

ОКП 42 1598 0159 03



УТВЕРЖДАЮ

Руководитель ГЦИ СИ
Заместитель директора
ФГУ «Тест-Татарстан»

Г.М. Аблатыпов

2011г.



ИНСТРУКЦИЯ

АНАЛИЗАТОР КОНЦЕНТРАЦИИ

ВОДЫ В НЕФТИ

АОЛ 101М

Методика поверки

СПР.414213.001 ИЗ

Казань 2011

ВВЕДЕНИЕ

Инструкция распространяется на анализатор концентрации воды в нефти АОЛ101М (в дальнейшем – анализатор) и устанавливает методику его первичной и периодических поверок.

Межповерочный интервал – один год.

1 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

1.1 При проведении поверки должны быть выполнены следующие операции:

- 1) внешний осмотр (п.5.1);
- 2) опробование (п.5.2);
- 3) определение допускаемой приведенной относительной погрешности (п.5.3).

1.2 При получении отрицательных результатов по одной из операций поверки дальнейшая поверка анализатора должна быть прекращена.

2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1 При проведении поверки должны быть применены искусственные водонефтяные эмульсии (поверочные пробы) с объемными концентрациями воды: 0,2%; 0,5%; 0,8%; 2%; 5%; 8% приготовленные согласно приложению 2.

2.2 Приборы, вспомогательное оборудование, материалы и реактивы для приготовления эмульсий приведены в приложении 1.

2.3 Все средства поверки должны быть поверены и иметь действующие клейма (свидетельства о поверке).

3 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

3.1 Помещение для приготовления искусственных водонефтяных эмульсий по пожарной опасности относится к категории В и должно соответствовать требованиям «Правил пожарной безопасности для промышленных предприятий».

3.2 Легковоспламеняющиеся жидкости для промывки следует хранить в стеклянных банках Б-1 или склянках С-1 с притертыми пробками по ГОСТ 3885. Нефть для приготовления поверочных проб отбирается в металлические канистры. Все легковоспламеняющиеся жидкости должны быть помещены в закрывающиеся металлические ящики со стенками и дном, выложенными негорючим материалом.

3.3 При работе с анализатором должны соблюдаться требования безопасности, установленные в руководстве СПР.414213.001 РЭ.

4 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ И ПОДГОТОВКА К НЕЙ

4.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- 1) температура окружающего воздуха должна быть (20 ± 5) °С;
- 2) относительная влажность – от 30 до 80 %;
- 3) отклонение напряжения питания – от номинального значения 220 В $(-2/ +2)$ %;
- 4) частота питания переменного тока – $50\pm 0,5$ Гц;
- 5) время выдержки во включенном состоянии – не менее 30 мин;
- 6) разность температур воды и нефти – не более 2 °С;
- 7) плотность нефти $0,85\pm 0,025$ г/см³.

4.2 Перед проведением поверки должны быть выполнены следующие подготовительные работы:

- 1) Меры вместимости должны быть переградуированы на объем отливаемой нефти (приложение 3).
- 2) Анализатор должен быть подготовлен к работе в соответствии с руководством СПР.414213.001 РЭ.

5 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

5.1 Внешний осмотр.

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

- 1) комплектность и маркировка должны соответствовать эксплуатационной документации;
- 2) анализатор и его составные части должны быть исправными и не иметь механических повреждений.

5.2 Опробование.

5.2.1 Опробование должно проводиться в следующей последовательности:

- 1) включить вилку шнура питания анализатора в сеть 220 В и перевести переключатель СЕТЬ в положение I;
- 2) дать прогреться анализатору в течение 30 мин.;
- 3) залить диспергированную в лабораторной мешалке пробу нефти в соответствующую кювету. Кювету вставить в анализатор;
- 4) нажать кнопку ИЗМЕРЕНИЕ.ПУСК, при этом должен засветиться светодиод ИЗМЕРЕНИЕ и включиться измерительная лампа и двигатель;
- 5) после выключения светодиода ИЗМЕРЕНИЕ (через 1-2 минуты) считать показания на индикаторах;
- 6) последующие измерения производятся с операции 3).

5.3 Определение допускаемой приведенной относительной погрешности.

5.3.1 Определение допускаемой приведенной относительной погрешности анализатора должно производиться с помощью искусственных водонефтяных эмульсий, приготовленных согласно приложению 2, с концентрацией воды 0,2; 0,5; 0,8 % об. для диапазона измерения 0-1% или 2; 5; 8 %об. для диапазона измерения 0-10 %.

Для каждого значения концентрации должно производиться три измерения. Промывка бензином обязательна, если производится измерение пробы с меньшей концентрацией воды, чем в предыдущей пробе.

5.3.2 Поверочные пробы готовятся из нефти с плотностью $0,85 \pm 0,025 \text{ г/см}^3$.

5.3.3 С целью сокращения времени поверочных работ в приложении 4, в таблицах 1-4 дана зависимость объемной концентрации воды в искусственной водонефтяной эмульсии от величины переградуированного объема колбы и доливаемого объема воды для ряда значений остаточной влажности «сухой» нефти.

5.3.4 Поверочная проба заливается в кювету анализатора. Производится измерение.

Результат заносится в протокол, составленный по форме приложения 5.

5.3.5 Допускаемая приведенная относительная погрешность определяется по формуле:

$$\gamma = \frac{W - W_0}{W_K} * 100 \%,$$

где W_0 – объемная концентрация воды в поверочной пробе (искусственной водонефтяной эмульсии), в %;

W_K – значение объемной концентрации воды в нефти, соответствующее верхнему пределу измерения в данном поддиапазоне;

W – показания анализатора.

Вычисленное значение заносится в протокол (см. приложение 5).

5.3.6 Анализатор признается годным при проверке, если максимальное значение допускаемой приведенной относительной погрешности будет находиться в установленных пределах $\pm 4 \%$.

6 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

6.1 На анализатор, признанный в результате поверки годным, выдается свидетельство о поверке, и (или) ставится клеймо.

6.2 Анализатор, не удовлетворяющий требованиям настоящей инструкции, к эксплуатации не допускается.

ПРИЛОЖЕНИЕ 1

ПЕРЕЧЕНЬ ПРИБОРОВ, ОБОРУДОВАНИЯ, МАТЕРИАЛОВ И РЕАКТИВОВ ДЛЯ ПРИГОТОВЛЕНИЯ ИСКУССТВЕННЫХ ВОДОНЕФТЯНЫХ ЭМУЛЬСИЙ ДЛЯ ПОВЕРКИ АНАЛИЗАТОРОВ АОЛ101М

Наименование, тип средства	Обозначение документа	Основные технические характеристики	Контролируемый параметр	Примечание
Колба 1-100-1	ГОСТ 1770-74	Номинальная вместимость 100 или 50 мл. Пределы допускаемой погрешности $\pm 0,10$ мл	Дозирование «сухой» нефти	Колба должна быть переградуирована на объем отливаемой нефти.
Пипетка на 1 мл.	ГОСТ 29228-91	Ном. объем - 1 мл. Тип 1. Кл. точности 1	Дозирование воды	
Пипетка на 10 мл.	ГОСТ 29228-91	Ном. объем - 10 мл. Тип 1. Кл. точности 1	Дозирование воды	
Весы лабораторные	ГОСТ 24104-2001	Наибольший предел взвешивания 1,0 кг Кл. точности 3		Используются при переградуировке колб на объем отливаемой нефти.
Мешалка лабораторная	СПР.304159.001ТУ		Приготовление эмульсии	Входит в комплект анализатора.
Термометр ГЛ-4	ТУ25-2021.003-88	Диапазон измерения 0...55 °С Цена деления 0,1°С		
Установка дистилляционная	ТУ 50-582-86	Абсолютная погрешность $\pm 0,01$ % об	Определение остаточной влажности «сухой» нефти	
Ареометр АНТ-1	ГОСТ 18481-81	Диапазон измерений 650-1070 кг/м ³ Пределы основной погрешности $\pm 0,5$ кг/м ³		
Голуол	ГОСТ 5789-78			
Ацетон	ГОСТ 2603-79			
Вода дистиллированная	ГОСТ 6709-72			

Наименование, тип средства	Обозначение документа	Основные технические характеристики	Контролируемый параметр	Примечание
Хлористый кальций (гидрофилит)	ТУ 6-09-4711-81		Осушка нефти	
Бумага фильтровальная лабораторная средней фильтрации ФНС				
Хромовая смесь		Состав: 60 г двухромово-кислого калия, 1000 мл серной кислоты, плотностью 1840кг/м ³ и 1000 мл дистиллированной воды		

Допускается применение других средств измерений и вспомогательных устройств, аналогичных по своим техническим и метрологическим характеристикам и обеспечивающих заданные режимы поверки.

ПРИЛОЖЕНИЕ 2

ПРИГОТОВЛЕНИЕ ПОВЕРОЧНЫХ ПРОБ НЕФТИ (ИСКУССТВЕННЫХ ВОДОНЕФТЯНЫХ ЭМУЛЬСИЙ)

1 ПРОЦЕДУРА ПРИГОТОВЛЕНИЯ

1.1 Условия проведения работ:

Температура окружающего воздуха (20 ± 5) °С;

Относительная влажность - не более 80 %;

Атмосферное давление 100 ± 4 кПа;

Разность температур воды и нефти - не более 2 °С;

1.2 Процедура приготовления поверочных проб нефти заключается в:

- осушке нефти;
- определение остаточной влажности «сухой» нефти;
- дозировании «сухой» нефти и воды дистиллированной;
- диспергирования воды в «сухой» нефти.

1.2.1 Осушка нефти проводится до влажности, не превышающей значение первой реперной точки поверяемого анализатора (влагомера), то есть до 0,2 % об. концентрации воды в нефти.

1.2.2 Определение остаточной влажности «сухой» нефти проводится на дистилляционной установке согласно ее паспорту (инструкции по эксплуатации).

1.2.3 Дозирование «сухой» нефти и воды проводится с помощью средств, указанных в приложении 1.

1.2.4 Диспергирование поверочных проб проводят с использованием лабораторной мешалки, которая входит в комплект поставки анализатора.

Время диспергирования 3 мин. Поверочные пробы должны использоваться не позднее, чем через 3 мин. после приготовления.

2 РАСЧЕТ ЗНАЧЕНИЯ КОНЦЕНТРАЦИИ ВОДЫ В ПОВЕРОЧНОЙ ПРОБЕ

2.1 Номинальное фактическое значение концентрации воды в поверочной пробе вычисляется по формуле:

$$W_0 = \frac{V_H * W_{OCT} + 100 * V_{BH}}{V_H + V_{BH}},$$

где V_H – объем «сухой» нефти, мл (соответствует переградуированному на отлив объему V_{OT});

W_{OCT} – остаточная влажность «сухой» нефти, % об.;

V_{BH} – объем воды, добавляемый при приготовлении пробы, мл.

В приложении 3 изложена методика переградуировки мер вместимости на объем отливаемой нефти.

2.2 Номинальные значения концентрации воды в поверочной пробе в зависимости от переградуированного объема колбы и доливаемого объема воды в «сухую» нефть для ряда значений остаточной влажности «сухой» нефти приведены в справочном приложении 4.

2.3 Пределы абсолютной погрешности приготовления поверочных проб, обеспечиваемые вышеописанной процедурой, составляют:

в диапазоне 0-1 % об – $\pm 0,013$ % об.

в диапазоне 0-10 % об – $\pm 0,13$ % об.

ПРИЛОЖЕНИЕ 3

ПЕРЕГРАДУИРОВКА МЕР ВМЕСТИМОСТИ НА ОБЪЕМ ОТЛИВАЕМОЙ НЕФТИ.

1 НАЗНАЧЕНИЕ

1.1 Цель переградуировки – установление нового номинального значения объема колб наливных (исполнение I) по ГОСТ 1770-74 при дозировании нефти отливом и предельных отклонений от этого номинала.

1.2 Переградуировка колб наливных производится для каждого конкретного сорта нефти в отдельности.

2 ОПЕРАЦИИ ПЕРЕГРАДУИРОВКИ

2.1 Взвесить пустую колбу – q_0 .

2.2 Нефть влить тонкой струйкой точно по оси горловины, не допуская смачивания стенок горловины нефтью (допускается применение воронок).

При подходе к отметке, обозначающей номинальную вместимость, добавляют нефть по каплям с тем, чтобы подойти к отметке номинала снизу. Отсчет производится по нижнему краю мениска.

2.3 Взвесить колбу с нефтью – q_1 .

2.4 Полностью слить нефть из колбы, для чего установить ее в положении горловиной вниз и выдержать в этом положении ровно 5 мин., а затем перевернуть.

2.5 Взвесить колбу с остатками нефти – q_2 .

3 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

При переградуировке колб наливных используются весы лабораторные с наибольшим предельным взвешиванием 1,0 кг с точностью не хуже $\pm 0,1$ г.

4 УСЛОВИЯ ПРОВЕДЕНИЯ ПЕРЕГРАДУИРОВКИ

Переградуировку колб наливных на объем отливаемой нефти следует произвести при температуре помещения, аппаратуры и самой нефти равной (20 ± 2) °С, так как номинальное значение объемов наливных колб даны при этой температуре.

5 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1 Определение номинальной вместимости колбы на отлив нефти.

5.1.1 Чистая масса нефти в объеме, соответствующем номинальной вместимости колбы $V_{НОМ}$, составит $(q_1 - q_0)$.

5.1.2 Плотность нефти рассчитывается по формуле:

$$\rho = \frac{q_1 - q_0}{V_{НОМ}}$$

Полученную величину записывают вместе с характеристикой сорта нефти.

5.1.3 Чистая масса слившейся нефти составит $(q_1 - q_2)$.

5.1.4 Относительное количество слившейся нефти рассчитывают по формуле:

$$K = \frac{q_1 - q_2}{q_1 - q_0}$$

Количество слившейся нефти по объему в относительных величинах равно ее относительному количеству по массе.

5.1.5 Переградуированный (по отливу) объем колбы для данного сорта нефти определяется величиной:

$$V_{ОТ} = V_{НОМ} * \frac{q_1 - q_2}{q_1 - q_0} = V_{НОМ} * K$$

Эта величина вместе с полным наименованием нефти вносится в паспорт данной колбы, как ее номинальное значение при отливе нефти.

5.2 Расчет абсолютной погрешности переградуировки колб:

5.2.1 Абсолютная погрешность разности $(q_1 - q_0)$:

$$\Delta q_{1-0} = \Delta q_1 + \Delta q_0$$

5.2.2 Относительная погрешность величины $(q_1 - q_0)$:

$$\delta q_{1-0} = \frac{\Delta q_{1-0}}{q_1 - q_0}$$

5.2.3 Абсолютная погрешность разности $(q_1 - q_2)$:

$$\Delta q_{1-2} = \Delta q_1 + \Delta q_2$$

5.2.4 Относительная погрешность величины $(q_1 - q_2)$:

$$\delta q_{1-2} = \frac{\Delta q_{1-2}}{q_1 - q_2}$$

5.2.5 Относительная погрешность дроби $K = \frac{q_1 - q_2}{q_1 - q_0}$

определяется по формуле:

$$\delta_K = \delta q_{1-2} + \delta q_{1-0}$$

5.2.6 Относительная погрешность величины $V_{НОМ}$:

$$\delta V_{НОМ} = \frac{\Delta V_{НОМ}}{V_{НОМ}},$$

где $\Delta V_{НОМ}$ - абсолютная погрешность величины согласно ГОСТ 1770-74

5.2.7 Относительная погрешность переградуировки рассчитывается по формуле:

$$\delta V_{ОТ} = \delta V_{НОМ} + \delta_k$$

5.2.8 Абсолютная погрешность переградуировки рассчитывается по формуле:

$$\Delta V_{ОТ} = V_{ОТ} * \delta V_{ОТ}$$

Таким образом, после переградуировки наливной колбы на отлив нефти она соответствует объему слитой нефти:

$$V_{ОТ} = V_{НОМ} * \frac{q_1 - q_2}{q_1 - q_0} \pm \Delta V_{ОТ}$$

ПРИЛОЖЕНИЕ 4

Справочное

Значения концентрации воды в искусственной водонефтяной эмульсии (в об.%) в зависимости от величины переградуированного на отлив нефти объема колбы и доливаемого объема воды для ряда значений остаточной влажности «сухой» нефти представлены в таблице 1-4.

Допускается использование колбы с объемом в два раза меньше указанного. При этом доливаемый объем воды, также должен быть уменьшен ровно в 2 раза (значения приведены в скобках).

Таблица 1

Остаточная влажность «сухой» нефти 0,01 % об.						
Переградуированный на отлив объем колбы, мл	Доливаемый объем воды, мл					
	0,2 (0,1)	0,5 (0,25)	0,8 (0,4)	2 (1)	5 (2,5)	8 (4)
100 (50)	0,21	0,51	0,80	2,0	4,8	7,4
99,9 (49,95)	0,21	0,51	0,80	2,0	4,8	7,4
99,8 (49,90)	0,21	0,51	0,80...0,81	2,0	4,8	7,4
99,7 (49,85)	0,21	0,51	0,81	2,0	4,8	7,4
99,6 (49,80)	0,21	0,51	0,81	2,0	4,8	7,4
99,5 (49,75)	0,21	0,51	0,81	2,0	4,8	7,4...7,5
99,4 (49,70)	0,21	0,51	0,81	2,0	4,8	7,5
99,3 (49,65)	0,21	0,51	0,81	2,0	4,8	7,5
99,2 (49,60)	0,21	0,51	0,81	2,0	4,8	7,5
99,1 (49,55)	0,21	0,51	0,81	2,0	4,8	7,5
99,0 (49,50)	0,21	0,51	0,81	2,0	4,8	7,5
98,9 (49,45)	0,21	0,51	0,81	2,0	4,8	7,5
98,8 (49,40)	0,21	0,51	0,81	2,0	4,8	7,5
98,7 (49,35)	0,21	0,51	0,81	2,0	4,8	7,5
98,6 (49,30)	0,21	0,51	0,81...0,82	2,0	4,8	7,5
98,5 (49,25)	0,21	0,52	0,82	2,0	4,8	7,5

Таблица 2

Остаточная влажность «сухой» нефти 0,05 % об.						
Переградуированный на отлив объем колбы, мл	Доливаемый объем воды, мл					
	0,2 (0,1)	0,5 (0,25)	0,8 (0,4)	2 (1)	5 (2,5)	8 (4)
100 (50)	0,25	0,55	0,84	2,0	4,8	7,4...7,5
99,9 (49,95)	0,25	0,55	0,84	2,0	4,8	7,5
99,8 (49,90)	0,25	0,55	0,84...0,85	2,0	4,8	7,5
99,7 (49,85)	0,25	0,55	0,84...0,85	2,0	4,8	7,5
99,6 (49,80)	0,25	0,55	0,85	2,0	4,8	7,5
99,5 (49,75)	0,25	0,55	0,85	2,0	4,8	7,5
99,4 (49,70)	0,25	0,55	0,85	2,0	4,8	7,5
99,3 (49,65)	0,25	0,55	0,85	2,0	4,8	7,5
99,2 (49,60)	0,25	0,55	0,85	2,0	4,8...4,9	7,5
99,1 (49,55)	0,25	0,55	0,85	2,0	4,8...4,9	7,5
99,0 (49,50)	0,25	0,55	0,85	2,0	4,9	7,5
98,9 (49,45)	0,25	0,55	0,85	2,0	4,9	7,5
98,8 (49,40)	0,25	0,55	0,85	2,0	4,9	7,5
98,7 (49,35)	0,25	0,55	0,85	2,0	4,9	7,5
98,6 (49,30)	0,25	0,55	0,85	2,0	4,9	7,5...7,6
98,5 (49,25)	0,25	0,56	0,86	2,0	4,9	7,6

Таблица 3

Остаточная влажность «сухой» нефти 0,1 % об.						
Переградуированный на отлив объем колбы, мл	Доливаемый объем воды, мл					
	0,2 (0,1)	0,5 (0,25)	0,8 (0,4)	2 (1)	5 (2,5)	8 (4)
100 (50)	0,3	0,6	0,89	2,1	4,9	7,5
99,9 (49,95)	0,3	0,6	0,89	2,1	4,9	7,5
99,8 (49,90)	0,3	0,6	0,89	2,1	4,9	7,5
99,7 (49,85)	0,3	0,6	0,89...0,90	2,1	4,9	7,5
99,6 (49,80)	0,3	0,6	0,9	2,1	4,9	7,5
99,5 (49,75)	0,3	0,6	0,9	2,1	4,9	7,5
99,4 (49,70)	0,3	0,6	0,9	2,1	4,9	7,5
99,3 (49,65)	0,3	0,6	0,9	2,1	4,9	7,5...7,6
99,2 (49,60)	0,3	0,6	0,9	2,1	4,9	7,5...7,6
99,1 (49,55)	0,3	0,6	0,9	2,1	4,9	7,6
99,0 (49,50)	0,3	0,6	0,9	2,1	4,9	7,6
98,9 (49,45)	0,3	0,6	0,9	2,1	4,9	7,6
98,8 (49,40)	0,3	0,6	0,9	2,1	4,9	7,6
98,7 (49,35)	0,3	0,6	0,9	2,1	4,9	7,6
98,6 (49,30)	0,3	0,6	0,9	2,1	4,9	7,6
98,5 (49,25)	0,3	0,60...0,61	0,90...0,91	2,1	4,9	7,6

Таблица 4

Остаточная влажность «сухой» нефти 0,2 % об.					
Переградуированный на отлив объем колбы, мл	Доливаемый объем воды, мл				
	0,3 (0,15)	0,6 (0,3)	2 (1)	5 (2,5)	8 (4)
100 (50)	0,5	0,8	2,2	4,9...5,0	7,6
99,9 (49,95)	0,5	0,8	2,2	5,0	7,6
99,8 (49,90)	0,5	0,8	2,2	5,0	7,6
99,7 (49,85)	0,5	0,8	2,2	5,0	7,6
99,6 (49,80)	0,5	0,8	2,2	5,0	7,6
99,5 (49,75)	0,5	0,8	2,2	5,0	7,6
99,4 (49,70)	0,5	0,8	2,2	5,0	7,6
99,3 (49,65)	0,5	0,8	2,2	5,0	7,6
99,2 (49,60)	0,5	0,8	2,2	5,0	7,6...7,7
99,1 (49,55)	0,5	0,8	2,2	5,0	7,6...7,7
99,0 (49,50)	0,5	0,8	2,2	5,0	7,7
98,9 (49,45)	0,5	0,8	2,2	5,0	7,7
98,8 (49,40)	0,5	0,8	2,2	5,0	7,7
98,7 (49,35)	0,5	0,8	2,2	5,0	7,7
98,6 (49,30)	0,5	0,8	2,2	5,0	7,7
98,5 (49,25)	0,5	0,8	2,2	5,0	7,7

ПРИЛОЖЕНИЕ 5

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ АНАЛИЗАТОРА АОЛ 101М

Заводской номер _____

Предприятие – изготовитель _____

Дата выпуска _____

Представлен _____

Диапазон измерений _____

Допускаемая приведенная относительная погрешность по каждому верхнему пределу измерений _____

Дата поверки _____

Значение объемной концентрации воды в поверочной пробе, %	Результаты измерений, %			Измеренное наименьшее (наибольшее) из трех значений концентрации, %	Допускаемая приведенная относительная погрешность, %

Допускаемая приведенная относительная погрешность составила

Заключение _____

Подпись поверителя _____

Дата _____