



УТВЕРЖДАЮ

Директор ООО «Термэкс»

Д.А. Вавилкин

21 марта 2022 г.

УСТАНОВКА ДЛЯ КРИОСКОПИЧЕСКОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ МОЛЕКУЛЯРНОЙ МАССЫ КРИОН-1

Программа и методика аттестации ТКЛШ 2.843.002 ПМА

Настоящая программа и методика аттестации распространяется на установку для криоскопического определения молекулярной массы КРИОН-1 и устанавливает содержание и методику первичной и периодической аттестации.

В процессе аттестации устанавливают:

- соответствие предъявленной эксплуатационной документации требованиям ГОСТ Р 8.568 «ГСИ. Аттестация испытательного оборудования. Основные положения»;
- возможность воспроизведения условий испытаний в пределах допускаемых отклонений, установленных в документе на метод испытания;
- правильность работы программного обеспечения (ПО);
- обеспечение безопасности персонала и отсутствие вредного воздействия на окружающую среду;
- перечень проверяемых характеристик, методы, средства и периодичность метрологической аттестации.

1 РАССМОТРЕНИЕ ЭКСПЛУАТАЦИОННОЙ ДОКУМЕНТАЦИИ

Перечень представляемой эксплуатационной документации (ЭД):

- Руководство по эксплуатации ТКЛШ 2.843.002 РЭ «Установка для криоскопического определения молекулярной массы КРИОН-1» (далее по тексту — РЭ КРИОН-1);
- Программа и методика аттестации ТКЛШ 2.843.002 ПМА «Установка для криоскопического определения молекулярной массы КРИОН-1» (далее по тексту — ПМА);
- Рекомендации ТКЛШ 2.843.002 РИ «Рекомендации по измерению молекулярной массы нефти методом криоскопии в бензоле на установке КРИОН-1» (далее по тексту — РИ КРИОН-1).

2 ПРОГРАММА АТТЕСТАЦИИ

При проведении аттестации выполняют операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1

Наименование операции	Номер пункта ПМА	Проведение операции при	
		первичной аттестации	периодической аттестации
1 Проверка эксплуатационной документации	3.4.1	+	–
2 Внешний осмотр	3.4.3	+	+
3 Проверка обеспечения безопасности*	3.4.4	+	–
4 Подготовка, опробование и проверка правильности работы ПО:			
• подготовка весов, криостата и установки КРИОН-1	3.4.5.1		
• опробование установки КРИОН-1 и проверка правильности работы ПО	3.4.5.2	+	+
• подготовка лабораторной посуды	3.4.5.3		
• приготовление растворов тетрадекана	3.4.5.4		
5 Определение абсолютной погрешности измерения молекулярной массы тетрадекана	3.4.6	+	+
* — выполняется только при первичной аттестации выпускаемых из производства установок КРИОН-1			

3 МЕТОДИКА АТТЕСТАЦИИ

3.1 Условия проведения аттестации

При проведении аттестации должны соблюдаться следующие условия:

- температура окружающей среды, °С от 18 до 25
- относительная влажность воздуха, % от 30 до 80
- атмосферное давление, кПа 101.3±4.0

3.2 Требования безопасности

! При проведении аттестации установки проводятся испытания опасных веществ при низких температурах. Лица и организации, проводящие аттестацию установки, несут ответственность за разработку мер безопасности при работе на испытательном оборудовании.

При проведении аттестации необходимо соблюдать правила безопасности при эксплуатации установки КРИОН-1 и используемых средств аттестации:

- правила безопасности, установленные для работы с токсичными и едкими веществами в соответствии с ГОСТ 12.1.007;
- правила электробезопасности в соответствии с ГОСТ Р 12.1.019, ГОСТ 12.2.007.0;
- требования пожарной безопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.004.

3.3 Средства аттестации

При проведении аттестации применяют средства аттестации, перечень которых приведен в таблице 2.

Таблица 2

Номер пункта ПМА	Средства аттестации	Характеристики средств аттестации	
		диапазон измерений	погрешность, класс точности (КТ)
3.1	1 Термогигрометр • температура • относительная влажность • давление	(18–25) °C (30–80) % (97–106) кПа	±0.5 °C ±2 % (абс) ±0.25 кПа
3.4.5.4	2 Весы аналитические	(0.01–100.00) г	±0.001 г
3.4.5.4	3 Стандартный образец предприятия (СОП) состава тетрадекана	99.6 % масс	±0.1 % масс
3.4.5.4 3.4.6	4 Бензол (ГОСТ 5955)	—	—
3.4.5.3	5 Тoluол (ГОСТ 5789)	—	—
3.4.5.4 3.4.6	6 Пипетка (ГОСТ 29227): • 1-1-2-1 • 1-1-2-5 • 1-1(2)-2-25	—	КТ 2
3.4.5.4 3.4.6	7 Виала: • 15 см ³ • 5 см ³	—	—
3.4.5.3	8 Ватные палочки	—	—
Примечание — Допускается применение других средств аттестации, обеспечивающих определение метрологических характеристик термостатов с требуемой точностью.			

! Все применяемые при аттестации средства измерений должны быть поверены, а испытательное оборудование аттестовано в установленном порядке.

3.4 Проведение аттестации

3.4.1 Проверка эксплуатационной документации.

3.4.2 При оценке ЭД устанавливают соответствие требований к показателям точности измерений, указанных в РИ КРИОН-1 требованиям, установленным в документе на метод испытания.

3.4.3 Внешний осмотр.

При проведении внешнего осмотра устанавливают:

- соответствие комплекта поставки и маркировки РЭ КРИОН-1;
- отсутствие внешних повреждений установки (вмятины, трещины, нарушение целостности защитных покрытий и др.);
- целостность сетевого адаптера установки.

3.4.4 Проверка обеспечения безопасности персонала и отсутствия вредного воздействия на окружающую среду.

Отсутствие вредного воздействия на окружающую среду определяется конструкцией установки и мерами безопасности при работе с испытуемыми веществами.

3.4.5 Подготовка, опробование и проверка правильности работы ПО.

При подготовке к выполнению измерений проводят следующие операции:

- подготовка весов, криостата и установки КРИОН-1 к работе;
- проверка работоспособности установки КРИОН-1 и проверка правильности работы ПО;
- подготовка лабораторной посуды;
- приготовление растворов тетрадекана.

3.4.5.1 Подготовка весов, криостата и установки КРИОН-1 к работе.

Подготовку весов и криостата выполняют в соответствии с их эксплуатационными документами.

Подготовка установки КРИОН-1 выполняется в соответствии с разделом «Использование по назначению» РЭ КРИОН-1.

3.4.5.2 Опробование и проверка правильности работы ПО установки КРИОН-1 выполняют в следующей последовательности:

- на блоке регулирования криостата задают значение уставки температуры равным 0.0 °C и ждут выхода криостата на режим;
- после включения установки КРИОН-1 на дисплее временно отображается номер его версии ПО (рисунок 1);
- на электронном блоке установки КРИОН-1 задают значение температуры переохлаждения равным 3.0 °C.

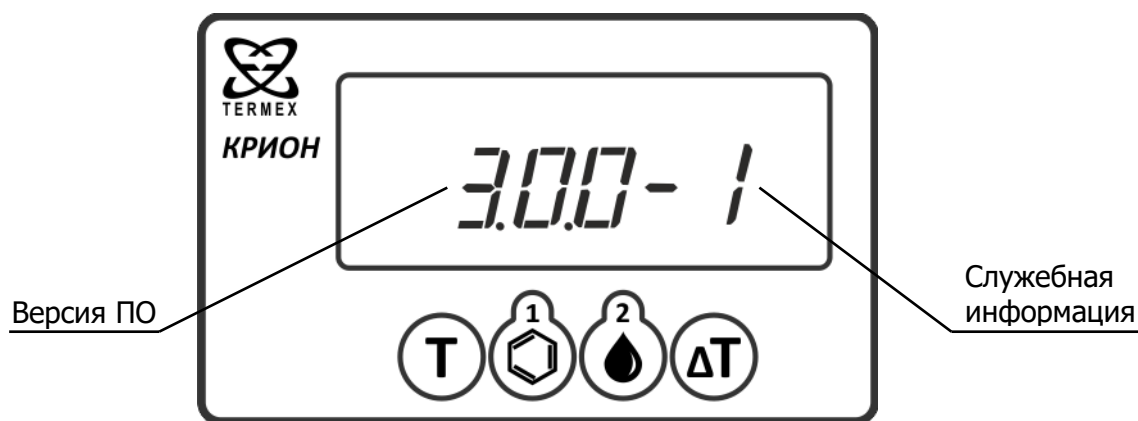


Рисунок 1 — Версия ПО

Результаты проверки правильности работы ПО считают положительными, если версия ПО не ниже 3.0.0.

Установку КРИОН-1 считают пригодной к проведению дальнейшей аттестации, если электронный блок установки обеспечивает выполнение операции по заданию температуры переохлаждения.

3.4.5.3 Подготовка лабораторной посуды.

Виалы и пипетки промывают толуолом, затем бензолом и сушат при комнатной температуре (сильно загрязненную посуду предварительно моют хромовой смесью). Крышки и прокладки в крышках виал многократно очищают ватными палочками, смоченными в толуоле. Процедуру повторяют свежими ватными палочками, смоченными в бензоле и сушат при комнатной температуре. Хранят виалы с плотно закрытыми крышками.

3.4.5.4 Приготовление растворов тетрадекана.

Для проведения аттестации установки готовят два одинаковых раствора СОП тетрадекана, в следующей последовательности:

- пустую виалу (15 см³) с закрытой крышкой, взвешивают (m_1), добавляют пипеткой 0.3 см³ тетрадекана, закрывают и снова взвешивают (m_2). Добавляют 13 см³ бензола, закрывают и взвешивают (m_3);
- массу тетрадекана (G_T) определяют как разницу между m_2 и m_1 и массу бензола (G_B) как разницу между m_3 и m_2 . Результаты определения заносят в таблицу 3;
- виалу с раствором встряхивают в течении минуты, затем отбирают 4 см³ раствора в чистую виалу (5 см³). Вials плотно закрывают;
- операции по приготовлению раствора СОП повторяют.

! Бензол, используемый для приготовления растворов и в качестве чистого растворителя, должен быть одним и тем же.

! Бензол обладает высокой летучестью и гигроскопичностью, соответственно во время приготовления растворов и определения температуры кристаллизации все емкости, содержащие бензол, необходимо держать закрытыми.

3.4.6 Определение абсолютной погрешности измерений молекулярной массы тетрадекана выполняют в следующей последовательности:

- определяют температуру кристаллизации бензола. Для этого в чистую виалу (5 см³) помещают 4 см³ бензола и выполняют измерение температуры кристаллизации в соответствии с разделом «Измерение температуры кристаллизации растворителя» РЭ КРИОН-1;
- определяют температуру кристаллизации приготовленного раствора тетрадекана в соответствии с разделом «Измерение температуры кристаллизации раствора испытуемого вещества» РЭ КРИОН-1;
- по окончании измерения выводят на дисплей и записывают в таблицу 3 значение депрессии температуры кристаллизации (ΔT_1);
- проводят определение значения депрессии второго раствора тетрадекана (ΔT_2) и записывают его в таблицу 3;
- молекулярную массу тетрадекана (M) рассчитывают по формуле 1 и заносят в таблицу 3;

$$M = 5.12 \cdot 1000 \cdot G_T / (\Delta T \cdot G_B), \quad (1)$$

где 5.12 — криоскопическая постоянная бензола.

- находят среднее арифметическое значение двух результатов определения (M_{CP}) при условии, что разница между ними (для тетрадекана) не превышает 6;
- абсолютную погрешность измерений молекулярной массы тетрадекана (Δ) находят как разницу между средним значением (M_{CP}) и действительным значением молекулярной массы тетрадекана равной 198.4.

Таблица 3

Номер виалы (15 см ³)	Масса тетрадекана, (G_T), г	Масса бензола, (G_B), г	Депрессия температуры кристаллизации (ΔT)	Молекулярная масса, (M)	Среднее значение молекулярной массы, (M_{CP})	Абсолютная погрешность измерений (Δ)
1	G_{T1}	G_{B1}	ΔT_1	M_1	M_{CP}	Δ
2	G_{T2}	G_{B2}	ΔT_2	M_2		

Результат аттестации считают положительным, если абсолютная погрешность определения молекулярной массы тетрадекана (Δ) не превышает 18.

4 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ АТТЕСТАЦИИ

4.1.1 Результаты первичной (повторной) аттестации оформляют протоколом по форме Приложения А ГОСТ Р 8.568. При положительных результатах аттестации на основании протокола оформляют аттестат по форме Приложения Б ГОСТ Р 8.568 и делают отметку в соответствующем разделе РЭ КРИОН-1:

- «Прочие сведения» — при первичной аттестации;
- «Сведения об аттестации» — при повторной аттестации.

4.1.2 Результаты периодической аттестации оформляют протоколом по форме Приложения А ГОСТ Р 8.568. При положительных результатах аттестации делают соответствующую отметку в разделе «Сведения об аттестации» РЭ КРИОН-1.