

Федеральное государственное унитарное предприятие
«Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева»
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

СОГЛАСОВАНО



А.Н. Пронин
2021 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

Пикнометры напорные
Методика поверки
МП 2302-0141-2021

Руководитель научно-исследовательской
лаборатории госэталонов в области
измерений плотности и вязкости жидкости
ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»

Dem А. А. Демьянов

г. Санкт-Петербург
2021 г.

1 Общие положения

Настоящая методика поверки распространяется на пикнометры напорные (далее - пикнометры), производства компании «HDF Pyknometers Limited», Великобритания, и компании «H&D Fitzgerald Limited», Великобритания, и устанавливает методику их первичной и периодической поверок.

Методикой поверки обеспечивается прослеживаемость пикнометров напорных к Государственному первичному эталону единицы массы (килограмма) ГЭТ 3-2020 и к Государственному первичному эталону единицы плотности ГЭТ 18-2014.

Методы, обеспечивающие реализацию методики поверки:

-прямым измерением массы пикнометра;

-сличением поверяемого пикнометра со вторичным эталоном плотности с помощью компаратора.

Пикнометры подлежат первичной и периодической поверке. Методикой поверки не предусмотрена поверка для меньшего числа измерительных каналов и/или на меньшем числе поддиапазонов измерений.

2 Перечень операций поверки средства измерений

Таблица 1 – Перечень операций поверки

| Наименование операции | № пункта | Проведение операции при | |
|--|----------|-------------------------|-----------------------|
| | | первичной поверке | периодической поверке |
| Внешний осмотр | п. 7.1 | Да | Да |
| Опробование | п. 8.2 | Да | Да |
| Определение массы корпуса пикнометра | п. 9.1 | Да | Да |
| Определение действительного значения внутреннего объема пикнометра | п. 9.2 | Да | Да |

2.1 При отрицательных результатах одной из операций поверка прекращается.

3 Требования к условиям проведения поверки

При проведении поверки соблюдаются следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °C 20 ± 5 ;
- относительная влажность окружающего воздуха, % от 30 до 80;
- атмосферное давление, кПа 101 ± 4 .

4 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

4.1 К проведению поверки допускаются лица, аттестованные в качестве поверителей, изучившие настоящую методику и эксплуатационную документацию (далее - ЭД), прилагаемую к пикнометрам.

5 Метрологические и технические требования к средствам поверки

Таблица 2 – Перечень средств поверки

| № пункта | Наименование и тип (условное обозначение) основного или вспомогательного средства поверки; обозначение нормативного документа, регламентирующего технические требования, метрологические и основные технические характеристики средства поверки |
|------------------|---|
| | Основные: |
| 8.1.3 9.1.1 | Компаратор массы с НПВ не менее 10000 г и значением среднего квадратического отклонения показаний не более 2 мг в диапазоне нагрузки от 4 кг до 6 кг, регистрационный номер 33294-09 |
| 9.1.2 | Комплект гирь класса точности Е ₂ по ГОСТ ОИМЛ R 111-1-2009, с номинальными значениями массы, кг: 2; 2; 1; 0,5; 0,2; 0,2; 0,1; 0,05 |
| 9.2.2 | Поверочная жидкость: жидкость – компаратор, аттестованная на Вторичном эталоне плотности по значению плотности при температуре (25,00±0,01) °С с абсолютной погрешностью аттестованного значения не более ± 1·10 ⁻⁵ г/см ³ . В качестве жидкостей – компараторов допускается применять жидкости – чистые вещества углеводородного состава с номинальным значением плотности при 25 °С не менее 0,75 г/см ³ либо дистиллированную воду по ГОСТ Р 58144-2018 |
| 9.2.4 | Термометр сопротивления эталонный ЭТС-100 – рабочий эталон 3 разряда в соответствии с ГОСТ 8.558-2009, регистрационный номер 19916-10 |
| 9.1.1 | Прибор комбинированный Testo 622 регистрационный номер 53505-13, или средство (-а) измерений параметров окружающего воздуха с пределами допускаемых абсолютных погрешностей не более: ±3,0 % в диапазоне относительной влажности от 10 % до 95 %; ±0,4 °С в диапазоне температуры от 10 °С до 40 °С; ±5 гПа в диапазоне от 900 до 1050 гПа |
| 9.2.4 | Жидкостной циркуляционный термостат с погрешностью поддержания температуры не более ±0,02 °С при 25,00 °С и габаритами терmostатной ванны, достаточными для полного погружения пикнометра в жидкость – теплоноситель. В качестве жидкости – теплоносителя применяется вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144-2018 |
| Вспомогательные: | |
| 8.1.1.1 | Система подачи сухого сжатого воздуха для сушки пикнометров или компрессор воздушный безмасляный |
| 9.2.2.1 | Штатив лабораторный |
| 9.2.2.2 | Шланги для заполнения пикнометров силиконовые |
| 8.1.1.1 | Салфетки хлопчатобумажные |
| 8.1.1.1 | Промывочные жидкости: вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144-2018, гексан по ГОСТ 25828-83, спирт этиловый технический гидролизный ректифицированный сорта «Высший» либо «Экстра» по ГОСТ Р 55878-2013, нефрас по ГОСТ 8505-80 |

5.1 Средства поверки должны иметь действующие свидетельства о поверке, эталоны – свидетельства об аттестации.

5.2 Допускается применение аналогичных средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик с требуемой точностью.

6 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

6.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие требования безопасности:

6.1.1 Помещения, в которых проводят работы с нефтепродуктами, должны быть оснащены пожарной сигнализацией и средствами пожаротушения в соответствии с ГОСТ 12.4.009-83 и оснащены общеобменной приточно-вытяжной вентиляцией.

6.1.2 Промывку и просушку пикнометров проводят в помещении, оборудованном вытяжными шкафами.

6.1.3 Легковоспламеняющиеся промывочные жидкости хранят в стеклянных бутылках с притертymi пробками вместимостью 5, 10 литров и в металлических канистрах емкостью 20 литров. Жидкости помещают в специально предназначенные для хранения нефтепродуктов помещения или металлические шкафы.

6.1.4 При работе с пикнометрами соблюдают меры безопасности в соответствии с требованиями технической документации, а также меры безопасности, определяемые правилами технической эксплуатации сосудов, работающих под давлением.

6.1.5 При работе с пикнометрами предохранительный клапан пикнометра, заполненного жидкостью, следует направлять в сторону, противоположную от себя и персонала.

6.1.6 Следует избегать нагревания заполненного жидкостью пикнометра с закрытыми кранами по причине возможного срабатывания предохранительного клапана.

6.1.7 Запрещается оставлять на ночь заполненные жидкостью пикнометры с закрытыми кранами.

7 Внешний осмотр средства измерений

7.1 При проведении внешнего осмотра должно быть установлено соответствие пикнометров следующим требованиям:

- соответствие внешнему виду СИ описанию типа СИ;
- наличию знака утверждения типа в месте, указанном в описании типа СИ;
- комплектность и маркировка должна соответствовать эксплуатационной документации на пикнометры;
- отсутствие на телах пикнометров механических повреждений;
- исправность запорных кранов и предохранительного клапана.

8 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

8.1 Перед проведением поверки выполняют следующие работы:

8.1.1 Промывают и сушат пикнометры.

8.1.1.1 Промывку выполняют в следующей последовательности:

- заполняют пикнометр нефрасом и оставляют на 24 часа. Верхний кран пикнометра должен быть оставлен открытym во избежание разрушения предохранительного клапана при возможном нагреве пикнометра. Сливают нефрас;

- заполняют пикнометр новой порцией нефраса примерно до половины внутреннего объема, закрывают краны и выполняют встряхивание пикнометра в течении 5 – 7 минут. Сливают нефрас. Промывку продолжают до тех пор, пока из пикнометра не будет сливаться чистый нефрас без следов примесей;

- протирают поверхность пикнометра салфетками хлопчатобумажными и просушивают внутреннюю полость пикнометра сухим сжатым воздухом;

Примечание: для целей сокращения времени поверки пикнометра после промывки пикнометра нефрасом и просушки допускается выполнить определение массы корпуса пикнометра в соответствии с п. 9.3.1.1. В случае, если результат измерений массы корпуса пикнометра не отличается от значения массы корпуса пикнометра, указанного в предыдущем свидетельстве о поверке или сертификате калибровки более, чем на $\pm 0,02$ г допускается не выполнять дальнейшую промывку пикнометра дистиллированной водой и этанолом.

- заполняют пикнометр дистиллированной водой с температурой $90 - 97$ °C, выдерживают 7 – 10 минут и сливают воду. Промывку горячей водой выполняют не менее трех раз с интервалом между сливом старой и наливом новой порции воды не более 5 минут, не допуская охлаждения тела пикнометра. В случае наличия на поверхности слитой воды следов парафинов промывку повторяют до появления чистой воды.

- заполняют пикнометр этанолом примерно на 1/3 внутреннего объема, закрывают краны и выполняют встряхивание пикнометра в течении 2 – 3 минут. Сливают этанол.

- просушивают внутреннюю полость пикнометра сухим сжатым воздухом.

8.1.2 Вымытые и просушенные пикнометры хранят завёрнутыми в кальку.

8.1.3 Подготавливают компаратор-массы в соответствии с инструкцией по эксплуатации.

8.2 Опробование плотномера должно осуществляться в следующем порядке:

8.2.1 При опробовании проверяют герметичность запорных кранов пикнометров. Процедуру проверки герметичности совмещают с промывкой пикнометров при подготовке к поверке. Для этого заполненный нефрасом пикнометр с закрытыми кранами ставят вертикально и выдерживают не менее 10 минут. После этого переворачивают пикнометр на 180° и снова выдерживают 10 минут. При этом не должно наблюдаться подтеканий нефраса из кранов пикнометра.

8.2.2 В случае обнаружения подтеканий нефраса из кранов пикнометра, нефрас из пикнометра сливают, пикнометр разбирают, выполняют осмотр поверхностей деталей запорных кранов и уплотнений на предмет наличия механических повреждений. В случае обнаружения механических повреждений деталей кранов, являющихся причиной негерметичного закрытия кранов, пикнометр к измерениям не допускают и оформляют свидетельство о непригодности с указанием причин по установленной форме.

8.2.3 В случае, если существенных повреждений деталей кранов не обнаружено, пикнометр собирают и повторяют процедуру опробования по п. 8.2.1. При повторном обнаружении подтеканий нефраса после сборки пикнометра, пикнометр к измерениям не допускают и оформляют свидетельство о непригодности с указанием причин по установленной форме.

9 Определение метрологических характеристик средства измерений

9.1 Определение массы корпуса пикнометра

9.1.1 Разбирают пикнометр, снимают с корпуса пикнометра все детали запорных кранов и уплотнения. Клапан аварийного сброса давления не разбирают и оставляют собранным на корпусе пикнометра. Массу корпуса пикнометра определяют взвешиванием методом замещения набором эталонных гирь по следующей методике:

– устанавливают чистый сухой корпус пикнометра по возможности ближе к геометрическому центру грузоприемной платформы компаратора массы в вертикальном положении на торец патрубка быстросъемного соединения любого из кранов пикнометра. После успокоения показаний фиксируют результат взвешивания корпуса пикнометра по показаниям электронного блока компаратора массы и удаляют корпус пикнометра с грузоприемной платформы;

– подбирают набор эталонных гирь с суммарной условной массой, близкой к результату взвешивания корпуса пикнометра. Суммарная условная масса набора гирь не должна отличаться от результата взвешивания корпуса пикнометра более чем на 50 г. Устанавливают набор гирь на грузоприемную платформу компаратора массы по возможности ближе к геометрическому центру грузоприемной платформы. После успокоения показаний фиксируют результат взвешивания набора гирь по показаниям электронного блока компаратора массы и удаляют набор гирь с грузоприемной платформы;

– корпус пикнометра и набор гирь взвешивают поочередно не менее трёх раз. Сходимость последовательных результатов взвешивания набора гирь, сходимость последовательных результатов взвешивания пикнометра должны быть не более 0,005 г; в противном случае взвешивания повторяют;

– измеряют вблизи весов температуру, относительную влажность атмосферного воздуха и барометрическое давление;

– вычисляют результат измерений массы корпуса пикнометра по формуле:

$$M_K = \frac{W_K \cdot M_{\Gamma_K}}{W_{\Gamma_K}} \cdot \left(1 - \frac{\rho_a}{\rho_e} \right), \quad (1)$$

где M_K – результат измерений массы корпуса пикнометра, г;

W_K, W_{Γ_K} – средние арифметические значения результатов взвешивания корпуса пикнометра и набора замещающих гирь соответственно, г;

M_{Γ_K} – суммарная условная масса набора гирь, замещающих корпус пикнометра, г (из свидетельств о поверке на гири);

ρ_a – плотность атмосферного воздуха, $\text{г}/\text{см}^3$, вычисленная по формуле

$$\rho_a = \frac{(0,34848 \cdot P_a - 0,009024 \cdot H_a \cdot e^{0,0612 \cdot t_a}) \cdot 10^{-3}}{273,15 + t_a}, \quad (2)$$

где P_a – барометрическое давление, гПа;

t_a – температура атмосферного воздуха, $^{\circ}\text{C}$;

H_a – относительная влажность атмосферного воздуха, %;

ρ_e – плотность материала гирь ($\rho_e = 8 \text{ г/см}^3$).

9.1.2 В случае, если результат измерений массы корпуса пикнометра M_{K1} не отличается от значения массы корпуса пикнометра, указанного в сертификате калибровки или предыдущем свидетельстве о поверке более, чем на $\pm 0,02 \text{ г}$, переходят к определению значения внутреннего объема пикнометра по п. 9.2.

9.1.3 В случае, если не выполняется условие п. 9.1.2, выполняют повторную промывку и просушку пикнометра в соответствии с п. 8.1.1 и определение массы корпуса пикнометра M_{K2} в соответствии с 9.1.1. Если после повторной промывки выполняется условие п. 9.1.2, переходят к определению значения внутреннего объема пикнометра по п. 9.2.

9.1.4 В случае, если после повторной промывки условие п. 9.1.2 не выполняется, но выполняется условие: $|M_{K1} - M_{K2}| \leq 0,005 \text{ г}$, переходят к определению значения внутреннего объема пикнометра по п. 9.2.

9.1.5 В случае, если после повторной промывки условие п. 9.1.4 не выполняется, выполняют третью промывку и просушку пикнометра в соответствии с п. 8.1.1 и определение массы корпуса пикнометра M_{K3} в соответствии с п. 9.1.1. В случае, если после третьей промывки и просушки пикнометра не выполняются условия п. 9.1.2 или п. 9.1.4, дальнейшую поверку пикнометра прекращают, результаты поверки признают отрицательными.

9.2 Определение действительного значения внутреннего объема пикнометра.

9.2.1 Определение действительного значения внутреннего объема пикнометра начинают с определения массы собранного, чистого высушенного пикнометра. Массу пикнометра определяют взвешиванием методом замещения набором эталонных гирь по методике п. 9.1.1. Пикнометр взвешивают в собранном состоянии с установленными деталями запорных кранов. При взвешивании краны пикнометра должны быть открыты. Суммарная условная масса набора гирь не должна отличаться от результата взвешивания собранного пикнометра более чем на 50 г.

Массу пустого собранного пикнометра определяют по формуле:

$$M_{\Pi} = \frac{W_{\Pi} \cdot M_{\Gamma n}}{W_{\Gamma n}} \cdot \left(1 - \frac{\rho_a}{\rho_e} \right) \quad (3)$$

M_{Π} – результат измерений массы пустого собранного пикнометра, г;

$W_{\Pi}, W_{\Gamma n}$ – средние арифметические значения результатов взвешивания пустого собранного пикнометра и набора замещающих гирь для пустого собранного пикнометра соответственно, г;

$M_{\Gamma n}$ – суммарная условная масса набора гирь, замещающих пустой собранный пикнометр, г (из свидетельств о поверке на гири)

ρ_a – плотность атмосферного воздуха, г/см^3 , вычисленная по формуле 2.

9.2.2 Заполнение пикнометра жидкостью – компаратором.

9.2.2.1 Закрепляют пикнометр в штативе в вертикальном положении (оси отверстий кранов должны располагаться на вертикальной прямой).

9.2.2.2 Подключают шланг для заполнения к нижнему крану пикнометра.

9.2.2.3 Закрепляют свободный конец шланга для заполнения пикнометра с помощью штатива на уровне на 7 – 10 мм выше верхнего края выходного крана.

9.2.2.4 При помощи воронки через шланг для заполнения наполняют пикнометр жидкостью – компаратором до появления жидкости из верхнего крана.

9.2.2.5 Закрывают верхний кран пикнометра. Нижний кран оставляют открытым. Внутренняя полость шланга при этом должна быть заполнена жидкостью – компаратором. Переворачивают пикнометр на 180°.

9.2.3 Помещают пикнометр в циркуляционный термостат в положении: кран с присоединённым шлангом вверх. Свободный конец шланга для заполнения должен быть закреплён выше уровня теплоносителя (дистиллированной воды) в ванне термостата на 20 – 25 мм.

9.2.4 Устанавливают в ванну термостата термометр ЭТС-100 и включают терmostатирование. Выдерживают пикнометр в термостате при температуре $(25,00 \pm 0,02)$ °C не менее 8 часов.

9.2.5 Закрывают верхний кран пикнометра, извлекают его из термостата, отсоединяют шланг для заполнения, продувают корпус пикнометра и внутренние полости кранов и предохранительного клапана сухим сжатым воздухом. Промывают корпус пикнометра и полости кранов снаружи этанолом и высушивают сухим сжатым воздухом.

Примечание: не допускается нагрев заполненного пикнометра с закрытыми кранами до температуры выше 27 °C во избежание неконтролируемого роста давления жидкости – компаратора в пикнометре и риска разрушения предохранительного клапана.

9.2.6 Выполняют измерение массы заполненного жидкостью – компаратором пикнометра в соответствии с п. 9.1.1 настоящей методики. Массу заполненного пикнометра определяют по формуле

$$M_3 = \frac{W_3 \cdot M_{\Gamma_3}}{W_{\Gamma_3}} \cdot \left(1 - \frac{\rho_a}{\rho_e} \right) + \rho_a \cdot V_{nom}, \quad (4)$$

где M_3 – результат измерений массы заполненного пикнометра, г;

W_3, W_{Γ_3} – средние арифметические значения результатов взвешивания заполненного пикнометра и набора гирь соответственно, г;

M_{Γ_3} – суммарная условная масса набора гирь при взвешивании заполненного пикнометра, г (из свидетельств о поверке на гири);

V_{nom} – внутренний объем пикнометра из сертификата калибровки или предыдущего свидетельства о поверке, см³

ρ_a – плотность атмосферного воздуха, г/см³, вычисленная по формуле 2.

9.2.7 Действительное значение внутреннего объема пикнометра при 25 °C и атм. давлении V_{25} , см³, определяют по формуле

$$V_{25} = \frac{(M_3 - M_{\Pi}) \cdot (1 + \beta \cdot (25 - t))}{\rho_{25}}, \quad (5)$$

где ρ_{25} – значение плотности жидкости – компаратора при 25 °C и атм. давлении, г/см³;

β – коэффициент объемного расширения жидкости – компаратора, $1/^\circ\text{C}$;

t – значение температуры теплоносителя в циркуляционном термостате в момент перекрытия верхнего крана пикнометра по результатам измерений термометра сопротивления эталонного ЭТС-100, $^\circ\text{C}$.

9.2.8 Сливают жидкость из пикнометра. Промывают пикнометр нефрасом и высушивают сухим сжатым воздухом.

9.2.9 Выполняют контрольное определение массы пустого пикнометра в соответствии с п. 9.1.1 настоящей методики. Если результат контрольного определения массы пустого пикнометра отличается от предыдущего более чем на $\pm 0,005$ г, промывку и просушку пикнометра повторяют.

9.2.10 Определение действительного значения внутреннего объема пикнометра в соответствии с п. 9.2 настоящей методики выполняют два раза.

9.2.11 За результат определения действительного значения внутреннего объема пикнометра принимают среднее арифметическое из двух последовательных результатов.

9.2.12 Абсолютную погрешность действительного значения определения внутреннего объема пикнометра ΔV , см^3 , определяют по формуле

$$\Delta V = 1,1 \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta M_{\Gamma_h}}{\rho_{25}} \right)^2 + \left(\frac{\Delta M_{\Gamma_3}}{\rho_{25}} \right)^2 + \left(\frac{t_{0,95} \cdot S}{\rho_{25}} \right)^2 + \left(\frac{V_{\text{ном}} - \frac{(W_3 - W_{\Pi})}{\rho_e}}{\rho_{25}} \cdot \Delta \rho_a \right)^2 + \left(\frac{(W_3 - W_{\Pi}) \cdot \Delta \rho}{\rho_{25}^2} \right)^2 + \left(\frac{\rho_a \cdot (W_3 - W_{\Pi}) \cdot \Delta \rho_e}{\rho_{25} \cdot \rho_e^2} \cdot \Delta \rho_e \right)^2 + \left(\frac{\beta \cdot (W_3 - W_{\Pi}) \cdot \Delta t}{\rho_{25}} \cdot \Delta t \right)^2}, \quad (6)$$

где ΔM_{Γ_h} , ΔM_{Γ_3} – суммарная абсолютная погрешность значений массы наборов гирь, замещающих пустой и заполненный пикнометр соответственно, г. В случае использования при вычислениях значений условной массы гирь, допускается использовать суммарное значение расширенной неопределенности определения значений условной массы набора гирь;

S – среднеквадратическое отклонение показаний компаратора массы, г, из свидетельства о поверке;

$t_{0,95}$ – квантиль распределения Стьюдента, соответствующая количеству измерений, при котором было определено среднеквадратическое отклонение показаний компаратора массы;

$\Delta \rho_a$ – абсолютная погрешность вычислений плотности атмосферного воздуха, $\text{г}/\text{см}^3$, значение которого определяют по формуле (7);

$\Delta \rho$ – абсолютная погрешность определения плотности жидкости – компаратора, $\text{г}/\text{см}^3$;

$\Delta \rho_e$ – отклонение плотности материала гирь от значения, принятого при вычислениях, $\text{г}/\text{см}^3$. Значение берут из свидетельства или протокола поверки гирь, либо принимают в соответствии с ГОСТ OIML R 111-1-2009.

Δt – абсолютная погрешность средства измерений температуры жидкости– теплоносителя в циркуляционном термостате, °С.

Абсолютную погрешность вычислений плотности атмосферного воздуха определяют по формуле

$$\Delta \rho_a = 1,1 \cdot \sqrt{\left(1,2 \cdot 10^{-7}\right)^2 + \left(\frac{\Delta P_a \cdot 0,34848 \cdot 10^{-3}}{273,15 + t_a}\right)^2 + \left(\frac{\Delta H_a \cdot 0,009024 \cdot e^{0,0612 \cdot t_a} \cdot 10^{-3}}{273,15 + t_a}\right)^2 + \left(\frac{\Delta t_a \cdot (0,34848 \cdot P_a - 0,009024 \cdot H_a \cdot e^{0,0612 \cdot t_a}) \cdot 10^{-3}}{(273,15 + t_a)^2}\right)^2}, \quad (7)$$

где $1,2 \cdot 10^{-7}$ – абсолютная погрешность формулы (2), г/см³;

ΔP_a – абсолютная погрешность средства измерений атмосферного давления, гПа;

ΔH_a – абсолютная погрешность средства измерений относительной влажности окружающего воздуха, %;

Δt_a – абсолютная погрешность средства измерений температуры окружающего воздуха, °С.

9.2.13 Абсолютная погрешность действительного значения внутреннего объема пикнометра, рассчитанная по формуле (6), не должна превышать $\pm 0,025$ см³.

9.2.14 В случае, если абсолютная погрешность действительного значения внутреннего объема пикнометра, рассчитанная по формуле (6), превышает $\pm 0,025$ см³, выполняют повторное определение действительного значения внутреннего объема пикнометра в соответствии с п. 9.2 и п. 9.2.10 настоящей Методики поверки.

9.2.15 В случае, если при повторном определении абсолютная погрешность значения внутреннего объема пикнометра, рассчитанная по формуле (6), превышает $\pm 0,025$ см³ выполняют повторный осмотр и опробование пикнометра по п. 7.1 и 8.2 настоящей методики поверки. При соблюдении поверителем требований п. 9.1 и п. 9.2 настоящей методики поверки причинами превышения погрешности значения внутреннего объема пикнометра могут быть недостаточное усилие затяжки гаек кранов пикнометра при сборке или не герметичность уплотнений кранов пикнометра, вызванная чрезмерным износом или механическими повреждениями уплотнений кранов.

9.2.16 В случае, если при повторном осмотре обнаружены механические повреждения, дальнейшую поверку пикнометра прекращают, результаты поверки признают отрицательными.

9.2.17 В случае, если при повторном осмотре и опробовании механические повреждения или подтекания через уплотнения кранов пикнометра не обнаружены, выполняют определение действительного значения внутреннего объема пикнометра в соответствии с п. 9.2 и п. 9.2.10 настоящей Методики поверки третий раз. При несоблюдении требований к погрешности п. 9.2.13 дальнейшую поверку пикнометра прекращают, результаты поверки признают отрицательными.

10 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

В результате анализа характеристик, полученных в результате поверки, делается вывод о пригодности дальнейшего использования средства измерений. Критериями

пригодности являются соответствие погрешностей средства измерений п. 9.2.13 настоящей Методики поверки.

11 Оформление результатов поверки

11.1 Результаты поверки вносят в протокол, форма которого приведена в Приложении А.

11.2 На пикнометр, признанный годным к применению, выдают свидетельство о поверке установленной формы. На оборотной стороне свидетельства указывают действительное значение внутреннего объема пикнометра при 25 °C и атмосферном давлении 1013 гПа, пределы абсолютной погрешности действительного значения внутреннего объема пикнометра в соответствии с требованиями п. 9.2.13 и коэффициенты изменения внутреннего объема при изменении температуры и давления измеряемой среды.

11.3 При отрицательных результатах поверки выдают извещение о непригодности установленной формы.

11.4 Сведения о результатах поверки пикнометров напорных передаются в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в установленном порядке. Знак поверки наносится на свидетельство о поверке.

Приложение А
(рекомендуемое)
Форма протокола поверки пикнометра

Протокол поверки № _____

Пикнометр напорный, изготовитель _____

Заводской № _____

Принадлежит _____

Место проведения поверки _____

Средства поверки:

1. _____

2. _____

... _____

Условия поверки:

Атмосферное давление, гПа _____;

Температура окружающего воздуха, °C _____;

Относительная влажность, % _____

1 Результаты измерений при определении массы пустого пикнометра

| № изм. | Условная масса набора гирь | Результат взвешивания | | Температура воздуха | Атмосферное давление | Относительная влажность | Плотность атмосферного воздуха | Масса пустого пикнометра |
|--------|----------------------------|-----------------------|------------|---------------------|----------------------|-------------------------|--------------------------------|--------------------------|
| | | гирь | пикнометра | | | | | |
| | | г | г | | | | | |
| 1 | | | | | | | | |
| 2 | | | | | | | | |
| 3 | | | | | | | | |

2 Результаты измерений при определении массы заполненного пикнометра

| № изм. | Условная масса набора гирь | Результат взвешивания | | Температура воздуха | Атмосферное давление | Относительная влажность | Объем пикнометра (из заводского сертификата) | Плотность атмосферного воздуха | Масса заполненного пикнометра |
|--------|----------------------------|-----------------------|------------|---------------------|----------------------|-------------------------|--|--------------------------------|-------------------------------|
| | | гирь | пикнометра | | | | | | |
| | | г | г | | | | | | |
| 1 | | | | | | | | | |
| 2 | | | | | | | | | |
| 3 | | | | | | | | | |

3. Результаты определения действительного значения внутреннего объема пикнометра

| № изм. | Плотность жидкости – компаратора при 25 °C | Действительное значение внутреннего объема пикнометра при температуре 25 °C и атмосферном давлении, определенное по формуле (5) | Абсолютная погрешность действительного значения внутреннего объема пикнометра, определенная по формуле (6) |
|--------|--|---|--|
| | | | |
| | г/см ³ | см ³ | см ³ |
| 1 | | | |
| 2 | | | |
| 3 | | | |

Выводы _____

Поверитель

Подпись

ФИО

Дата поверки

«___» _____ 20 ___ г