

Федеральное государственное унитарное предприятие
«Сибирский государственный ордена Трудового Красного Знамени
научно-исследовательский институт метрологии»

СОГЛАСОВАНО

Зам. директора по метрологии
и качеству ФГУП «СНИИМ»



В.Ю. Кондаков
«23» сентября 2019 г.

УТВЕРЖДАЮ

И.о. директора
ФГУП «СНИИМ»



Г.В. Шувалов
«23» сентября 2019 г.


Государственная система обеспечения единства измерений

АНАЛИЗАТОРЫ СИМ-5Д
Методика поверки
СНМК.414531.027 МП

СОДЕРЖАНИЕ

1 Операции поверки	3
2 Средства поверки.....	3
3 Требования к квалификации поверителей	5
4 Требования безопасности при проведении поверки	5
5 Условия поверки.....	6
6 Подготовка к поверке.....	6
7 Проведение поверки.....	6
7.1 Внешний осмотр	6
7.2 Опробование	7
7.3 Определение метрологических характеристик	7
8 Оформление результатов поверки	11
ПРИЛОЖЕНИЕ А	12
ПРИЛОЖЕНИЕ Б	14

Настоящая методика распространяется на анализаторы СИМ-5Д и устанавливает методику и средства первичной и периодической поверок в соответствии с техническими условиями СНМК.414531.027 ТУ.

Проверку проводят для установления пригодности анализаторов к применению:

- первичную, проводимую при выпуске анализаторов в обращение из производства и ремонта;
- периодическую, проводимую при эксплуатации анализаторов. Межповерочный интервал – 1 год;
- внеочередную, проводимую в установленном порядке, в частности, после длительного хранения в условиях, когда необходимо удостовериться в исправности анализаторов.

1 Операции поверки

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

Таблица 1

Наименование операции	Номер пункта по поверке	Проведение операции при поверке	
		первичной	периодической
1 Внешний осмотр	7.1	Да	Да
2 Опробование	7.2	да	да
3 Определение метрологических характеристик 3.1 Определение абсолютной погрешности	7.3 7.3.20		
		да	да

1.2 Если при проведении той или иной операции поверки получен отрицательный результат, дальнейшая поверка прекращается.

2 Средства поверки

2.1 При проведении поверки применяют эталонные средства измерений, испытательное и вспомогательное оборудование, материалы, указанные в таблице 2.

Таблица 2

Номер пункта МП	Наименование средств измерения и применяемого оборудования	Характеристики средств измерения и применяемого оборудования
5.1	Гигрометр психрометрический ВИТ-1	Диапазон измерения относительной влажности - (20-90) %. Цена деления шкалы термометров – 0,2 °C. Абсолютная погрешность термометров гигрометра с учетом введения поправок не должна превышать ±0,2 °C
5.1	Барометр-анероид метрологический БАММ-1	Диапазон измеряемого давления 80-106 кПа (600-800 мм рт.ст.). Пределы допускаемой погрешности барометра, кПа (мм рт.ст.), не более: - основной ±0,2 (1,5); - дополнительной ±0,5 (3,75). Цена деления шкалы - 0,1 кПа (0,5 мм рт. ст.)
7.3	Секундомер электронный «Интеграл С-01»	Диапазон измерений 1) в режиме воспроизведения шкалы времени – 24 часовая шкала времени 2) в режиме измерения длительности интервалов – (0,01 - 3,6·10 ⁴) сек. Класс точности ±9,6·10 ⁻⁶ ·(T _x + 0,01) с Погрешность: ±1,0 с/сутки
7.3	Тахометр цифровой комбинированный ПрофКиП ТЦ-36	Диапазон измерения Бесконтактный метод От 5 до 99999 об/мин Контактный метод От 0,5 до 19999 об/мин От 0,5 до 1999,9 м/мин Точность: ±0,05% + 1 знач.
7.3	ГСО 10803-2016 ТЗТ-1	Температура вспышки 16,5 °C; $\Delta_{abc} = \pm 1,0$ °C
	ГСО 10805-2016 ТЗТ-3	Температура вспышки 53,0 °C; $\Delta_{abc} = \pm 1,0$ °C
	ГСО 10807-2016 ТЗТ-5	Температура вспышки 121,0 °C; $\Delta_{abc} = \pm 2,0$ °C
	ГСО 8159-2002 ТЗТ-6 (партия 7)	Температура вспышки 161,0 °C; $\Delta_{abc} = \pm 3,0$ °C
Примечание - Допускается использовать другие средства поверки, метрологические характеристики которых не хуже приведенных. Все средства поверки должны иметь действующие свидетельства о поверке (аттестаты).		

3 Требования к квалификации поверителей

3.1 Поверку анализатора проводят квалифицированные специалисты, аттестованные в качестве поверителей в установленном порядке.

4 Требования безопасности при проведении поверки

4.1 По способу защиты человека от поражения электрическим током анализатор соответствует классу 01 ГОСТ 12.2.007.0-75.

4.2 Перед включением в сеть анализатор необходимо заземлить.

4.3 ГСО по степени воздействия на организм человека относится к 4 классу опасности в соответствии с ГОСТ 12.1.007-76.

4.4 Запрещается:

- 1) использовать инструмент, дающий при работе искру;
- 2) обращаться с открытым огнем, так как ГСО представляет собой в соответствии с ГОСТ 12.1.044-89 легковоспламеняющуюся жидкость с температурой самовоспламенения 300-330 °C.

4.5 Опасные факторы: напряжение питания 220 В и взрывоопасная концентрация паров ГСО в смеси с воздухом.

4.6 При разливе ГСО его необходимо собрать в отдельную тару, место разлива протереть сухой х/б салфеткой.

4.7 При загорании ГСО применяют распыленную воду, пену, пар, углекислый газ, состав СЖБ.

4.8 Помещение для работы с ГСО должно быть оборудовано общеобменной вентиляцией, рабочее место - местной вытяжной вентиляцией.

4.9 При работе необходимо соблюдать правила личной гигиены. При попадании ГСО на открытые участки тела их необходимо удалить и обильно промыть кожу теплой мыльной водой. При попадании ГСО на слизистую оболочку глаз - обильно промыть глаза теплой водой.

4.10 Отработанные ГСО необходимо слить в емкость с герметичной крышкой. Уничтожение отработанных ГСО проводят по инструкции (положению) предприятия-пользователя.

4.11 Персонал, работающий с ГСО, должен проходить периодический медосмотр в установленном порядке.

4.12 Лица, допущенные к работе с анализаторами, должны проходить ежегодную проверку знаний по технике безопасности.

5 Условия поверки

5.1 Первичная поверка анализатора после монтажа, ремонта, а также периодическая и внеочередная поверки проводят в условиях эксплуатации:

- температура окружающего воздуха, °C от +10 до +35;
- относительная влажность при температуре 25 °C, не более, % 90;
- атмосферное давление кПа..... от 84 до 106,7.

6 Подготовка к поверке

6.1 Перед проведением поверки анализатор и ГСО должны быть выдержаны в помещении, где проводят поверку, в условиях, указанных в 5.1 настоящей МП не менее 1 ч.

6.2 Средства поверки должны быть подготовлены согласно требованиям эксплуатационной документации на них.

6.3 Подготовить государственные стандартные образцы следующим образом:

- перемешать ГСО перед поверкой анализаторов в течение 5 мин встряхиванием в склянке, заполненной не более, чем на 2/3 ее вместимости;
- охладить ГСО перед поверкой анализатора до температуры (0 - 2) °C (если есть необходимость).

7 Проведение поверки

7.1 Внешний осмотр

7.1.1 Распаковать анализатор и проверить комплектность согласно паспорту СНМК.414531.027 ПС.

7.1.2 Осмотреть анализатор на предмет механических повреждений.

7.1.3 Сверить маркировку на табличке с паспортными данными. Проверить наименование анализатора, заводской номер, дату выпуска.

7.1.4 Проверить наличие оттиска клейма поверителя или наличие документа поверки (при проведении периодической поверки).

7.1.5 Анализатор не допускается к поверке, если при внешнем осмотре обнаружены повреждения.

7.2 Опробование

При опробовании проверяют работоспособность анализатора следующим образом.

1) Проверить состояние поджигающего устройства, для чего выполнить следующее:

- присоединить резиновый шланг от выхода «Газ» на задней панели прибора к штуцеру шланга редуктора давления газового баллона. Надеть регулятор давления на газовый баллон в соответствии с паспортом;

- включить защелку редуктора давления для подачи газа и через 1 - 2 мин (необходимо для прохождения газа от баллона к игле горелки) поднести спичку к концу иглы зажигательного устройства. В случае, если пламя слишком большое или маленькое, отрегулировать его с помощью регулятора путем медленного подкручивания. После опробования поджигающего устройства закрыть защелку регулятора давления на газовом баллоне, тем самым погасив пламя на конце иглы горелки.

2) Подключить анализатор к сети переменного тока 220 В частотой 50 Гц.

3) Включить питание тумблером «Сеть». Загорается индикация таймера ТЕМП-1М (загорается буква «С» (Стоп)) и индикация температуры образца (на экране TPM1 – температура окружающего воздуха). При этом показания вольтметра должны быть на «0».

4) Проверить работу нагревателя включив тумблер «Нагреватель» и установив ручкой «Нагрев» по вольтметру необходимое напряжение.

5) Проверить работу перемешивающего устройства, включив тумблер «Мешалка».

6) Проверить работу поджигающего устройства нажав кнопку «●» (Ввод) на таймере.

Результаты опробования считают положительным, если все элементы анализатора работают нормально.

7.3 Определение метрологических характеристик

7.3.1 Отсоединить тросик привода мешалки от мешалки, извлечь датчик температуры из крышки.

7.3.2 Взяв за ручку, снять тигель с направляющих штифтов и вынуть вместе с крышкой из электронагревателя. Снять с направляющих штифтов крышку с тигля.

7.3.3 Протереть тигель, крышку, мешалку х/б салфеткой, смоченной в нефрасе-С 50/170 ГОСТ 8505-80. дать просохнуть. Затем тигель промыть холодной дистиллированной водой параметры которой соответствуют параметрам воды, полученной на аттестованном дистилляторе WD-2004F (допускается использовать дистиллированную воду по ГОСТ 6709-72), после этого просушить. Наличие следов нефраса на тигле и крышке не допускается.

Охладить тигель до температуры (0 - 2) °C (при необходимости).

7.3.4 Налить государственный стандартный образец (ГСО) в тигель до риски, нанесенной на внутренней поверхности тигля. При наполнении тигля выше требуемого уровня необходимо удалить избыток ГСО пипеткой. Не допускается смачивание стенок тигля выше риски. При попадании ГСО на внешние стенки тигля или крышку ГСО из тигля вылить, тигель и крышку обработать согласно 7.3.3.

7.3.5 Установить тигель в электронагреватель, установить на тигель крышку, соединить тросик привода мешалки с мешалкой, вставить в отверстие в крышке датчик температуры.

7.3.6 Проверить состояние поджигающего устройства, для чего выполнить следующие указания:

- присоединить силиконовый шланг от выхода «ГАЗ» на задней панели прибора к штуцеру шланга редуктора газового баллона;
- надеть на баллон газовый редуктор в соответствии с его паспортом;
- включить защелку редуктора для подачи газа к горелке и через 1 - 2 мин (время, необходимое для прохождения газа от баллона до иглы горелки) поднести горящую спичку к концу иглы зажигательного устройства;
- регулировка пламени горелки производится с помощью краника расположенного на верхней крышке корпуса прибора, путем медленного подкручивания.

После опробования и настройки работы горелки закрыть защелку регулятора газового баллона, тем самым погасить пламя горелки.

7.3.7 Не включая прибор в электрическую сеть, выполнить следующие указания:

- вывести ручку «Нагрев» в крайнее левое положение;
- установить тумблер «Нагреватель» вниз (выключенное положение);
- установить тумблер «Сеть» в положение «0».

7.3.8 Включить питание анализатора. Загорается индикация измерителя температуры, а на таймере – буква «С» (стоп).

При этом показания вольтметра должны находиться на «0».

7.3.9 включить тумблер «Нагреватель», при этом начинается нагрев тигля с образцом.

7.3.10 Включить тумблер «Мешалка» для перемешивания образца во время испытания.

7.3.11 Установить ручкой «Нагрев» необходимую скорость нагрева, которая подбирается опытным путем.

Скорость нагрева ГСО до испытания на вспышку должна быть от 5 до 6 °С/мин.

Мощность нагревательного элемента, а значит и скорость нагрева, можно оперативно изменить на любом этапе работы прибора. Для этого необходимо ручкой «Нагрев» установить требуемое напряжение по показаниям вольтметра. При необходимости процесс нагрева можно приостановить выключением тумблера «Нагреватель».

7.3.12 При достижении температуры образца ниже ожидаемой температуры вспышки на 17 °С надо:

- включить в работу газовую горелку, включив защелку редуктора на газовом баллоне, поднести горящую спичку к концу иглы горелки;
- выключить мешалку;
- нажать кнопку «●» (Ввод) на таймере.

После этого заработает устройство поджига.

Если частота проверки образца на вспышку в закрытом тигле больше или меньше, чем 1 раз при увеличении температуры образца на 2 °С, то следует нажать кнопку «●» (Ввод). После этого загорится буква «С» (Стоп). Затем произвести настройку таймера ТЕМП-1М в соответствии с методикой (Приложение А).

После настройки таймера испытания по определению метрологических характеристик повторить в соответствии с 7.3 настоящей МП.

7.3.13 Вспышка фиксируется оператором визуально. Моментом вспышки считается появление над поверхностью образца быстроисчезающего пламени, сопровождаемого легким взрывом. Пламя при этом, как правило, гаснет. Поджечь горелку еще раз и дождаться повторной вспышки, которая должна произойти через 3 - 5 °С.

7.3.14 После повторной вспышки необходимо отключить работу поджигающего устройства, нажав кнопку «●» на таймере. При этом появляется буква «С» (стоп).

7.3.15 Закрыть защелку на редукторе газового баллона, тем самым прекратить подачу газа к горелке.

7.3.16 Отключить нагрев тигля тумблером «Нагреватель».

7.3.17 Отключить анализатор от сети. Отсоединить тросик привода мешалки от мешалки, извлечь датчик температуры из крышки. Взяв за ручку, снять тигель с крышкой из гнезд стакана электронагревателя. Снять крышку с тигля.

Охладить электронагреватель и тигель до комнатной температуры.

7.3.18 Вылить охлажденный испытуемый ГСО из тигля в емкость для хранения отработанных жидкостей. Очистить тигель и крышку согласно 7.3.3 настоящей методики поверки.

7.3.19 За температуру вспышки образца жидкости в закрытом тигле принимают среднеарифметическое значение температуры вспышки, полученное при трех и более испытаниях образца жидкости.

7.3.20 Если измерение температуры вспышки проводилось при барометрическом давлении, указанном в таблице 3, то необходимо к полученным значениям температуры вспышки применять соответствующие поправки.

Таблица 3

Барометрическое давление		Поправка, °C
кПа	мм рт. ст.	
84,8-88,4	636-663	+4
88,5-92,1	664-691	+3
92,2-95,7	692-718	+2
95,8-99,4	719-746	+1
103,2-106,8	774-801	-1

7.3.21 Абсолютную погрешность измерения температуры вспышки ГСО в закрытом тигле определяют по формуле

$$\delta_{\text{абс.}} = t^{\circ}_{\text{гсо}} - \overline{t^{\circ}_{\text{изм.}}}$$

где $t^{\circ}_{\text{гсо}}$ - паспортное значение температуры вспышки ГСО, °C;

$\overline{t^{\circ}_{\text{изм.}}}$ - среднеарифметическое значение температуры вспышки ГСО, измеренное анализатором, не менее трех раз.

7.3.22 Измерение температуры вспышки в закрытом тигле повторить на других ГСО в соответствии с 7.3.1 - 7.3.21 настоящей методики.

Анализатор выдержал испытания по 7.3, если абсолютная погрешность измерения температуры вспышки в закрытом тигле не превышает ± 5 °C.

8 Оформление результатов поверки

8.1 Результаты поверки анализаторов должны быть оформлены в виде протокола по форме обязательного приложения Б.

8.2 При положительных результатах поверки выдают свидетельство о поверке анализатора установленной формы.

8.3 Анализаторы, прошедшие первичную поверку с отрицательными результатами, не допускаются к выпуску в обращение и применение их запрещено.

8.4 Анализаторы, прошедшие периодическую проверку с отрицательными результатами из обращения изымаются и направляются в ремонт.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(обязательное)

Установка параметров таймера

Установка параметров таймера производится следующим образом.

Для получения требуемых характеристик проводят установку параметров таймера ТЕМП-1М в следующем порядке:

- после нажатия кнопки «▲» таймер входит в режим программирования;
- загорается индикатор T1, а на экране высвечивается четыре цифры, которые означают время работы двигателя по часовой стрелке, что в свою очередь открывает крышку тигля (цифры до запятой – целые секунды, а после запятой – десятые и сотые секунды) Например: 00.30 – это 0,3 с;
- при помощи кнопок «▲» и «◀» опытным путем выставляем нужное время движения двигателя по часовой стрелке (обычно оно находится от 0,25 до 0,35 с);
- нажимаем кнопку «●» (Ввод). После этого, при включенном индикаторе T1 начинает мигать один из индикаторов «K» и соответствующая ему цифра на экране. При помощи кнопок «▲» и «◀» выставляем на экране комбинацию цифр «1000», которая означает, что двигатель во времени T1 будет работать по часовой стрелке;
- нажимаем кнопку «●» (Ввод). После этого загорается индикатор T2, а на экране высвечиваются четыре цифры, при помощи которых выставляется время простоя двигателя при открытой крышке тигля. При помощи кнопок «▲» и «◀» выставляем время, равное 1 с (комбинация на экране 01.00);
- нажимаем кнопку «●» (Ввод). При включенном индикаторе T2 начинает мигать один из индикаторов «K» и соответствующая ему цифра. При помощи кнопок «▲» и «◀» выставляем комбинацию «01.00» - это значит, что в промежутке времени T2 двигатель не будет работать;
- нажимаем кнопку «●» (Ввод). Загорается индикатор T3, а на экране высвечиваются четыре цифры, которыми выставляется время работы двигателя против часовой стрелки – это в свою очередь закроет крышку тигля. При помощи кнопок «▲» и «◀» выставляем время, такое же, как время T1 (от 00.25 до 00.35 с);
- нажимаем кнопку «●» (Ввод). При включенном индикаторе T3 начинает мигать один из индикаторов «K» и соответствующая ему цифра. При помощи кнопок «▲» и «◀» выставляем комбинацию «00.10». Это означает, что в течение времени T3 двигатель будет работать против часовой стрелки.

- нажимаем кнопку «●» (Ввод). Загорается индикатор Т4. Время Т4 подбирают опытным путем так, чтобы испытания на вспышку проходили при подъеме температуры образца жидкости в тигле через каждые 2 °С. Например, при помощи кнопок «▲» и «◀» можно выставить (02.50) – 2,5 с;

- нажимаем кнопку «●» (Ввод). При включении индикатора Т4 загорается один из индикаторов «К». При помощи кнопок «▲» и «◀» выставляем комбинацию цифр «00.01». Это означает, что в течение времени Т4 двигатель не будет работать;

- нажимаем кнопку «●» (Ввод). После этого на экране высветится «С».

Анализатор готов к работе.

ПРИЛОЖЕНИЕ Б
(рекомендуемое)

ПРОТОКОЛ
проверки анализатора

Анализатор

заводской номер

Принадлежащий

Поверенный

20 г.

Условия поверки

Температура окружающего воздуха, °C

Относительная влажность, %

Атмосферное давление, кПа (мм рт. ст.)

Напряжение питания,

В

Применяемые средства поверки

1 Внешний осмотр

Вывод:

2 Опробование

Вывод:**ОБЩИЙ ВЫВОД:**

Выдано свидетельство, номер или причина негодности

Поверитель

(Подпись)

(Фамилия)

Дата:

20 г.

М.П.