УТВЕРЖДАЮ

Директор ООО «Термэкс»

_____А.С. Вавилкин

10 апреля 2017 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 технической документации требованиям ГОСТ Р 8.568 «Государственная система обеспечения единства измерений. Аттестация испытательного оборудования. Основные положения»;
- возможность воспроизведения условий испытаний в пределах допускаемых отклонений, установленных в документе на метод испытания;
- обеспечение безопасности персонала и отсутствие вредного воздействия на окружающую среду;
- методы, средства и периодичность метрологической аттестации.

1 РАССМОТРЕНИЕ ТЕХНИЧЕСКОЙ ДОКУМЕНТАЦИИ

Перечень представляемой технической документации:

- 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 Экспертиза технической документации	3.4.1	+	–
2 Внешний осмотр	3.4.2	+	+
3 Проверка обеспечения безопасности	3.4.3	+	–
4 Подготовка и опробование: • подготовка весов, криостата и установки КРИОН-1 • опробование установки КРИОН-1 • подготовка лабораторной посуды • приготовление растворов тетрадекана	3.4.4.1 3.4.4.2 3.4.4.3 3.4.4.4	+	+
5 Определение абсолютной погрешности измерения молекулярной массы тетрадекана	3.4.5	+	+
Условные обозначения: «+» — испытания проводят «–» — испытания не проводят			

3 МЕТОДИКА АТТЕСТАЦИИ

3.1 Условия проведения аттестации

При проведении аттестации должны соблюдаться следующие условия:

- температура окружающей среды, °С.....от плюс 18 до плюс 25
- относительная влажность воздуха, %.....от 30 до 80
- атмосферное давление, кПа .....101.3±4.0
- напряжение питания, В .....220±22
- частота питающей сети, Гц..... 50±1

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 КРИОН-1	Средство аттестации (СА)	Характеристики СА	
		диапазон измерения	погрешность, класс точности (КТ)
3.1	1 Термогигрометр • температура • относительная влажность • давление	 (18–25) °С (30–80) % (97–106) кПа	 ±0.5 °С ±2 % (абс) ±0.25 кПа
3.4.4.4	2 Весы аналитические	(0.01–100.00) г	±0.001 г
3.4.4.4	3 Стандартный образец предприятия (СОП) состава тетрадекана	99.6 % масс	±0.1 % масс
3.4.4.4 3.4.5	4 Бензол высшей очистки (ГОСТ 9572)	99.9 % масс	—
3.4.4.3	5 Толуол (ГОСТ 5789)	—	—
3.4.4.4 3.4.5	6 Пипетка (ГОСТ 29227): • 1-1-2-1 • 1-1-2-5 • 1-1(2)-2-25	—	КТ 2
3.4.4.4 3.4.5	7 Виала: • 15 мл • 5 мл	—	—
3.4.4.3	8 Ватные палочки	—	—
Примечание — допускается применять другие СА, обеспечивающие требуемую точность измерений			

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

3.4 Проведение аттестации

3.4.1 Экспертиза технической документации.

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

3.4.2 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.

3.4.3 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.

3.4.4 Подготовка и опробование.

При подготовке к выполнению измерений проводят следующие операции:

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

3.4.4.1 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.

3.4.4.2 Опробование установки КРИОН-1 выполняют в следующей последовательности:

- на блоке регулирования криостата задают значение уставки температуры равным 0.0 °С и дожидаются выхода криостата на режим;
- на электронном блоке установки КРИОН-1 задают значение температуры переохлаждения равным плюс 3.0 °С.

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

3.4.4.3 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.

3.4.4.4 Приготовление растворов тетрадекана.

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

- пустую виалу (15 мл) с закрытой крышкой, взвешивают (*m1*), добавляют пипеткой 0.3 см³ тетрадекана, закрывают и снова взвешивают (*m2*). Добавляют 13 см³ бензола, закрывают и взвешивают (*m3*);
- массу тетрадекана (G_T) определяют как разницу между *m2 и m1* и массу бензола ($G_Б$) как разницу между *m3 и m2*. Результаты определения заносят в таблицу 3;
- виалу с раствором встряхивают в течении минуты, затем отбирают 4 см³ раствора в чистую виалу (5 мл). Виалы 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.*

3.4.5 Определение абсолютной погрешности измерения молекулярной массы тетрадекана выполняют в следующей последовательности:

- определяют температуру кристаллизации бензола. Для этого в чистую виалу (5 мл) 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;

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

где 5.12 — криоскопическая постоянная бензола, °С·г/моль

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

Таблица 3

Номер виалы (15 мл)	Масса тетрадекана, (G_T), г	Масса бензола, ($G_Б$), г	Депрессия температуры кристаллизации (ΔT), °С	Молекулярная масса, (M), г/моль	Среднее значение молекулярной массы, (M_{CP}), г/моль	Абсолютная погрешность измерения (Δ), г/моль
1	G_{T1}	$G_{Б1}$	ΔT_1	M_1	M_{CP}	Δ
2	G_{T2}	$G_{Б2}$	ΔT_2	M_2		

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

4 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ АТТЕСТАЦИИ

- Результаты первичной аттестации оформляют протоколом по форме приложения А ГОСТ Р 8.568. На основании протокола оформляют аттестат по форме приложения Б ГОСТ Р 8.568 и делают соответствующую отметку в разделе «Прочие сведения» РЭ КРИОН-1;
- Результаты периодической аттестации оформляют протоколом по форме приложения В ГОСТ Р 8.568;
- При положительных результатах периодической аттестации делают соответствующую отметку в разделе «Сведения об аттестации» РЭ КРИОН-1.
- При отрицательных результатах периодической аттестации проводят техническое обслуживание установки. После устранения причин несоответствия проводят повторную аттестацию.

! *Периодическую аттестацию установки проводят 1 раз в 12 месяцев в соответствии с ПМА КРИОН-1.*