

**ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ
МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ СЛУЖБЫ
(ФГУП "ВНИИМС")**

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель директора ФГУП "ВНИИМС"

В.Н. Яншин
2015 г.



**ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ
ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ**

**СИСТЕМА
информационно-измерительная
"ИИС-Нефтехимия-01"
Методика поверки
К59-001. МП**

н.р. 60438-15

Инв. № подл	Подп. и дата	Взам.инв.№	Инв.№ дубл.	Подп. и дата

Москва

Настоящий документ распространяется на систему информационно-измерительную "ИИС-Нефтехимия-01" (в дальнейшем – система) и устанавливает методику первичной и периодической поверок системы.

Система подлежит периодической поверке в процессе эксплуатации, хранения и после ремонта.

Поверку системы проводят организации, аккредитованные на право поверки согласно ПР 50.2.014-96.

Периодическую поверку системы проводят в реальных условиях эксплуатации с использованием измеряемой среды, для учета которой она предназначена: спирта этилового синтетического и водноспиртовых растворов.

Межповерочный интервал – не более 1 года.

Расходомеры Promass, входящие в систему, поверяются в установленном порядке по методике "Расходомеры массовые Promass. Методика поверки. Изменение №1". Утверждена ФГУП "ВНИИМС" 26.12.2011 г. Проверка проводится с демонтажем расходомера.

Инв. № подл	Подп. и дата	Взам.инв.№	Инв.№ дубл.	Подп. и дата

Справ. номер	Перв. примен.

Изм	Лист	Н. Докум	Подп.	Дата
Разраб	Буртасов			
Пров.	Зотов			
Гл.метрол.	Зотов			
Н. контр				
Утв.	Алексин			

K59-001. МП

Система информационно-измерительная
«ИИС-Нефтехимия-01»
Методика поверки

Лит. Лист Листов

0 2 15

1 Операции поверки

1.1 При проведении поверки выполняют операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1

Наименование операции	Номер пункта методики поверки
1 Внешний осмотр	6.1
2 Опробование	6.2
3.Определение метрологических характеристик:	6.3.1-6.3.6
3.1 Определение относительной погрешности измерений объема измеряемой среды, приведенного к температуре 20 °C	6.3.3
3.2 Определение абсолютной погрешности измерений температуры	6.3.4
3.3 Определение абсолютной погрешности измерений плотности	6.3.4
3.4 Определение абсолютной погрешности измерений крепости	6.3.5
3.5 Определение относительной погрешности измерений объема безводного спирта, приведенного к температуре плюс 20 °C	6.3.6

Инв. № подп	Подп. и дата	Взам.инв.№	Инв.№ дубл.	Подп. и дата

Изм	Лист	N. Докум	Подп.	Дата

K59-001. МП

Лист

3

2 Средства поверки

2.1 При проведении поверки применяют средства измерений, испытательное оборудование и вспомогательные средства, указанные в таблице 2. Средства измерений должны быть поверены и иметь действующие свидетельства о поверке. Испытательное оборудование должно быть аттестовано.

Допускается применение средств измерений других типов, обеспечивающих измерение параметров с требуемой точностью.

Таблица 2

Наименование средства поверки	Тип средства поверки или номер документа, регламентирующего технические требования к средству поверки	Используемые метрологические и (или) основные технические характеристики	Кол.
Мерники металлические технические 1-го класса, отвечающие требованиям	ГОСТ 13844-68	Вместимость – от 1 м ³ до 50м ³ (при 20 °C) Погрешность - ± 0,2 %	1
Термометр лабораторный ртутный	ГОСТ 28498-90	Диапазон измеряемых температур от - 30 до +20 °C или 0-50°C; Цена деления 0,1 °C	1
Ареометр для спирта АСП-1	ГОСТ 18481-81	Цена деления ± 0,1 %. Диапазон измерения 90-100 %	1
Ареометр для нефтепродуктов АОН-І	ГОСТ 18481-81	Шкала 0,760 - 0,820 г/см ³ Цена деления 0,001г/см ³ .	1
Пробоотборник переносной	ГОСТ 2517-2012	Рис. А.3, А.6, А.7	1

Инв. № подл	Подп. и дата	Взам.Инв.№	Инв.№ дубл.	Подп. и дата

Изм	Лист	N. Докум	Подп.	Дата

3 Требования безопасности

3.1. При поверке системы соблюдают требования безопасности, определяемые ГОСТ 12.2.007.0-75, ГОСТ 12.3.019-80.

3.2 К поверке системы допускают лиц, прошедших инструктаж по технике безопасности и изучивших эксплуатационную документацию на систему, средства измерений и испытательное оборудование.

3.3 Перед включением в сеть составные части системы, средства измерения и испытательное оборудование, имеющие клемму заземления, необходимо заземлить.

**ВНИМАНИЕ! ВСЕ РАБОТЫ ПО МОНТАЖУ И ДЕМОНТАЖУ
НЕОБХОДИМО ВЫПОЛНЯТЬ ПРИ ОТКЛЮЧЕННОМ НАПРЯЖЕНИИ
ПИТАНИЯ И ПРИ ОТСУТСТВИИ ИЗБЫТОЧНОГО ДАВЛЕНИЯ
ИЗМЕРЯЕМОЙ СРЕДЫ В ТРУБОПРОВОДЕ.**

Инв. № подл	Подп. и дата	Взам.инв.№	Инв.№ дубл.	Подп. и дата

Изм	Лист	N. Докум	Подп.	Дата

K59-001. МП

Лист

5

4 Условия поверки

4.1 При проведении поверки соблюдаются следующие условия:

- температура окружающего воздуха плюс (20 ± 15) °C;
- относительная влажность окружающего воздуха 30-80 %;
- атмосферное давление 84-106 кПа (630-795 мм рт.ст.);
- поверочная среда при всех видах поверки – жидкость, для учета которой измерительная система предназначена согласно паспорту (спирт или водно-спиртовой раствор); крепость поверочной среды не должна выходить за пределы диапазона крепости, указанного в паспорте системы;

- температура поверочной среды плюс (20 ± 15) °C;
- напряжение питания (220 ± 20) В, частотой (50 ± 1) Гц;
- диаметр трубопровода на входе и выходе расходомера $D_u\pm2$ %;
- внешние источники электрических и магнитных полей находятся на расстоянии не менее 3 м от системы;

- вся внутренняя полость трубы расходомера заполнена поверочной средой.

ВНИМАНИЕ! НАЛИЧИЕ ГАЗОВ В ТРУБЕ РАСХОДОМЕРА ПРИ ИЗМЕРЕНИЯХ НЕ ДОПУСКАЕТСЯ!

ВНИМАНИЕ! ЗАКРУТКА ПОТОКА НА ВХОДЕ РАСХОДОМЕРА НЕ ДОПУСКАЕТСЯ!

Инв. № подп	Подп. и дата	Взам. инв.№	Инв.№ дубл.	Подп. и дата

Изм	Лист	N. Докум	Подп.	Дата

5 Подготовка к поверке

5.1 Проверяют наличие действующих свидетельств о поверке средств измерений, входящих в систему и средств измерений, используемых при поверке системы.

5.2 Проверяют наличие эксплуатационной документации на систему и ее составные части.

5.3 Подготавливают к работе средства измерений, применяемые при поверке системы, в соответствии с их эксплуатационной документацией.

5.4 Перед началом проверки метрологических характеристик систему выдерживают во включенном состоянии и при заполненном трубопроводе не менее 5 мин.

Инв. № подл	Подп. и дата	Взам.инв.№	Инв.№ дубл.	Подп. и дата

Изм	Лист	N. Докум	Подп.	Дата
-----	------	----------	-------	------

K59-001. МП

Лист

7

6 Проведение поверки

6.1 Внешний осмотр

6.1.1 При внешнем осмотре устанавливают соответствие поверяемой системы следующим требованиям:

- комплектность соответствует указанной в паспорте системы;
- маркировка и пломбирование составных частей системы соответствуют указанным в руководстве по эксплуатации системы и составных частей, целостность маркировки и пломб не нарушена;
- заводские порядковые номера составных частей системы соответствуют указанным в паспорте системы;
- корпуса составных частей системы, разъемные соединители не имеют механических повреждений, влияющих на работоспособность системы; внутренняя полость трубы расходомера чистая;
- экраны расходомера Promass и ПЭВМ не имеют дефектов, препятствующих правильному считыванию;
- контакты разъемов чистые и не имеют следов коррозии;
- соединительные кабели не имеют повреждений, нарушающих работоспособность системы.

Инв. № подл	Подп. и дата	Взам.инв.№	Инв.№ дубл.	Подп. и дата
-------------	--------------	------------	-------------	--------------

Изм	Лист	N. Докум	Подп.	Дата
-----	------	----------	-------	------

K59-001. МП

Лист

8

6.2 Опробование

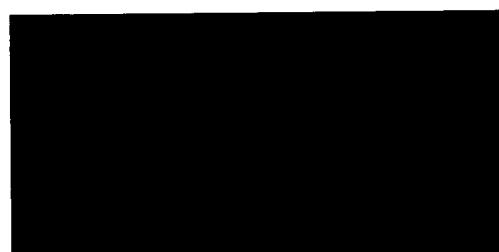
6.2.1 Запуск системы

Подают питание на систему "ИИС-Нефтехимия-01"

В первую очередь подают питание на расходомеры Promass 83F (E). Через 10-15 с на дисплее расходомеров должна появится заставка:



Заставка сохраняется 10-15 с, после чего расходомер переходит в рабочий режим, и на дисплее появляется сообщение подобное этому:



При запуске расходомера, либо при дальнейшей работе, на дисплее могут появиться сообщения об ошибках. Перечень таких сообщений приведен в "Руководстве по эксплуатации Promass 83. Измерительная система кориолисового массового расходометра"

Далее подают питание на компьютер.

При включении компьютера происходит загрузка операционной системы (Windows XP prof. SP2 или выше) и автоматически загружается программное обеспечение, необходимое для сбора и отображения данных с расходомеров (SCADA InTouch 10.0). Вся загрузка занимает примерно 2-3 минуты. Первым появляется окно проверки контрольных сумм метрологически значимых модулей программного обеспечения, см. рис.1. Нажимают кнопку "Ок", если контрольные суммы совпадают с параметрами записанной в документации на измерительную систему, на экране компьютера появится изображение подобное показанному на рис.2, иначе система завершает работу.

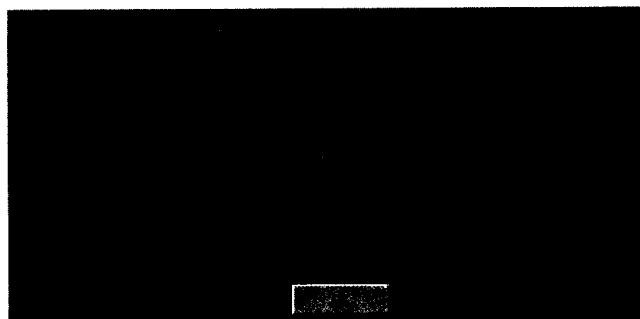


Рис.1

Инв. № подл	Подп. и дата	Взам.инв.№	Инв.№ дубл.	Подп. и дата

Изм	Лист	N. Докум	Подп.	Дата

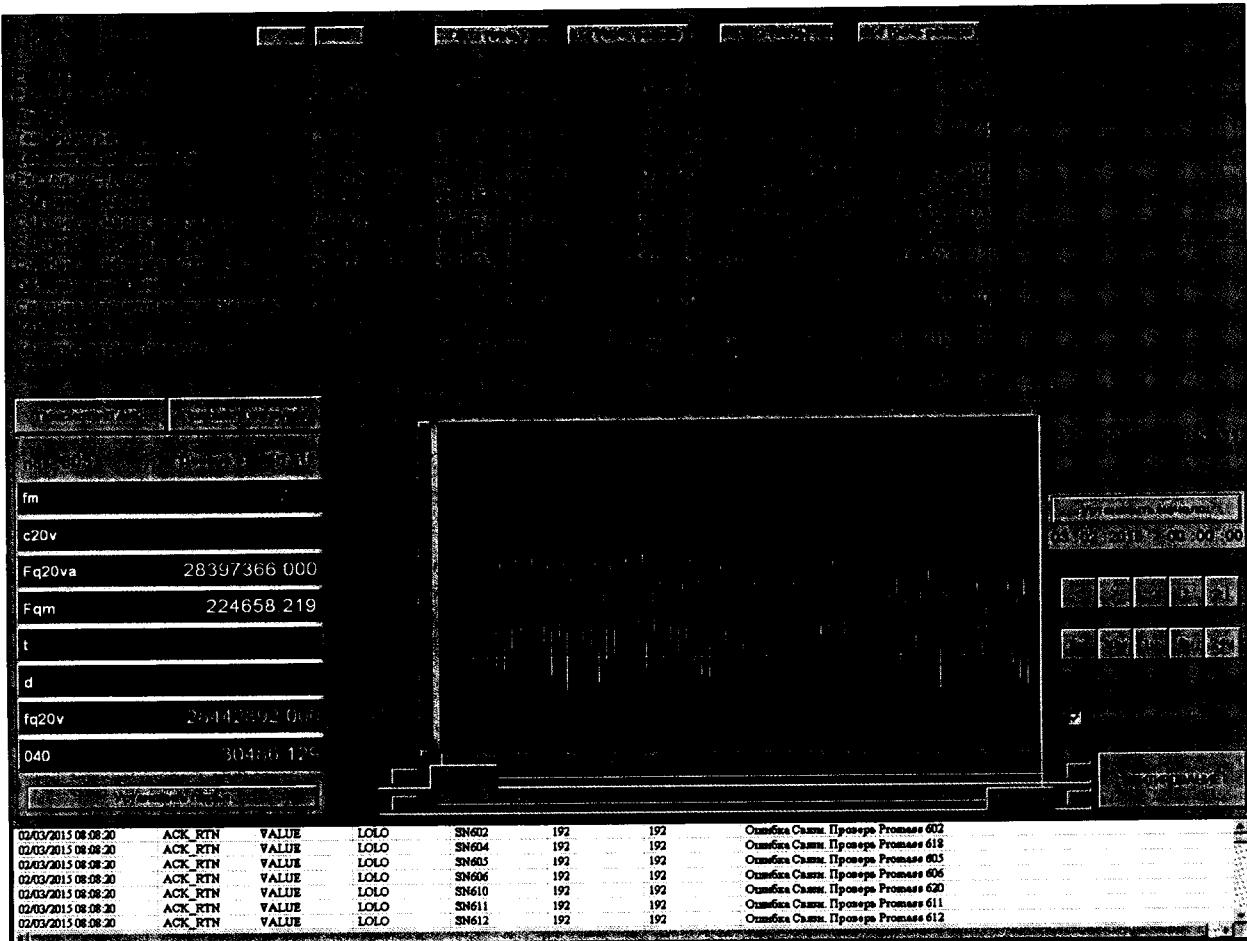


Рис.2

6.2.2 Проверка отображения параметров измеряемой среды и параметров системы

6.2.2.1 При первоначальной загрузке, система сканирует шину HART с целью обнаружения подключенных расходомеров. В процессе сканирования заполняются данные в таблице на дисплее. Данные со всех расходомеров будут обновлены примерно через 40-50 секунд (т.е. цикл опроса всех расходомеров 40-50 с). По истечении этого времени необходимо убедится, что все поля в таблице заполнены и отображаются синим или фиолетовым цветом, но не черным, означающим, что параметр не достоверен.

6.2.2.2 Для проверки достоверности передачи данных по приборной шине от расходомеров сверяют показания дисплея расходомера в точке измерения с показаниями, индицируемыми на дисплее компьютера. Расхождений в показаниях параметров среды, измеряемых, высчитываемых и отображаемых расходомером Promass 83F и компьютером, быть не должно. Необходимо учитывать, что показания на экране компьютера могут запаздывать на время цикла опроса расходомера, т.е. на 40-50 с.

6.2.2.3 Для проверки достоверности передачи данных, полученных системой об измеряемой среде, в сеть ЕГАИС, сравнивают полученные результаты с распечаткой базы данных сервера ЕГАИС ЗАО "ННК" за это же время и дату.

6.2.2.4 Если при выполнении п.п. 6.2.1 и 6.2.2. не было обнаружено расхождений в отображении параметров измеряемой среды и параметров системы, а также не обнаружено ошибок и сбоев в работе системы, значит система работает правильно и готова к проведению измерений.

Инв. № подл	Подп. и дата	Взам.Инв.№	Инв.№ дубл.	Подп. и дата

Изм	Лист	Н. Докум	Подп.	Дата

6.3 Определение метрологических характеристик

Проверку системы проводят на территории ЗАО "ННК". Структурная схема узлов учета спирта ЗАО "ННК" приведена в Приложении А.

6.3.1 Включают систему и входят в главное меню. Проверяют состояние системы (строка "Код ошибки устр./Сост.связи SD/SN") для поверяемой точки учета. Код ошибки устройства - это код ошибки датчика расхода PROMASS. Значение при нормальной работе равно 0. Код состояния связи отражает состояние связи системы отображения с датчиком расхода PROMASS. Значение при нормальной работе равно 192.

Если значения код ошибки устройства (SD) отлично от 0 и/или код состояния связи (SN) отлично от 192, поверку данной точки учета проводить нельзя.

Убеждаются, что мерник (мерники) в который будет подаваться спирт пустой.

Фиксируют показания системы по параметрам "FQm", "FQma", "FQ20v", "FQ20va", "C20v".

Примечание: параметры "FQ20v", "FQ20va", "C20v" – основные метрологические параметры, параметры "FQm", "FQma" – будут нужны в случае анализа причин неудовлетворительных результатов по основным параметрам.

В соответствии со схемой (Приложение А) включают подачу измеряемой среды, в пределах рабочего диапазона Promass, по линии приема спирта этилового синтетического технического через расходомер точки измерения 1 в приемный мерник. Мерник заполняется. Отключают подачу измеряемой среды или переключают на другой мерник при полном заполнении первого мерника. Проводят измерение количества безводного спирта и водно-спиртового раствора приведенного к температуре 20 °C в приемном мернике (мерниках) на конец измерений согласно приложения Б и В данной методики поверки. Фиксируют их количество, при необходимости и степень заполнения последнего шкального мерника и время измерений.

Система автоматически провела измерения, расчеты и определила требуемые параметры измеряемой среды и зафиксировала время начала и окончания операции.

Фиксируют показания системы по параметрам "FQm", "FQma", "FQ20v", "FQ20va", "C20v".

6.3.2 Аналогичную процедуру согласно п.6.3.1 повторяют для других точек измерений. В связи с большими объемами спирта, используемого при поверке системы, и технологическими особенностями работы предприятия допускается, метрологические характеристики каждой точки измерений определять не единовременно, а группами по видам используемого спирта.

6.3.3 Определение относительной погрешности измерения объема измеряемой среды приведенной к температуре 20 °C.

Измерения проводят согласно приложению Б, пункт 2. Если спирт с добавкой измерения производят согласно приложению Б, пункт 3.

Определяют погрешность измерений объема при i-ом измерении δ_{Vi} , %, по формуле

$$\delta_{Vi} = 100 \cdot (Vi - Vm) / ((Vm + Vi) : 2)$$

где Vi – объем измеренный системой, приведенный к 20 °C, дкл;

Vm - объем измеренный мерником, приведенный к 20 °C, дкл.

Значение погрешности при каждом измерении не должно превышать $\pm 0,5\%$.

Инв. № подл	Подп. и дата	Взам.инв.№	Инв.№ дубл	Подп. и дата

Изм	Лист	N. Докум	Подп.	Дата

Если при одном из измерений значение погрешности δ_{Vi} , превысит допустимую величину, то проводят оценку на наличие грубой погрешности измерения. Для этого проводят еще два измерения.

Если значение погрешности δ_{Vi} , хотя бы при одном из дополнительных измерений превысит допустимую величину, то систему по данной точке измерений бракуют.

Если значение погрешности δ_{Vi} , при каждом из этих дополнительных измерений не более $\pm 0,5\%$, то значение погрешности, превысившее $\pm 0,5\%$, считают грубой погрешностью и в расчет не принимают.

Систему считают выдержанной поверкой, если относительная погрешность измерений объема при каждом измерении, за исключением грубой погрешности измерения не превышает $\pm 0,5\%$.

Систему бракуют, если хотя бы при одном измерении значение погрешности, не являющейся грубой, превышает $\pm 0,5\%$.

6.3.4 Определение абсолютной погрешности измерений температуры и плотности.

Т.к., расходомеры Promass, входящие в систему, поверяют по методике "Расходомеры массовые Promass. Методика поверки. Утверждена ФГУП "ВНИИМС" 26.12.2011г.", то поверка каналов измерений температуры и плотности на объекте не проводится. Проводится только сличение показаний на дисплее Promass и экране ПЭВМ по каналам измерения плотности и температуры, см. пункт 6.2.2.

Проверка Promass проводится на поверочной установке с демонтажем расходометра.

6.3.5 Определение абсолютной погрешности измерений концентрации (крепости).

Отбирают пробу из заполненного трубопровода непосредственно за расходомером. При этом: фиксируют дату и время отбора пробы, показания концентрации в момент отбора пробы (параметр "C20v" на дисплее ПЭВМ), заводской номер прибора в поверяемой точке измерений. Пробу передают в лабораторию для определения значения концентрации (крепости) S_{Cr} измеряемой среды. Объемную концентрацию спирта (крепость) в измеряемой среде определяют в аккредитованной лаборатории в соответствии с ГОСТ 3639-79.

Погрешность измерений концентрации определяют по формуле

$$\Delta S = S_i - S_{Cr},$$

где S_i – концентрация, рассчитанная системой.

Значение абсолютной погрешности измерений крепости не должно превышать $\pm 0,5\%$ об.

6.3.6 Определение относительной погрешности измерений объема безводного спирта, приведенного к температуре плюс 20 °C.

Измерения проводят согласно приложению Б, пункт 1.

Определяют относительную погрешность измерения объема безводного спирта, приведенного к температуре плюс 20 °C, при i -ом измерении δ_{Vai} , %, по формуле

$$\delta_{Vai} = 100 \cdot (V_{ai} - V_{am}) / ((V_{am} + V_{ai}) : 2),$$

Инв. № подл	Подп. и дата	Взам.инв.№	Инв.№ дубл.	Подп. и дата

Изм	Лист	N. Докум	Подп.	Дата

где V_{ai} – значение объема безводного спирта, измеренное системой при i-ом измерении, дал;

V_{am} - значение объема безводного спирта принятого в мерник, дал.

Количество безводного спирта, содержащегося в водно-спиртовом растворе , отнесенное к его нормальной температуре (+20 °C), выражается произведением от умножения фактического объема водно-спиртового раствора на множитель, определяемый по табл. 5 "Таблицы для определения содержания этилового спирта в водно-спиртовых растворах", том 2, Москва, ИПК издательство стандартов, 1999г.

$$V_{20a} = V_t \cdot n \quad (\phi.1)$$

где V_{20a} - объем безводного спирта при +20 °C, дал;

V_t - объем водно-спиртового раствора при фактической температуре, дкл;

n - множитель для определения объема этилового спирта при 20 °C, содержащегося в данном объеме водно - спиртового раствора, в зависимости от температуры, находится по табл.5 "Таблицы для определения этилового спирта в водно-спиртовых растворах".

Инв. № подл	Подп. и дата	Взам.Инв.№	Инв.№ дубл.	Подп. и дата

Изм	Лист	N. Докум	Подп.	Дата

K59-001. МП

Лист

13

7 Оформление результатов поверки

7.1 Результаты поверки заносят в протокол, форма которого приведена в приложении Г.

7.2 При получении положительных результатов поверки в паспорте системы делают запись о соответствии системы параметрам, указанным в эксплуатационной документации.

Записи заверяют подписью лица, проводившего поверку, и ставят отиск поверительного клейма в паспорт системы для каждой точки измерений.

Система, прошедшая поверку с положительными результатами, подлежит клеймению в соответствии с ПР50.2.006-98 и допускается к эксплуатации ЗАО "ННК".

7.3 При отрицательных результатах поверки по всем точкам измерений систему к работе не допускают, все клейма гасят и выдают извещение о ее непригодности к эксплуатации с указанием причин в соответствии с ПР50.2.006. При отрицательных результатах для отдельной точки измерений, клеймо по этой точке измерений гасят и выдают извещение о непригодности этой точки к эксплуатации. При этом допускается работа по прошедшему поверку другим точкам измерений и системы в целом.

По забракованной точке измерений проводят мероприятия по локализации причины недостоверных результатов по этой точке, устраниют причины недостоверных показаний (вплоть до замены расходомера в данной точке) и проводят повторную поверку системы в данной точке измерений.

Инв. № подп	Подп. и дата	Взам. инв.№	Инв.№ дубл.	Подп. и дата

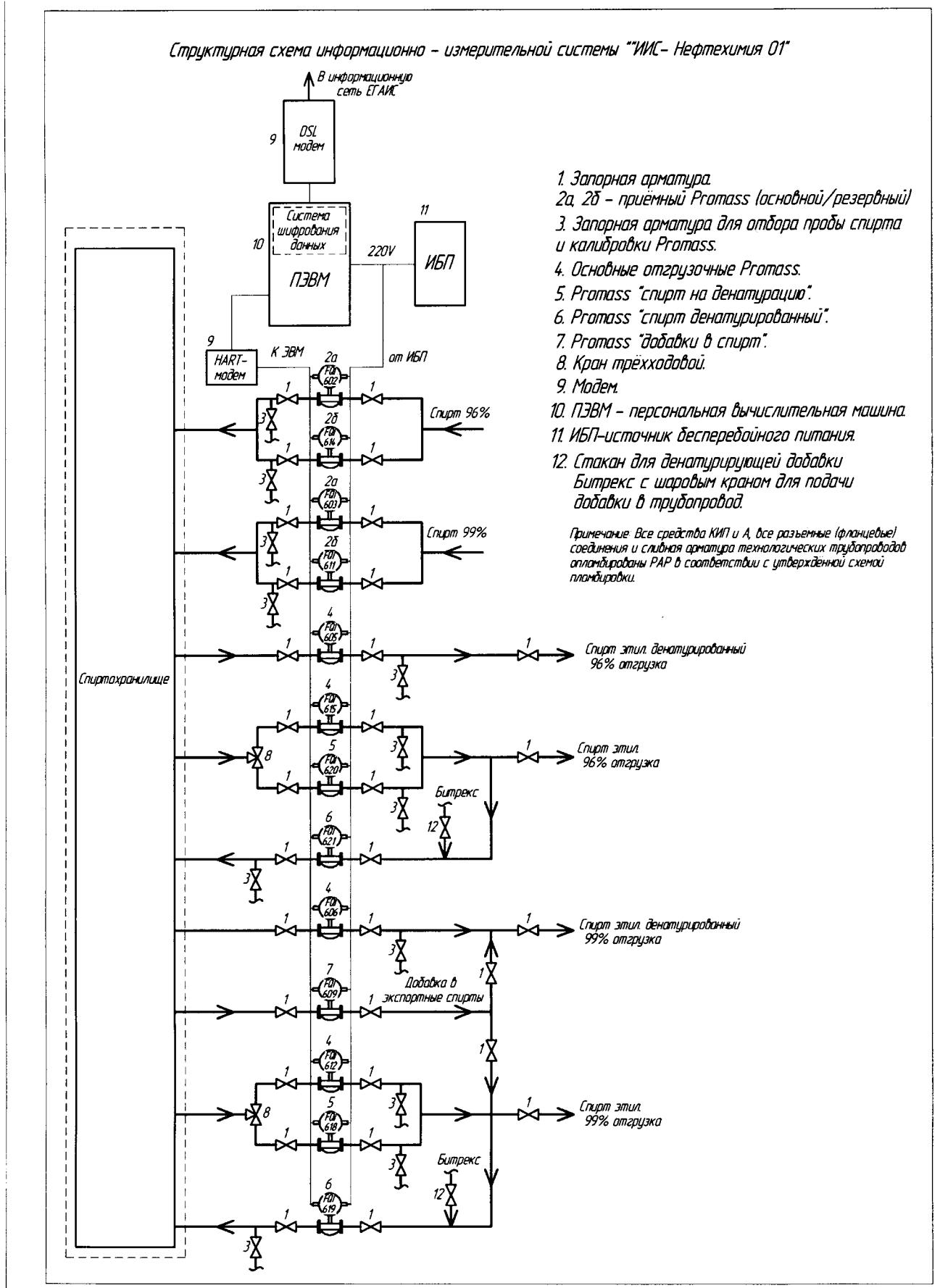
Изм	Лист	N. Докум	Подп.	Дата

K59-001. МП

Лист

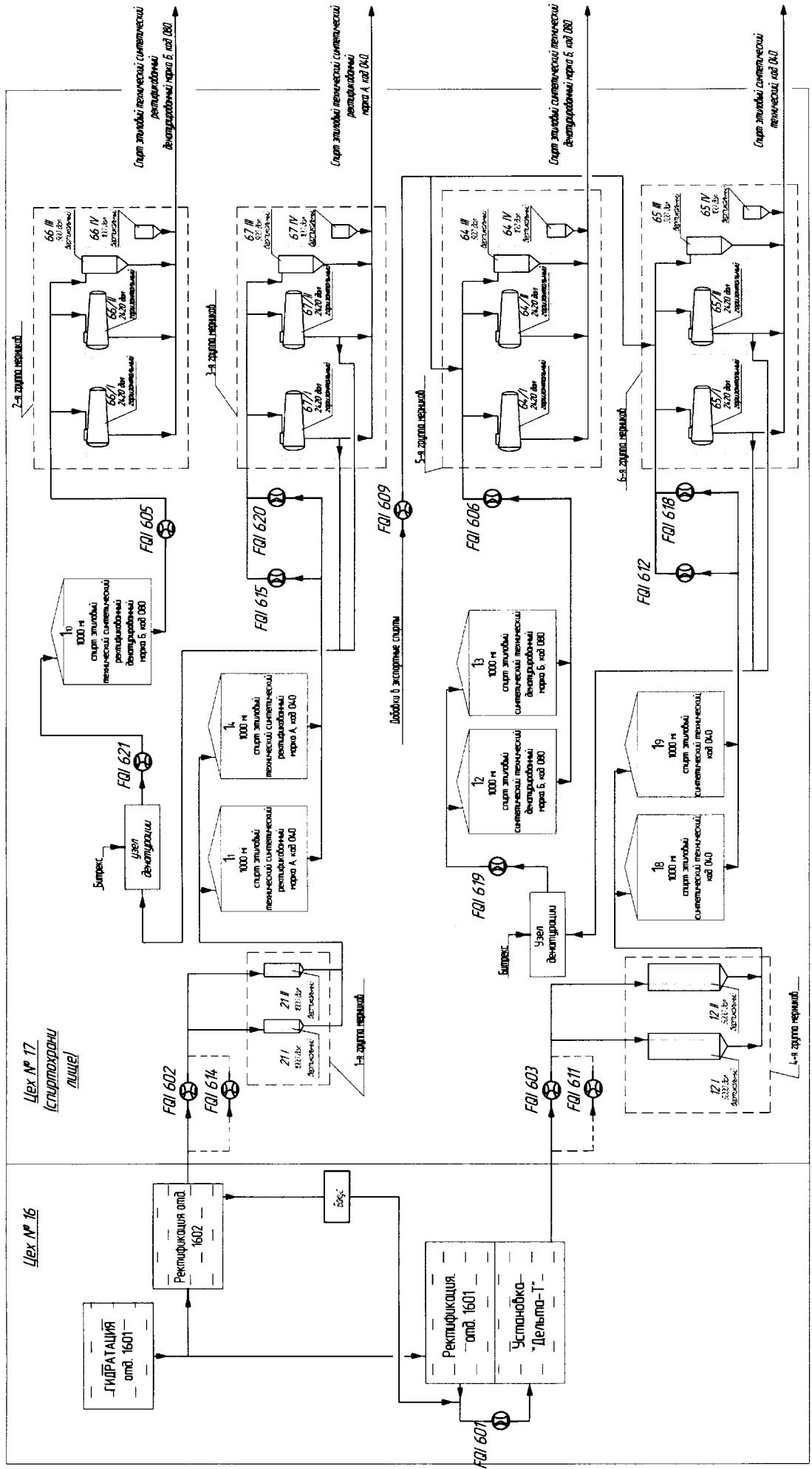
14

Приложение А



Приложение А (продолжение)

ПРИНЦИПИАЛЬНАЯ СХЕМА ПРИЁМА И ОТПУСКИ ЭТИЛОВОГО СПИРТА ЧЕРЕЗ МЕРНИКИ



1. Измерение количества безводного спирта в водно-спиртовых растворах с применением мерников металлических технических 1-го класса

Порядок измерения количества безводного спирта в водно-спиртовых растворах с помощью мерников проводится, как регламентирует "Инструкция по приёмке, хранению, отпуску, транспортированию и учёту этилового спирта" от 25 сентября 1985 года.

Единицей измерения этилового спирта является декалитр безводного спирта (дал б.с.) при температуре +20 °C.

Для измерений объема спирта на ЗАО "ННК" служат металлические технические мерники 1 класса вместимостью от 100 до 5000 дал, прошедшие государственную поверку и отвечающие требованиям ГОСТ 13844-68 "Мерники металлические технические. Методы и средства поверки".

Концентрация спирта в водно-спиртовых растворах (ВСР) в процентах (по объему) определяется в соответствии с ГОСТ 3639-79 "Растворы водно-спиртовые. Методы определения концентрации этилового спирта" ареометрами для спирта типов АСП-1 и АСП-2 по

ГОСТ 18481-81 или металлическим спиртомером типа А и термометром ртутным стеклянным лабораторным (группа 4, тип А и Б ГОСТ 215-73) с диапазоном измерений от минус 30 до плюс 20 °C и от 0 до +55 °C в стеклянных цилиндрах по ГОСТ 18481-81 исполнения I. Данные по концентрации спирта может давать, аккредитованная на этот вид измерений, лаборатория.

Количество безводного спирта, содержащегося в водно-спиртовом растворе, отнесенное к его нормальной температуре (+20°C), выражается произведением от умножения фактического объема водно-спиртового раствора на множитель, определяемый по табл. 5 "Таблицы для определения содержания этилового спирта в водно-спиртовых растворах".

$$V_{20a} = V_t \cdot n \quad (\phi.1)$$

где V_{20a} - объем безводного спирта при +20 °C, дал;

V_t - объем водно-спиртового раствора при фактической температуре, дкл;

n - множитель для определения объема этилового спирта при 20 °C, содержащегося в данном объеме водно-спиртового раствора, в зависимости от температуры, находится по таблице 5 ("Таблицы для определения содержания этилового спирта в водно-спиртовых растворах", Том №2, Таблица №5 (множители для определения объема этилового спирта), ИПК Издательство стандартов, Москва 1999 г.)

По окончании последнего измерения и налива в мерник подсчитывают общий объем ВСР и выводится его средняя температура в мерниках.

При замерах спирта мерниками разной вместимости выводится среднединамическая температура. (Пункт 2.1.5 инструкция по спирту 1985 г.)

Пример. 1-й отмер - 2400 дал при температуре +15 °C,

2-й отмер - 500 дал при температуре +17 °C.

3-й отмер - 50 дал при температуре +18 °C.

Средняя температура в мерниках

$$T = \frac{(15 \times 2400) + (17 \times 500) + (18 \times 50)}{2950} = 15,39 \text{ }^{\circ}\text{C}.$$

Если при измерениях, температура спирта в мернике отличается от нормальной (+20 °C), вводится поправка на объемное расширение мерника, независимо от размеров отклонения температуры от нормальной (см. приложение В). Поправка вносится отдель-

ной строкой.

На основании установленной концентрации спирта и средней его температуры в мерниках, по табл. 5 "Таблиц" находят множитель, на который умножают показатель объема спирта в мерниках, в результате чего определяют количество декалитров безводного спирта.

Порядок действий:

1. Измеряют температуру ВСР в приёмном мернике (мерниках) после его заполнения, °C;
2. Отбирают пробу ВСР из мерника (мерников). При использовании нескольких мерников, допускается, пробу отбирать из каждого мерника, пропорционально объёму ВСР в мернике, и передавать на анализ среднюю пробу;
3. Находят концентрацию спирта (данные по концентрации спирта может давать, аккредитованная на этот вид измерений, лаборатория), % об.;
4. Определяют объёмное расширение мерника, при отличии температуры мерника от 20°C (см. приложение В), дкл;
5. Находят количество ВСР в мернике, с учетом температурной поправки на объём мерника, дкл;
6. Находят количество безводного спирта, содержащегося в мернике (мерниках), по формуле 1, дал.
7. Сравнивают полученное значение количества безводного спирта по мерникам с количеством безводного спирта по файлу ЕГАИС за эту технологическую операцию.

При этих измерениях используются:

1. Мерники металлические технические 1-го класса вместимостью от 100 до 5000 дал, отвечающие требованиям ГОСТ 13844-68 "Мерники металлические технические. Методы и средства поверки", погрешность измерений $\pm 0,2\%$.
2. Термометр лабораторный ртутный ТЛ-4 ТУ 25-2021.003-88, ГОСТ 28498-90 с ценой деления 0,1 °C диапазон измерений минус 30...+20 или 0...50 °C, погрешность измерений $\pm 0,2\%$.
3. Объемная концентрация спирта в ВСР определяется аккредитованной лабораторий в соответствии с ГОСТ 3639-79, погрешность измерения $\pm 0,1\%$ об.
4. Отбор проб из мерников осуществляется в соответствии с ГОСТ 2517-2012 с использованием переносного пробоотборника по ГОСТ 2517-2012.

2. Измерение количества водно-спиртового раствора, приведенного к температуре 20 °C, с применением мерников металлических технических 1-го класса.

Для измерений объема спирта на ЗАО "ННК" служат металлические технические мерники I класса вместимостью от 100 до 5000 дал, прошедшие государственную поверку и отвечающие требованиям ГОСТ 13844-68 "Мерники металлические технические. Методы и средства поверки".

Концентрация спирта в водно-спиртовых растворах в процентах (по объему) определяется в соответствии с ГОСТ 3639-79 "Растворы водно-спиртовые. Методы определения концентрации этилового спирта" ареометрами для спирта типов АСП-1 и АСП-2 по ГОСТ 18481-81 или металлическим спиртометром типа А и термометром ртутным стеклянным лабораторным (группа 4, тип А и Б ГОСТ 215-73) с диапазоном измерений от минус 30 до плюс 20 °C и от 0 до +55 °C в стеклянных цилиндрах по ГОСТ 18481-81 исполнения I. Данные по концентрации спирта может давать, аккредитованная на этот вид измерений, лаборатория.

1. Измеряют температуру ВСР в приёмном мернике (мерниках) после его заполнения, °C;
2. Отбирают пробу ВСР из мерника каждого мерника, пропорционально объёму ВСР в мернике, и передают на анализ среднюю пробу;
3. Находят концентрацию спирта (данные по концентрации спирта может давать, аккредитованная на этот вид измерений, лаборатория), % об.;
4. Определяют объёмное расширение мерника, при отличии температуры мерника от 20 °C (см. приложение В), дкл;
5. Находят количество ВСР в мернике, с учетом температурной поправки на объём мерника, дкл;
6. По средней температуре ВСР в мернике, данным по объемной концентрации спирта, находят значения плотности спирта данной концентрации, при рабочей температуре и температуре 20 °C по данным из таблицы №2 ("Таблицы для определения содержания этилового спирта в водно-спиртовых растворах", Том №1, Таблица №2 (плотность водно-спиртового раствора в зависимости от температуры и относительного содержания спирта (по объёму) при температуре плюс 20°C), ИПК Издательство стандартов, Москва 1999 г.)
7. Находят объем ВСР, приведенный к температуре 20 °C, по формуле 2.

$$V_{20} = V_t \cdot (\rho_t / \rho_{20}) \quad (\phi.2)$$

где V_{20} - объем водно-спиртового раствора при +20 °C, дкл;
 V_t - объем водно-спиртового раствора при фактической т-ре, дкл;
 ρ_t - плотность спирта данной концентрации при фактической т-ре, г/см³;
 ρ_{20} - плотность спирта данной концентрации при т-ре 20 °C, г/см³.

8. Сравнивают полученное значение количества ВСР по мерникам с количеством ВСР по файлу ЕГАИС за эту технологическую операцию.

При этих измерениях используются:

1. Мерники металлические технические 1-го класса вместимостью от 100 до 5000 дал, отвечающие требованиям ГОСТ 13844-68 "Мерники металлические технические. Методы и средства поверки", погрешность измерений ±0,2%

2. Термометр лабораторный ртутный ТЛ-4 ТУ 25-2021.003-88, ГОСТ 28498-90 с ценой деления 0,1 °С диапазон измерений минус 30...+20 или 0...50 °С, погрешность измерений $\pm 0,2$ °С.

3. Объемная концентрация спирта в ВСР определяется аккредитованной лабораторий в соответствии с ГОСТ 3639-79, погрешность измерения $\pm 0,1$ % об.

5. Отбор проб из мерников осуществляется в соответствии с ГОСТ 2517-2012 с использованием переносного пробоотборника по ГОСТ 2517-2012.

3. Измерение количества водно-спиртового раствора с добавкой, приведенного к температуре 20 °C, с применением мерников металлических технических 1-го класса.

Порядок действий следующий:

1. Измеряют температуру ВСР в приёмном мернике (мерниках), °C;
2. Отбирают пробу ВСР из мерника;
3. Находят концентрацию спирта (данные по концентрации спирта может давать, аккредитованная на этот вид измерений, лаборатория), % об.;
4. Определяют объёмное расширение мерника, при отличии температуры мерника от 20°C (см. приложение В), дкл;
5. Находят количество ВСР в мернике, с учетом температурной поправки на объём мерника, дкл;
6. По средней температуре ВСР в мернике и данным по объемной концентрации спирта, находят значения плотности спирта данной концентрации, при рабочей температуре и температуре 20°C по данным из таблицы №2 "таблицы для определения содержания этилового спирта в водно-спиртовых растворах";
7. Находят объем ВСР, приведенного к температуре 20 °C, по формуле 2

$$V_{20} = V_t \times (\rho_t / \rho_{20}) \quad (\text{ф.2})$$

где V_{20} - объем водно-спиртового раствора при +20 °C;
 V_t - объем водно-спиртового раствора при фактической т-ре;
 ρ_t - плотность спирта данной концентрации при фактической т-ре;
 ρ_{20} - плотность спирта данной концентрации при т-ре 20 °C.

8. Отбирают пробу добавки в спирт;
9. Определяют плотность добавки при 20°C (данные по плотности добавки может давать, аккредитованная на этот вид измерений, лаборатория), кг/дм³
10. Находят объём добавки приведённой к 20 °C, дкл. Для этого массу добавки m_d в кг, прошедшую за время технологической операции "отгрузка спирта с добавкой" через Promass, установленный на трубопроводе добавок поз.609, делят на плотность ρ_{d20} этой добавки при 20 °C по данным аккредитованной лаборатории по формуле 3

$$V_{d20} = m_d / \rho_{d20} \quad (\text{ф.3})$$

11. Находят объем ВСР с добавкой, приведенного к температуре 20 °C, путём суммирования по формуле 4

$$V_{20d} = V_{20} + V_{d20} \quad (\text{ф.4})$$

где V_{20d} - объем водно-спиртового раствора с добавкой при +20 °C;
 V_{d20} - объем добавки при 20 °C.

12. Находят объёмную концентрацию добавки в ВСР с добавкой по формуле 5

$$C_{d20} = V_{d20} / V_{20d} \quad (\text{ф.5})$$

13. Находят концентрацию спирта в ВСР с добавкой по формуле 6

$$C_{20d} = C_{20m} - C_{d20} \quad (\text{ф.6})$$

где

C_{20d} - объемная концентрация спирта в ВСР с добавкой, при +20 °C;
 C_{20m} - объемная концентрация спирта в ВСР, при +20 °C, в приёмном мернике (мерниках);
 C_{d20} - объёмная концентрация добавки в ВСР с добавкой, при +20 °C;

14. Сравнивают полученное значение количества ВСР с добавкой по мерникам с количеством ВСР с добавкой по файлу ЕГАИС за эту технологическую операцию.

Примечание: При работе со спиртом по ГОСТ Р 52574-2006 и применении хроматографического анализа определения концентрации спирта в смеси, обязательно учитывают суммарную объёмную концентрацию примесей в спирте (показанных в таблице 1 данного ГОСТа, (таких как: уксусный альдегид, кротоновый альдегид, диэтиловый эфир). Т.к. без учёта этих примесей в спирте хроматографический анализ даёт объёмную концентрацию этанола меньше, чем содержание спирта определяемого по ГОСТ 3639-79, на суммарную объёмную концентрацию примесей. Например:

$$C_{20_d} = C_{20_d, xp} + C_{20 \text{прим.}}$$

где $C_{20_d, xp}$ - объемная концентрация этанола в смеси ВСР с добавкой по хроматографическому анализу, при $+20^{\circ}\text{C}$;

$C_{20 \text{прим.}}$ - объемная концентрация примесей при $+20^{\circ}\text{C}$, в приёмном мернике (мерниках). Данные по примесям даёт аккредитованная лаборатория по хроматографическому анализу. Типовое значение для спиртов с добавками ЗАО "ННК" 0,4...0,8 % об.

При этих измерениях используются:

1. Мерники металлические технические 1-го класса вместимостью от 100 до 5000 дал, отвечающие требованиям ГОСТ 13844-68 "Мерники металлические технические. Методы и средства поверки", погрешность измерений $\pm 0,2\%$.
2. Термометр лабораторный ртутный ТЛ-4 ТУ 25-2021.003-88, ГОСТ 28498-90 с ценой деления $0,1^{\circ}\text{C}$ диапазон измерений минус 30...+20 или 0...50 $^{\circ}\text{C}$, погрешность измерений $\pm 0,2^{\circ}\text{C}$.

3. Объемная концентрация спирта в ВСР определяется аккредитованной лабораторий в соответствии с ГОСТ 3639-79, погрешность измерения $\pm 0,1\%$ об.
4. Отбор проб ВСР из мерников и добавки осуществляется в соответствии с
6. ГОСТ 2517-2012 с использованием переносного пробоотборника по ГОСТ 2517-2012.

5. Плотность добавки определяется ареометром для нефтепродуктов АОН-І с ценой деления $0,001 \text{ г}/\text{см}^3$, диапазон измерения $0,760 - 0,820 \text{ г}/\text{см}^3$ или берётся по данным аккредитованной лаборатории.

ТАБЛИЦА
ПОПРАВОК НА ОБЪЕМНОЕ РАСШИРЕНИЕ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ
ТЕХНИЧЕСКИХ МЕРНИКОВ I КЛАССА ПРИ ИЗМЕРЕНИИ ОБЪЕМОВ
СПИРТА (В ПРОЦЕНТАХ К ОБЪЕМУ СПИРТА, ОПРЕДЕЛЕННОМУ
ПО НОМИНАЛЬНОЙ ВМЕСТИМОСТИ МЕРНИКОВ)

Температура спирта в мернике, °C	Поправка к объему на объемное расширение мерника	Температура спирта в мернике, °C	Поправка к объему на объемное расширение мерника	Температура спирта в мернике, °C	Поправка к объему на объемное расширение мерника
32	0,044	10	-0,036	-11	-0,114
31	0,040	9	-0,04	-12	-0,118
30	0,037	8	-0,044	-13	-0,122
29	0,033	7	-0,047	-14	-0,125
28	0,029	6	-0,051	-15	-0,129
27	0,025	5	-0,055	-16	-0,133
26	0,022	4	-0,059	-17	-0,137
25	0,018	3	-0,063	-18	-0,141
24	0,014	2	-0,067	-19	-0,144
23	0,011	1	-0,071	-20	-0,148
22	0,007	0	-0,074	-21	-0,151
21	0,004	-1	-0,078	-22	-0,155
20	0,000	-2	-0,081	-23	-0,159
19	-0,004	-3	-0,085	-24	-0,163
18	-0,007	-4	-0,088	-25	-0,166
17	-0,011	-5	-0,092	-26	-0,169
16	-0,014	-6	-0,096	-27	-0,173
15	-0,018	-7	-0,099	-28	-0,177
14	-0,022	-8	-0,103	-29	-0,181
13	-0,025	-9	-0,107	-30	-0,185
12	-0,029	-10	-0,111		
11	-0,032				

Пример. Объем спирта по номинальной вместимости мерника определяется в 2500 дал, при температуре спирта в мернике +13 °C и +25 °C действительный объем спирта составит соответственно:

$$\frac{2500 \times 0,025}{100} = 0,625 \text{ дал } 2500 - 0,625 = 2499,375 \text{ дал};$$

$$\frac{2500 \times 0,018}{100} = 0,45 \text{ дал } 2500 + 0,45 = 2500,45 \text{ дал.}$$

Протокол
№ _____

от _____. _____. 20__ г.

Результаты определения концентрации, объема безводного спирта и ВСР приведённые, к температуре 20°C, по точке учёта спиртоизмеряющей системы ИИС-Нефтехимия-01 техн.

поз. FQI 603

Promass 83F40

заводской № D6024F02000

№ K59_04

1. Общая часть - определение объёма ВСР при рабочей температуре

Технологический номер мерника	Объем мерника при температуре 20°C, дкл	Средняя температура продукта в мернике, °C	Крепость, по лабор. исследованиям, % об.	Поправка на температурное расширение мерников, дкл	Объем мерников при раб. температуре, дкл
12/I	5000,12	29,9			
12/II	5000,02	28,1			
12/I	5000,12	27,3			
12/II	5000,02	26,4			
12/I	5000,12	27,5			
12/II	5000,02	28,2			
Общее:	30000,42	27,9	99,85	9,90	30010,32

2. Определение объёма безводного спирта при температуре 20°C

Содер.спирт при t=20 °C Множитель объема (таб.5)	Объем безв. спирта в мернике (как) при t=20 °C, дал	Объем безв. спирта (20°C) по Promass, до и после операции, дал	δ _{бс} , %	Допуск. ПГ %
0,99004	29711,51	34258,45 63963,57 29705,12	0,02%	± 0,8

3. Определение объёма ВСР, при температуре 20°C

Плотность ВСР при рабочей т-ре и т-ре 20°C (таб.2)/ множитель	Объем ВСР в мернике при т-ре 20°C, дал	Объем измеренн. ВСР (20 °C) Promass, дал	δ _{бс} , %	Допуск. ПГ %
0,78332 0,79003 0,99151	29755,64	34358,45 64083,57 29725,12	0,10%	± 0,5

4. Определение погрешности по объёмной концентрации

Концентрация по мерникам, %об.	Концентрация по Promass, %об.	δ _{бс} , %	Допуск. ПГ %
99,85	99,9	-0,05%	± 0,5

От ФБУ «_____ ЦСМ»

Подпись _____

Поверитель