-------|-------|------|------|------|
| 3 | Ацетон | 48,20 | 48,31 | 0,07 | 58,3 | 6,31 |
|---|--------|-------|-------|------|------|------|

Сравнивая усовершенствованную установку УДНП с бомбой Рейда можно сделать выводы:

- погрешность УДНП ниже погрешности бомбы Рейда более чем на порядок;

- процесс измерений на УДНП (10-15 минут на опыт) проще и быстрее, чем у бомбы Рейда (20-30 минут на опыт);

- УДНП соответствует современным стандартам и имеет дополнительные возможности для модернизации, что дает возможность улучшения метрологических характеристик в связи с развитием нефтедобывающей промышленности Российской Федерации.

ГЛАВА 3. Создание рабочего эталона в области измерений ДНП и исследование его метрологических характеристик

3.1 Модернизация установки для измерения ДНП

С 2002 по 2017 год УДНП постоянно использовалась для испытаний, аттестации и исследований средств измерений ДНП.

Для внесения в Государственный реестр средств измерений Российской Федерации (сейчас – Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений), при непосредственном участии автора, были проведены испытания с целью утверждения типа УДНП, подтвердившие заявленные метрологические характеристики, и в 2002 году УДНП была внесена в Госреестр СИ РФ под номером 23264-02.

Как было сказано ранее, в процессе эксплуатации установки проводились её дальнейшие исследования и модернизации системы создания и поддержания давления в измерительной камере, самой измерительной камеры, а также работы по повышению точности установки.

3.1.1 Модернизация измерительной камеры

В процессе эксплуатации установки был выявлен следующий недостаток. Иногда на аттестацию поступают образцы жидкостей АДНП в ограниченном объеме, а для одной аттестации на установке необходимо не менее 200 мл. При поступлении образцов, объем которых менее 200 мл проведение аттестации невозможно. Кроме того, если требуется проведение повторной аттестации или повторения измерений 2 или 3 раза, объем должен быть порядка 1 литра. Для того, чтобы оптимизировать использование количества жидкостей, поступивших на аттестацию, и для их рационального использования, автором было принято решение минимизировать объем измерительной камеры. Было принято решение сократить объем измерительной камеры на порядок и провести испытания с экспериментальной моделью новой измерительной камеры.

Для этого был произведен перерасчет объема измерительной камеры, подготовлен эскиз, по которому во ВНИИМ была создана новая измерительная камера меньшего объема.

Подставив результаты измерений новой трехгорлой колбы в уравнение (2.16) получаем при исходных размерах колбы:

$$V = \frac{4}{3}\pi r^3 + 2\pi r_1^2 \cdot h_1 + \pi r_2^2 \cdot h_2,$$

где $r=20$ мм, $r_1=15$ мм, $r_2=15$ мм, $h_1=41$ мм, $h_2=40$ мм.

Объем колбы равен $V=125$ мл. Соответственно для достижения соотношения пар/жидкость 4:1 объем необходимого образца будет равен 25 мл.

Также необходимо учесть общий объем при соединении сферической и цилиндрических частей измерительной камеры. Это будут три сегмента сферы с одинаковыми диаметрами. Объем одного сегмента (V_c) может быть вычислен по формуле (3.7):

$$V_c = \frac{4}{3}\pi h_c^2 \cdot (r_c - \frac{1}{3}h_c), \quad (3.1)$$

где $h_c = 1$ мм – высота сегмента;

$r_c = 7,5$ мм – радиус соединения составных частей измерительной камеры.

Подставляя численные значения в формулу (3.1) получаем объем одного сегмента равным $V_c = 1,29$ см². Для трех сегментов это значение будет 3,86 см².

Для достоверного расчета значения объема измерительной камеры к расчету также необходимо прибавить объем вакуумного шланга, соединяющего измерительную камеру с датчиком давления. Объем шланга можно представить в виде объема цилиндра с длиной 15 см и диаметром 0,5 см. Объем рассчитывается по формуле 3.2:

$$V_T = \pi r_T^2 h_T = 3,14 * 0,06 * 15 = 2,82 \text{ см}^2 \quad (3.2)$$

Рабочий объем измерительной камеры с учетом объемов сегментов будет равен:

$$V_{\text{общ}} = V - V_c + V_T = 125 - 3,86 + 2,82 = 124 \text{ мл} \quad (3.3)$$

В этом случае объем необходимого образца будет равен 24,8 мл. ~ 25 мл.

Уменьшив объем измерительной камеры удалось снизить затраты испытуемого образца в восемь раз (с 200 мл до 25 мл). С новой измерительной камерой установка стала компактнее и при этом её метрологические характеристики остались без изменений (таблица 3.6).

Таблица 3.1 – Испытания модернизированной измерительной камеры

| п/п | Образец | Аттестованное значение, кПа | Изм. камера 200 мл., кПа | Прив. погр., % | Изм. камера 25 мл., кПа | Отн. погр., % |
|-----|---------|-----------------------------|--------------------------|----------------|-------------------------|---------------|
| 1 | Гептан | 10,49 | 10,57 | 0,05 | 10,52 | 0,02 |
| 2 | Гексан | 33,85 | 34,23 | 0,24 | 34,10 | 0,16 |
| 3 | Эфир | 54,69 | 54,42 | -0,17 | 54,48 | -0,13 |

Кроме того, основным моментом является то, что с уменьшением объема испытуемого образца стало легче обеспечить его термостатирование, а так как время термостатирования уменьшилось, уменьшилось и время процедуры аттестации образца.

3.1.2 Модернизация системы создания и поддержания давления

В процессе эксплуатации УДНП приходится работать с агрессивными образцами ДНП такими как ацетон, эфир, толуол и т.д. Эти активные вещества постоянно взаимодействуют с пневматической системой установки и если для измерительной камеры, состоящей из стекла такие реагенты не опасны, то с течением времени резиновые вакуумные шланги образующие пневмовакuumную систему установки подвергаются разрушению.

Агрессивная среда и время определяют необходимость периодической реконструкции пневматической системы создания и поддержания давления и вакуума в установке. Поэтому замена поврежденных шлангов и профилактические работы на установке являются основополагающими моментами, влияющими на качество результатов измерений и достижения

конечных точностей процесса аттестации тех или иных образцов жидкостей АДНП.

Таким образом, в 2010 году автором полностью обновлена пневмовакуумная система. Установлены химически стойкие вакуумные шланги и уменьшена длина всей пневмовакуумной системы, влияющая на погрешность результата измерений.

В результате модернизации пневмовакуумной системы метрологические характеристики всей установки были улучшены, поскольку были исключены утечки и натекания в систему воздуха из-за износа старой системы.

Результаты исследований метрологических характеристик УДНП до и после модернизации приведены в таблице 3.7 (указаны средние значения результатов десяти измерений).

Таблица 3.2 - Метрологических характеристик установки до и после модернизации пневмовакуумной системы

| п/п | Образец | Аттестованное значение, кПа | До модернизации, кПа | Отн. погр. % | После модернизации, кПа | Отн. погр. % |
|-----|----------|-----------------------------|----------------------|--------------|-------------------------|--------------|
| 1 | АДНП-20 | 22,34 | 21,95 | -1,75 | 22,2 | -0,63 |
| 2 | АДНП-30 | 34,05 | 34,66 | 1,79 | 34,1 | 0,15 |
| 3 | АДНП-100 | 107,1 | 105,5 | -1,49 | 107,7 | 0,56 |

Результаты исследований метрологических характеристик УДНП, до и после, показали целесообразность проведенной модернизации.

3.1.3 Повышение точности установки

Еще один момент, который заслуживал совершенствования — это недостаточная точность измерений. Давление насыщенных паров испытуемой жидкости измеряется при температуре 37,8 °С, что тяжело осуществить, поскольку из-за невозможности задания точной температуры на старом термостате выставлялось давление 38 °С. Таким образом, при приближении температуры образца жидкости к заданной, оператор вынужден снимать показания с датчика давления в динамическом режиме, что влияет на

погрешность. Кроме того, датчики давления и температуры не имели цифрового выхода, что делало невозможным подключение установки к ЭВМ.

Автором были сделаны выводы, и в процессе совершенствования установки были заменены датчики давления и температуры на современные, которые позволяют использовать их цифровой выходной сигнал для подключения и регистрации результатов измерений на ноутбуке. Одновременно – датчики стали точнее предыдущих, что повысило точность результата измерений в целом.

Как писалось выше, был заменен термостат, давший возможность установления температуры с шагом 0,1 °С.

Для быстрой обработки результатов и визуализации процесса измерений фирмой «МИДАус» разработано программное обеспечение для процесса измерения давления насыщенных паров жидкостей.

В процессе исследования нового метода измерения ДНП реализованного в эталоне автором было установлено, что для уменьшения диффузии летучих примесей, стандартный образец перед аттестацией следует поместить в холодильник. Кроме того, для уменьшения времени откачки воздуха из измерительной камеры ее необходимо периодически встряхивать.

В результате проделанной работы усовершенствована измерительная камера, позволяющая снизить затраты количества аттестуемого образца жидкости ДНП в десять раз без ухудшения метрологических параметров установки. Минимизированная измерительная камера удобна не только экономически, но и эргономически, поскольку компактное исполнение позволяет быстрее выходить на заданный температурный режим в термостате. Новая пневмовакуумная система, установленная на установке, позволила исключить возможные изменения давления внутри системы, протечки и натекания гарантировав герметичность установки в целом и отдельных её узлов в частности. Данные мероприятия, по результатам исследований, повысили точность измерения тем самым подтвердив обоснованность проведения модернизации установки.

В связи с постоянным развитием нефтедобывающего комплекса РФ потребность в повышении точности измерения будет неуклонно расти.

3.2 Создание рабочего эталона в области измерений ДНП

В конце 2015 года была завершена работа по утверждению рабочего эталона в области измерения давления насыщенных паров (ДНП) жидкостей. В основу рабочего эталона вошли теоритические и практические работы, проведенные с 2002 года. Основой эталона стало устройство для измерения ДНП нефти и нефтепродуктов УДНП и новый метод измерения ДНП, базирующийся на фундаментальной теории и экспериментальных исследованиях, разработанные в ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева» [42].

УДНП проходит ежегодную поверку по давлению на государственном рабочем эталоне второго разряда, т.к. по своим метрологическим характеристикам в поверочной схеме «ГОСТ Р 8.802–2012. ГСИ. Государственная поверочная схема для средств измерения избыточного давления до 250 МПа» [43] соответствует статусу рабочего эталона третьего разряда. Полное название утвержденного эталона: «ГОСУДАРСТВЕННЫЙ РАБОЧИЙ ЭТАЛОН 3 РАЗРЯДА ЕДИНИЦЫ ДАВЛЕНИЯ ДЛЯ НАСЫЩЕННЫХ ПАРОВ ЖИДКОСТИ В ДИАПАЗОНЕ ОТ 0 ДО 160 кПа», с регистрационным номером 3.1.ZZB.0033.2015 (Приложение Б, В).

Эталон содержат и применяют в ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева», г. Санкт-Петербург, в научно-исследовательском отделе государственных эталонов и научных исследований в области измерений давления, в соответствии с Правилами содержания и применения эталона.

В процессе создания рабочего эталона в области измерений ДНП были решены такие проблемы как поверка средств измерений давления насыщенных паров, в частности анализаторов типа Minivar, Setavar, RVP-4, Eravar и др., аттестация стандартных образцов ДНП, испытания с целью утверждения типа СИ ДНП. Были разработаны методики поверки для каждого типа приборов, а также методики испытаний в целях утверждения типа данных анализаторов. Рабочий эталон может измерять ДНП различных жидкостей, в том числе нефти и нефтепродуктов с высокой точностью, применяется для контроля качества

продукции, выпускаемой нефтеперерабатывающими и нефтехимическими предприятиями, а также для научно-исследовательских работ и при создании стандартных образцов.

Основные требования к эталону заключаются в следующем:

- эталон хранит и передает единицу давления для области измерений давления насыщенных паров жидкости в диапазоне от 0 до 160 кПа;

- пределы основной погрешности эталона в диапазоне от 0 до 160 кПа составляют не более $\pm 0,25$ % ВПИ (погрешность, приведенная к верхнему пределу измерений);

- эталон предназначен для измерений ДНП различных жидкостей, для аттестации стандартных образцов жидкостей давления насыщенных паров и поверки анализаторов ДНП с использованием стандартных образцов ДНП.

К эталону также предъявляются следующие требования. Во время работы со стандартными образцами ДНП должна соблюдаться техника безопасности при работе с легко воспламеняющимися веществами, а также соблюдаться требования ГОСТ 12.1.004-91 «Пожарная безопасность. Общие требования» [44]. При обращении с источником питания должны соблюдаться Правила технической эксплуатации электроустановок потребителей.

К условиям содержания и применения эталона также есть обязательные требования. Эталон применяют при передаче единицы давления стандартным образцам давления насыщенных паров, а также анализаторам и другим средствам измерения ДНП согласно методикам поверки на них. Периодическая аттестация эталона должна проводиться не реже чем раз в год.

Помещения, где применяется эталон оборудованы электропитанием от сети переменного напряжения 220 В с частотой 50 ± 1 Гц, а также измерительным электрометрическим заземлением.

При содержании и применении эталона должны обеспечиваться следующие условия:

- температура окружающей среды от 15 до 25 °С;
- атмосферное давление от 84,0 до 106,7 кПа;

-относительная влажность воздуха от 30 до 80%.

Рабочий эталон соответствует стандартам ГОСТ 1756-2000, ASTM D 4953, ASTM D 323, ASTM D 5191, ASTM D 6377, ASTM D 6378.

В эталоне соблюдаются следующие условия измерения, а именно:

- поддержание соотношения пар:жидкость равным 4:1;
- измерение ДНП при температуре 37,8°C (100°F);
- вакуумизация измерительной камеры.

При подготовке эталона к применению следует руководствоваться документом «Устройство для измерения давления насыщенных паров жидкости. Руководство по эксплуатации», утвержденным ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева». Работу с эталоном должен осуществлять специалист, обладающий опытом работы с эталоном и ознакомленный с техникой безопасности при работе с электрооборудованием и легко воспламеняющимися жидкостями.

Периодическую аттестацию эталона на соответствие установленным обязательным требованиям осуществляет ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева». Оценку соответствия эталона метрологическим характеристикам, записанным в Паспорте на эталон, выполняют с помощью высокоточного калибратора давления МЕТРАН 501-ПКД-Р. Ответственность за организацию и проведение аттестации через установленные для эталона сроки, а также поверку средств измерений, входящих в состав эталона несет научно-исследовательский отдел измерения давления ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева».

Оценку соответствия требований к условиям содержания и применения устройства осуществляют с помощью термогигрометра. Средства измерений параметров окружающей среды хранят и применяют в том же помещении, где расположен рабочий эталон.

Утверждение рабочего эталона позволило усовершенствовать систему метрологического обеспечения в области измерений давления насыщенных паров, что и являлось задачей данной кандидатской работы.

3.3 Разработка автоматизированной установки для измерения давления насыщенных паров нефти и нефтепродуктов

С 2007 года автором, совместно со специалистами ООО «Научно-производственное предприятие «ПАРК-ЦЕНТР» были начаты работы по созданию поточной установки для измерения ДНП нефти в нефтяных магистральных [45]. В 2010 году был создан опытный образец автоматической установки для измерения давления насыщенных паров нефти и нефтепродуктов (АУИДНП) представленный на рисунке 3.1, а еще через год был разработан опытный образец.

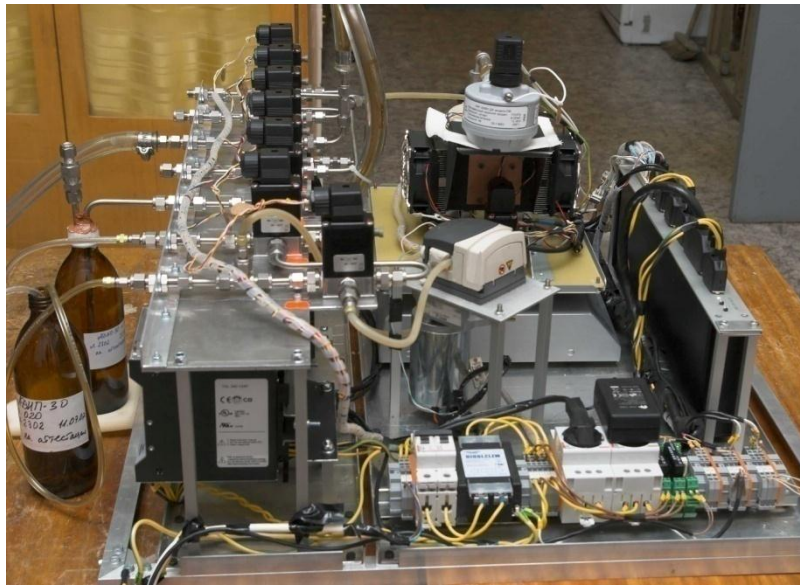


Рисунок 3.1 - Внешний вид АУИДНП

Особенностью АУИДНП является то, что она предназначена для эксплуатации в непрерывном режиме и не требует обслуживающего персонала в процессе работы. Сущность метода заключается в следующем: проба нефтепродукта помещается в испытательную камеру с соотношением объемов газовой и жидкой среды 4:1, после охлаждения выполняется вакуумирование содержащейся воздушной сферы P_0 . После герметизации камеры производится медленный нагрев содержимого до достижения температуры паров, равной $37,8\text{ }^{\circ}\text{C}$, при которой определяется давление P_t , в условиях термодинамического равновесия. Вычисленная разность давлений (3.4) является ДНП испытуемой пробы.

$$P = P_t - P_0 \quad (3.4)$$

Технические характеристики АУИДНП:

- Режим работы АУИДНП непрерывный
- Диапазон измерения ДНП, кПа 0...110
- Абсолютная погрешность измерений, кПа не более 2
- Диапазон рабочих температур, °С 20...50
- Объем пробы, мл 10
- Температура окружающего воздуха, °С 10...40
- Габаритные размеры, мм, не более 750x780x400
- Масса, кг, не более 30

Основой АУИДНП является герметичная теплоизолированная измерительная камера, гидравлически соединенная с необходимыми узлами для слива, подачи и откачки нефтепродукта, промывочной жидкости, образцового вещества, а также для слива отработанных продуктов в специальную ёмкость. Камера оснащена электромагнитными клапанами, датчиками температуры и давления паров, а также термоэлектрическими элементами с датчиками для задания теплового режима. Камера установлена на шейкере, который обеспечивает перемешивание ее содержимого.

АУИДНП позволяет автоматически выполнять ряд технологических процессов при подготовке и проведении измерений, результатом которых является определение ДНП нефтепродукта. При этом выполняются следующие операции:

- производится дозирование пробы (нефти, нефтепродукта, стандартного образца) в измерительную камеру, охлажденную до начальной температуры;
- из камеры выполняется откачка воздушных фракций до наступления термодинамического равновесия, после чего камера герметизируется;
- производится управляемый нагрев измерительной камеры, сопровождаемый перемешиванием содержимого, при этом измеряются значения (пары значений) температуры °С и давления P_l насыщенных паров пробы;

- выполняется обработка измерительной информации, вычисленное значение ДНП P для температуры $^{\circ}\text{C}$ передается по интерфейсам в управляющую систему верхнего уровня;

- производится выравнивание давления в камере, затем выполняется слив отработанных продуктов в дренажную систему с последующей откачкой остаточных паровых фракций;

- в измерительную камеру поступает промывочная жидкость, которая, циркулируя по замкнутому контуру измерительной камеры и гидравлической магистрали АУИДНП, растворяет остатки пробы, после чего жидкость сливается в специальную ёмкость;

- выполняется тепловая вакуумная сушка измерительной камеры и гидравлических магистралей, после чего АУИДНП готово к выполнению всех необходимых операций для определения характеристик ДНП следующей пробы.

Структура АУИДНП представлена на рисунке 3.2. Там же используются следующие обозначения:

Блок управления (БУ). Он управляет технологическим процессом, собирает информацию. БУ базируется на мощном 32-битном микропроцессоре с архитектурой АКМ7 и обеспечивает связь с верхней системой по интерфейсу К.5-485 с использованием протокола МООВ115.

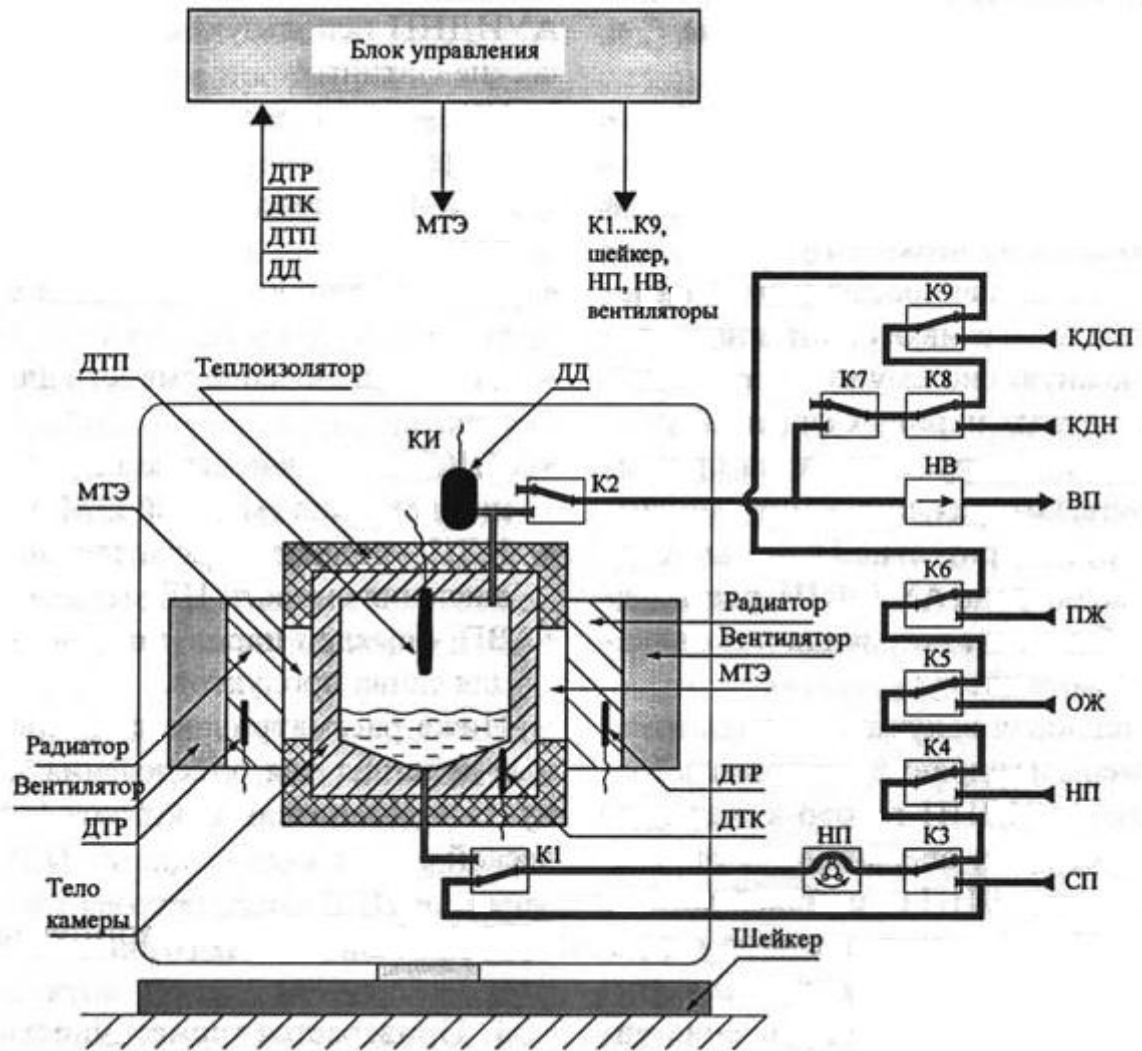


Рисунок 3.2 - Структурная схема АУИДНП

Условные обозначения:

- К1...К9 - вакуумные электромагнитные клапаны, управляющие гидравликой АУИДНП;
- НП - насос перистальтический, предназначенный для приема, слива и дозирования жидких продуктов;
- НВ - насос вакуумный, предназначенный для откачки воздуха и паровых компонентов нефтепродуктов;
- КИ - камера измерительная;
- ДТК - датчик температуры тела камеры;
- ДТР - датчики температуры радиаторов;

- МТЭ - модули термоэлектрические (на основе эффекта Пельтье), предназначенные для нагрева и охлаждения камеры;

радиаторы с установленными на них вентиляторами, предназначенные для отвода в окружающую среду излишнего тепла;

ДД – датчик давления;

ДТП – датчик температуры паров.

Для подсоединения емкостей с продуктами к АУИДНП используются следующие гидравлические фитинги:

- ПЖ - подключение емкости с промывочной жидкостью;

- ОЖ - подключение емкости с образцовой жидкостью;

- НП - подключение емкости с нефтепродуктом;

- СП - подключение емкости для слива отработанного продукта;

- КДСП - подключение воздушной компенсации давления емкостей ПЖ и СП;

- КДН – подключение воздушной компенсации давления емкости НП;

- ВП – выхлоп паров, подключается к емкости для слива продуктов.

Ниже рассматриваются основные действия для определения ДНП нефтепродукта применительно к приведенной гидравлической схеме.

Прием пробы нефтепродукта происходит следующим образом:

1. Проверяется герметичность КИ, для чего включается НВ, периодически открывается клапан К2, при этом датчиком ДД контролируется давление в ИК в процессе откачки ее содержимого. После выполнения К2 закрывается и НВ отключается.

2. Охлаждение КИ до начальной температуры приема пробы и дальнейшая поддержка заданной температуры.

3. Прием нефтепродукта в байпасную цепь для обеспечения точности дозирования пробы. Открываются клапаны К8, К7, К2, К4. Включается НП на дозированный прием нефтепродукта, достаточного для заполнения клапана К1.

4. Открывается клапан К1 для подачи дозированного количества нефтепродукта в КИ. По окончании дозирования К1 закрывается. Объем дозы

определяется скоростью работы НП, а также временем открытого состояния клапана К1. После этого НП отключается, все клапаны закрываются.

Далее происходит вакуумирование воздушной смеси нефтепродукта:

- Обеспечивается поддержание заданной начальной температуры КИ.

- Производится вакуумирование содержимого КИ. Для этого включается шейкер, обеспечивающий покачивание КИ, НВ, клапан К2. Процесс вакуумирования идет до тех пор, пока скорость изменения давления (по датчику ДД) не станет ниже необходимого значения.

- Для завершения процесса клапан К2 закрывается, тем самым обеспечивается герметизация КИ, НВ и шейкер отключаются.

Проведение измерений ДНП на установке АУИДНП происходит следующим образом:

1. Обеспечивается медленный нагрев КИ с заданной скоростью изменения температуры камеры и температуры паров.

2. При приближении температуры паров нефтепродукта по датчику ДТП к требуемой температуре измерения процесс нагрева КИ останавливается и запоминаются массивы пар точек давления ДНП по датчику давления ДД и температуры паров по датчику температуры паров ДТП.

3. Производится математическая обработка полученных результатов измерения и вычисляется значение ДНП, точно соответствующее данной температуре ДТП.

4. Нагрев КИ останавливается.

Далее происходит слив отработанного образца.

Для обеспечения слива открывают клапаны К9, К7, К3, К1, включается НП на слив из измерительной камеры в сливную ёмкость, куда удаляются продукты отработки.

Особенностью АУИДНП является организация поддержания температуры в измерительной камере. Необходимо поддерживать заданную температуру паров, но если осуществлять одноконтурное регулирование, то в силу большой инерционности измерения температуры измерительной камеры и ее содержимого

это приводит к неоправданному росту времени выхода на заданную температуру. Чтобы ускорить этот процесс, применен двухконтурный регулятор, сочетающий классический пропорционально-интегрально-дифференцирующий регулятор и регулятор на основе нечеткой логики. Его структура приведена на рисунке 3.3.

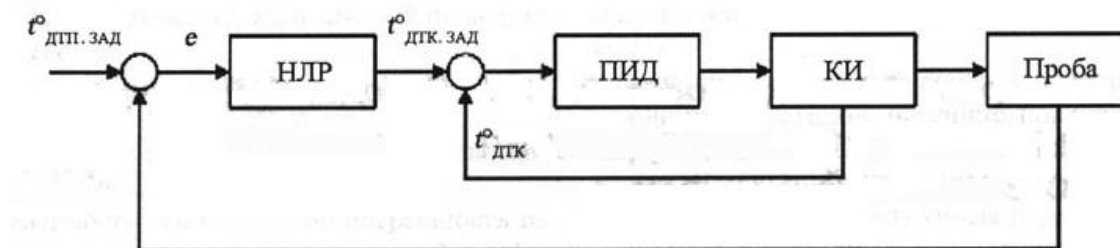


Рисунок 3.3 - Структура ПИД регулятора

Результаты измерений ДНП государственного стандартного образца АДНП-30 приведены в таблице 3.3.

Таблица 3.3 - Результаты измерений АДНП-30 с аттестованным значением 34,1 кПа, относительная погрешность $\pm 2,5\%$

| Номер опыта | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
|------------------------------|------|------|------|------|------|------|
| Значение ДНП, кПа | 34,3 | 34,7 | 33,9 | 33,7 | 34,0 | 33,9 |
| Абс. погрешность, кПа | -0,2 | -0,6 | 0,2 | 0,4 | 0,1 | 0,2 |
| Относительная погрешность, % | -0,6 | -1,8 | 0,6 | 1,2 | 0,3 | 0,6 |

Принцип работы регулятора:

- внутренний контур регулирования, построенный на основе ПИД-регулятора, обеспечивает поддержание заданной температуры измерительной камеры $t^{\circ}_{ДТК.Зад}$. ПИД-регулятор непосредственно управляет МТЭ, нагревающими или охлаждающими измерительную камеру.

При этом дополнительно к стандартным коэффициентам ПИД-регулирования введены дополнительные ограничения на скорость нагрева и охлаждения измерительной камеры. Внешний контур регулирования, построенный на основе НЛР-регулятора, обеспечивает поддержание заданной температуры паров $t^{\circ}_{ДП.Зад}$. НЛР формирует значение температуры

измерительной камеры $t^{\circ}_{\text{ДТК.Зад}}$, используемой ПИД-регулятором. НЛР работает с большим периодом, чем ПИД-регулятор.

Разработанный образец АУИДНП успешно прошел испытания с использованием стандартных образцов абсолютного давления насыщенных паров. Достигнута стабильная повторяемость измерений. В таблице 3.8 приведены результаты нескольких измерений образца АДНП-30 (гексан, аттестованное значение ДНП - 34,1 кПа).

Таким образом, впервые в России создан опытный образец поточного анализатора для измерений ДНП нефти и нефтепродуктов, не уступающий по своим метрологическим характеристикам зарубежным поточным анализаторам. В АУИДНП впервые реализован метод измерения ДНП предложенный автором данной работы. Предварительные испытания доказали работоспособность и перспективность данной модели. Был также определен производитель, который создаст из единичной модели серийную, которую сможет приобрести любой ЦСМ, а также нефтяные компании, занимающиеся контролем качества нефти и нефтепродуктов. Появление на российском рынке этой серийной модели позволит вывести Россию на новый уровень оценки качества нефти и нефтепродуктов.

ГЛАВА 4. Разработка метрологического обеспечения в области измерений ДНП

4.1 Соответствие ASTM стандартам результатов измерений ДНП, полученных на эталоне

Для того, чтобы эталон мог по метрологическим характеристикам соответствовать различным ASTM, необходимо применять различные эмпирические поправочные формулы. Такие формулы позволяют произвести пересчет полученных результатов ряда экспериментов и определить соответствие тому или иному методу. Каждый метод имеет свои особенности определяющиеся спецификой конкретного метода.

Так, например, стандартный метод ASTM D 5191-07 используется для измерения давления паров бензина. Он позволяет измерять полное давление $P_{\text{полн}}$ относительно вакуума. Оно состоит из парциального давления паров бензина $P_{\text{бенз}}$ и парциального давления растворенного в бензине воздуха $P_{\text{возд}}$:

$$P_{\text{полн}} = P_{\text{бенз}} + P_{\text{возд}} \quad (4.1)$$

Поскольку практический интерес представляет только давление паров бензина, то в результате круговых сличений в нескольких лабораториях была получена поправочная формула для так называемого сухого метода бомбы Рейда ASTM D 4953-99. Применяя эту полученную эмпирически поправочную формулу, можно вычислить давление паров бензина.

Это давление паров называется эквивалентным давлением сухих паров по Рейду DVPE (Dry Vapor Pressure Equivalent) и определяется по формуле:

$$\text{DVPE (ASTM)} = 0,965P_{\text{полн}} - 3,78 \text{ кПа} \quad (4.2)$$

Другая поправочная формула была получена американским управлением по защите окружающей среды EPA. Она коррелирует с формулой ASTM D 4953-99. В этом случае в качестве эталонного прибора используется горизонтальная баня Герцога (Herzog):

$$DVPE (EPA) = 0,956P_{\text{полн}} - 2,39 \text{ кПа} \quad (4.3)$$

Третья поправочная формула была разработана организацией CARB для корреляции с формулой ASTM D 323-82 эквивалентного давления мокрых паров по Рейду DVPE (Reid Vapor Pressure, Wet Reid) и применяется только для топлив без оксигенатов:

$$DVPE (CARB) = 0,972P_{\text{полн}} - 4,93 \text{ кПа} \quad (4.4)$$

Эти формулы справедливы для ДНП бензинов, измеренных только при температуре 37,8 °С. Обычно, когда нужно определить ДНП бензина по методу ASTM D 5191-07, используется формула (4.2).

Для того чтобы правильно провести измерения необходимо предварительно подготовить пробу жидкости. До начала измерения для пробы нужно создать определенные условия, требуемые методом ASTM D 5191-07. Пробу охлаждают до температуры 0...1°С в сосуде емкостью 1 л., заполненном на 70-80 %. Открывают охлажденный контейнер для доступа некоторого количества воздуха, затем закрывают его и резко встряхивают в течение нескольких секунд. Контейнер возвращают обратно в холодильник или в ледяную баню. Оставляют его там на 5 минут и затем дважды повторяют эту процедуру, называемую насыщением воздухом при температуре 0...1°С и готовящую пробу к испытаниям.

Для альтернативного метода ASTM D 6378-03, также дающего эквивалентное давление (сухих) паров по Рейду DVPE, такая подготовка пробы не требуется.

Стандарт ASTM D 5191-07 рекомендует несколько эталонных проб для проверки качества измерений. Если $P_{\text{полн}}$ и DVPE (4.1) находятся в указанных в таблице 4.1 пределах, то прибор откалиброван правильно (Таблица 4.1). На УДНП были проведены исследования согласно этого и приведенных ниже ASTM, подтвердившие справедливость данных расчетных методов.

Таблица 4.1 – Диапазон ДНП для проб согласно ASTM D 5191-07

| Проба | $P_{\text{полн}}$ (насыщение воздухом при 0°C) | $P_{\text{полн}}$ УДНП, кПа | DVPE, кПа | DVPE УДНП, кПа |
|-------------------------------|--|-----------------------------|------------|----------------|
| Пентан | 112,8 ±1,2 | 112,1 | 105,1 ±1,2 | 104,4 |
| 2.2 Диметилбутан (нео-гексан) | 74,1 ±1,2 | 73,3 | 67,7 ±1,2 | 67,0 |

ASTM D 6378-03 стандартный метод, используемый для измерения давления паров жидкостей различных типов, включая бензины и растворители. С его помощью измеряется абсолютное давление паров $P_{\text{абс}}$ относительно вакуума. По трем показателям давления при различных отношениях пара к жидкости вычисляется парциальное давление растворенного в жидкости воздуха, называемого давлением газа $P_{\text{газ}}$ и измеряется полное давление $P_{\text{полн}}$. Абсолютное давление паров жидкости вычисляется по формуле:

$$P_{\text{абс}} = P_{\text{полн}} - P_{\text{газ}} \quad (4.5)$$

Поправочная формула для сухого метода бомбы Рейда ASTM D 4953-99 была разработана на основе круговых лабораторных ASTM испытаний. По этой эмпирической поправочной формуле вычисляется эквивалентное давление сухих паров по Рейду (DVPE).

$$\text{DVPE (ASTM)} = P_{\text{абс}} - 1,005 \text{ кПа} \quad (4.6)$$

Поправочная формула, полученная EPA с использованием в качестве эталонного прибора горизонтальной бани Герцога (Herzog) и коррелирующая с формулой ASTM D 4953-99.

$$\text{DVPE (EPA)} = P_{\text{абс}} - 0,137 \text{ кПа} \quad (4.7)$$

Третья поправочная формула была разработана организацией CARB для топлив без оксигенатов и коррелировалась с формулой ASTM D 323-82.

$$\text{DVPE (CARB)} = P_{\text{абс}} - 1,575 \text{ кПа} \quad (4.8)$$

Эти формулы также справедливы для ДНП бензинов, измеренных при температуре 37,8 °C.

Обычно, когда нужно определить давление паров бензина по методу ASTM D 6378-03, используется формула (4.6).

Для этого метода не требуется подготовка пробы, так как парциальное давление воздуха в бензине вычисляется и измеряется.

Стандарт ASTM D 6378-03 рекомендует несколько эталонных проб для проверки качества измерений. Если $P_{абс}$ находится в указанных в таблице 4.2 пределах, то анализатор откалиброван правильно.

Таблица 4.2 – Диапазон ДНП для проб согласно ASTM D 6378-03

| Проба | $P_{абс}$ расчетное, кПа | $P_{абс}$ УДНП, кПа |
|-------------------------------|-----------------------------|------------------------|
| Пентан | 107,4 ±1,2 | 108,0 |
| 2.2 Диметилбутан (нео-гексан) | 68,0 ±1,2 | 68,3 |

Метод кривой ASTM D 6378 используется для измерений давления паров жидкости в выбранном температурном диапазоне, то есть для получения кривой зависимости давления паров от температуры. Давление газа $P_{газ}$ измеряется при температуре 37,8 °С и затем вычисляется для каждой точки (температуры) измерения.

Можно провести динамическое измерение с предварительно выбранной скоростью нагревания или статическое измерение, когда каждая температура измерения регулируется и остается постоянной до получения стабильного показания давления.

Стандартный метод ASTM D 6377-99. Этим методом измеряется полное давление паров сырой нефти VPCR (Vapor Pressure Crude oil) относительно вакуума.

ASTM D 323-82 – это старый метод, часто используемый для измерения сырой нефти. Его недостаток – зависимость результатов измерений от подготовки пробы. Легкая, сырая и свежая нефти содержат много высоколетучих газообразных составляющих, которые в разной степени теряются при подготовке пробы, описанном в методе ASTM D 323-82 (встряхивание пробы для насыщения

её воздухом). Это основная причина низкой повторяемости и воспроизводимости результатов измерений сырой нефти этим методом.

При использовании метода ASTM D 6377-99 точность значительно выше, и на результаты не влияет подготовка пробы. Это единственный метод, пригодный для надежного измерения давления паров сырой нефти. Проба вводится в анализатор без какой-либо подготовки. Это обеспечивает сохранение в ней всех высоколетучих составляющих и получение правильного результата.

На основе первых круговых ASTM испытаний в нескольких лабораториях была разработана поправочная формула со стандартным отклонением 1,26 кПа. Используя ее, вычисляют эквивалентное давление паров по Рейду RVPE (Reid Vapor Pressure Equivalent) для сырой нефти по методу ASTM D 323-82.

$$RVPE = 0,752VPCR + 6,07 \text{ кПа} \quad (4.9)$$

Эта формула справедлива только при измерении при температуре 37,8 °С и отношении пара к жидкости 4:1.

Стандарт ASTM D 6377-99 рекомендует несколько эталонных проб для проверки качества измерений. Если полное давление паров сырой нефти VPCR находится в указанных в таблице 4.3 пределах, то анализатор откалиброван правильно.

Таблица 4.3 – Диапазон ДНП для проб согласно ASTM D 6377-99

| Проба (37,8 °С) | VPCR (при охлажденной и насыщенной воздухом пробе и отношении пар/жидкость 4:1 при 37,8 °С), кПа | VPCR УДНП-1, кПа |
|----------------------------------|--|------------------|
| Пентан | 112,1 ±1,2 | 111,9 |
| 2.2 Диметилбутан (нео-гексан) | 73,4 ±1,2 | 73,7 |

Метод кривой ASTM D 6377-99 используется для измерений давления паров жидкости в выбранном температурном диапазоне. Давление газа $P_{\text{газ}}$ измеряется при температуре 37,8 °С и затем вычисляется для каждой точки (температуры) измерения.

Можно провести динамическое измерение с предварительно выбранной скоростью нагревания или статическое измерение, когда каждая температура измерения регулируется и остается постоянной до получения стабильного показания давления.

Метод ASTM D 5188-10а, «Стандартный метод испытаний для насыщенного пара с коэффициентом определения температуры топлива». Это стандартный тест-метод используется для определения температуры T (отношение пар/жидкость $V/L = 20$), при которой охлажденная до $0\text{ }^{\circ}\text{C}$ и насыщенная воздухом проба в закрытой ячейке с отношением пара к жидкости 20:1 дает давление 101, 3 кПа.

Стандарт ASTM D 5188-10а рекомендует несколько эталонных проб для проверки качества измерений. Если температура охлажденной и насыщенной воздухом пробы находится в указанных пределах (отношение пар/жидкость $V/L = 20$, Пентан ($36,1^{\circ}\text{C} \pm 0,5^{\circ}\text{C}$)), то анализатор прокалиброван правильно.

Метод ASTM D 5482-07 – это стандартный метод, который используется для измерения давления паров бензина относительно атмосферного давления.

Стандартный метод EN 13016-2, «Нефтепродукты жидкие. Давление паров. Часть 2», используется для определения давления паров бензина при температуре от 40 до $70\text{ }^{\circ}\text{C}$ и при отношении пар/жидкость 3:2. Давление паров измеряется относительно вакуума, причем измеряется парциальное давление воздуха и вычисляется его значение при температуре $37,8\text{ }^{\circ}\text{C}$, и затем оно корректируется для каждой температуры измерения.

Другой стандартный метод SHT 0769 «Метод определения давления паров бензина и смесей паров бензина с оксигенатами» является китайским нефтехимическим стандартом и используется для измерения давления паров бензина и смесей бензина с оксигенатами. Он позволяет определять абсолютное давление паров $P_{\text{абс}}$ относительно вакуума. По трем значениям давления при разных отношениях пар/жидкость вычисляется парциальное давление воздуха $P_{\text{газ}}$,

растворенного в жидкости, и измеряется полное давление $P_{\text{полн}}$. Абсолютное значение давления паров вычисляется по формуле (4.5).

Стандарт SHT 0769 (как и ASTM D 6378-03) рекомендует несколько эталонных проб для проверки качества измерений. Если $P_{\text{абс}}$ находится в указанных в таблице 4.4 пределах, то анализатор откалиброван правильно.

Таблица 4.4 – Диапазон ДНП для проб согласно SHT 0769

| Проба | $P_{\text{абс}}$ расч., кПа | $P_{\text{абс}}$ УДНП-1, кПа |
|-------------------------------|--------------------------------|---------------------------------|
| Пентан | 107,4 ±1,2 | 107,1 |
| 2.2 Диметилбутан (нео-гексан) | 68,0 ±1,2 | 67,5 |

Проведенные расчеты согласно стандартным методикам (ASTM, EN и др.) на эталонной установке соответствуют заявленной погрешности.

4.2 Экспериментальные и теоретические исследования рабочего эталона. Расчет погрешностей

За время эксплуатации эталона было проведено несколько сравнений результатов измерений с зарубежными анализаторами давления насыщенных паров. Автором было принято решение в качестве эталона сравнения применить государственные образцы АДНП. Измерения проводились в одинаковых условиях для всех приборов. Перед измерениями приборы находились в помещении не менее 24 часов. Полученные результаты приведены в таблицах 4.5-4.7, где указаны средние значения десяти измерений в каждой точке.

Результаты измерений эталона, анализатора MINIVAP VPSH №14-05-1877 и анализатора Setavar II №1005676 в 2003 году приведены в таблице 4.5.

Таблица 4.5 – Сравнение результатов измерений рабочего эталона с анализаторами в 2003 г.

| Наименование образца | Аттестованное значение, кПа | Minivap VPSH, | | Setavar II, | | Рабочий эталон | |
|----------------------|-----------------------------|---------------|------------------|-------------|------------------|----------------|------------------|
| | | кПа | относит. погр.,% | кПа | относит. погр.,% | кПа | относит. погр.,% |
| АДНП-10 | 10,5 | 10,9 | -3,81 | 11,20 | -6,67 | 10,30 | 1,90 |
| АДНП-20 | 22,3 | 22,8 | -2,24 | 22,50 | -0,90 | 22,20 | 0,45 |
| АДНП-30 | 34,0 | 34,7 | -2,06 | 34,40 | -1,18 | 34,10 | -0,29 |

Сравнение результатов измерений рабочего эталона с анализаторами MINIVAP VPS №16-07-2165 и Eravar № EV 9027130 в 2008 году приведены в таблице 4.6.

Таблица 4.6 – Сравнение результатов измерений рабочего эталона с анализаторами в 2008 г.

| Наименование образца | Аттестованное значение, кПа | Minivap VPS, | | Eravar, | | Рабочий эталон | |
|----------------------|-----------------------------|--------------|------------------|---------|------------------|----------------|------------------|
| | | кПа | относит. погр.,% | кПа | относит. погр.,% | кПа | относит. погр.,% |
| АДНП-20 | 21,9 | 21,1 | 3,65 | 21,60 | 1,37 | 22,00 | -0,46 |
| АДНП-40 | 48,4 | 48,9 | -1,03 | 49,50 | -2,27 | 48,60 | -0,41 |
| АДНП-100 | 107,0 | 108,4 | -1,31 | 106,10 | 0,84 | 107,20 | -0,19 |

Сравнение результатов измерений рабочего эталона с анализаторами MINIVAP VPSH Xpert №23-212-0010, и Eravap №EV 0148111 в 2012 году приведены в таблице 4.7.

Таблица 4.7 – Сравнение результатов измерений рабочего эталона с анализаторами в 2012 г.

| Наименование образца | Аттестованное значение, кПа | Minivap VPSH Xpert, | | Eravap, | | Рабочий эталон | |
|----------------------|-----------------------------|---------------------|-------------------|---------|-------------------|----------------|-------------------|
| | | кПа | относит. погр., % | кПа | относит. погр., % | кПа | относит. погр., % |
| АДНП-10 | 11,2 | 11,6 | -3,57 | 10,90 | 2,68 | 11,10 | 0,89 |
| АДНП-30 | 33,7 | 34,4 | -2,08 | 34,20 | -1,48 | 33,90 | -0,59 |
| АДНП-50 | 51,6 | 52,7 | -2,13 | 49,70 | 3,68 | 51,90 | -0,58 |

Анализаторы имели заводскую калибровку и сравнивались с рабочим эталоном впервые. Анализ результатов показал, что рабочий эталон превосходит по точности зарубежные анализаторы и может применяться для контроля точности подобных средств измерений.

Для определения точностных возможностей произведем расчет среднего квадратического отклонения и стандартных неопределенностей рабочего эталона по результатам его сравнения с анализаторами.

Уравнение измерений:

$$P = gh(\rho_1 - \rho_2)[1 + \alpha(20 - t)] \quad (4.10)$$

где P – давление насыщенных паров; Па

h - высота столба аттестуемой жидкости в измерительной камере, м;

g – ускорение свободного падения, м/с²;

ρ_1 – плотность аттестуемого образца в измерительной камере при температуре измерений и при атмосферном давлении, кг/м³;

t – температура окружающей среды, °С

α - температурный коэффициент линейного расширения материала измерительной камеры, град⁻¹;

ρ_2 – плотность воздуха при условиях измерений, кг/м³;

$$\rho_2 = \rho_в \frac{P_{ат} - P_{ост}}{P_H} \cdot \frac{T}{273 + t} \quad (4.11)$$

где $\rho_в$ – плотность воздуха при нормальном атмосферном давлении $P_H=760$ мм рт. ст. и нормальной температуре $T=293$ К ($\rho_в=1,205$ кг/м³);

$P_{ат}$ – атмосферное давление, мм рт. ст.;

$P_{ост}$ – давление, оставшееся в измерительной камере после откачки воздуха; Па,

P_H определяемое по формуле:

$$P_H=0,0075 \cdot \rho_1 \cdot g \cdot H. \quad (4.12)$$

Измерения давления и оценивание неопределенности проведены при следующих исходных значениях величин:

$$h = 0,02 \text{ м};$$

$$g = 9,81918 \text{ м/с}^2;$$

$$t = 21 \text{ }^\circ\text{C}=294 \text{ К};$$

$$\alpha = 30,4 \cdot 10^{-6} \text{ град}^{-1};$$

$$P_{ат} = 762 \text{ мм рт. ст.};$$

$$\rho_1 = 0,7899 \text{ кг/м}^3 \text{ (для ацетона).}$$

Используя формулу (4.11) получаем: $\rho_2 = 0,001207$ кг/м³.

Тогда подставив значения в выражение (4.10) расчетное значение для давления насыщенных паров испытуемого образца (ацетон) равно $P=49,783$ кПа.

Среднее квадратическое отклонение измерений ДНП принимается равным СКО установки по результатам десяти серий измерений экспериментального стандартного образца т.е. $S(P_i) = 0,08$ кПа.

Оценивание неопределенности измерений

Была проведена оценка стандартной неопределенности измерений по типу А, обусловленную источниками неопределенности, имеющими случайный характер.

Экспериментальная стандартная неопределенность по типу А результата измерений давления принимается равной экспериментальной стандартной неопределенности, по типу А, оцененной по результатам десяти испытаний установки на экспериментальном образце, т.е.

$$u_A=0,08 \text{ кПа} \quad (4.13)$$

Оценка стандартных неопределенностей измерений по типу В, обусловленных источниками неопределенности, имеющими систематический характер, при равномерном распределении внутри их пределов.

Пределы неопределенности значения ускорения свободного падения, равны $\Theta_g=1,5 \cdot 10^{-5} \text{ м/с}^2$. Тогда соответствующая стандартная неопределенность оценивается по формуле:

$$u_B(g) = \frac{\Theta_g}{\sqrt{3}} = \frac{1,5 \cdot 10^{-5}}{1,732} = 0,9 \cdot 10^{-5} \text{ м/с}^2 \quad (4.14)$$

- Пределы неопределенности значения высоты аттестуемой жидкости (для достижения соотношения пар/жидкость 4:1), равна $\Theta_h=1,4 \cdot 10^{-5} \text{ м}$. Тогда:

$$u_B(h) = \frac{\Theta_h}{\sqrt{3}} = \frac{1,4 \cdot 10^{-5}}{1,732} = 0,8 \cdot 10^{-5} \text{ м} \quad (4.15)$$

- Пределы неопределенности значения плотности аттестуемого образца жидкости (ацетон), равны $\Theta_{\rho_1}=\pm 0,1 \cdot 10^{-3} \text{ кг/м}^3$. Тогда:

$$u_B(\rho_1) = \frac{\Theta_{\rho_1}}{\sqrt{3}} = \frac{0,1 \cdot 10^{-3}}{1,732} = 5,8 \cdot 10^{-5} \text{ кг/м}^3 \quad (4.16)$$

- Пределы неопределенности значения плотности воздуха в измерительной камере, в условиях измерений, равны $\Theta_{\rho_2}=\pm 0,01 \text{ кг/м}^3$. Тогда:

$$u_B(\rho_2) = \frac{\Theta_{\rho_2}}{\sqrt{3}} = \frac{0,01}{1,732} = 5,8 \cdot 10^{-3} \text{ кг/м}^3 \quad (4.17)$$

- Пределы неопределенности значения значение температуры окружающего воздуха, равны $\Theta_t=\pm 0,05 \text{ }^\circ\text{C}$. Тогда:

$$u_B(t) = \frac{\Theta_t}{\sqrt{3}} = \frac{0,05}{1,732} = 0,029 \text{ }^\circ\text{C} \quad (4.18)$$

- Пределы неопределенности значения значение температурного коэффициента, равны $\Theta_\alpha=\pm 30,4 \cdot 10^{-6} \text{ град}^{-1}$. Тогда

$$u_B(\alpha) = \frac{\Theta_\alpha}{\sqrt{3}} = \frac{30,4 \cdot 10^{-6}}{1,732} = 17,6 \cdot 10^{-6} \text{ град}^{-1} \quad (4.19)$$

Суммарную стандартную неопределенность измерений по типу В оценивают по формуле (4.20):

$$u_B = \sqrt{\left(\frac{\partial P}{\partial g}\right)^2 \cdot u_B^2(g) + \left(\frac{\partial P}{\partial h}\right)^2 \cdot u_B^2(h) + \left(\frac{\partial P}{\partial \rho_1}\right)^2 \cdot u_B^2(\rho_1) + \left(\frac{\partial P}{\partial \rho_2}\right)^2 \cdot u_B^2(\rho_2) + \left(\frac{\partial P}{\partial t}\right)^2 \cdot u_B^2(t) + \left(\frac{\partial P}{\partial \alpha}\right)^2 \cdot u_B^2(\alpha)} \quad (4.20)$$

Составляющие уравнения (4.20) рассчитываются по формулам (4.21)-(4.26) и имеют значения:

$$\left(\frac{\partial P}{\partial g}\right)^2 \cdot u_B^2(g) = 3,98 \cdot 10^4 \cdot 0,81 \cdot 10^{-10} = 0,03 \cdot 10^{-4} \quad (4.21)$$

$$\left(\frac{\partial P}{\partial h}\right)^2 \cdot u_B^2(h) = 9,58 \cdot 10^8 \cdot 0,64 \cdot 10^{-10} = 6,13 \cdot 10^{-2} \quad (4.22)$$

$$\left(\frac{\partial P}{\partial \rho_1}\right)^2 \cdot u_B^2(\rho_1) = 3,84 \cdot 3,364 \cdot 10^{-9} = 1,29 \cdot 10^{-8} \quad (4.23)$$

$$\left(\frac{\partial P}{\partial \rho_2}\right)^2 \cdot u_B^2(\rho_2) = 2,12 \cdot 3,364 \cdot 10^{-5} = 0,71 \cdot 10^{-4} \quad (4.24)$$

$$\left(\frac{\partial P}{\partial t}\right)^2 \cdot u_B^2(t) = 1 \cdot 3,6 \cdot 10^{-3} = 3,6 \cdot 10^{-3} \quad (4.25)$$

$$\left(\frac{\partial P}{\partial \alpha}\right)^2 \cdot u_B^2(\alpha) = 0,06 \cdot 10^7 \cdot 3,1 \cdot 10^{-13} = 0,19 \cdot 10^{-5} \quad (4.26)$$

Как видно из уравнений, наибольшее влияние на суммарную неопределенность измерений по типу В имеет высота столба аттестуемого образца жидкости в измерительной камере.

Таблица 4.8 – Бюджет неопределенности измерений по типу В

| Входящие величины | Значение входящих величин | Составляющая стандартной неопределенности $u(x_i)$ | Тип оценивания | Стандартная неопределенность $u(x_i)$ | Коэффициент чувствительности $c_i = \partial f / \partial x_i$ | Вклад в суммарную стандартную неопределенность $u_i(y) = c_i u(x_i)$ |
|---------------------------------------|---|--|--|---------------------------------------|--|---|
| g | 9,81918 м/с ² | $u_B(g)$ | Ускорение свободного падения | $0,9 \cdot 10^{-5}$ | $0,199 \cdot 10^2$ | $0,03 \cdot 10^{-4}$ |
| h | 0,02 м | $u_B(h)$ | Высота столба аттестуемого образца | $0,8 \cdot 10^{-5}$ | $3,09 \cdot 10^4$ | $6,13 \cdot 10^{-2}$ |
| ρ_1 | 0,7899 кг/м ³ | $u_B(\rho_1)$ | Плотность ацетона | $5,8 \cdot 10^{-5}$ | 1,96 | $1,29 \cdot 10^{-8}$ |
| ρ_2 | 0,001207 кг/м ³ | $u_B(\rho_2)$ | Плотность воздуха | $0,058 \cdot 10^{-5}$ | 1,46 | $0,71 \cdot 10^{-4}$ |
| t | 21,0 °С | $u_B(t)$ | Температура окружающего воздуха | $2,9 \cdot 10^{-2}$ | 1 | $3,6 \cdot 10^{-3}$ |
| α | $30,4 \cdot 10^{-6}$ град ⁻¹ | $u_B(\alpha)$ | Температурный коэффициент линейного расширения | $0,19 \cdot 10^{-5}$ | $0,25 \cdot 10^{-7}$ | $0,19 \cdot 10^{-5}$ |
| $u_B = 6,5 \cdot 10^{-2} = 0,065$ кПа | | | | | | |

Расчет суммарной и расширенной неопределенностей

Суммарную стандартную неопределенность оценивают по формуле (4.27):

$$u_C = \sqrt{u_A^2 + u_B^2} = \sqrt{(0,08)^2 + (0,065)^2} = 0,1 \text{ кПа}, \quad (4.27)$$

Расширенную неопределенность при $k=2$ оценивают по формуле (4.28):

$$U_{0,95} = k \cdot u_C = 2 \cdot 0,1 = 0,2 \text{ кПа} \quad (4.28)$$

Расширенная неопределенность давления составляет 0,2 кПа, что показывает высокий уровень и запас точности установки на несколько лет вперед.

4.3 Разработка государственных стандартных образцов абсолютного давления насыщенных паров и методики их аттестации

Поскольку УДНП измеряет абсолютное ДНП жидкостей, то это дало возможность совместно с лабораторией плотности ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» разработать образцы абсолютного давления насыщенных паров (АДНП). Государственные стандартные образцы (ГСО) абсолютного давления насыщенных паров нефтепродуктов, предназначены для поверки средств измерений ДНП нефтепродуктов, аттестации методик выполнения измерений ДНП нефтепродуктов и контроля погрешностей методик выполнения измерений давления насыщенных паров нефтепродуктов по: ГОСТ 1756-2000, ГОСТ Р 8.601-2003, ASTM D 323-82 и др. [46]. Эти образцы изготавливаются из непредельных углеводородов, таких как гептан, циклогексан, гексан, ацетон, пентан и др. Перечень ГСО производящихся во ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» приведен в таблице 4.9 [47].

Таблица 4.9 - Перечень ГСО производящихся во ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

| Регистрационный номер | Индекс ГСО | Интервал допускаемых аттестованных значений абсолютного давления насыщенных паров при 37,8 °С, кПа | Границы допускаемой относительной погрешности (при $P = 0,95$), $\pm\delta$, % |
|-----------------------|------------|--|--|
| 8536-2004 | АДНП-10 | от 19 до 19 | 4 |
| 8537-2004 | АДНП-20 | от 20 до 29 | 2,5 |
| 8538-2004 | АДНП-30 | от 30 до 39 | 2,5 |
| 8539-2004 | АДНП-40 | от 40 до 50 | 2,5 |
| 8540-2004 | АДНП-50 | от 51 до 60 | 2,5 |
| 8541-2004 | АДНП-100 | от 90 до 110 | 2,5 |

Образец, прошедший аттестацию снабжен документацией, содержащей описание, результаты измерений, инструкции по применению, а также данные о стабильности и условиях хранения [48].

Из многочисленных свойств, характерных конкретному веществу стандартный образец АДНП предназначен для воспроизведения размеров только тех из них, которые подлежат количественной оценке путем измерений при контроле, испытаниях или в других целях, обусловленных практическим использованием этого образца.

Государственный стандартный образец АДНП, признанный национальным органом по стандартизации, метрологии и сертификации может применяться во всех областях народного хозяйства страны, включая сферы распространения государственного метрологического контроля и надзора в области контроля качества ДНП нефти и нефтепродуктов.

Метрологическая аттестация стандартного образца АДНП представляет собой исследование, направленное на определение значений метрологических характеристик образца в соответствии с программой или методикой аттестации с последующим внесением полученных результатов в паспорт стандартного образца АДНП.

Большей частью с применением УДНП проходит метрологическая аттестация стандартных образцов повторных выпусков. Это аттестация, которой подвергают повторные партии АДНП утвержденных типов, выпускаемые как продукция единичного повторяющегося или мелкосерийного производства, в целях оценки соответствия метрологических характеристик образца по определенным критериям и нормам, установленным в технической документации на тип АДНП.

При создании ГСО АДНП автором совместно с лабораторией плотности и вязкости ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» были выполнены следующие этапы:

- 1) Разработка технического задания на ГСО, включающего методики аттестации и проект программы.
- 2) Проведение исследований и экспериментальных работ по изготовлению образцов.

3) Установление метрологических характеристик ГСО в соответствии с программой и методикой аттестации.

4) Разработка технической и нормативной документации на ГСО и оформление отчета о разработке.

5) Проверка технической документации на тип ГСО и её метрологическая экспертиза.

б) Утверждение ГСО и его регистрация.

Техническое задание на разработку ГСО составлялось и утверждалось во ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева».

Для установления аттестованных значений ГСО использовались методики аттестации, основанные на:

а) применении чистых жидкостей;

б) межлабораторной аттестации;

г) расчетно-экспериментальной процедуре приготовления ГСО.

В состав разрабатываемых технических документов на тип ГСО вошли проекты описания типа ГСО, паспорт ГСО и этикетки.

При проверке технической документации на тип ГСО и метрологической экспертизе документов на ГСО осуществляется оценка соответствия технических и метрологических характеристик ГСО требованиям ТЗ, полноты и правильности оформления технической документации на ГСО.

Проверку технической документации на тип ГСО и метрологическую экспертизу документации обычно осуществляет Головной орган государственной службы стандартных образцов, а также государственные научные метрологические центры, наделенные правом проведения этих работ в установленном порядке. Таким образом, подобную работу можно было проводить во
ФГУП
«ВНИИМ им. Д.И. Менделеева».

На проверку и метрологическую экспертизу ГСО было представлено:

а) техническое задание на разработку ГСО;

б) научно-технический отчет, содержащий сведения о результатах работ по всем пунктам технического задания;

в) проект технической документации, предусмотренной техническим заданием;

г) копии или реквизиты документов, подтверждающих поверку средств измерений использованных для определения аттестованных значений;

д) три экземпляра проектов описания типа ГСО, паспорта на него и этикетки;

е) один экземпляр ГСО.

По результатам проверки и метрологической экспертизы было оформлено экспертное заключение. Положительное экспертное заключение стало основанием для принятия решения об утверждении образцов ГСО АДНП.

Востребованность образцов АДНП определенных типов приведена на графике 4.1.

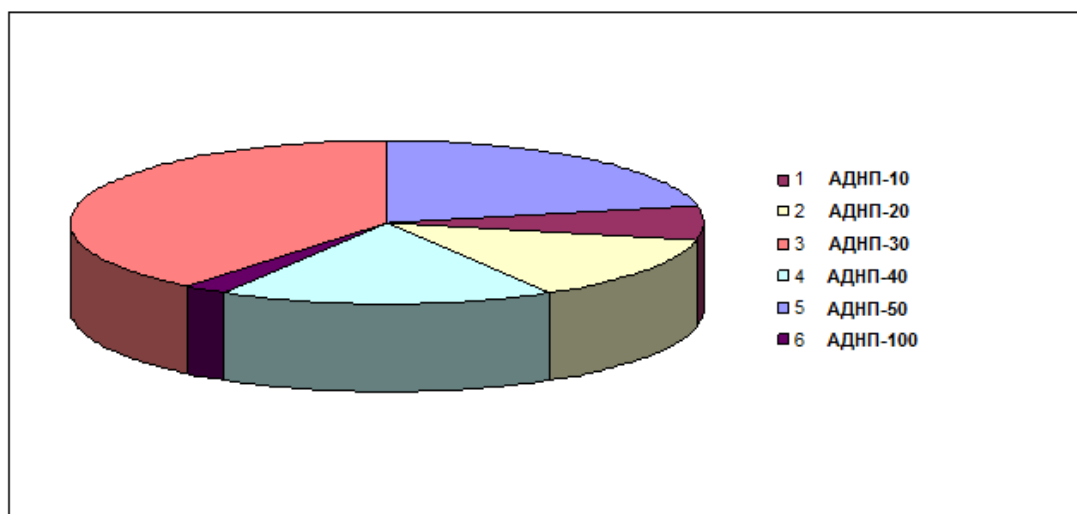


График 4.1 - Востребованность различных АДНП

В процентном соотношении средняя потребность в образцах АДНП в течении одного календарного года выглядит следующим образом:

| | |
|---------|------|
| АДНП-10 | 7 % |
| АДНП-20 | 13 % |
| АДНП-30 | 39 % |
| АДНП-40 | 17 % |

АДНП-50 22 %

АДНП-100 2 %

Как видно из приведенного примера самым востребованным образцом является АДНП-30. На практике для калибровки анализаторов ДНП необходимо применять не менее трех стандартных образцов за раз, что бы обеспечить калибровку анализатора в нескольких точках. Предпочтительно также использовать образцы на верхнем и нижнем пределах измерений анализатора, а именно АДНП-10 и АДНП-100.

По состоянию на 2017 год процентное соотношение приобретаемых образцов выровнялось и составляет примерно по 20 %. Количество заказов образцов выросло с тех пор на порядок. Это обусловлено тем, что количество анализаторов на территории России увеличилось, и требует ежегодной поверки.

Для аттестации государственных стандартных образцов на эталоне в ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» в 2003 году автором была разработана и утверждена методика аттестации образцов АДНП № 2302-01М-2003 [49] (Приложение Г). Суть методики аттестации заключается в проведении испытаний на установке для измерения давления насыщенных паров представленного образца абсолютного давления насыщенных паров, результатом которых должно стать получение значения давления насыщенного пара образца при температуре 37,8 °С согласно ГОСТ 1756-2000. Полный текст методики приведен в Приложении.

Утвержденная методика распространяется на образцы абсолютного давления насыщенных паров жидкости, применяемых при испытаниях, аттестации, поверки и калибровки анализаторов и прочих СИ давления насыщенных паров нефтепродуктов. Методика также может использоваться для аттестации аналогичных образцов ДНП нефтепродуктов или разнообразных жидкостей.

Аттестацию опытного образца начинают с рассмотрения сопроводительной документации предприятия или лаборатории изготовителя с целью идентификации образца жидкости и подготовки протокола аттестации.

Определяются параметры окружающей среды и заносятся в протокол. Если параметры выходят за пределы, указанные в методике, выполнение операции прекращается. Далее, проводится процесс подготовки оборудования и определения метрологических характеристик образца согласно методике аттестации и руководства по эксплуатации на УДНП.

После определения метрологических характеристик образца он либо бракуется (если установленная погрешность превышает значение, указанное в методике), либо на него оформляется протокол аттестации, указанной в приложении к методике формы, а также аттестат по форме, установленной по ГОСТ Р 8.568-97 [50].

Согласно разработанной автором методике за год на установке аттестуется порядка 30 партий образцов АДНП. Из года в год спрос на стандартные образцы неуклонно растет. Это также связано с увеличением количества анализаторов ДНП на территории России. Анализаторы нуждаются в постоянной, ежегодной проверке, а также в систематических калибровках рабочих диапазонов измерений. Таким образом, без достаточного количества аттестованных стандартных образцов невозможно метрологически обеспечить целое направление нефтяного комплекса нашей страны. А поскольку срок годности одного образца – 1 год, то это влечет за собой постоянную потребность в проведении аттестации новых образцов, что в среде постоянно развивающегося мирового рынка нефтепродуктов будет все более и более востребовано.

4.4 Разработка методик испытаний и поверки анализаторов давления насыщенных паров нефти и нефтепродуктов

Одним из основных толчков к разработке, созданию и внедрению УДНП для измерения ДНП послужила проблема испытаний на утверждение типа иностранных анализаторов ДНП, а также их поверка и калибровка. Процесс утверждения типа прибора и внесение его в Государственный реестр средств измерений необходим для того, чтобы зарубежный прибор мог применяться и эксплуатироваться на территории России в сфере ростехрегулирования. Поскольку анализатор – это единый измерительный комплекс получающий единицу из совокупности операций, то поэлементная поверка составных частей анализатора неприемлема. Необходимо было разработать методику для испытаний и поверки анализатора как единого целого. А в силу индивидуальности каждого анализатора эти документы приходилось разрабатывать для каждого прибора отдельно.

Для испытаний и поверки анализаторов автором было предложено использовать государственные стандартные образцы АДНП. Используя эти образцы как эталон-переносчик единицы ДНП, автором были разработаны несколько методик испытаний и поверки для анализаторов, тип которых утверждался на территории РФ. После создания и утверждения УДНП с 2002 года начались работы по утверждению типов анализаторов с дальнейшей их поверкой. В ходе работ были разработаны следующие методики (Приложение Д-Н):

- Анализаторы давления насыщенных паров Egavar. Методика поверки. МП 231 – 0004 – 2008 [51];
- Анализаторы давления насыщенных паров MINIVAP VPS, MINIVAP VPSH. Методика поверки. МП 231 – 0005 – 2008 [52];
- Анализаторы давления насыщенных паров SETAVAP II. Методика поверки. МП 231 – 0006 – 2008 [53];
- Поточные анализаторы давления насыщенных паров RVP-4. Методика поверки. МП 231 – 0008 – 2008 [54];

- Анализаторы давления насыщенных паров MINIVAP VPSH Xpert и MINIVAP VPXpert. Методика поверки. МП 231 – 0019 – 2012 [55];

- Анализаторы давления насыщенных паров MINIVAP LPG. Методика поверки. МП 231 – 0020 – 2012 (Приложение К).

Суть данных методик заключается в следующем. ГСО АДНП предварительно аттестуются на эталонном устройстве и имеют действующие паспорта (аттестаты) установленного типа. В перечисленных методиках при проведении поверки должны применяться стандартные образцы абсолютного давления насыщенных паров нефтепродуктов АДНП-10, АДНП-20, АДНП-30, АДНП-40, АДНП-50, АДНП-100 (имеющие соответствующие регистрационные номера 09.02.001, 09.02.002, 09.02.003, 09.02.004, 09.02.005, 09.02.006 в каталоге эталонных материалов ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева») [46, 47]. Границы относительной погрешности АДНП-10 ± 4 %, остальных ГСО $\pm 2,5$ % при доверительной вероятности 0,95. Допускается также, для поверки применять другие стандартные образцы жидкостей, по точности и пределам измерений не уступающие указанным.

Принцип поверки заключается в следующем:

1) Начинают поверку с внешнего осмотра анализатора, проверяют отсутствие механических повреждений, очагов коррозии и других дефектов, влияющих на правильность функционирования и метрологические характеристики анализатора. Также смотрятся отсутствие сколов, трещин и других дефектов на дисплее прибора, затрудняющих считывание информации.

2) Далее проводят опробование, включив анализатор согласно руководству по эксплуатации, после чего на его дисплее должен появиться сигнал.

3) Проведение поверки заключается в определении относительной погрешности измерений давления насыщенных паров. Для этого в качестве эталонной пробы следует использовать стандартные образцы АДНП аттестованные и имеющие документ с подтвержденными метрологическими характеристиками.

4) Присоединяют сосуд с образцом АДНП к входному каналу анализатора так, чтобы входная трубка погрузилась в жидкость. На выходном штуцере закрепляют входящую, как правило, в комплект поставки анализатора сливной контейнер. Нажимают кнопку «Пуск» или «ENTER». В различных типах анализаторов процесс ввода/вывода образца уникален, поэтому необходимо ознакомиться с руководством по эксплуатации на анализатор.

5) В последних типах анализатора в подменю можно ввести название образца АДНП, количество циклов промывки, количество серий измерений и метод измерения ASTM D 6378-03, согласно которому будет произведен расчет абсолютного давления насыщенных паров образца.

6) Нажать кнопку «Пуск» еще раз, или кнопку «RUN». Измерения, как правило, проходят в автоматическом режиме согласно заложенной в анализатор программе.

7) После проведения всех операций с дисплея анализатора необходимо считать полученное значение абсолютного давления насыщенных паров - P (P_{abs} на дисплее анализатора). Необходимо сделать заранее несколько циклов промывки измерительной камеры для получения достоверных результатов измерений ДНП чистого вещества.

8) При поверке необходимо использовать не менее трех стандартных образцов АДНП, паспортные значения которых равномерно распределены по диапазону измерений, включая нижний и верхний пределы. Стандартные образцы давления насыщенных паров могут быть близкими по значению к диапазону рабочих давлений, интересующих пользователя. Измерения необходимо проводить не менее пяти раз для каждого образца ГСО.

9) Затем нужно определить среднее арифметическое результатов n измерений давления насыщенных паров для каждого стандартного образца по формуле:

$$\bar{P} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n P_i, \quad (4.29)$$

где P_i – результат i -го измерения анализатором давления насыщенных паров;
 n – количество измерений (не менее пяти).

10) Вычислить значения относительной погрешности δ , анализатора во всех контрольных точках (для каждого образца АДНП) нужно по формуле:

$$\delta_i = \frac{\bar{P} - P_{amm}}{\bar{P}} \cdot 100 \% \quad (4.30)$$

где P_{amm} – значение абсолютного давления насыщенных паров, указанное в паспорте стандартного образца АДНП.

11) Результаты поверки считаются положительными, если максимальное значение относительной погрешности поверяемого анализатора не превышает значения δ , указанного в руководстве по эксплуатации на этот анализатор или в паспорте на стандартный образец АДНП.

12) Если относительная погрешность анализатора превышает δ , то необходимо провести перекалибровку датчика давления и датчика температуры в соответствии с руководством по эксплуатации на анализатор. В некоторых анализаторах такая возможность не предусмотрена.

13) После калибровки датчиков анализатор повторно представляется на поверку. Если полученные результаты измерений повторно не удовлетворяют нормируемой в руководстве по эксплуатации на прибор погрешности, то его бракуют и выдают извещение о непригодности с указанием причин. На анализатор, признанный годным по результатам поверки, оформляют свидетельство о поверке установленной формы.

По аналогичному принципу строятся методики проведения предварительных испытаний для утверждения новых типов анализаторов на территории РФ. Дополнительные отличия только в конструктивной особенности конкретного анализатора и дополнительных пунктах программы испытаний на прибор.

Количество анализаторов ДНП на территории РФ увеличивается с каждым годом. Для визуализации количественной оценки автором подсчитано число анализаторов ДНП прошедших через отдел давления ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева», полученные результаты сведены в таблицу 4.10 и график 4.2.

Во втором столбце таблицы 4.10 показано количество анализаторов прошедших первичную поверку во ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева». В третьем же столбце таблицы указана сумма анализаторов прошедших как первичную, так и периодическую поверку в том или ином году.

Таблица 4.10 - Количество анализаторов ДНП на территории РФ прошедших поверку во ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

| Год | Количество анализаторов прошедших первичную поверку во ВНИИМ | Суммарное количество анализаторов прошедших первичную и периодическую поверку во ВНИИМ |
|------|--|--|
| 2002 | 3 | 3 |
| 2003 | 5 | 8 |
| 2004 | 5 | 13 |
| 2005 | 4 | 17 |
| 2006 | 7 | 24 |
| 2007 | 10 | 34 |
| 2008 | 16 | 50 |
| 2009 | 19 | 69 |
| 2010 | 11 | 80 |
| 2011 | 6 | 86 |
| 2012 | 6 | 92 |

В 2013 году количество анализаторов ДНП, прошедших первичную поверку в ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» превысило 100 шт.

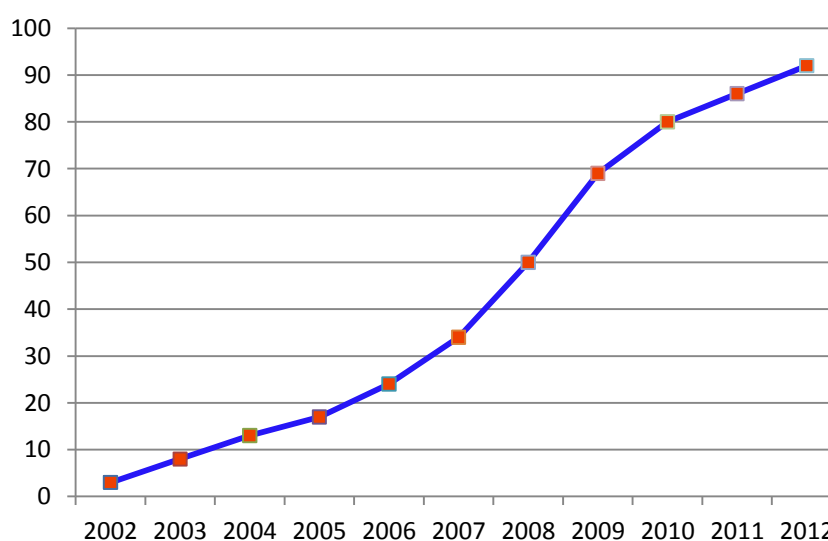


График 4.2 - Рост количества анализаторов ДНП прошедших поверку во ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» за последние десять лет

Теперь, благодаря введению методик поверки, любой аккредитованный центр стандартизации и метрологии сможет, при наличии ГСО АДНП произвести поверку анализатора в своём регионе. Это и послужило снижению прохождения поверок анализаторов во ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева», но существенно упростило прохождение поверки заказчикам. По информации на 2017 год, сейчас во ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» производится ежегодная поверка порядка шести анализаторов.

Поверка анализаторов, установок и бомб Рейда в России осуществляется согласно локальной поверочной схеме:

Локальная поверочная схема

для средств измерения давления насыщенных паров в диапазоне до 160 кПа

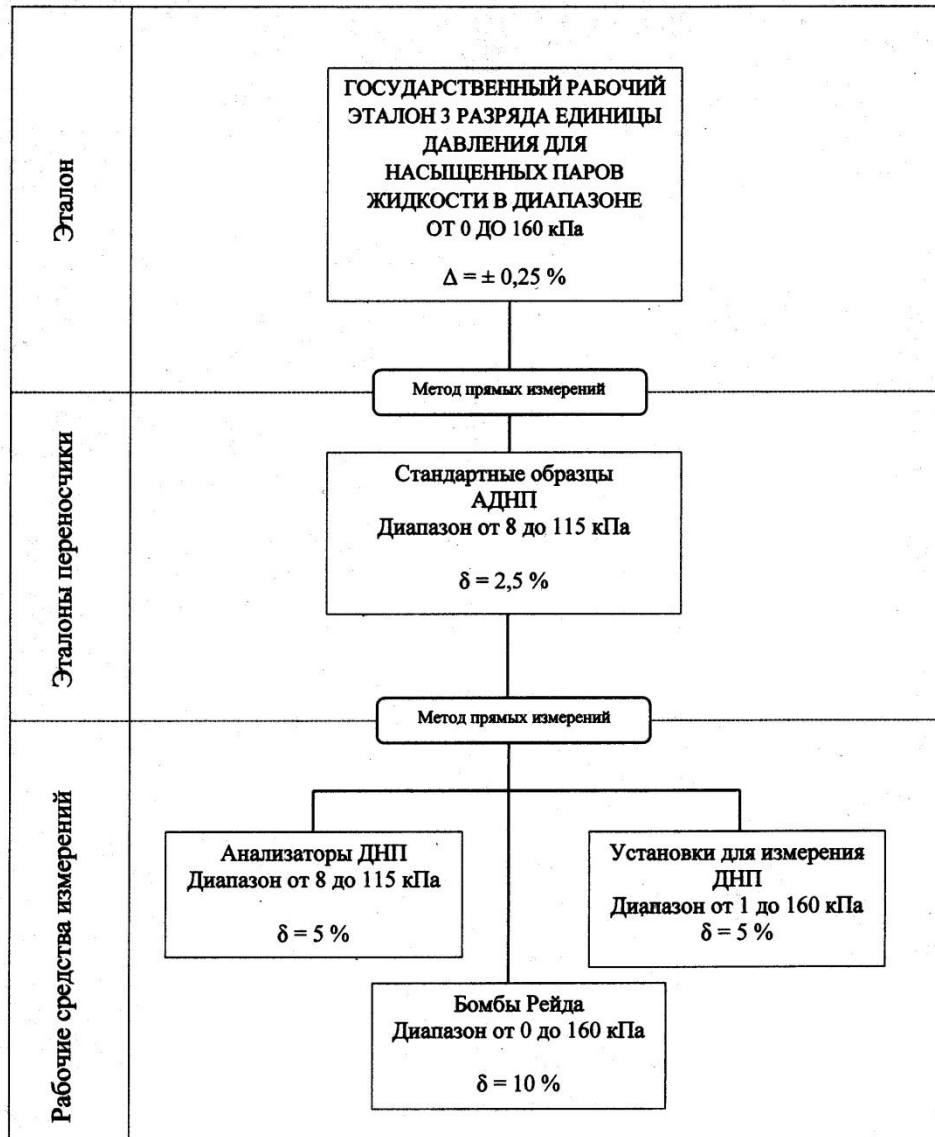


Рисунок 4.1 -

Локальная поверочная схема для средств измерений в области давления насыщенных паров

Таким образом, создание Рабочего эталона, стандартных образцов и методик аттестации, испытаний и поверки анализаторов ДНП, позволило не просто улучшить систему метрологического обеспечения в области измерений ДНП в РФ, но и вывести её на новый, современный уровень. Кроме того, комплекс этих мер позволил применять на территории РФ высокоточные анализаторы давления насыщенных паров. С каждым годом их число растет, что влечет за собой

постоянную необходимость в контроле качества технического уровня приборов и стандартных образцов. Создание, исследование и внедрение Рабочего эталона – это огромный скачок в развитии и совершенствовании метрологического обеспечения в области измерений ДНП в нашей стране.

Основные выводы

В результате проведенных работ по диссертационной теме «Разработка и исследование рабочего эталона для метрологического обеспечения в области измерений давления насыщенных паров нефтепродуктов» автором был:

- проведен анализ современного состояния методов и методик измерений давления насыщенных паров нефти и нефтепродуктов;

- проведен обзор-анализ существующих современных СИ давления насыщенных паров нефти и нефтепродуктов;

- разработан, исследован и внедрен новый пневматический метод измерений ДНП.

- разработан, исследован, утвержден и внедрен государственный рабочий эталон № 3.1.ZZB.0033.2015 в области измерений ДНП, а также проект поверочной схемы для СИ ДНП;

- разработана и исследована установка для измерения ДНП, не уступающая по своим метрологическим параметрам современным зарубежным приборам;

- проведены испытания с целью утверждения типа установки для измерения ДНП и внесения ее в Госреестр СИ РФ (Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений);

- разработаны новые измерительная камера и пневмосистема установки, уменьшившие расход исследуемого образца жидкости;

- в состав эталона внедрены новые, современные средства измерений давления и температуры, а также модернизировано вспомогательное оборудование;

- разработана поточная автоматизированная установка для измерения давления насыщенных паров нефти и нефтепродуктов АУИДНП. Изготовлен опытный образец;

- исследованы и усовершенствованы стандартные образцы АДНП для поверки анализаторов ДНП (совместно с лабораторией плотности ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»);

- разработана методика аттестации стандартных образцов АДНП;
- разработаны методики поверки анализаторов ДНП.
- разработаны методики испытаний с целью утверждения новых типов анализаторов ДНП на территории РФ.

Заключение

Подводя итог шестнадцатилетней работы, нельзя не отметить огромный скачок в развитии метрологического обеспечения в области измерений ДНП нефти и нефтепродуктов на территории РФ за это время. Был пройден путь от идеи современного измерения ДНП до локальной поверочной схемы, во главу которой встал разработанный, исследованный и утвержденный в ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» государственный рабочий эталон единицы давления для насыщенных паров жидкости № 3.1.ZZB.0033.2015, передающий единицу с помощью государственных стандартных образцов АДНП современным средствам измерений ДНП.

Разработаны и утверждены методики испытаний, аттестации и поверки, предусматривающие комплекс мероприятий по определению метрологических характеристик государственных стандартных образцов и средств измерений ДНП. Методики содержат общие положения, перечень применяемых средств измерений, необходимые операции, а также подробно разработанную процедуру и условия проведения. Введение методик позволяет определить метрологические характеристики и гарантирует точность и достоверность полученных результатов.

С постоянным развитием нефтедобывающей и нефтеперерабатывающей промышленности РФ и повышением требований к качеству нефтепродуктов, востребованность государственных стандартных образцов, приборов и анализаторов ДНП неуклонно растет. Совершенствование системы метрологического обеспечения в данной области как никогда актуально и имеет одно из ключевых значений для повышения экономической мощи страны и поддержания ее авторитета на международной арене.

Список литературы

1. Марушкин Б. К., Пручай В.С. «Оценка качества стабильной нефти». «Нефтяное хозяйство» №1, 1984.
2. Мозговой В.И. «Влияние растворения воздуха на давление насыщенных паров в товарных нефтях в бомбе Рейда». «Нефтяное хозяйство» №1, 1976.
3. Горобей В.Н., Крутовских М.П., Витковский О.С., «Метрологическое обеспечение измерений в области давления насыщенных паров нефтепродуктов» // Тезисы докладов 9-ого Международного научно-технического семинара «Разработка, производство, применение и метрологическое обеспечение средств измерения давления и вакуума», Санкт-Петербург, 2004. – С.36-37.
4. ГОСТ 1756-2000 «Нефтепродукты. Определение давления насыщенных паров». ИПК Издательство стандартов. М., 2001.
5. Б.А.Баринов, Н.В.Батырева, «Повышение точности определения потерь нефти», «Нефтяное хозяйство», №9/1999
6. ASTM D 323-82, «Стандартный метод определения давления насыщенных паров нефтепродуктов (Метод Рейда)», 1982.
7. Горобей В.Н., Крутовских М.П., Витковский О.С., «Методы и средства измерений давления насыщенных паров нефтепродуктов» // Журнал «Измерительная техника» №3, март 2006. – С.42-45.
8. ASTM D4953-99, «Метод определения давления бензина и смесей паров бензина с оксигенатами (Сухой метод)». 1999.
9. ASTM D 6377-99: «Метод определения давления паров сырой нефти: VPCRх (Метод расширения)». 1999.
10. ASTM D 6378-03 «Стандартный метод определения давления паров нефтепродуктов, углеводородов и углеводородно-воздушных смесей (метод тройного расширения)». 2003.
11. ГОСТ Р 8.601-2003, «ГСИ. Давление насыщенных паров нефти и нефтепродуктов. Методика выполнения измерений». 2003.

12. Метод ASTM D 5482-07, «Стандартный тест метод измерения давления насыщенных паров нефтепродуктов». 2007.
13. Метод ASTM D 6897-09, «Стандартный метод измерения давления паров (VP) сжиженного нефтяного газа (LPG) относительно атмосферного давления». 2009.
14. ASTM D 5191-07, «Стандартный метод испытаний для определения давления паров нефтепродуктов (мини-метод)». 2007.
15. EN 13016-1 «Жидкие нефтепродукты. Давление пара. Определение ДНП, насыщенных воздухом (ASVP)». 2008.
16. Бомба рейда. «Большая энциклопедия нефти и газа». 2002.
17. Витковский О.С., «Средства измерений давления насыщенных паров для контроля качества нефти и нефтепродуктов» // Тезисы докладов XXXIV научно-технической конференции молодых ученых и специалистов военных метрологов «Актуальные задачи военной метрологии», Москва, Мытищи, апрель 2009. – С.84-86.
18. АЛП-01 ДП-01, Руководство по эксплуатации, НПЦ СКП нефть, 2003.
19. ГОСТ Р 8.601-2010, «ГСИ. Давление насыщенных паров нефти и нефтепродуктов. Методика измерений». 2014.
20. MINIVAP VPS, MINIVAP VPSH «Автоматический портативный мини-анализатор для определения давления насыщенных паров». Руководство по эксплуатации. 2002.
21. MINIVAP ON-LINE «Анализатор давления насыщенных паров автоматический поточный», «Grabner Instruments Messtechnik Nfg. Ges.m.b.H. & Co KG», Руководство по эксплуатации, 2002.
22. SETAVAP II «Анализаторы давления насыщенных паров», Руководство по эксплуатации. 2002.
23. ERAVAP «Автоматический анализатор давления паров жидкостей», Руководство по эксплуатации. 2008.

24. Горобей В.Н., Витковский О.С., Николаева Н.Р., Современные средства измерений давления насыщенных паров нефтепродуктов // Журнал «Законодательная и прикладная метрология» №2-2010. – С.27-31

25. Витковский О.С., Николаева Н.Р., Обзор современных средств измерений давления насыщенных паров нефтепродуктов // Тезисы докладов второго международного симпозиума «Механические измерения и испытания МЕХАНОМЕТРИКА 2010», Москва, апрель 2010. – С.69-71.

26. RVP-4 «Анализатор давления насыщенных паров поточный», Руководство по эксплуатации «Bartec Benke GmbH», 2008.

27. MINIVAP VPSH Xpert (MINIVAP VPXpert) «Анализатор давления насыщенных паров», Руководство по эксплуатации, 2012.

28. Витковский О.С., Николаева Н.Р., Анализаторы давления насыщенных паров нефтепродуктов // Журнал «Приборы и средства автоматизации» №8-2010. – С.45-49.

29. MINIVAP LPG «Анализатор давления насыщенных паров», Руководство по эксплуатации, 2012.

30. Горобей В.Н., Витковский О.С., «Метрологическое обеспечение в области измерений давления насыщенных паров нефти и нефтепродуктов» // Тезисы докладов всероссийской конференции «Метрология и стандартизация нефтегазовой отрасли-2011», Санкт-Петербург, сентябрь 2011. – С.36-37.

31. Горобей В.Н., Витковский О.С., и др., «Современное состояние метрологического обеспечения средств измерений давления насыщенных паров нефти и нефтепродуктов» // Тезисы докладов второй всероссийской конференции «Метрология и стандартизация нефтегазовой отрасли-2012», Санкт-Петербург, октябрь 2012.

32. Бэр Г.Д. Техническая термодинамика, издательство МИР, 1977, 518-520 стр.

33. F.Pavese The use of triple point of gases in sealed cells as pressure transfer standards: oxygen (146,25 Pa), methane (11,696 Pa) and argon (68,890 Pa). Metrologia, 1981, vol. 17, JVfe2, p.p. 35-42.

34. Ардеев А.А., Бронштейн И.С., Хазиев Н.Н. «Определение давления насыщенных паров нефти» /В сб. научных трудов ВНИИСПТнефть «Сбор, подготовка и транспорт нефти и воды» вып. XV/Уфа, 1976.
35. Хаюфизов Ф.Ш., Краснов А.В. «Давление насыщенных паров для нефтепродуктов», «Нефтегазовое дело», 2012, №3
36. Александров А.А. «Термодинамические основы циклов теплоэнергетических установок». М. Издательство МЭИ, 2004. 523 с.
37. Волков А.И., Жарский И.М. «Большой химический справочник» - Мн.: «Современная школа», 2005. - 608 с.
38. М.К.Жоховский. Об особенностях универсального уравнения Р-Т кривой фазовых переходов первого рода. Изм.техн., 1989, №11, с. 51-53.
39. Витковский О.С., «Разработка метрологического обеспечения средств измерений давления насыщенных паров нефти и нефтепродуктов» // Сборник докладов III Международного конкурса «Лучший молодой метролог КООМЕТ-2009», Минск, респ. Беларусь, апрель 2009. – С.103-106.
40. «Устройство для измерений давления насыщенных паров жидкости». Руководство по эксплуатации. СПб., 2002.
41. Витковский О.С., «Обзор-анализ современных методов измерений давления насыщенных паров нефтепродуктов» // Журнал «Главный метролог» №1, январь 2010. – С.29-32.
42. Витковский О.С., Марусина М.Я. Разработка эталонной установки для метрологического обеспечения измерений давления насыщенных паров нефти и нефтепродуктов // Журнал «Измерительная техника» №3 – 2016. – С.31-33.
43. ГОСТ Р 8.802–2012. ГСИ. Государственная поверочная схема для средств измерения избыточного давления до 250 МПа. 2012.
44. ГОСТ 12.1.004-91 «Пожарная безопасность. Общие требования». 1991.
45. Заславский Л.С., Рыжик В.Ю., Витковский О.С., и др., «Автоматизация процесса измерения давления насыщенных паров нефтепродуктов» // Журнал «Приборы и средства автоматизации» №6-2010. – С.6-9.

46. Горобей В.Н., Крутовских М.П., Витковский О.С., «Исследование стандартных образцов жидкостей АДНП на установке для измерения давления насыщенных паров нефтепродуктов» // Тезисы докладов 10-ого Международного научно-технического семинара «Разработка, производство, применение и метрологическое обеспечение средств измерения давления и вакуума», Санкт-Петербург, 2006. – С.181-183.

47. «Эталонные материалы» Каталог эталонных материалов ФГУП «ВНИИМ им Д.И. Менделеева». СПб., 2012-2013.

48. ГОСТ 8.315-97 «Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов», Минск. 1997.

49. «Методика аттестации стандартных образцов АДНП на УДНП», № 2302-01М-2003, СПб., 2003 г.

50. ГОСТ Р 8.568-97 Аттестация испытательного оборудования. Основные положения. 1997.

51. «Анализаторы давления насыщенных паров Egravar. Методика поверки». МП 231 – 0004 – 2008, СПб., 2008 г.

52. «Анализаторы давления насыщенных паров. MINIVAP VPS, MINIVAP VPSH. Методика поверки». МП 231 – 0005 – 2008, СПб., 2008 г.

53. «Анализаторы давления насыщенных паров. SETAVAP II. Методика поверки». МП 231 – 0006 – 2008, СПб., 2008 г.

54. «Поточные анализаторы давления насыщенных паров. RVP-4. Методика поверки». МП 231 – 0008 – 2008, СПб., 2008 г.

55. «Анализаторы давления насыщенных паров. MINIVAP VPSH Xpert и MINIVAP VPXpert. Методика поверки». МП 231 – 0019 – 2012, СПб., 2012 г.

ПРИЛОЖЕНИЯ

| | | |
|------------|---|--|
| Приложение | А | Акты внедрения результатов диссертационной работы |
| Приложение | Б | Паспорт на государственный рабочий эталон № 3.1.ZZB.0033.2015 |
| Приложение | В | Правила содержания и применения на государственный рабочий эталон № 3.1.ZZB.0033.2015 |
| Приложение | Г | Методика выполнения измерений абсолютного давления насыщенных паров жидкостей |
| Приложение | Д | Анализаторы давления насыщенных паров Minivap VPS и VPSH. Методика поверки |
| Приложение | Е | Анализаторы давления насыщенных паров Setavap II. Методика поверки |
| Приложение | Ж | Анализаторы давления насыщенных паров Egavap. Методика поверки |
| Приложение | З | Анализаторы давления насыщенных паров поточные RVP-4. Методика поверки |
| Приложение | И | Анализаторы давления насыщенных паров Minivap VPSH Xpert и VPXpert. Методика поверки |
| Приложение | К | Анализаторы давления насыщенных паров Minivap LPG. Методика поверки |
| Приложение | Л | Анализаторы давления насыщенных паров поточные RVP-4. Методика поверки в рабочих условиях эксплуатации |
| Приложение | М | Анализаторы давления насыщенных паров Setavap II. Программа испытаний |
| Приложение | Н | Анализатор давления насыщенных паров поточный RVP-4. Программа испытаний |

Приложение А
Акты внедрения

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель директора
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

Е.Н. Кривцов

2012 г.



АКТ ВНЕДРЕНИЯ

разработки научного сотрудника

ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» Витковского О.С.

В соответствии с Федеральным Законом от 26.06.2008 № 102-ФЗ «Об обеспечении единства измерений» стандартные образцы предназначены для воспроизведения, хранения и передачи характеристик состава или свойств веществ (материалов), выраженных в значениях единиц величин, допущенных к применению в Российской Федерации. В сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений применяются стандартные образцы утвержденных типов.

Для проведения аттестации Государственных стандартных образцов абсолютного давления насыщенных паров нефтепродуктов АДНП-10, АДНП-20, АДНП-30, АДНП-40, АДНП-50, АДНП-100 (регистрационные номера 09.02.001, 09.02.002, 09.02.003, 09.02.004, 09.02.005, 09.02.006 в каталоге эталонных материалов ВНИИМ) разрабатываемых НИЛ 2302 ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева», используется установка для измерения давления насыщенных паров нефтепродуктов УДНП-1, а так же методика аттестации №2302-01М-2003, разработанная Витковским О.С. совместно с сотрудниками НИЛ 2302. Методика содержит общие положения, перечень применяемых средств измерений, необходимые операции, а так же подробно разработанную процедуру и условия проведения аттестации.

Использование УДНП-1 и применение методики позволяет определить метрологические характеристики Государственных стандартных образцов АДНП и гарантирует точность и достоверность результатов аттестации.

Руководитель НИЛ 2302

A handwritten signature in blue ink, which appears to be 'Дем'янов', is written over the printed name 'А.А. Демьянов'.

А.А. Демьянов

УТВЕРЖДАЮ



Исполнительный директор
ООО «Петротех Аналитикал»
Ситников В.Н.

06 11 2012 г.

АКТ ВНЕДРЕНИЯ

результатов диссертационной работы научного сотрудника

ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» Витковского О.С.

В соответствии с Федеральным Законом от 26.06.2008 № 102-ФЗ «Об обеспечении единства измерений» средства измерений, предназначенные для применения в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений, до ввода в эксплуатацию, а также после ремонта подлежат первичной поверке, а в процессе эксплуатации - периодической поверке. Применяющие средства измерений в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений юридические лица и индивидуальные предприниматели обязаны своевременно представлять эти средства измерений на поверку.

Для проведения поверки анализаторов давления насыщенных паров Minivar VPS и MinivarVPSH находящихся в ООО «Петротех Аналитикал» используется разработанная Витковским О.С. методика поверки МП 231-0005-2008 «Анализаторы давления насыщенных паров Minivar VPS, Minivar VPSH», которая предусматривает комплекс мероприятий по определению метрологических характеристик анализаторов. Методика содержит общие положения, перечень применяемых средств измерений, необходимые операции, а так же подробно разработанную процедуру и условия проведения.

Введение методики позволяет определить метрологические характеристики анализаторов давления насыщенных паров и гарантирует точность и достоверность результатов поверки.

Начальник отдела метрологии

A handwritten signature in blue ink, likely belonging to O.Iu. Belocerkovskaya.

Белоцерковская О.Ю.

УТВЕРЖДАЮ
 Главный инженер
 ООО «Спецморнефтепорт Приморск»



В.П. Зотагин

2012 г.

АКТ

внедрения результатов диссертационной работы научного сотрудника
 ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» Витковского О.С.

В соответствии с Федеральным Законом от 26.06.2008 № 102-ФЗ «Об обеспечении единства измерений» средства измерений, предназначенные для применения в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений, до ввода в эксплуатацию, а также после ремонта подлежат первичной поверке, а в процессе эксплуатации - периодической поверке. Применяющие средства измерений в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений юридические лица и индивидуальные предприниматели обязаны своевременно представлять эти средства измерений на поверку.

Для проведения поверки анализатора давления насыщенных паров Minivar VPS № 16-07-2165 находящегося в ООО «Спецморнефтепорт Приморск» используется разработанная Витковским О.С. методика поверки МП 231-0005-2008 «Анализаторы давления насыщенных паров Minivar VPS, Minivar VPSH», которая предусматривает комплекс мероприятий по определению метрологических характеристик анализаторов. Методика содержит общие положения, перечень применяемых средств измерений, необходимые операции, а так же подробно разработанную процедуру и условия проведения.

Введение методики позволяет определить метрологические характеристики анализатора давления насыщенных паров и гарантирует точность и достоверность результатов поверки.

Главный метролог
 ООО «Спецморнефтепорт Приморск»

Р.Р. Султанов

Федеральное государственное унитарное предприятие
«Всероссийский научно-исследовательский
институт метрологии им. Д.И. Менделеева»
(ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»)

ПАСПОРТ
ГОСУДАРСТВЕННОГО РАБОЧЕГО ЭТАЛОНА 3 РАЗРЯДА ЕДИНИЦЫ
ДАВЛЕНИЯ В ДИАПАЗОНЕ от 0 до 160 кПа
В ОБЛАСТИ ИЗМЕРЕНИЙ ДАВЛЕНИЯ
НАСЫЩЕННЫХ ПАРОВ ЖИДКОСТЕЙ
№ 3.1.ZZB.0033.2015

2015 г.

Федеральное государственное унитарное предприятие
«Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им.
Д.И. Менделеева»
(ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»)

ПАСПОРТ
ГОСУДАРСТВЕННОГО РАБОЧЕГО ЭТАЛОНА 3 РАЗРЯДА ЕДИНИЦЫ
ДАВЛЕНИЯ В ДИАПАЗОНЕ от 0 до 160 кПа В ОБЛАСТИ ИЗМЕРЕНИЙ
ДАВЛЕНИЯ НАСЫЩЕННЫХ ПАРОВ ЖИДКОСТЕЙ
№ 3.1.ZZB.0033.2015

СОСТАВ ЭТАЛОНА

Эталон состоит из комплекса основных и вспомогательных технических средств, приведенных в таблице 1.

Таблица 1 – Состав эталона

| № | Наименование | Тип | Заводской № | Примечание* |
|---|--|------|-------------|-------------|
| 1 | Устройство для измерения давления насыщенных паров жидкостей | УДНП | 01 | 23264-02 |

*В столбце указан номер регистрации технического средства в Федеральном информационном фонде

МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ЭТАЛОНА

- Диапазон измерений, кПа 0...160
- Пределы основной погрешности, % ±0,25 ВПИ*
- Напряжение питающей сети, В 220±20
- Частота питающей сети, Гц 50±1

Межаттестационный интервал эталона составляет 12 месяцев.

*ВПИ – погрешность, приведенная к верхнему пределу измерений

ВРЕМЯ И МЕСТО РАЗРАБОТКИ ЭТАЛОНА

Эталон создан и исследован в ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева» в 2002 г.

Эталон исследован в период с 2002 - 2009 гг. во ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева».

МЕСТО И УСЛОВИЯ СОДЕРЖАНИЯ ЭТАЛОНА

Эталон содержат и применяют во ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева», г. Санкт-Петербург, в условиях, соответствующих Правилам содержания и применения эталона.

ОТДЕЛ, ОТВЕТСТВЕННЫЙ ЗА ЭТАЛОН

Научно-исследовательский отдел государственных эталонов в области измерений давления № 231.

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

Руководитель научно-исследовательского
отдела государственных эталонов
в области измерений давления



Эталон утвержден приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от «31» 12 2015 г., № 1751

**Федеральное государственное унитарное предприятие
«Всероссийский научно-исследовательский
институт метрологии им. Д.И. Менделеева»
(ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»)**

**ГОСУДАРСТВЕННЫЙ РАБОЧИЙ ЭТАЛОН 3 РАЗРЯДА ЕДИНИЦЫ
ДАВЛЕНИЯ В ДИАПАЗОНЕ от 0 до 160 кПа
В ОБЛАСТИ ИЗМЕРЕНИЙ ДАВЛЕНИЯ
НАСЫЩЕННЫХ ПАРОВ ЖИДКОСТЕЙ**

**Правила содержания и применения
(ПрС № 3.1.ZZB.0033.2015)**

2015 г

1 Состав эталона

Эталон состоит из комплекса основных и вспомогательных технических средств, приведенных в таблице 1.

Таблица 1 – Состав эталона

| № | Наименование | Тип | Заводской № | Примечание* |
|---|--|------|-------------|-------------|
| 1 | Устройство для измерения давления насыщенных паров жидкостей | УДНП | 01 | 23264-02 |

*В столбце указан номер регистрации технического средства в Федеральном информационном фонде

2 Обязательные требования к эталону

2.1 Обязательные метрологические требования к эталону.

2.1.1 Метрологические характеристики эталона должны соответствовать приведенным в соответствующем разделе Паспорта эталона № 3.1.ZZB.0033.2015, 3-му разряду рабочих эталонов согласно ГОСТ Р 8.802-2012 «Государственная поверочная схема для средств измерений избыточного давления до 250 МПа».

2.1.2 Эталон хранит и передает единицу давления для области измерений давления насыщенных паров жидкости в диапазоне от 0 до 160 кПа.

2.1.3 Пределы основной приведенной погрешности эталона в диапазоне от 0 до 160 кПа, не более $\pm 0,25$.

2.1.4 Эталон предназначен для измерений давления насыщенных паров (ДНП) различных жидкостей, для аттестации стандартных образцов жидкостей давления насыщенных паров и поверки анализаторов ДНП путем передачи им единицы ДНП по средствам стандартных образцов. Аттестуемые на эталоне стандартные образцы давления насыщенных паров приведены в Таблице 2.

Таблица 2 –Стандартные образцы ДНП

| п/п | Регистрационный номер | Индекс ГСО | Интервал допускаемых аттестованных значений давления насыщенных паров при 37,8 °С, кПа |
|-----|-----------------------|------------|--|
| | | | |

| | | | |
|---|-----------|----------|--------------|
| 1 | 8536-2004 | АДНП-10 | от 10 до 19 |
| 2 | 8537-2004 | АДНП-20 | от 20 до 29 |
| 3 | 8538-2004 | АДНП-30 | от 30 до 39 |
| 4 | 8539-2004 | АДНП-40 | от 40 до 50 |
| 5 | 8540-2004 | АДНП-50 | от 51 до 60 |
| 6 | 8541-2004 | АДНП-100 | от 90 до 110 |

2.2 Технические требования

2.2.1 При работе со стандартными образцами должна соблюдаться техника безопасности при работе с легко воспламеняющимися веществами, а так же требования ГОСТ 12.1.004-91. «Пожарная безопасность. Общие требования».

2.2.2 При обращении с источником питания должны соблюдаться «Правила технической эксплуатации электроустановок потребителей».

2.3 Обязательные требования к условиям содержания и применения эталона.

2.3.1 Эталон содержат в ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» и применяют при:

- передаче единицы стандартным образцам давления насыщенных паров, а так же анализаторам ДНП и другим средствам измерения(СИ) ДНП согласно методикам поверки на данные СИ.

- периодической аттестации с целью определения сохранности метрологических характеристик эталона.

2.3.2 Помещения, где применяется эталон, должны быть оборудованы:

- электропитанием от сети переменного напряжения 220 ± 23 В с частотой 50 ± 1 Гц;

- измерительным электрометрическим заземлением.

2.3.3 При содержании и применении эталона должны обеспечиваться следующие условия:

- температура окружающей среды от 15 до 25 °С;

- атмосферное давление от 84,0 до 106,7 кПа;

-относительная влажность воздуха от 30 до 80%;

2.4 Требования по установке, регулировке и подготовке эталона к применению (эксплуатации).

2.4.1 Перед использованием эталона по назначению необходимо произвести прогрев системы посредством включения электропитания эталона в сеть. Измерения производить только после 1 часа прогрева системы.

2.4.2 Во время прогрева системы закрыть входной клапан и клапан атмосферы измерительной камеры и только после этого запустить насос.

2.4.3 Параллельно с прогревом системы запустить термостат, предварительно убедившись, что он на 100% заполнен рабочей жидкостью. Нагреть термостат до температуры 40 °С.

2.4.4 Подготовить стандартный образец к передачи единицы давления, охладив его в холодильнике при температуре 3 – 7 °С.

2.4.5 При подготовке эталона к применению следует руководствоваться документом «Устройство для измерения давления насыщенных паров жидкости. Руководство по эксплуатации».

2.4.6 Работы с эталоном должен осуществлять научный сотрудник отдела государственных эталонов в области измерений давления.

3 Методика периодической аттестации эталона

3.1 Периодическую аттестацию эталона на соответствие установленным обязательным требованиям осуществляет ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева».

3.2 Оценку соответствия эталона метрологическим характеристикам, записанным в Паспорте, выполняют с помощью высокоточного калибратора давления МЕТРАН 501-ПКД-Р. Ответственность за организацию и проведение поверки через установленные для эталона, а также средств измерений, входящих в состав эталона, межповерочные интервалы, несет ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева».

3.3 Оценку соответствия обязательным техническим требованиям осуществляют в соответствии с документом: «Устройство для измерений давления насыщенных паров жидкости. Руководство по эксплуатации».

3.4 Оценку соответствия требований к условиям содержания и применения

Таблица 3 – Средства измерений параметров окружающей среды*

| Наименование | Тип | Зав. номер | Примечание |
|---------------------|--------|------------|--|
| Гигрометр | ВИТ-2 | 106 | Диапазон измерений влажности от 20 до 90 % Предел допускаемой погрешности 7 % |
| Барометр образцовый | БОП-1М | 1010007 | Диапазон измерений от 0,5 до 110 кПа Предел допускаемой погрешности при введении поправок, ±10 Па |
| Термометр | ТЛ-18 | 11998 | Диапазон измерений температуры от 0 °С до 38 °С Предел допускаемой погрешности 0,1 °С |

«УТВЕРЖДАЮ»
заместитель директора
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»
Е.П. Кривцов
_____ 2003 г.



**МЕТОДИКА
ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ АБСОЛЮТНОГО ДАВЛЕНИЯ НАСЫЩЕННЫХ
ПАРОВ ЖИДКОСТЕЙ**

№ 2302-01М-2003

Руководитель лаборатории № 2302

В.С. Снегов



1 НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

1.1 Настоящая методика аттестации распространяется на образцы абсолютного давления насыщенных паров жидкости (АДНП) применяемых при испытаниях, аттестации, поверки и калибровки анализаторов и прочих СИ давления насыщенных паров нефтепродуктов.

1.2 Основные задачи аттестации:

- рассмотрение эксплуатационной документации предприятия изготовителя;
- определение технических характеристик образцов АДНП;
- оформление результатов аттестации.

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

2.1 ГОСТ 8.568-97 «ГСИ. Аттестация испытательного оборудования. Основные положения».

2.2 Эксплуатационная документация предприятия изготовителя.

3 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ, ОХРАНЫ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

При выполнении измерений абсолютного давления насыщенных паров жидкостей соблюдают меры безопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.005-88 и ГОСТ 12.1.0007-76.

4 ОБЪЕКТ АТТЕСТАЦИИ

4.1 Образцы абсолютного давления насыщенных паров жидкости.

4.2 Образцы жидкостей и нефтепродуктов по характеристикам схожие с АДНП.

4.2 Характеристики погрешности измерений.

Границы относительной погрешности результата измерения (при доверительной вероятности $P=0,95$) по настоящей методике представлены в табл. 1.

Таблица 1.

| Диапазон измерений абсолютного давления насыщенных паров, кПа | Границы относительной погрешности $\pm \delta, \%$ |
|---|--|
| от 10 до 19 | 4 |
| от 20 до 110 | 2,5 |

5 ТЕХНИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ, ОПРЕДЕЛЯЕМЫЕ ПРИ АТТЕСТАЦИИ

5.1 При проведении аттестации подлежат проверке следующие характеристики:

- Давление насыщенных паров аттестуемого образца при температуре среды 37,8 °С;

6 УСЛОВИЯ ПРОВЕДЕНИЯ АТТЕСТАЦИИ

6.1 При проведении аттестации должны соблюдаться следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С 20 ±5
- относительная влажность воздуха, % от 30 до 80
- атмосферное давление, кПа от 84 до 106,7

7 ПОДГОТОВКА К ПРОВЕДЕНИЮ АТТЕСТАЦИИ

7.1 Подготовка к проведению аттестации включает:

- подготовку к работе средств измерений, применяемых при аттестации;
- проверку соответствия условий аттестации значениям, указанным в пункте 6.1

настоящего документа.

8 ОПЕРАЦИИ АТТЕСТАЦИИ

8.1 При проведении аттестации выполняются операции, указанные в таблице 2.

Таблица 2

| Наименование операций | Номера пунктов методики | Обязательность проведения испытаний при аттестации |
|-----------------------------------|-------------------------|--|
| Внешний осмотр образца АДНП | 11.1 | + |
| Подготовка установки к аттестации | 11.2 | + |
| Проведение аттестации | 11.3 | + |
| Оформление результатов аттестации | 12 | + |

9 СРЕДСТВА АТТЕСТАЦИИ

9.1 При проведении аттестации должны применяться средства измерений, указанные в таблице 3.

Таблица 3

| Средства измерений | Тип прибора | Технические характеристики |
|---|-------------|---|
| Установка для измерения давления насыщенных паров | УДНП-1 | Диапазон измерений 0...160 кПа, кл. точности 0,25 |
| Барометр-анероид | M110 | Диапазон измерений от 610 до 790 мм рт.ст. основная погрешность $\pm 0,2$ кПа |
| Психрометр | ВИТ-2 | Диапазон измерений 20... 90 % цена деления 2,5 % |
| Термометр | ТЛ-18 | Диапазон 0...100°C, цена деления 0,1 °C |

9.2 Средства измерений, применяемые при аттестации, должны быть поверены и иметь действующие свидетельства о поверке. Испытательное оборудование должно быть аттестовано и иметь действующий аттестат.

9.3 Допускается применять другие средства измерений, не уступающие указанным по точности и пределам измерений.

10 УКАЗАНИЕ МЕР БЕЗОПАСНОСТИ

10.1 При проведении аттестации необходимо руководствоваться требованиями эксплуатационных документов, определяющих меры безопасности при работе с АДНП.

11 ПОРЯДОК ПРОВЕДЕНИЯ АТТЕСТАЦИИ

11.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре проверяют герметичность емкости, в которой находится образец и маркировку (АДНП-10,20... 100) для идентификации образца.

11.2 Подготовка к работе

- УДНП-1 должна быть подключена в сеть;
- термостат УДНП-1 должен быть нагрет до температуры измерения;
- насос и откачная система должны работать не менее часа перед началом аттестации.

11.3 Проведение аттестации

Аттестация проводится в соответствии с руководством по эксплуатации на УДНП-1.

11.4 Результаты аттестации считать положительными, если измеренные значения давления АДНП соответствуют значениям, указанным в таблице 1.

12 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ АТТЕСТАЦИИ

12.1 По результатам измерений оформляют протокол аттестации приведенный в Приложении 1.

12.2 При положительных результатах аттестации оформляется аттестат по форме, установленной ГОСТ Р 8.568-97.

12.3 При отрицательных результатах образец бракуется.

12.4 Срок годности аттестата - 1 год.

Зам.Руководителя НИЛ 2302
«ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»

А.А. Демьянов

Научный сотрудник ГЦИ СИ
«ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»

О.С. Витковский

УТВЕРЖДАЮ

Зам. руководителя

ГЦИ СИ «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»

В. С. Александров

04 апреля 2008г.

АНАЛИЗАТОРЫ ДАВЛЕНИЯ НАСЫЩЕННЫХ ПАРОВ**MINIVAR VPS, MINIVAR VPSH**

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 231 – 0005 - 2008Руководитель отдела
ГЦИ СИ «ВНИИМ
им. Д.И.Менделеева»

В.Н.Горобей

03 апреля 2008г.

ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы давления насыщенных паров MINIVAP VPS, MINIVAP VPSH (в дальнейшем - анализаторы) и устанавливает методику первичной и периодической поверки.

Соблюдение требований настоящей методики, обязательно для всех предприятий, проводящих поверку.

Первичная поверка проводится при выпуске из производства, периодическая поверка – в процессе эксплуатации анализаторов.

Межповерочный интервал – 1 год.

1 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

При проведении поверки должны быть выполнены операции, указанные в таблице 1.1.

Таблица 1.1 – Операции поверки

| Наименование операций | Номер пункта методики | Проведение операций | |
|--|-----------------------|-----------------------|---------------------------|
| | | при первичной поверке | при периодической поверке |
| Внешний осмотр | 6.1 | Да | Да |
| Опробование | 6.2 | Да | Да |
| Определение абсолютной погрешности измерений давления насыщенных паров | 6.3 | Да | Да |
| Оформление результатов поверки | 7.1 | Да | Да |

Поверка анализаторов прекращается при получении отрицательного результата по любому из пунктов методики, указанных в таблице.

При первичной поверке анализатор возвращается изготовителю с изложением причин возврата для проведения мероприятий по их устранению и повторного предъявления.

При периодической поверке анализатор возвращается представителю эксплуатационной службы с изложением причин возврата для проведения мероприятий по их устранению и повторного предъявления.

2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

При проведении поверки должны применяться средства измерений, указанные в таблице 2.1.

Таблица 2.1 – Средства измерений, используемые при поверке

| Пункт методики поверки | Наименование эталонного средства измерения или вспомогательного средства поверки, номер документа, регламентирующего технические требования к средству, метрологические и основные технические характеристики | Примечание |
|------------------------|--|------------|
| 6.3.1-6.3.7 | Стандартные образцы абсолютного давления насыщенных паров нефтепродуктов АДНП-10, АДНП-20, АДНП-30, АДНП-40, АДНП-50, АДНП-100 (регистрационные номера 09.02.001, 09.02.002, 09.02.003, 09.02.004, 09.02.005, 09.02.006 в каталоге эталонных материалов ВНИИМ). Границы относительной погрешности АДНП-10 $\pm 4\%$, остальных ГСО $\pm 2,5\%$ при $P=0,95$ | |

Средства измерений, применяемые при поверке, должны быть поверены и иметь действующие свидетельства о поверке. Образцы, применяемые при поверке, должны быть аттестованы и иметь действующие паспорта.

Допускается применять другие стандартные образцы жидкостей и средства измерений, по точности и пределам измерений не уступающие указанным.

3 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

При проведении поверки должны быть соблюдены требования "Правил технической эксплуатации электроустановок потребителей", а также требования безопасности, изложенные в эксплуатационных документах поверяемого средства измерений.

Запрещается создавать в измерительной системе анализатора давление, превышающее верхний предел измеряемого им давления.

4 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

| | |
|--|----------|
| - температура окружающего воздуха, °С | 20±5 |
| - относительная влажность окружающего воздуха, % | 60±20 |
| - атмосферное давление, кПа | 84...106 |

5 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

Необходимо убедиться в том, что применяемые при поверке образцы АДНП имеют соответствующие паспорта.

Поверяемый анализатор должен быть подготовлен к работе согласно требованиям, изложенным в его руководстве по эксплуатации.

Перед проведением поверки анализатор необходимо выдержать в помещении при температуре окружающего воздуха (20±5)°С не менее 4 часов.

При необходимости следует провести предварительную калибровку датчиков давления и температуры согласно руководству по эксплуатации на анализатор.

6 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

Внешний осмотр

При внешнем осмотре анализатора должно быть установлено:

- соответствие комплектности и маркировки требованиям технической документации;
- наличие свидетельства о предыдущей поверке (при периодической поверке);
- отсутствие механических повреждений, очагов коррозии и других дефектов, влияющих на правильность функционирования и метрологические характеристики анализатора;
- отсутствие осколков, трещин и других дефектов на дисплее анализатора, затрудняющих считывание информации.

Опробование

Включить анализатор.

Убедиться в появлении сигнала на дисплее анализатора.

Проведение поверки

Определение абсолютной погрешности измерений давления насыщенных паров.

Для определения абсолютной погрешности измерений давления насыщенных паров в качестве пробы следует использовать стандартные образцы абсолютного давления насыщенных паров АДНП-10, АДНП-20, АДНП-30, АДНП-40, АДНП-50, АДНП-100 (регистрационные номера 09.02.001, 09.02.002, 09.02.003, 09.02.004, 09.02.005, 09.02.006 в каталоге эталонных материалов ФГУП ВНИИМ им.Д.И.Менделеева) или аналогичные им по метрологическим характеристикам.

Присоединить сосуд с образцом АДНП к входному штуцеру анализатора так, чтобы входная трубка погрузилась в жидкость. На выходном штуцере закрепите входящую в комплект поставки анализатора сливной контейнер.

В меню анализатора введите название образца АДНП, количество серий измерений и формулу, по которой будет произведен расчет.

Нажмите кнопку RUN. Измерения проходят в автоматическом режиме.

После проведения всех операций с дисплея анализатора считайте полученное значение абсолютного давления насыщенных паров АДНП - P (P_{abs} на дисплее анализатора).

При поверке необходимо использовать не менее трех стандартных образцов АДНП, паспортные значения которых равномерно распределены по диапазону измерений, включая нижний и верхний пределы измерений. Стандартные образцы по значению давления насыщенных паров могут быть близкими по значению к диапазону рабочих давлений, интересующих пользователя. Измерения следует проводить не менее пяти раз для каждого образца ГСО.

Определите среднее арифметическое результатов n измерений давления насыщенных паров для каждого стандартного образца по формуле

$$\bar{P} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n P_i ,$$

где P_i – результат i -го измерения анализатором давления насыщенных паров;

n – количество измерений (не менее пяти).

Вычислите значения относительной погрешности δ_i анализатора во всех контрольных точках по формуле

$$\delta_i = \frac{\bar{P} - P_{att}}{\bar{P}} \cdot 100 \%$$

где P_{att} – значение абсолютного давления насыщенных паров, указанное в паспорте стандартного образца АДНП.

Результаты поверки считаются положительными, если максимальное значение относительной погрешности поверяемого анализатора не превышает значения δ , указанного в руководстве по эксплуатации на этот анализатор.

Если относительная погрешность анализатора превышает δ , то необходимо провести перекалибровку датчика давления и датчика температуры в соответствии с руководством по эксплуатации на анализатор.

После калибровки датчиков анализатор повторно представляется на поверку. Если полученные результаты измерений повторно не удовлетворяют нормируемой в РЭ погрешности, то анализатор бракуют.

7 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

На анализатор, признанный годным по результатам поверки, оформляется свидетельство о поверке установленной формы в соответствии с ПР 50.2.006-94.

При отрицательных результатах поверки анализатор к применению не допускается, выдается извещение о непригодности по ПР 50.2.006-94 с указанием причин.

Научный сотрудник ГЦИ СИ
«ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»

 О.С.Витковский

ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы давления насыщенных паров SETAVAP II (в дальнейшем - анализаторы) и устанавливает методику первичной и периодической поверки.

Соблюдение требований настоящей методики обязательно для всех предприятий, проводящих поверку.

Первичная поверка проводится при выпуске из производства, периодическая поверка – в процессе эксплуатации анализаторов.

Межповерочный интервал – 1 год.

1 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

1.1 При проведении поверки должны быть выполнены операции, указанные в таблице 1.1.

Таблица 1.1 – Операции поверки

| Наименование операций | Номер пункта методики | Проведение операций | |
|---|-----------------------|-----------------------|---------------------------|
| | | при первичной поверке | при периодической поверке |
| Внешний осмотр | 6.1 | Да | Да |
| Опробование | 6.2 | Да | Да |
| Определение относительной погрешности измерений давления насыщенных паров | 6.3 | Да | Да |
| Оформление результатов поверки | 7.1 | Да | Да |

1.2 Поверка анализаторов прекращается при получении отрицательного результата по любому из пунктов методики, указанных в таблице.

1.3 При первичной поверке анализатор возвращается изготовителю с изложением причин возврата для проведения мероприятий по их устранению и повторного предъявления.

1.4 При периодической поверке анализатор возвращается представителю эксплуатационной службы с изложением причин возврата для проведения мероприятий по их устранению и повторного предъявления.

2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1 При проведении поверки должны применяться средства измерений, указанные в таблице 2.1.

Таблица 2.1 – Средства измерений, используемые при поверке

| Пункт методики поверки | Наименование эталонного средства измерения или вспомогательного средства поверки, номер документа, регламентирующего технические требования к средству, метрологические и основные технические характеристики | Примечание |
|------------------------|--|------------|
| 6.3.1-6.3.7 | Государственные стандартные образцы (ГСО) абсолютного давления насыщенных паров нефтепродуктов АДНП-10, АДНП-20, АДНП-30, АДНП-40, АДНП-50, АДНП-100 (регистрационные номера 09.02.001, 09.02.002, 09.02.003, 09.02.004, 09.02.005, 09.02.006 в каталоге эталонных материалов ВНИИМ). Границы относительной погрешности АДНП-10 $\pm 4\%$, остальных ГСО $\pm 2,5\%$ при $P=0,95$ | |

2.2 Средства измерений, применяемые при поверке, должны быть поверены и иметь действующие свидетельства о поверке. Образцы, применяемые при поверке, должны быть аттестованы и иметь действующие паспорта.

2.3 Допускается применять другие стандартные образцы жидкостей и средства измерений, по точности и пределам измерений не уступающие указанным.

3 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

3.1 При проведении поверки должны быть соблюдены требования «Правил технической эксплуатации электроустановок потребителей», а также требования безопасности, изложенные в эксплуатационных документах поверяемого средства измерений.

3.2 Запрещается создавать в измерительной системе анализатора давление, превышающее верхний предел измеряемого им давления.

4 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

4.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

| | |
|--|----------|
| - температура окружающего воздуха, °С | 20±5 |
| - относительная влажность окружающего воздуха, % | 60±20 |
| - атмосферное давление, кПа | 84...106 |

5 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

5.1 Необходимо убедиться в том, что применяемые при поверке образцы АДНП имеют соответствующие паспорта.

5.2 Поверяемый анализатор должен быть подготовлен к работе согласно требованиям, изложенным в его руководстве по эксплуатации.

5.3 Перед проведением поверки анализатор необходимо выдержать в помещении при температуре окружающего воздуха (20±5)°С не менее 4 часов.

5.4 При необходимости следует провести предварительную калибровку датчиков давления и температуры согласно руководству по эксплуатации на анализатор.

6 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1 Внешний осмотр

6.1.1 При внешнем осмотре анализатора должно быть установлено:

- соответствие комплектности и маркировки требованиям технической документации;
- наличие свидетельства о предыдущей поверке (при периодической поверке);
- отсутствие механических повреждений, очагов коррозии и других дефектов, влияющих на правильность функционирования и метрологические характеристики анализатора;
- отсутствие осколков, трещин и других дефектов на дисплее анализатора, затрудняющих считывание информации.

6.2 Опробование

6.2.1 Включить анализатор.

6.2.2 Убедиться в появлении сигнала на дисплее анализатора.

6.3 Проведение поверки

6.3.1 Определение относительной погрешности измерений давления насыщенных паров.

Для определения относительной погрешности измерений давления насыщенных паров в качестве пробы следует использовать стандартные образцы абсолютного давления насыщенных паров АДНП-10, АДНП-20, АДНП-30, АДНП-40, АДНП-50, АДНП-100 (регистрационные номера 09.02.001, 09.02.002, 09.02.003, 09.02.004, 09.02.005, 09.02.006 в каталоге эталонных материалов ФГУП ВНИИМ им.Д.И.Менделеева) или аналогичные им по метрологическим характеристикам.

6.3.2 Подготовить анализатор к работе согласно п. 2.5 руководства по эксплуатации.

6.3.3 Определить методом двойного ввода пробы значение абсолютного давления насыщенных паров образца АДНП, соответствующего нижнему пределу измерений анализатора, выполнив операции, изложенные в подразделе 3.2 руководства по эксплуатации поверяемого анализатора.

Анализатор автоматически, с интервалом в одну минуту, производит измерение давления паров пробы. Когда значение давления паров стабилизируется и расхождение между тремя последовательными результатами измерений не будет превышать 0,1 кПа, процедура измерения автоматически закончится. Для индикации значения абсолютного давления, измеряемого методом двойного ввода пробы, следует установить ручку управления таким образом, чтобы на дисплее анализатора появилось сообщение «**Ptot1 = (xxx.x) kPa**». На нижней строке дисплея при этом должно появиться сообщение «**Prepare 2 nd**» (Подготовьте вторую пробу).

Повторить операции, изложенные в пп 13-19 подраздела 3.2 Руководства по эксплуатации, для второй пробы АДНП. По завершении измерений на нижней строке дисплея появится значение измеренного анализатором абсолютного давления насыщенных паров образца АДНП «**Pabs=(xxx.x) kPa**».

6.3.4 При проверке анализатора необходимо использовать не менее трех стандартных образцов АДНП, паспортные значения которых равномерно распределены по диапазону измерений, включая нижний и верхний пределы измерений.

6.3.5 Измерения следует проводить не менее трех раз для каждого образца ГСО.

6.3.6 Определите среднее арифметическое результатов n измерений давления насыщенных паров для каждого стандартного образца по формуле

$$\bar{P} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n P_{absi} ,$$

где P_{absi} – результат i -го измерения давления насыщенных паров ГСО анализатором;

n – количество измерений (не менее трех).

6.3.7 Вычислите значения относительной погрешности δ анализатора во всех контрольных точках по формуле

$$\delta = \frac{\bar{P} - P_{att}}{\bar{P}} \cdot 100 \%$$

где P_{att} – значение абсолютного давления насыщенных паров, указанное в паспорте стандартного образца АДНП.

Результаты проверки считаются положительными, если максимальное значение относительной погрешности поверяемого анализатора не превышает значения δ , указанного в руководстве по эксплуатации на этот анализатор.

6.3.8 Если относительная погрешность анализатора превышает δ , то необходимо провести перекалибровку датчика давления и датчика температуры в соответствии с руководством по эксплуатации на анализатор.

6.3.9 После калибровки датчиков анализатор повторно представляется на поверку. Если полученные результаты измерений не удовлетворяют нормируемой в РЭ погрешности измерений, то анализатор бракуют.

7 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1 На анализатор, признанный годным по результатам поверки, оформляется свидетельство о поверке установленной формы в соответствии с ПР 50.2.006-94.

7.2 При отрицательных результатах поверки анализатор к применению не допускается, выдается извещение о непригодности по ПР 50.2.006-94 с указанием причин.

Научный сотрудник ГЦИ СИ
«ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»

 О.С.Витковский

ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы давления насыщенных паров ERAVAP (в дальнейшем - анализаторы) и устанавливает методику первичной и периодической поверки.

Соблюдение требований настоящей методики, обязательно для всех предприятий, проводящих поверку.

Первичная поверка проводится при выпуске из производства, периодическая поверка – в процессе эксплуатации анализаторов.

Межповерочный интервал – 1 год.

1 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

1.1 При проведении поверки должны быть выполнены операции, указанные в таблице 1.1.

Таблица 1.1 – Операции поверки

| Наименование операций | Номер пункта методики | Проведение операций | |
|--|-----------------------|-----------------------|---------------------------|
| | | при первичной поверке | при периодической поверке |
| Внешний осмотр | 6.1 | Да | Да |
| Опробование | 6.2 | Да | Да |
| Определение абсолютной погрешности измерений давления насыщенных паров | 6.3 | Да | Да |
| Оформление результатов поверки | 7.1 | Да | Да |

1.2 Поверка анализаторов прекращается при получении отрицательного результата по любому из пунктов методики, указанных в таблице.

1.3 При первичной поверке анализатор возвращается изготовителю с изложением причин возврата для проведения мероприятий по их устранению и повторного предъявления.

1.4 При периодической поверке анализатор возвращается представителю эксплуатационной службы с изложением причин возврата для проведения мероприятий по их устранению и повторного предъявления.

2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1 При проведении поверки должны применяться средства измерений, указанные в таблице 2.1.

Таблица 2.1 – Средства измерений, используемые при поверке

| Пункт методики поверки | Наименование эталонного средства измерения или вспомогательного средства поверки, номер документа, регламентирующего технические требования к средству, метрологические и основные технические характеристики | Примечание |
|------------------------|---|------------|
| 6.3.1-6.3.7 | Стандартные образцы абсолютного давления насыщенных паров нефтепродуктов АДНП-10, АДНП-20, АДНП-30, АДНП-40, АДНП-50, АДНП-100 (регистрационные номера 09.02.001, 09.02.002, 09.02.003, 09.02.004, 09.02.005, 09.02.006 в каталоге эталонных материалов ВНИИМ). Границы относительной погрешности АДНП-10 $\pm 4\%$, остальных ГСО $\pm 2,5\%$ | |

2.2 Средства измерений, применяемые при поверке, должны быть поверены и иметь действующие свидетельства о поверке. Образцы, применяемые при поверке, должны быть аттестованы и иметь действующие паспорта.

2.3 Допускается применять другие стандартные образцы жидкостей и средства измерений, по точности и пределам измерений не уступающие указанным.

3 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

3.1 При проведении поверки должны быть соблюдены требования "Правил технической эксплуатации электроустановок потребителей", а также требования безопасности, изложенные в эксплуатационных документах поверяемого средства измерений.

3.2 Запрещается создавать в измерительной системе анализатора давление, превышающее верхний предел измеряемого им давления.

4 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

4.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

| | |
|--|----------|
| - температура окружающего воздуха, °С | 20±5 |
| - относительная влажность окружающего воздуха, % | 60±20 |
| - атмосферное давление, кПа | 84...106 |

5 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

5.1 Необходимо убедиться в том, что применяемые при поверке образцы АДНП имеют соответствующие паспорта.

5.2 Поверяемый анализатор должен быть подготовлен к работе согласно требованиям, изложенным в его руководстве по эксплуатации.

5.3 Перед проведением поверки анализатор необходимо выдержать в помещении при температуре окружающего воздуха (20±5)°С не менее 4 часов.

5.4 При необходимости следует провести предварительную калибровку датчиков давления и температуры согласно руководству по эксплуатации на анализатор.

6 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1 Внешний осмотр

6.1.1 При внешнем осмотре анализатора должно быть установлено:

- соответствие комплектности и маркировки требованиям технической документации;
- наличие свидетельства о предыдущей поверке (при периодической поверке);
- отсутствие механических повреждений, очагов коррозии и других дефектов, влияющих на правильность функционирования и метрологические характеристики анализатора;
- отсутствие осколков, трещин и других дефектов на дисплее анализатора, затрудняющих считывание информации.

6.2 Опробование

6.2.1 Включить анализатор.

6.2.2 Убедиться в появлении сигнала на дисплее анализатора.

6.3 Проведение поверки

6.3.1 Определение абсолютной погрешности измерений давления насыщенных паров.

Для определения абсолютной погрешности измерений давления насыщенных паров в качестве пробы используют стандартные образцы абсолютного давления насыщенных паров АДНП-10, АДНП-20, АДНП-30, АДНП-40, АДНП-50, АДНП-100 (регистрационные номера 09.02.001, 09.02.002, 09.02.003, 09.02.004, 09.02.005, 09.02.006 в каталоге эталонных материалов ФГУП ВНИИМ им.Д.И.Менделеева) или аналогичные им по метрологическим характеристикам.

6.3.2 Присоедините сосуд с образцом АДНП к входному штуцеру анализатора так, чтобы входная трубка погрузилась в жидкость. На выходном штуцере закрепить входящую в комплект поставки анализатора сливной контейнер.

6.3.3 На сенсорном дисплее анализатора выставьте название образца АДНП, количество серий измерений и формулу, по которой будет произведен расчет.

6.3.4 Нажмите кнопку RUN. Измерения проходят в автоматическом режиме.

6.3.5 После проведения всех операций с дисплеем анализатора считайте полученное значение абсолютного давления насыщенных паров АДНП - P (P_{abs} на дисплее анализатора).

При поверке необходимо использовать не менее трех стандартных образцов АДНП, паспортные значения которых равномерно распределены по диапазону измерений, включая нижний и верхний пределы измерений. Стандартные образцы по значению давления насыщенных паров могут быть близкими по значению к диапазону рабочих давлений, интересующих пользователя. Измерения следует проводить не менее пяти раз для каждого образца ГСО.

6.3.6 Определите среднее арифметическое результатов n измерений давления насыщенных паров по формуле

$$\bar{P} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n P_i ,$$

где P_i – результат i -го измерения анализатором давления насыщенных паров;

n – количество измерений (не менее пяти).

6.3.7 Вычислите значения относительной погрешности δ_i анализатора во всех контрольных точках по формуле

$$\delta_i = \frac{\bar{P} - P_{att}}{\bar{P}} \cdot 100 \%$$

где P_{att} – значение абсолютного давления насыщенных паров, указанное в паспорте стандартного образца АДНП.

Результаты поверки считаются положительными, если максимальное значение относительной погрешности поверяемого анализатора не превышает значения δ , указанного в руководстве по эксплуатации на этот анализатор.

6.3.8 Если относительная погрешность анализатора превышает δ , то необходимо провести перекалибровку датчика давления и датчика температуры в соответствии с руководством по эксплуатации на анализатор.

6.3.9 После калибровки датчиков анализатор повторно представляется на поверку. Если полученные результаты измерений повторно не удовлетворяют нормируемой в РЭ погрешности, то анализатор бракуют.

7 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1 На анализатор, признанный годным по результатам поверки, оформляется свидетельство о поверке установленной формы в соответствии с ПР 50.2.006-94.

7.2 При отрицательных результатах поверки анализатор к применению не допускается, выдается извещение о непригодности по ПР 50.2.006-94 с указанием причин.

Научный сотрудник ГЦИ СИ
«ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»



О.С.Витковский

УТВЕРЖДАЮ

Зам. руководителя

ГЦИ СИ «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

В. С. Александров

13 августа 2008г.



**АНАЛИЗАТОРЫ ДАВЛЕНИЯ НАСЫЩЕННЫХ ПАРОВ ПОТОЧНЫЕ
RVP-4**

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 231 – 0008 - 2008

Руководитель отдела
ГЦИ СИ «ВНИИМ
им. Д.И. Менделеева»

A handwritten signature in black ink, appearing to be 'В.Н. Горобей', is written below the text of the department head.

В.Н. Горобей

ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы давления насыщенных паров поточные RVP-4 (в дальнейшем - анализаторы) и устанавливает методику первичной и периодической поверки.

Соблюдение требований настоящей методики, обязательно для всех предприятий, проводящих поверку.

Первичная поверка проводится при выпуске из производства, периодическая поверка – в процессе эксплуатации анализаторов.

Межповерочный интервал – 1 год.

1 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

1.1 При проведении поверки должны быть выполнены операции, указанные в таблице 1.1.

Таблица 1.1 – Операции поверки

| Наименование операций | Номер пункта методики | Проведение операций | |
|---|-----------------------|-----------------------|---------------------------|
| | | при первичной поверке | при периодической поверке |
| Внешний осмотр | 6.1 | Да | Да |
| Опробование | 6.2 | Да | Да |
| Определение относительной погрешности измерений давления насыщенных паров | 6.3 | Да | Да |
| Оформление результатов поверки | 7.1 | Да | Да |

1.2 Поверка анализаторов прекращается при получении отрицательного результата по любому из пунктов методики, указанных в таблице.

При первичной поверке анализатор возвращается изготовителю с изложением причин возврата для проведения мероприятий по их устранению и повторного предъявления.

При периодической поверке анализатор возвращается представителю эксплуатации-онной службы с изложением причин возврата для проведения мероприятий по их устранению и повторного предъявления.

2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1 При проведении поверки должны применяться средства измерений, указанные в таблице 2.1.

Таблица 2.1 – Средства измерений, используемые при поверке

| Пункт методики поверки | Наименование эталонного средства измерения или вспомогательного средства поверки, номер документа, регламентирующего технические требования к средству, метрологические и основные технические характеристики |
|------------------------|---|
| 4.1 | Термометр лабораторный ртутный ТЛ-4-2° с диапазоном измерений от 0 до 55 °С, абсолютная погрешность $\pm 0,1$ °С Гигрометр ВИТ-2 с диапазоном измерений от 10 до 100 %, абсолютная погрешность ± 5 % Барометр-анероид БАММ-1 с диапазоном измерений от 80 до 106 кПа, абсолютная погрешность $\pm 0,2$ кПа |
| 6.3.1-6.3.7 | Стандартные образцы (ГСО) абсолютного давления насыщенных паров нефтепродуктов АДНП-10, АДНП-20, АДНП-30, АДНП-40, АДНП-50, АДНП-100 (регистрационные номера 09.02.001, 09.02.002, 09.02.003, 09.02.004, 09.02.005, 09.02.006 в каталоге эталонных материалов ВНИИМ). Границы относительной погрешности АДНП-10 ± 4 %, остальных ГСО $\pm 2,5$ % при $P=0,95$ |

2.2 Средства измерений, применяемые при поверке, должны быть поверены и иметь действующие свидетельства о поверке. Образцы, применяемые при поверке, должны быть аттестованы и иметь действующие паспорта.

2.3 Допускается применять другие стандартные образцы жидкостей и средства измерений, по точности и пределам измерений не уступающие указанным.

3 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

3.1 При проведении поверки должны быть соблюдены требования "Правил технической эксплуатации электроустановок потребителей", а также требования безопасности, изложенные в эксплуатационных документах поверяемого средства измерений.

3.2 Запрещается создавать в измерительной системе анализатора давление, превышающее верхний предел измеряемого им давления.

4 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

4.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

| | |
|--|----------|
| - температура окружающего воздуха, °С | 20±5 |
| - относительная влажность окружающего воздуха, % | 60±20 |
| - атмосферное давление, кПа | 84...106 |

5 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

5.1 Необходимо убедиться в том, что применяемые при поверке образцы АДНП имеют соответствующие паспорта.

5.2 Поверяемый анализатор должен быть подготовлен к работе согласно требованиям, изложенным в его руководстве по эксплуатации.

5.3 Перед проведением поверки анализатор необходимо выдержать в помещении при температуре окружающего воздуха (20±5)°С не менее 4 часов.

6 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1 Внешний осмотр

6.1.1 При внешнем осмотре анализатора должно быть установлено:

- соответствие комплектности и маркировки требованиям технической документации;
- наличие свидетельства о предыдущей поверке (при периодической поверке);
- отсутствие механических повреждений, очагов коррозии и других дефектов, влияющих на правильность функционирования и метрологические характеристики анализатора;
- отсутствие осколков, трещин и других дефектов на дисплее анализатора, затрудняющих считывание информации.

6.2 Опробование

6.2.1 Включить анализатор.

6.2.2 Убедиться в появлении сигнала на дисплее анализатора.

6.3 Проведение поверки

6.3.1 Определение относительной погрешности измерений давления насыщенных паров.

Для определения относительной погрешности измерений давления насыщенных паров в качестве пробы следует использовать стандартные образцы абсолютного давления насыщенных паров АДНП-10, АДНП-20, АДНП-30, АДНП-40, АДНП-50, АДНП-100 (регистрационные номера 09.02.001, 09.02.002, 09.02.003, 09.02.004, 09.02.005, 09.02.006 в каталоге эталонных материалов ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева») или аналогичные им по метрологическим характеристикам.

6.3.2 Отключите анализатор от потока нефтепродукта. Промойте трубопровод входной линии и камеру пробой ГСО. С помощью штуцера с накидной гайкой и уплотнением присоедините через входной клапан контейнер с ГСО. Определите значение абсолютного давления насыщенных паров ГСО согласно п. 7.1-7.4 руководства по эксплуатации анализатора.

6.3.3 После проведения всех операций с дисплея анализатора считайте полученное значение абсолютного давления насыщенных паров ГСО – P_{abs} .

6.3.4 При поверке необходимо использовать не менее трех стандартных образцов ГСО, паспортные значения которых равномерно распределены по диапазону измерений, включая нижний и верхний пределы измерений. Стандартные образцы по значению давления насыщенных паров могут быть близкими по значению к диапазону рабочих давлений, интересующих пользователя. Измерения следует проводить не менее трех раз для каждого образца ГСО.

6.3.5 Определите среднее арифметическое результатов n измерений давления насыщенных паров для каждого стандартного образца по формуле

$$\bar{P} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n P_{absi} ,$$

где P_{absi} – результат i -го измерения давления насыщенных паров ГСО анализатором;
 n – количество измерений (не менее трех).

6.3.6 Вычислите значения относительной погрешности δ_i анализатора во всех контрольных точках по формуле

$$\delta_i = \frac{\bar{P} - P_{att}}{\bar{P}} \cdot 100 \%$$

где P_{att} – значение абсолютного давления насыщенных паров, указанное в паспорте ГСО.

Результаты поверки считаются положительными, если максимальное значение относительной погрешности поверяемого анализатора не превышает значения δ , указанного в руководстве по эксплуатации на этот анализатор.

6.3.7 Если относительная погрешность анализатора превышает δ , то необходимо провести перекалибровку датчика давления и датчика температуры, согласно п. 9.2. руководства по эксплуатации анализатора.

После калибровки датчиков анализатор повторно представляется на поверку. Если полученные результаты измерений не удовлетворяют нормируемой в РЭ погрешности измерений, то анализатор бракуют.

7 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1 На анализатор, признанный годным по результатам поверки, оформляется свидетельство о поверке установленной формы в соответствии с ПР 50.2.006-94.

7.2 При отрицательных результатах поверки анализатор к применению не допускается, выдается извещение о непригодности по ПР 50.2.006-94 с указанием причин.

Научный сотрудник ГЦИ СИ
 «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»



О.С.Витковский



УТВЕРЖДАЮ

Руководитель

ГЦИ СИ ФГУП «ВНИИМ

им. Д.И. Менделеева»

Н.И. Ханов

09 августа 2012 г.

АНАЛИЗАТОРЫ ДАВЛЕНИЯ НАСЫЩЕННЫХ ПАРОВ**MINIVAR VPSH Xpert и MINIVAR VPXpert****МЕТОДИКА ПОВЕРКИ**

МП 231-0019-2012

Руководитель отдела ГЦИ СИ
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» В.Н. ГоробейСанкт-Петербург
2012

1 ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы давления насыщенных паров MINIVAP VPSH Xpert, MINIVAP VPXpert (в дальнейшем - анализаторы) и устанавливает методику первичной и периодической поверки.

1.2 Интервал между поверками – 1 год.

2 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

2.1 При проведении поверки должны быть выполнены операции, указанные в таблице 1.1.

Таблица 1.1 – Операции поверки

| Наименование операций | Номер пункта методики | Проведение операций | |
|---|-----------------------|-----------------------|---------------------------|
| | | при первичной поверке | при периодической поверке |
| Внешний осмотр | 7.1 | Да | Да |
| Опробование | 7.2 | Да | Да |
| Подтверждение соответствия программного обеспечения | 7.3 | Да | Да |
| Определение относительной погрешности измерений давления насыщенных паров | 7.4 | Да | Да |
| Оформление результатов поверки | 8 | Да | Да |

2.2 Поверка анализаторов прекращается при получении отрицательного результата по любому из пунктов методики, указанных в таблице.

2.3 При первичной поверке анализатор возвращается изготовителю с изложением причин возврата для проведения мероприятий по их устранению и повторного предъявления.

2.4 При периодической поверке анализатор возвращается представителю эксплуатационной службы с изложением причин возврата для проведения мероприятий по их устранению и повторного предъявления.

3 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

3.1 При проведении поверки должны применяться средства измерений, указанные в таблице 2.1.

Таблица 2.1 – Средства измерений, используемые при поверке

| Пункт методики поверки | Наименование эталонного средства измерения или вспомогательного средства поверки, номер документа, регламентирующего технические требования к средству, метрологические и основные технические характеристики | Примечание |
|------------------------|---|------------|
| 7.4.1-7.4.5 | Стандартные образцы абсолютного давления насыщенных паров нефтепродуктов АДНП-10, АДНП-20, АДНП-30, АДНП-40, АДНП-50, АДНП-100. Границы относительной погрешности АДНП-10 $\pm 4\%$, остальных ГСО $\pm 2,5\%$ при $P=0,95$ | |

3.2 Средства измерений, применяемые при поверке, должны быть поверены и иметь действующие свидетельства о поверке. Образцы, применяемые при поверке, должны быть аттестованы и иметь действующие паспорта.

3.3 Допускается применять другие стандартные образцы жидкостей, не уступающие указанным по точности и пределам измерений.

4 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

4.1 При проведении поверки должны быть соблюдены требования "Правил технической эксплуатации электроустановок потребителей", а также требования безопасности, изложенные в эксплуатационных документах поверяемого средства измерений.

5 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

- 5.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:
- | | |
|--|----------------|
| - температура окружающего воздуха, °С | 20±5 |
| - относительная влажность окружающего воздуха, % | 60±20 |
| - атмосферное давление, кПа | от 84 до 106,7 |

6 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

6.1 Необходимо убедиться в том, что применяемые при поверке образцы АДНП имеют соответствующие паспорта.

6.2 Поверяемый анализатор должен быть подготовлен к работе согласно требованиям, изложенным в его руководстве по эксплуатации.

6.3 Перед проведением поверки анализатор необходимо выдержать в помещении при температуре окружающего воздуха (20±5)°С не менее 4 часов.

6.4 При необходимости следует провести предварительную калибровку датчиков давления и температуры согласно руководству по эксплуатации на анализатор.

7 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

7.1 Внешний осмотр

7.1.1 При внешнем осмотре анализатора должно быть установлено:

- соответствие комплектности и маркировки требованиям технической документации;
- наличие свидетельства о предыдущей поверке (при периодической поверке);
- отсутствие механических повреждений, очагов коррозии и других дефектов, влияющих на правильность функционирования и метрологические характеристики анализатора;
- отсутствие осколков, трещин и других дефектов на дисплее анализатора, затрудняющих считывание информации.

7.2 Опробование

7.2.1 Включить анализатор.

7.2.2 Убедиться в появлении сигнала на дисплее анализатора.

7.3 Подтверждение соответствия ПО

Операция «Подтверждение соответствия программного обеспечения» состоит из определения номера версии (идентификационного номера) программного обеспечения анализатора.

7.3.1 На основном экране анализатора (Main screen) установить курсор на слово «**SETUP**» (установка) и нажать клавишу «**ENTER**». На экране появится информация об изготовителе, модификации, номере версии программного обеспечения, серийном номере анализатора и т.д.

7.3.2 Подтверждение можно считать успешным, если номер версии программного обеспечения совпадает с номером версии, указанным в описании типа.

7.4 Проведение поверки

7.4.1 Определение относительной погрешности измерений давления насыщенных паров.

При поверке необходимо использовать не менее трех стандартных образцов абсолютного давления насыщенных паров нефтепродуктов АДНП, паспортные значения которых равномерно распределены по диапазону измерений, включая нижний и верхний пределы измерений. Стандартные образцы давления насыщенных паров могут быть близкими по значению к диапазону рабочих давлений, интересующих пользователя.

7.4.2 Присоединить сосуд с образцом АДНП к входному штуцеру анализатора так, чтобы входная трубка погрузилась в жидкость. На выходном штуцере закрепить входящий в комплект поставки анализатора сливной контейнер для отходов. Нажать кнопку «ENTER».

7.4.3 В появившемся меню анализатора ввести название образца АДНП, количество циклов промывки, количество серий измерений и метод измерения ASTM D 6378, согласно которому будет произведен расчет.

7.4.4 Нажать кнопку «RUN». Измерения проходят в автоматическом режиме.

7.4.5 После проведения всех операций с дисплея анализатора считать полученное значение абсолютного давления насыщенных паров АДНП - P (P_{abs} на дисплее анализатора).

7.4.6 Определить среднее арифметическое результатов n измерений давления насыщенных паров для каждого стандартного образца по формуле

$$\bar{P} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n P_i,$$

где P_i – результат i -го измерения анализатором давления насыщенных паров;

n – количество измерений (не менее пяти).

7.4.7 Вычислить значения относительной погрешности δ_i анализатора во всех контрольных точках по формуле

$$\delta_i = \frac{\bar{P} - P_{amm}}{\bar{P}} \cdot 100 \%$$

где P_{amm} – значение абсолютного давления насыщенных паров, указанное в паспорте стандартного образца АДНП.


7.4.8 Результаты поверки считаются положительными, если максимальное значение относительной погрешности поверяемого анализатора не превышает $\pm 10\%$ в диапазоне измерений от 8 до 12 кПа и $\pm 5\%$ в диапазоне измерений свыше 12 кПа до 115 кПа.

8 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

8.1 На анализатор, признанный годным по результатам поверки, оформляют свидетельство о поверке установленной формы.

8.2 При отрицательных результатах поверки анализатор к применению не допускают, выдают извещение о непригодности с указанием причин.

Научный сотрудник ГЦИ СИ
«ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»

 О.С.Витковский

УТВЕРЖДАЮ

Руководитель
ГЦИ СИ ФГУП «ВНИИМ
им. Д.И. Менделеева»

Н.И. Ханов

12 ноября 2012 г.



АНАЛИЗАТОР ДАВЛЕНИЯ НАСЫЩЕННЫХ ПАРОВ

MINIVAR LPG

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 231-0020-2012

Руководитель отдела ГЦИ СИ
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

A handwritten signature in blue ink, consisting of stylized initials and a surname.

В.Н. Горобей

1 ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на анализатор давления насыщенных паров MINIVAP LPG (в дальнейшем - анализатор) и устанавливает методику первичной и периодической поверки.

1.2 Интервал между поверками – 1 год.

2 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

2.1 При проведении поверки должны быть выполнены операции, указанные в таблице 1.1.

Таблица 1.1 – Операции поверки

| Наименование операций | Номер пункта методики | Проведение операций | |
|---|-----------------------|-----------------------|---------------------------|
| | | при первичной поверке | при периодической поверке |
| Внешний осмотр | 7.1 | Да | Да |
| Опробование | 7.2 | Да | Да |
| Подтверждение соответствия программного обеспечения | 7.3 | Да | Да |
| Определение относительной погрешности измерений | 7.4 | Да | Да |
| Оформление результатов поверки | 8 | Да | Да |

2.2 Поверка анализатора прекращается при получении отрицательного результата по любому из пунктов методики, указанных в таблице.

2.3 При первичной поверке анализатор возвращается изготовителю с изложением причин возврата для проведения мероприятий по их устранению и повторного предъявления.

2.4 При периодической поверке анализатор возвращается представителю эксплуатационной службы с изложением причин возврата для проведения мероприятий по их устранению и повторного предъявления.

3 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

3.1 При проведении поверки должны применяться средства измерений, указанные в таблице 2.1.

Таблица 2.1 – Средства измерений, используемые при поверке

| Пункт методики поверки | Наименование эталонного средства измерения или вспомогательного средства поверки, номер документа, регламентирующего технические требования к средству, метрологические и основные технические характеристики | Примечание |
|------------------------|--|------------|
| 7.4 | Стандартные образцы абсолютного давления насыщенных паров нефтепродуктов АДНП-10, АДНП-20, АДНП-30, АДНП-40, АДНП-50, АДНП-100, номера в Госреестре: ГСО 8536-2004, ГСО 8537-2004, ГСО 8538-2004, ГСО 8539-2004, ГСО 8540-2004, ГСО 8541-2004 соответственно Границы относительной погрешности АДНП-10 $\pm 4\%$, остальных ГСО $\pm 2,5\%$ при $P=0,95$ | |

3.2 Средства измерений, применяемые при поверке, должны быть поверены и иметь действующие свидетельства о поверке. Образцы, применяемые при поверке, должны быть аттестованы и иметь действующие паспорта.

3.3 Допускается применять другие стандартные образцы абсолютного давления насыщенных паров нефтепродуктов, не уступающие указанным по точности и пределам измерений.

4 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

4.1 При проведении поверки анализатора должны соблюдаться действующие правила эксплуатации электроустановок, а также требования безопасности, изложенные в эксплуатационных документах поверяемого средства измерений.

2.2 К проведению поверки должны быть допущены лица, имеющие необходимую квалификацию и аттестованные в качестве поверителя.

5 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

5.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- | | |
|--|----------------|
| - температура окружающего воздуха, °С | 20±5 |
| - относительная влажность окружающего воздуха, % | 60±20 |
| - атмосферное давление, кПа | от 84 до 106,7 |

6 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

6.1 Необходимо убедиться в том, что применяемые при поверке образцы АДНП имеют соответствующие паспорта.

6.2 Поверяемый анализатор должен быть подготовлен к работе согласно требованиям, изложенным в его руководстве по эксплуатации.

6.3 Перед проведением поверки анализатор необходимо выдержать в помещении при температуре окружающего воздуха (20±5)°С не менее 4 часов.

6.4 При необходимости следует провести предварительную калибровку датчиков давления и температуры согласно руководству по эксплуатации на анализатор.

7 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

7.1 *Внешний осмотр*

7.1.1 При внешнем осмотре анализатора должно быть установлено:

- соответствие комплектности и маркировки требованиям технической документации;
- наличие свидетельства о предыдущей поверке (при периодической поверке);
- отсутствие механических повреждений, очагов коррозии и других дефектов, влияющих на правильность функционирования и метрологические характеристики анализатора;
- отсутствие осколков, трещин и других дефектов на дисплее анализатора, затрудняющих считывание информации.

7.2 *Опробование*

7.2.1 Включить анализатор.

7.2.2 Убедиться в появлении сигнала на дисплее анализатора.

7.3 *Подтверждение соответствия ПО*

Операция «Подтверждение соответствия программного обеспечения» состоит из определения номера версии (идентификационного номера) программного обеспечения анализатора.

7.3.1 При включении анализатора на его основном экране в верхней строке индицируется версия программного обеспечения формата «V 1.xx».

7.3.2 Подтверждение можно считать успешным, если номер версии программного обеспечения совпадает с номером версии, указанным в описании типа.

7.4 Определение относительной погрешности измерений

7.4.1 При поверке необходимо использовать не менее трех стандартных образцов абсолютного давления насыщенных паров нефтепродуктов АДНП, паспортные значения которых равномерно распределены по диапазону измерений, включая нижний и верхний пределы измерений. Стандартные образцы давления насыщенных паров могут быть близкими по значению к диапазону рабочих давлений, интересующих пользователя.

7.4.2 Присоединить сосуд с образцом АДНП к входному штуцеру анализатора так, чтобы входная трубка погрузилась в жидкость. На выходном штуцере закрепить входящий в комплект поставки анализатора сливной контейнер для отходов. С главного экрана перейти в меню «Setup». Для этого следует установить курсор на слово ***setup** (установка) и нажать клавишу **TASK** (задача). В появившемся меню установить курсор на слово ***units** (единицы измерения) и нажать клавишу **TASK**. Установить отношение пар/жидкость равным 4/1: (V/L=4/1), а единицы измерения – кПа. Вернуться на основной экран.

7.4.3 В основном меню анализатора установить курсор на слово ***measure** и нажать кнопку «TASK». В появившемся меню ввести название образца АДНП. Название пробы можно изменить, установив курсор у нужной буквы и изменяя её клавишами ↑ и ↓.

7.4.4 После ввода идентификационного названия образца АДНП нажать клавишу **RUN** для установки в измерительной камере температуры заполнения. После достижения температуры заполнения должен прозвучать звуковой сигнал, и на дисплее должна появиться надпись «Push RUN».

7.4.5 Нажать кнопку «RUN». Измерения проходят в автоматическом режиме.

7.4.6 После проведения всех операций с дисплея анализатора считать полученное значение абсолютного давления насыщенных паров АДНП – «р».

7.4.7 Определить среднее арифметическое результатов n измерений давления насыщенных паров для каждого стандартного образца по формуле

$$\bar{P} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n P_i,$$

где P_i – результат i -го измерения анализатором давления насыщенных паров;

n – количество измерений (не менее пяти).

7.4.8 Вычислить значения относительной погрешности δ_i анализатора во всех контрольных точках по формуле

$$\delta_i = \frac{\bar{P} - P_{\text{амп}}}{\bar{P}} \cdot 100 \%$$

где $P_{\text{амп}}$ – значение абсолютного давления насыщенных паров, указанное в паспорте стандартного образца АДНП.

7.4.9 Результаты поверки считаются положительными, если максимальное значение относительной погрешности поверяемого анализатора не превышает $\pm 10\%$ в диапазоне измерений от 8 до 12 кПа и $\pm 5\%$ в диапазоне измерений свыше 12 кПа до 115 кПа.

8 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

8.1 На анализатор, признанный годным по результатам поверки, оформляют свидетельство о поверке установленной формы.

8.2 При отрицательных результатах поверки анализатор к применению не допускают, выдают извещение о непригодности с указанием причин.

Научный сотрудник ГЦИ СИ
«ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»



О.С.Витковский

Анализаторы давления насыщенных паров поточные RVP-4.
Методика поверки в рабочих условиях эксплуатации

УТВЕРЖДАЮ

Директор

ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»

К.В. Тоголинский

27.05. 2016г.



**АНАЛИЗАТОРЫ ДАВЛЕНИЯ НАСЫЩЕННЫХ ПАРОВ ПОТОЧНЫЕ
RVP-4**

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ
в рабочих условиях эксплуатации

МП 231 – 0034 - 2016

Руководитель отдела
ФГУП «ВНИИМ
им. Д.И.Менделеева»

В.Н.Горобей

ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы давления насыщенных паров поточные RVP-4 (в дальнейшем - анализаторы) и устанавливает методику периодической поверки анализаторов в рабочих условиях эксплуатации.

Соблюдение требований настоящей методики обязательно для всех предприятий, проводящих поверку.

Периодическая поверка проводится в процессе эксплуатации анализаторов в эксплуатирующей организации.

Интервал между поверками – 1 год.

1 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

1.1 При проведении поверки должны быть выполнены операции, указанные в таблице 1.1.

Таблица 1.1 – Операции поверки

| Наименование операций | Номер пункта методики | при периодической поверке |
|---|-----------------------|---------------------------|
| Внешний осмотр | 6.1 | Да |
| Опробование | 6.2 | Да |
| Определение относительной погрешности измерений давления насыщенных паров | 6.3 | Да |
| Оформление результатов поверки | 7.1 | Да |

1.2 Поверка анализаторов прекращается при получении отрицательного результата по любому из пунктов методики, указанных в таблице.

2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1 При проведении поверки в рабочих условиях эксплуатации должны применяться средства измерений, указанные в таблице 2.1.

Таблица 2.1 – Средства измерений, используемые при поверке

| Пункт методики поверки | Наименование эталонного средства измерения или вспомогательного средства поверки, номер документа, регламентирующего технические требования к средству, метрологические и основные технические характеристики |
|------------------------|---|
| 6.3.1-6.3.7 | Государственные стандартные образцы (ГСО) абсолютного давления насыщенных паров нефтепродуктов АДНП-10, АДНП-20, АДНП-30, АДНП-40, АДНП-50, АДНП-100 (регистрационные номера 09.02.001, 09.02.002, 09.02.003, 09.02.004, 09.02.005, 09.02.006 в каталоге эталонных материалов ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»). Границы относительной погрешности АДНП-10 $\pm 4\%$, остальных ГСО $\pm 2,5\%$ при $P=0,95$ |

2.2 Образцы, применяемые при поверке, должны быть аттестованы и иметь действующие паспорта.

2.3 Допускается применять другие образцы жидкостей, по метрологическим характеристикам не уступающие указанным в таблице 2.1.

3 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

3.1 При проведении поверки в рабочих условиях эксплуатации должны быть соблюдены требования "Правил технической эксплуатации электроустановок потребителей", а также требования безопасности, изложенные в эксплуатационных документах поверяемого средства измерений.

3.2 Запрещается создавать в измерительной системе анализатора давление, превышающее предельно допустимое значение давления согласно эксплуатационной документации.

4 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

4.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- | | |
|--|--------------|
| - температура окружающего воздуха, °С | 20±5 |
| - относительная влажность окружающего воздуха, % | 60±30 |
| - атмосферное давление, кПа | от 84 до 106 |

5 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

5.1 Необходимо убедиться в том, что применяемые при поверке образцы АДНП имеют действующие паспорта.

5.2 Необходимо проверить срок годности стандартных образцов согласно их паспортам.

5.3 Поверяемый анализатор должен быть подготовлен к работе согласно требованиям, изложенным в его руководстве по эксплуатации.

6 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

Внешний осмотр

6.1.1 При внешнем осмотре анализатора должно быть установлено:

- соответствие комплектности и маркировки требованиям технической документации;
- наличие свидетельства о предыдущей поверке (при периодической поверке);
- отсутствие механических повреждений, очагов коррозии и других дефектов, влияющих на правильность функционирования и метрологические характеристики анализатора;
- отсутствие осколков, трещин и других дефектов на дисплее анализатора, затрудняющих считывание информации.

6.2 Опробование

6.2.1 Включить анализатор.

6.2.2 Убедиться, что анализатор перешел в режим измерений.

6.3 Проведение поверки

6.3.1 Определение относительной погрешности измерений давления насыщенных паров.

Для определения относительной погрешности измерений давления насыщенных паров в качестве пробы следует использовать стандартные образцы абсолютного давления насыщенных паров или жидкости, не уступающие им по метрологическим характеристикам.

6.3.2 Подготовить анализатор к работе согласно п. 6.9 руководства по эксплуатации «Анализатор давления насыщенных паров поточный RVP-4» № R2 1200 000 ВГ от 26.01.2007 г.

6.3.3 Подключить через входной клапан в систему контейнер с образцом, убедиться, что обеспечен проток образца через анализатор.

6.3.4 Определить значение абсолютного давления насыщенных паров ГСО на анализаторе согласно п. 7.1-7.3 руководства по эксплуатации.

6.3.5 После проведения всех операций с дисплея анализатора считайте полученное значение абсолютного давления насыщенных паров АДНП.

При проведении поверки анализатора в рабочих условиях эксплуатации используются 1 или 2 стандартных образца, паспортные значения которых близки к давлению насыщенных паров испытываемых жидкостей в рабочем диапазоне анализатора. Для достоверности полученного результата измерения следует проводить не менее трех раз для каждого образца.

6.3.6 Вычислите значения относительной погрешности δ_i анализатора во всех контрольных точках по формуле

$$\delta_i = \frac{P_i - P_{att}}{P_i} \cdot 100 \%$$

где P_i – значение абсолютного давления в i -ой точке измерений ДНП;

P_{att} – аттестованное значение абсолютного давления насыщенных паров, указанное в паспорте стандартного образца.

Результаты поверки считаются положительными, если максимальное значение относительной погрешности поверяемого анализатора не превышает значения δ , указанного в описании типа анализатора.

7 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ


7.1 На анализатор, признанный годным по результатам поверки в рабочих условиях эксплуатации, оформляется свидетельство о поверке по форме, установленной приказом № 1815 от 02.07.2015 г.

7.2 Знак поверки наносится на свидетельство о поверке.

7.3 При проведении поверки оформляется протокол поверки. Рекомендуемая форма протокола приведена в Приложении 1.

7.4 При отрицательных результатах поверки анализатор к применению не допускается, выдается извещение о непригодности с указанием причин.

Научный сотрудник
ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»

 О.С. Витковский

УТВЕРЖДАЮ

Зам. руководителя

ГЦИ СИ "ВНИИМ

им. Д.И. Менделеева"

В.С. Александров

12 мая 2008 г.



**АНАЛИЗАТОРЫ ДАВЛЕНИЯ НАСЫЩЕННЫХ ПАРОВ
SETAVAR II**

**ПРОГРАММА ИСПЫТАНИЙ
ДЛЯ ЦЕЛЕЙ УТВЕРЖДЕНИЯ ТИПА**

1. Введение

1.1. Настоящая программа регламентирует проведение испытаний для целей утверждения типа анализаторов давления насыщенных паров SETAVAP II, изготовленных фирмой «STANHOPE-SETA», Великобритания.

1.2. Целью испытаний является:

- оценка научно-технического уровня СИ;
- проверка соответствия технических характеристик СИ нормативно-технической документации;
- выявление наличия эталонов и НД по поверке для метрологического обеспечения СИ в эксплуатации и после ремонта.

1.3. На испытания предъявляется один образец анализатора давления насыщенных паров SETAVAP II.

2. Рассмотрение технической документации

2.1 Требования и методика рассмотрения технической документации приведены в таблице 1.

Таблица 1

| Содержание требований по рассмотрению технической документации | Указания по методике рассмотрения технической документации |
|---|--|
| 2.1.1 Проверка соответствия представленной документации требованиям ПР 50.2.009-94 | На соответствие ПР 50.2.009-94 |
| 2.1.2 Оценка научно-технического уровня средства измерения | Проводится сравнение технических и эксплуатационных характеристик испытуемых средств измерений с аналогичными отечественными и зарубежными образцами |
| 2.1.3 Проверка полноты, правильности и способов выражения метрологических характеристик, нормированных в технической документации | Проводится анализ метрологических характеристик с учетом назначения и условий применения испытуемого СИ, проверка соответствия требованиям отечественных НД по метрологии и ГОСТ 8.009-94 |
| 2.1.4 Проверка полноты и правильности выбора методов и средств контроля технических характеристик испытуемого СИ, принятых в технической документации | Проводится оценка необходимости изменения методов и средств контроля технических характеристик испытуемого СИ |
| 2.1.5 Оценка обеспеченности эталонами и НД по поверке испытуемого СИ в эксплуатации и после ремонта | Устанавливается возможность применения отечественных эталонов и действующих НД для поверки испытуемых СИ в эксплуатации и после ремонта. Даются рекомендации по разработке новой НД. |
| 2.1.6 Проверка НД по поверке СИ | Рассматривается НД по поверке с точки зрения достаточности контроля метрологических характеристик СИ, обоснованности рекомендуемых методов поверки и применяемых эталонов и вспомогательных СИ |

Продолжение таблицы 1

| Содержание требований по рассмотрению технической документации | Указания по методике рассмотрения технической документации |
|---|---|
| 2.1.7 Проверка соответствия программы испытаний установленным требованиям | Рассматривается программа испытаний, оценивается соответствие объема испытаний объективному контролю технических характеристик испытуемых средств измерений. Оцениваются рекомендуемые методы испытаний, эталоны, вспомогательные СИ и испытательное оборудование |
| 2.1.8 Проверка наличия поверенных эталонов и испытательного оборудования для проведения испытаний | Определяется наличие поверенных эталонов и вспомогательных СИ на месте испытаний |

3. Экспериментальные исследования

3.1. Порядок проведения экспериментальных исследований и методика испытаний приведены в таблице 2.

Таблица 2

| Содержание испытаний | Методы и условия проведения испытаний | Эталонные средства измерений, испытательное оборудование, вспомогательная аппаратура, их технические характеристики |
|--|---------------------------------------|---|
| 3.1.1 Проверка внешнего вида, комплектности, маркировки, упаковки | ГОСТ 12997 п.5.3 | - |
| 3.1.2 Определение потребляемой мощности | ГОСТ 12997 п.5.31 | Амперметр М262М Прибор комбинированный Ц4342-М1 |
| 3.1.3 Проверка прочности и герметичности измерительной камеры анализатора при создании и поддержании в ней низкого абсолютного давления не более 0,1 кПа | ГОСТ 12997 п.5.16 | Вакуумметр деформационный ВД-1 |
| 3.1.4 Проверка прочности и герметичности измерительной камеры анализатора при создании в ней давления, соответствующего верхнему пределу показаний | ГОСТ 12997 п.5.16 | Эталонный манометр МПА-15 |
| 3.1.5 Определение значения приведенной погрешности измерений давления | ГОСТ 12997 п.5.10 | Стандартные образцы (ГСО) абсолютного давления насыщенных паров АДНП (эталонные материалы ВНИИМ) |
| 3.1.6 Проверка массы | ГОСТ 12997 п. 5.32 | Весы типа 3807 МР8-1 с в.п.и 60 кг |
| 3.1.7 Проверка габаритных размеров | ГОСТ 12997 п.5.32 | Линейка ГОСТ 166-80 |

- Примечания: 1. Применяемые при испытаниях эталоны и испытательное оборудование должны быть поверены и аттестованы в установленном порядке.
2. Программа испытаний может быть дополнена или сокращена при проведении испытаний.

5. Оформление результатов испытаний

5.1 По результатам испытаний должен быть составлен акт в соответствии с ПР 50.2.009-94.

5.2 Акт испытаний должен содержать оценку технического уровня анализаторов давления насыщенных паров SETAVAP II, изготовленных фирмой «STANHOPE-SETA», Великобритания.

Руководитель отдела ГЦИ СИ
«ВНИИМ им. Д.И.Менделеева»



В.Н.Горобей

Научный сотрудник ГЦИ СИ
«ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»



О.С.Витковский

УТВЕРЖДАЮ
Зам. руководителя
ГНЦ СИ ВНИИМ
им. Д.И. Менделеева
В.С. Александров
августа 2008



**АНАЛИЗАТОР ДАВЛЕНИЯ НАСЫЩЕННЫХ ПАРОВ ПОТОЧНЫЙ
RVP-4**

**ПРОГРАММА ИСПЫТАНИЙ
ДЛЯ ЦЕЛЕЙ УТВЕРЖДЕНИЯ ТИПА**

1 Введение

1.1. Настоящая программа регламентирует проведение испытаний для целей утверждения типа анализаторов давления насыщенных паров поточных RVP-4.

1.2. Целью испытаний является:

- оценка научно-технического уровня СИ;
- проверка соответствия технических характеристик СИ нормативно-технической документации;
- выявление наличия эталонов и НД по поверке для метрологического обеспечения СИ в эксплуатации и после ремонта.

1.3. На испытания предъявляется один образец поточного анализатора давления насыщенных паров RVP-4, изготовленный фирмой "Bartec Benke GmbH", Германия .

2. Рассмотрение технической документации

2.1 Требования и методика рассмотрения технической документации приведены в таблице 1.

Таблица 1

| Содержание требований по рассмотрению технической документации | Указания по методике рассмотрения технической документации |
|---|---|
| 2.1.1 Проверка соответствия представленной документации требованиям ПР 50.2.009-94 | На соответствие ПР 50.2.009-94 |
| 2.1.2 Оценка научно-технического уровня средства измерения | Проводится сравнение технических и эксплуатационных характеристик испытуемых средств измерений с аналогичными отечественными и зарубежными образцами |
| 2.1.3 Проверка полноты, правильности и способов выражения метрологических характеристик, нормированных в технической документации | Проводится анализ метрологических характеристик с учетом назначения и условий применения испытуемого СИ, проверка соответствия требованиям отечественных НД по метрологии и ГОСТ 8.009-94 |
| 2.1.4 Проверка полноты и правильности выбора методов и средств контроля технических характеристик испытуемого СИ, принятых в технической документации | Проводится оценка необходимости изменения методов и средств контроля технических характеристик испытуемого СИ |
| 2.1.5 Оценка обеспеченности эталонами и НД по поверке испытуемого СИ в эксплуатации и после ремонта | Устанавливается возможность применения отечественных эталонов и действующих НД для поверки испытуемых СИ в эксплуатации и после ремонта. Даются рекомендации по разработке новой НД. |
| 2.1.6 Проверка НД по поверке СИ | Рассматривается НД по поверке с точки зрения достаточности контроля метрологических характеристик СИ, обоснованности рекомендуемых методов поверки и применяемых эталонов и вспомогательных СИ |
| 2.1.7 Проверка соответствия программы испытаний установленным требованиям | Рассматривается программа испытаний, оценивается соответствие объема испытаний объективному контролю технических характеристик испытуемых средств измерений. Оцениваются рекомендуемые методы испытаний, эталоны, вспомогательные СИ и испытательное оборудование |
| 2.1.8 Проверка наличия поверенных эталонов и испытательного оборудования для проведения испытаний | Определяется наличие поверенных эталонов и вспомогательных СИ на месте испытаний |

3 Экспериментальные исследования

3.1. Порядок проведения экспериментальных исследований и методика испытаний приведены в таблице 2.

Таблица 2

| Содержание испытаний | Методы и условия проведения испытаний | Эталонные средства измерений, испытательное оборудование, вспомогательная аппаратура, их технические характеристики |
|--|--|---|
| 3.1.1 Проверка внешнего вида, комплектности, маркировки, упаковки | ГОСТ 22520, п.7.1 | - |
| 3.1.2 Определение потребляемой мощности | ГОСТ 22520, п.6.24 | Амперметр М262М Прибор комбинированный Ц4342-М1 |
| 3.1.3 Проверка прочности и герметичности измерительной ячейки с датчиком давления при создании в ней давления, соответствующего нижнему пределу показаний | ГОСТ 22520, п.6.18 | Вакуумметр деформационный ВД-1 |
| 3.1.4 Проверка прочности и герметичности измерительной ячейки с датчиком давления при создании в ней давления, соответствующего верхнему пределу показаний | ГОСТ 22520, п.6.18 | Эталонный манометр МПА-15 |
| 3.1.5 Определение относительной погрешности измерений давления, % | Эталонный материал ВНИИМ 09.02.003-02/09 Паспорт | Стандартные образцы абсолютного давления насыщенных паров АДНП (эталонные материалы ВНИИМ 2007-2008). |
| 3.1.6 Проверка габаритных размеров | ГОСТ 22520, п.6.23 | Линейка ГОСТ 166-80 |
| 3.1.7 Проверка массы | ГОСТ 22520, п.6.23 | Весы 3807 МР8-1 |

- Примечания: 1. Применяемые при испытаниях эталоны и испытательное оборудование должны быть поверены и аттестованы в установленном порядке.
2. Программа испытаний может быть дополнена или сокращена при проведении испытаний.

4 Оформление результатов испытаний

4.1 По результатам испытаний должен быть составлен акт в соответствии с ПР 50.2.009-94.

4.2 Акт испытаний должен содержать оценку технического уровня анализатора давления насыщенных паров поточного RVP-4.

Руководитель отдела ГЦИ СИ
"ВНИИМ им. Д.И. Менделеева"



В.Н.Горобей

Научный сотрудник ГЦИ СИ
"ВНИИМ им. Д.И. Менделеева"



О.С.Витковский