

УТВЕРЖДАЮ:

«__» _____ 202__ г.

СОГЛАСОВАНО:

«__» _____ 202__ г.

СОГЛАСОВАНО:

«__» _____ 202__ г.

**Программа испытаний спектрометра комбинационного рассеяния
(рамановского анализатора) Kaiser Raman RXN2 зондом Kaiser Raman
WetHead для определения качественных характеристик дизельного
топлива.**

Г. _____
202__ г.

Настоящая программа промышленных испытаний распространяется на лабораторный комплект спектрометра комбинационного рассеяния производства компании Kaiser Optical Systems, Inc. (An Endress+Hauser Company) и устанавливает содержание и методику проведения испытаний.

1. Общие положения

1.1. Спектрометр комбинационного рассеяния производства компании Kaiser Optical Systems, состоящий из перечисленного ниже оборудования, предназначен для лабораторных измерений фракционного состава дизельного топлива и товарных нефтепродуктов.

№	Название	Опции
10	Спектрометр комбинационного рассеяния RXN2-IOT-785-1CH-GP со встроенным программным обеспечением Raman RunTime v6.x+ и GRAMS IQ v9.3	<ul style="list-style-type: none"> ■ Принцип измерений: спектроскопия рамановского рассеяния. ■ Длина волны: 785 нм ■ Спектральный охват: 150-3425 см-1 ■ Спектральное разрешение: 4 см-1 ■ Рабочая температура, °C: 15-30 ■ Монтаж анализатора: лабораторные применения. ■ Измеряемый поток: жидкость, одноканальная версия. ■ Исполнение по взрывозащите: общепромышленное. ■ IP56.
20	Спектрометр комбинационного рассеяния RXN2-IOT-993-1CH-GP со встроенным программным обеспечением Raman RunTime v6.x+ и GRAMS IQ v9.3	<ul style="list-style-type: none"> ■ Принцип измерений: спектроскопия рамановского рассеяния. ■ Длина волны: 993 нм ■ Спектральный охват: 150-3425 см-1 ■ Спектральное разрешение: 4 см-1 ■ Рабочая температура, °C: 15-30 ■ Монтаж анализатора: лабораторные применения. ■ Измеряемый поток: жидкость, одноканальная версия. ■ Исполнение по взрывозащите: общепромышленное. ■ IP56.
30	Зонд Kaiser Raman WetHead, 1/2" WH, 316L, 785nm, SF, 12" (Probe)	<ul style="list-style-type: none"> ■ Длина волны: 785 нм ■ Материал: нержавеющая сталь ■ Погружная длина: 38 см
40	Зонд Kaiser Raman WetHead, 1/2" WH, 316L, 993nm, SF, 12" (Probe)	<ul style="list-style-type: none"> ■ Длина волны: 993 нм ■ Материал: нержавеющая сталь ■ Погружная длина: 38 см
50	Оптоволоконный кабель FOCA, АН/WH, EO, CSA, 5M (Fiber Cable)	<ul style="list-style-type: none"> ■ Оптоволоконный кабель для связи анализатора RXN2-IOT-785-1CH-GP с зондом Kaiser Raman WetHead, 1/2" WH, 316L, 785nm, SF, 12" ■ Длина: 5 м
60	Оптоволоконный кабель FOCA, АН/WH, EO, CSA, 5M (Fiber Cable)	<ul style="list-style-type: none"> ■ Оптоволоконный кабель для связи анализатора RXN2-IOT-993-1CH-GP с зондом Kaiser Raman WetHead, 1/2" WH, 316L, 993nm, SF, 12" ■ Длина: 5 м

70	Комплектующие для управления спектрометром IOT INTERFACE STARTER KIT, BENCHTOP	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Набор для управления работой спектрометром RXN2-IOT-785-1CH-GP ▪ Дисплей ▪ Компьютерная клавиатура ▪ Компьютерная мышь
80	Комплектующие для управления спектрометром IOT INTERFACE STARTER KIT, BENCHTOP	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Набор для управления работой спектрометром RXN2-IOT-993-1CH-GP ▪ Дисплей ▪ Компьютерная клавиатура ▪ Компьютерная мышь

2. Место проведения испытаний и характеристики измеряемой среды.

2.1. Место проведения испытаний: лаборатория технического контроля (ЛТК) АО «Газпромнефть-ОМПЗ».

2.2. Требования к качеству дизельного топлива определяются ГОСТ Р 52368-2005 «ТОПЛИВО ДИЗЕЛЬНОЕ ЕВРО. Технические условия» (EN 590:2009), ГОСТ 32511, ГОСТ Р 55475.

2.3. Показатели качества которые определяются в ходе программы испытаний для измеряемой среды указаны в таблице 1:

Таблица 1

№	Определяемый параметр	Рабочий диапазон измерения	Имеющийся метод определения
1	Фракционный состав	-% об. отгона до 180°C -% об. отгона до 250°C -% об. отгона до 340°C -% об. отгона до 350°C - 95% об. перегоняется при температуре:	ГОСТ 2177 (метод А) ГОСТ ISO 3405
2	Цетановое число, не менее	43 -53	ГОСТ 32508 ГОСТ Р ЕН 15195
3	Плотность при 15 °С, кг/м3	800...855	ASTM D 4052
4	Предельна температура фильтрации (ПТФ)	От +3 до минус 55	ГОСТ EN 116

3. Цель и критерии успешного прохождения испытаний:

3.1. Цели проведения испытаний:

3.1.1. Определение возможности применения спектрометров комбинационного рассеяния (рамановских анализаторов) для измерений параметров дизельного топлива, указанных в таблице 1.

3.1.2. Определение точности спектрометра комбинационного рассеяния в сравнении с первичным лабораторным методом (далее ПЛМ) для показателей качества, приведенных в таблице 1.

3.2. Критерии успешного прохождения испытаний:

3.2.1. ООО «Эндресс+Хаузер» создает хеометрические модели для четырех показателей качества (фракционный состав, цетановое число, плотность дизельного топлива, ПТФ) на основании спектров, полученных спектрометром комбинационного рассеяния и данных, полученных ПЛМ.

4. Методика проведения испытаний.

4.1. Испытания проводятся в следующем порядке (таблица 2):

№ п.п.	Этапы проведения испытаний	Ответственный исполнитель
1.	Установка анализаторов в лаборатории заказчика, подключение компонентов системы. Запуск в работу. 2 рабочих дня в соответствии с 4.2.1.	Представитель ООО «Эндресс+Хаузер»: Константинов Д.В. Представитель ЗАКАЗЧИКА:
2.	Определение рекомендуемого для исследований типа лазера (длины волны лазера) в соответствии с 4.2.3	Представитель ООО «Эндресс+Хаузер»: Константинов Д.В. Представитель ЗАКАЗЧИКА:
3.	Отправка комплекта второго, неподходящего по длине волны, анализатора в ООО «Эндресс+Хаузер» в течение 21 календарного дня со дня получения товара	Представитель ООО «Эндресс+Хаузер»: Представитель ЗАКАЗЧИКА:
4.	Изготовление рабочих образцов проб жидкости в лабораторных условиях, их лабораторный анализ и снятие спектров комбинационного рассеяния с п. 4.2.1, 4.2.4, 4.2.5. (в течение 90 календарных дней с момента запуска спектрометра в работу, всего готовится и анализируется 90 проб)	Представитель ООО «Эндресс+Хаузер»: Представитель ЗАКАЗЧИКА:
5.	Создание хеометрической модели на базе полученных результатов в соответствии с п. 4.2.6. – 4.2.8. 30 календарных дней с момента предоставления данных.	Представитель ООО «Эндресс+Хаузер»: Константинов Д.В.
6.	Верификация полученных результатов измерений в соответствии с 4.2.9 – 4.2.10.	Представитель ООО «Эндресс+Хаузер»: Константинов Д.В. Представитель ЗАКАЗЧИКА:

4.2. Методология проведения испытаний.

4.2.1. Пробы готовятся по программе, предварительно согласованной с подрядчиком, и должны максимально охватывать диапазон измеряемых показателей, указанных в Таблице 1, при этом диапазон изменения параметров ограничен только ПЛМ, используемого для измерения. В программе определяются базовые продукты и возможная вариация состава смесей на их основе для получения приемлемого интервала варьирования определяемых показателей качества для построения хеометрических моделей. Приготовленные пробы анализируют имеющимися лабораторными методами измерений по четырем показателям –

фракционный состав, цетановое число плотность при 15 °С и ПТФ. Результаты лабораторных испытаний заносятся в ЛИМС ОНПЗ с возможностью идентификации результатов по номеру пробы.

4.2.2. Установка анализатора в лаборатории заказчика. Подключение компонентов системы. Запуск в работу. Два рабочих дня. В процессе запуска спектрометра в эксплуатацию ООО «Эндресс+Хаузер» проводит базовый семинар по работе с системой (калибровка, сбор данных, сохранение данных, экспорт).

4.2.3. Определение рекомендуемого для проведения испытаний типа лазера (длины волны лазера). На подготовленных образцах пробы представители ООО «Эндресс+Хаузер» проверяют отсутствие эффекта флюоресценции с лазерами с разными длинами волн (785 и 993 нм). Для этого снимаются спектры 10 случайно выбранных проб. Производится анализ полученных спектров и оценка эффективности лазера с длиной волны 785 нм. Аналогичная процедура проверки эффекта флюоресценции будет произведена для анализатора с лазером 993 нм. Результатом выполнения проверки влияния флюоресценции будет выбор длины волны лазера для дальнейших испытаний.

4.2.4. В течение девяноста календарных дней с момента запуска спектрометра комбинационного рассеяния в работу представители Заказчика создают в лаборатории 90 проб дизельного топлива и анализируют имеющимися лабораторными методами измерений по четырем показателям – фракционный состав, цетановое число плотность при 15 °С и ПТФ. Результаты лабораторных испытаний заносятся в ЛИМС ОНПЗ.

4.2.5. Сразу после приготовления пробы представители Заказчика снимают спектр комбинационного рассеяния на анализаторе Kaiser Raman RXN2. Спектр сопоставляется с результатом по номеру конкретной пробы. В процессе проведения испытаний пробы делятся на два типа – рабочие (75 шт.) и контрольные (15 шт.). До завершения испытаний все приготовленные образцы проб должны быть законсервированы (при необходимости) и сохранены.

4.2.6. Через 90 календарных дней с момента запуска спектрометра комбинационного рассеяния в эксплуатацию представители заказчика передают массив данных, включающий результаты лабораторных анализов приготовленных РАБОЧИХ проб и спектры, полученные на анализаторе Kaiser Raman RXN2 по всем пробам (рабочие + контрольные), по электронной почте Dmitry.Konstantinov@endress.com. Результаты лабораторных измерений контрольных проб известны только представителям Заказчика и не передаются в ООО «Эндресс+Хаузер».

4.2.7. Хемометрическая модель создается в течение тридцати календарных дней с момента получения массива данных.

4.2.8. Разработанная хемометрическая модель будет содержать информацию о диапазоне измерений и расчетной точности по каждому параметру.

4.2.9. Разработанная хемометрическая модель будет содержать данные по контрольным пробам (определенные моделью значения измерений). В течение 14 календарных дней с момента разработки хемометрической модели и определения измеренных анализатором значений, представители ООО «Эндресс+Хаузер» совместно с представителями Заказчика проводят верификацию результатов измерений по установленной у Заказчика процедуре (СК-20.04.01).

4.2.10. Полученные данные заносятся в таблицу 3 и сравниваются между собой.

Таблица №3 «Контроль результатов измерений».

№ п.п.	Дата и время отбора пробы	Спектрометр Kaiser Raman RXN2				Лабораторные данные			
		Фракционный состав	Цетановое число	Плотность	ПТФ	Фракционный состав	Цетановое число	Плотность	ПТФ

--	--	--	--	--	--	--	--	--	--

4.7. Максимальный срок проведения испытаний с момента поставки спектрометра комбинационного рассеяния Kaiser Raman RXN2 в эксплуатацию – сто пятьдесят календарных дней.

5. Оформление результатов испытаний.

5.1. По результатам проведения испытаний составляется протокол о верификации результатов ПАК.

5.2 Результаты обрабатываются и представляются в соответствии с процедурой верификации результатов для поточных анализаторов (ПАК), принятой у Заказчика.

5.3 Дополнительно, в рамках программы испытаний Заказчик совместно и по согласованию с представителем ООО «Эндресс+Хаузер» сможет провести эксперименты по определению возможности контроля других качественных параметров с использованием технологии спектрометра комбинационного рассеяния Kaiser Raman RXN2, результаты которых не будут входить в условия договора поставки спектрометра.