ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

АНАЛИЗАТОРЫ СОДЕРЖАНИЯ СЕРЫ В НЕФТИ.

МЕТОДЫ И СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

РД 50-290—81

Цена 5 коп.

Москва
ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
1982

gost.e-ecolog.ru

РАЗРАБОТАНЫ Казанским филиалом Всесоюзного ордена Трудового Красного Знамени научно-исследовательского института физико-технических и радиотехнических измерений (ВНИИФТРИ)

Директор **Н. М. Хусаинов**
Руководитель темы **М. С. Немиров**
Исполнители: **А. А. Сапожников, Р. А. Гырдымова**

ВНЕСЕНЫ Управлением метрологии Государственного комитета СССР по стандартам

Начальник Управления метрологии **Л. К. Исаев**

УТВЕРЖДЕНЫ И ВВЕДЕНЫ В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 28 декабря 1981 г. № 5696

УДК 542.089.6 : 665.6

РУКОВОДЯЩИЙ НОРМАТИВНЫЙ ДОКУМЕНТ

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

Анализаторы содержания серы в нефти. Методы и средства поверки

РД 50-290—81

Введены впервые

Утверждены Постановлением Госстандарта от 28 декабря 1981 г. № 5696, срок введения установлен с 01.01. 1983 г.

Настоящие методические указания по поверке распространяются на анализаторы содержания серы в нефти типа SFM-8820 и другие, основанные на радиометрическом методе определения содержания серы.

Анализаторы предназначены для измерения содержания серы в нефти в пределах от 0 до 2% (массовые). Основная приведенная погрешность не менее $\pm 0{,}5\%$.

Методические указания по поверке устанавливают методы и средства первичной и периодической поверок анализаторов содержания серы в нефти, прошедших государственные приемочные испытания или имеющие свидетельства о метрологической аттестации.

1. ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

1.1. При проведении поверки необходимо выполнять следующие операции: внешний осмотр (п. 6.1); опробование (п. 6.2); определение основной приведенной погрешности (п. 6.3).

1.2. При получении отрицательных результатов при проведении хотя бы одной из операций поверки, дальнейшую поверку прекращают до устранения причин, их вызывающих.

1.3. Все указанные операции должны выполняться обязательно при эксплуатации не реже одного раза в год, а также после ремонта и хранения.

2. СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1. При проведении поверки применяют следующие средства поверки:

поверочные пробы, приготовленные и аттестованные в соответствии с методикой, изложенной в приложении 1. Относитель-

© Издательство стандартов, 1982

ная погрешность приготовления поверочных проб не должна превышать ±0,1%;

термометр лабораторный с диапазоном измерения от 0 до +55°С, ценой деления 0,1°С по ГОСТ 215—73 Е;

психрометр аспирационный по ГОСТ 6353—52;

барометр-анероид метеорологический БАММ-1 с пределами измерения от 80 до 100 кПа, погрешностью ±2 кПа;

миллиамперметр универсальный трехпредельный типа Э 513/3, с верхним пределом измерения 50 мА, ценой деления 0,1 мА, класса точности 0,5;

вольтметр постоянного тока малогабаритный типа Щ 1312 с диапазоном измерения 0—500 В, погрешностью 0,1;

частотомер по ГОСТ 7590—78;

ампервольтметр Ц 4312 по ГОСТ 10374—74;

промывочные жидкости:

авиационный бензин марки Б-70 по ГОСТ 1012—72;

толуол по ГОСТ 5789—78;

хромовая смесь (60 г двухромовокислого калия, 1 $дм^3$ серной кислоты плотностью 1840 $кг/м^3$ и 1 $дм^3$ дистиллированной воды).

2.2. Применяемые средства поверки должны иметь действующие свидетельства о поверке и клеймо.

2.3. Допускается применение других аналогичных средств измерений, имеющих точность не ниже указанной в п. 2.1.

3. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

3.1. При проведении поверки необходимо соблюдать следующие условия: температура окружающего воздуха 20°С±5°С; относительная влажность окружающего воздуха 65%±15% при температуре воздуха 20°С±5°С; атмосферное давление 100 кПа ±4 кПа; напряжение питающей сети 220 В ±5 В; частота 50 Гц ± 1 Гц; температура поверочной пробы 20°С ± 2°С.

4. ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

4.1. Периодическую поверку анализаторов содержания серы в нефти, находящихся в эксплуатации и поступающих из ремонта или хранения, проводят комплектно.

4.2. Перед поверкой должны быть выполнены следующие подготовительные работы:

поверяемый анализатор содержания серы в нефти отсоединен от технологической линии и подготовлен к работе согласно нормативно-технической документации (НТД);

пробоотборная линия и измерительная ячейка промыты сначала бензином, а затем толуолом от остатков нефти, и продуты чистым воздухом под давлением $(2 \cdot 9{,}8 \cdot 10^4 — 3 \cdot 9{,}8 \cdot 10^4)$ Па до полной осушки;

используемая мерная и химическая посуда промыта хромовой смесью, ополощена дистиллированной водой и высушена;

к клеммам выходного сигнала вторичного блока анализатора подключен цифровой вольтметр постоянного тока типа Щ 1312;

проверена настройка миллиамперметра и самописца, т. е. правильность установки «нуля» и «верхнего предела шкалы» анализатора миллиамперметром по НТД;

приготовлены поверочные пробы по методике, приведенной в приложении 1.

5. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

5.1. Помещение для проведения поверки анализаторов по пожарной опасности относят к категории А. Оно должно соответствовать требованиям «Правил пожарной безопасности для промышленных предприятий», утвержденных Главным управлением пожарной охраны МВД СССР.

5.2. Легковоспламеняющиеся поверочные и промывочные жидкости хранят в стеклянных банках Б-1 или склянках С-1 с притертыми пробками, вместимостью 5 л (группа фасовки VI) по ГОСТ 3885—73, помещенных в закрывающиеся металлические ящики со стенками и дном, выложенными негорючими материалами.

5.3. Толуол представляет собой легковоспламеняющуюся бесцветную жидкость с ароматическим запахом, температурой вспышки 4°С, стандартной температурой самовоспламенения 536°С, температурными пределами воспламенения (нижний 0°С, верхний 30°С), поэтому при воспламенении его следует тушить тонкораспыленной водой или пеной.

5.4. Порошкообразная сера имеет температуру воспламенения 207°С, температуру самовоспламенения 232°С. Пары образуют с воздухом взрывчатую смесь. Взвешенная в воздухе пыль взрывоопасна, температура самовоспламенения 575°С. Осевшая пыль пожароопасна, температура самовоспламенения 190°С. Тонкоизмельченная сера склонна к химическому самовозгоранию в присутствии влаги, при контакте с окислителями, а также в смеси с углем, ламповой сажей, жирами, маслами. Тушить серу при пожаре необходимо тонкораспыленной водой со смачивателем или пеной.

5.5. Предельно допустимая концентрация серы должна быть не более 2 мг/м^3. При работе используются распираторы, перчатки, спецодежда.

5.6. Предельно допустимая концентрация толуола 50 мг/м^3, поэтому при работе необходимо использовать спецодежду и фильтрующий противогаз марки А.

6. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1. При внешнем осмотре должно быть установлено соответствие комплектности и маркировки анализаторов комплектности и маркировки, указанных в НТД.

Анализаторы содержания серы в нефти не должны иметь следов коррозии и загрязнений, трещин и повреждений, влаги внутри, а также дефектов покрытий и элементов средств измерений.

6.2. При опробовании проверяют исправность электрической схемы и общее функционирование анализатора содержания серы в нефти согласно НТД.

При опробовании анализаторов проводят следующие работы:

проверяют правильность установки показания «нуля»;

проверяют правильность установки показания «верхнего предела шкалы».

Эти проверки проводят по поверочным пробам. Для определения «нуля» используют толуол, а для определения «верхнего предела шкалы» — поверочную пробу с содержанием серы 1,7% (массовая доля).

6.3. *Определение основной приведенной погрешности.* Основную приведенную погрешность определяют в статическом режиме по аттестованным поверочным пробам, измеряя содержание серы в пробах и сравнивая номинальные значения серы с измеренными.

Для поверки используют поверочные пробы с содержанием серы 0,2; 0,5; 1,0; 1,5% (массовая доля). Поверочную пробу массой 800 г заливают в калибровочную ячейку. На каждой реперной точке шкалы производят по три измерения. За результат принимают значение, наиболее отличающееся от номинального значения серы в пробе.

Содержание серы в поверочной пробе и выходной сигнал (в мВ) измеряют анализатором содержания серы в нефти согласно НТД.

Перед измерением на каждой реперной точке на шкале «температурная компенсация» преобразователя плотности выставляют значение, определяемое по формуле

$$K_{\alpha}^{\rho}=500-\frac{2\ (\alpha+\beta)}{\frac{\text{кг}}{\text{м}^3}\Delta\rho}\cdot 10^4, \qquad (1)$$

где α — температурный коэффициент плотности поверочной смеси, кг/(м³°С)

$$\alpha=\frac{3{,}95\cdot 10^{-4}\rho-5{,}47525\cdot 10^{-4}}{\Delta\varrho}; \qquad (2)$$

β — температурный коэффициент вибратора детектора плотности, кг/(м³·°С) (берут из паспорта анализатора);

$\Delta\varrho$ — разность между максимальным и минимальным значениями плотности, определяемыми на данном анализаторе (берут из паспорта анализатора).

На шкале «температурный коэффициент» преобразователя серы выставляют значения, определяемые по выражению

$$K_{\alpha}^{S}=\frac{|\alpha|}{\Delta\varrho}\cdot 10^5. \qquad (3)$$

7. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

7.1. Основную приведенную погрешность определяют по формуле

$$\Delta_c = \frac{C_и - C_н}{C_{пр}} \cdot 100\%, \qquad (4)$$

где $C_и$ — измеренное значение содержания серы в поверочной пробе, % (массовая доля); $C_н$ — номинальное значение содержания серы в поверочной пробе, % (массовая доля); $C_{пр}$ — верхний предел шкалы, % (массовая доля).

7.2. При проведении расчетов по формулам (1)—(4) результаты измерений определяют по СТ СЭВ 543—77.

Анализатор содержания серы в нефти признается годным, если значение основной приведенной погрешности, полученное в результате поверки, не превышает допустимого значения, установленного при государственных приемных испытаниях или аттестации анализатора.

8. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

8.1. Анализаторы содержания серы в нефти, признанные в результате поверки годными, клеймят и на них выдают свидетельства о поверке установленной формы.

8.2. Анализаторы, не удовлетворяющие требованиям технического описания и настоящих методических указаний, к применению не допускают. На них выдают извещения о непригодности с указанием причин.

8.3. Результаты поверки анализаторов содержания серы в нефти заносят в протокол (приложение 2), в котором указывают соответствие анализаторов содержания серы в нефти предъявленным требованиям.

ПРИЛОЖЕНИЕ 1
Обязательное

ПРИГОТОВЛЕНИЕ И АТТЕСТАЦИЯ ПОВЕРОЧНЫХ ПРОБ ДЛЯ ПОВЕРКИ АНАЛИЗАТОРОВ СОДЕРЖАНИЯ СЕРЫ В НЕФТИ

Приготовление поверочных проб состоит в точном весовом дозировании компонентов пробы и растворении серы в толуоле. Аттестацию проводят расчетным путем.

Поверочные пробы для поверки анализатора готовят со следующим содержанием серы в них: 0,2; 0,5; 1,0; 1,5; 1,7% по массе.

Поверочные пробы применяют непосредственно после приготовления.

Номинальное значение концентрации серы в % по массе в поверочных пробах определяют по формуле

$$C = \frac{a_1}{a_1 + a_2} \cdot 100, \qquad (1)$$

где a_1 — масса серы, г; a_2 — масса толуола, г.

Для приготовления поверочных проб необходимо взять следующие навески серы и толуола, указанные в таблице.

Масса серы, г	Масса толуола, г	Концентрация серы в поверочной пробе, % по массе
—	800	0
1,6	798,4	0,2
4,0	796,0	0,5
8,0	792,0	1,0
12,0	788,0	1,5
13,6	786,4	1,7

Серу взвешивают с погрешностью ±0,0001 г, толуол — с погрешностью ±0,001 г.

Для приготовления поверочных проб применяют следующие средства: весы лабораторные рычажные с наибольшим пределом взвешивания 200 г, класса точности 2 по ГОСТ 19491—74; весы лабораторные рычажные с наибольшим пределом взвешивания 2 кг, класса точности 2 по ГОСТ 19491—74; комплект ареометров для нефти по ГОСТ 1289—76; термометр лабораторный от 0 до +55°С с ценой деления 0,1°С по ГОСТ 215—75 Е; цилиндр по ГОСТ 1770—74 Е; мешалку магнитную; водяную баню; колбу КНКШ; фарфоровую ступку с пестиком; шпатель; фарфоровую воронку для взвешивания и пересыпания навески; обратный холодильник; серу элементарную, порошкообразную ОСЧ (особой чистоты); толуол по ГОСТ 5789—78.

При приготовлении и аттестации поверочных проб должны быть соблюдены условия п. 3.1.

Для поверочных проб серу необходимо измельчить вручную в тщательно вымытой и высушенной фарфоровой ступке пестиком. Серу насыпают так, чтобы ступка была заполнена на одну треть объема.

Процесс приготовления поверочных проб завершают растворением серы в толуоле. Сначала приготовляют водяную баню. В нее ставят колбу, в которой

заранее взвешивают толуол и ссыпают взвешенное количество серы. Воду нагревают до 80°С. При достижении заданной температуры, баню с колбой устанавливают на магнитную мешалку. К колбе присоединяют обратный холодильник. По окончании сборки установки включают мешалку. Толуол с серой перемешивают в течение 30 мин. По окончании этого времени сера полностью растворяется в толуоле. Поверочная проба к поверке анализатора приготовлена.

Погрешность приготовления поверочной пробы включает систематическую и случайную погрешности.

В определение систематической погрешности входит определение:

абсолютной погрешности взвешивания толуола и серы

$$\Delta_{a_{пп}} = \Delta_{a_с} + \Delta_{a_т}, \tag{2}$$

где $a_с$ — погрешность взвешивания серы, г; $a_т$ — погрешность взвешивания толуола, г;

относительной погрешности приготовления поверочной пробы с заданным содержанием серы

$$\Delta_{g_{пп}} = \left(\frac{\Delta_{a_с}}{a_с} - \frac{\Delta_{a_{пп}}}{a_{пп}} \right) \cdot (a_с + a_т), \tag{3}$$

где $a_с$ — масса серы, г; $a_т$ — масса толуола, г; $a_{пп}$ — масса поверочной пробы, г;

$$a_{пп} = a_с + a_т. \tag{4}$$

В определение случайной погрешности входят определения:

случайной погрешности взвешивания серы

$$S_{a_с} = \sqrt{S^2_{a_{бс}} + S^2_{a_б}}, \tag{5}$$

где $S_{a_б}$ — средняя квадратическая погрешность измерения массы серы с бюксой, г; $S_{a_{бс}}$ — средняя квадратическая погрешность измерения массы бюксы, г;

случайной погрешности взвешивания толуола

$$S_{a_т} = \sqrt{S^2_{a_{кт}} + S^2_{a_к}}, \tag{6}$$

где $S_{a_{кт}}$ — средняя квадратическая погрешность измерения массы толуола, с колбой, г; $S_{a_к}$ — средняя квадратическая погрешность колбы, г.

Случайной погрешности взвешивания массы серы и толуола

$$S_{a_{пп}} = \sqrt{S^2_{a_с} + S^2_{a_т}}; \tag{7}$$

случайной погрешности приготовления поверочной пробы с заданным содержанием серы

$$S_{g_{пп}} = (a_с + a_т) \sqrt{\left(\frac{S_{a_с}}{a_с} \right)^2 + \left(\frac{S_{a_{пп}}}{a_{пп}} \right)^2}. \tag{8}$$

Погрешность приготовления поверочной пробы

$$\Delta_{пп} = \Delta_{g_{пп}} + S_{g_{пп}}. \tag{9}$$

Описанная методика приготовления поверочных проб позволяет получить поверочные пробы с погрешностью не более 0,1%.

ПРИЛОЖЕНИЕ 2
Обязательное

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ

анализатора содержания серы в нефти

Наименование _____

Назначение _____

Номер _____

Тип _____

Дата выпуска _____

Представлен _____

Определение основной приведенной погрешности

Номинальное значение содержания серы в пробе, % по массе	Результаты измерения, % по массе	Допускаемое значение абсолютной, погрешности, % по массе	Измеренное значение абсолютной погрешности, % по массе	Допускаемое значение приведенной погрешности, %	Измеренное значение приведенной погрешности, %	Примечание

Основная приведенная погрешность не превышает

Заключение _____

Подпись государственного поверителя _____

Дата _____

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

АНАЛИЗАТОРЫ СОДЕРЖАНИЯ СЕРЫ В НЕФТИ.
Методы и средства поверки

РД 50-290—81

Редактор *Н. А. Еськова*
Технический редактор *В. Н. Прусакова*
Корректор *Л. А. Пономарева*

Н/К

Сдано в наб. 04.02.82 Подп. к печ. 16.03.82 Т—04081 Формат 60×90¹/₁₆ Бумага типографская № 2. Гарнитура литературная Печать высокая 0,75 п. л. 0,55 уч.-изд. л. Тираж 3000 Зак. 145 Цена 5 коп. Изд. № 7289/4

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6.

gost.e-ecolog.ru