


ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

Федеральное государственное унитарное предприятие
«Всероссийский научно-исследовательский институт расходомерии»

Государственный научный метрологический центр

ФГУП «ВНИИР»

УТВЕРЖДАЮ
Заместитель директора ФГУП «ВНИИР»
по развитию
А. С. Тайбинский
«13» 06 2016 г.



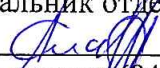
ИНСТРУКЦИЯ

Государственная система обеспечения единства измерений

Установки пикнометрические

Методика поверки

МП 0457-6-2016

Начальник отдела НИО-6
 А.Г. Сладовский
Тел. отдела (843)2720363

Казань
2016

РАЗРАБОТАНА
ИСПОЛНИТЕЛИ
УТВЕРЖДЕНА
АТТЕСТОВАНА
«13» 06 2016 г.

ФГУП «ВНИИР»
Сладовский А.Г., Смирнов П.С.
ФГУП «ВНИИР»
ФГУП «ВНИИР»

1 Область применения

Настоящий документ распространяется на Установки пикнометрические, зав. № 3, 4, 7, изготовленные ООО «ИМС Индастриз» (далее - установки) и устанавливает методику их первичной и периодической поверки.

Интервал между поверками - 1 год.

2 Нормативные ссылки

В настоящей методике использованы ссылки на следующие нормативные документы:

ГОСТ 8.024-2002 «ГСИ. Государственная поверочная схема для средств измерений плотности»

Приказ № 1815 от 2 июля 2015 года Министерства промышленности и торговли Российской Федерации «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке».

3 Операции поверки

При проведении поверки выполняют операции, приведенные в Таблице 1.

Таблица 1

Наименование операций	Номер пункта методики поверки
Внешний осмотр	8.3
Проверка комплектности	8.4
Опробование	8.5
Определение метрологических характеристик	8.6
Оформление результатов поверки	9

4 Средства поверки

4.1 При поверке установки применяют средства поверки, приведенные в таблице 2. Поверку средств измерений, входящих в состав установки, проводят по методикам поверки, указанным в описаниях типа данных средств измерений.

Таблица 2

Наименование средств поверки и вспомогательного оборудования	Основные характеристики
Вторичный эталон плотности ВЭТ (далее – ВЭТ)	Пределы допускаемой абсолютной погрешности эталона ВЭТ (расширенная неопределенность) не более $\pm 0,03 \text{ кг/м}^3$;
Поверочная жидкость, дистиллированная вода по ГОСТ 6709-72 при температуре $(25,00 \pm 0,01) \text{ }^\circ\text{C}$	Аттестованная на ВЭТ по ГОСТ 8.024 с пределами абсолютной погрешности аттестации не более $\pm 0,03 \text{ кг/м}^3$
Весы-компаратор	Специального 1-го класса точности по ГОСТ OIML R 76-1-2011, НПВ не менее 5100 г, с ценой деления не более 0,01 г, с пределами допускаемой абсолютной погрешности не более 0,05 г, СКО не более 0,01 г.

Набор гирь	Класс точности Е2 по ГОСТ 7328-2001 «Гири. Общие технические условия»;
Термометры жидкостные стеклянные типа ТР	Диапазон измерений от 16 °С до 24 °С, цена деления 0,01°С по ГОСТ 13646 - 68 «Термометры стеклянные ртутные для точных измерений. Технические условия»
Термометр	Диапазон измерений от 12 °С до 28 °С, с пределами абсолютной погрешности не более $\pm 0,01$ °С
Барометр-анероид	Диапазон измерений от 610 до 790 мм рт.ст., предел допускаемой погрешности $\pm 0,8$ мм рт. ст.
Гигрометр психрометрический	Диапазон измерений от 20 до 90 % относительной влажности, предел допускаемой погрешности $\pm 7\%$ относительной влажности.
Жидкостной циркуляционный термостат	Поддерживаемая температура жидкости 25 °С со стабильностью $\pm 0,01$ °С. Габариты термостатной ванны, должны быть достаточными для полного погружения пикнометра
Промывочные жидкости:	Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72 «Вода дистиллированная. Технические условия», спирт этиловый ректификованный технический высшей очистки по ГОСТ 18300-87 «Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия», нефрас по ГОСТ 8505-80 «Нефрас-С 50/170. Технические условия»
Система подачи сухого сжатого воздуха для сушки пикнометров или компрессор воздушный безмасляный.	
- Штатив лабораторный; - Шланги для заполнения пикнометров; - Салфетки хлопчатобумажные.	

4.2 Все средства измерений, применяемые при поверке должны иметь действующие свидетельства о поверке или оттиски поверительных клейм. Эталоны, применяемые при поверке, должны быть аттестованы в соответствии с действующим законодательством.

4.3 Допускается применение других средств поверки, с аналогичными или лучшими метрологическими характеристиками, обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемых СИ с требуемой точностью.

5 Требования безопасности и требования к квалификации поверителей

При проведении поверки соблюдают следующие требования безопасности:

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

5.2 Легковоспламеняющиеся промывочные жидкости хранят в стеклянных бутылках с притертыми пробками вместимостью 5, 10 литров и в металлических канистрах

емкостью 20 литров. Жидкости помещают в специально предназначенные для хранения металлические шкафы.

5.3 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".

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

5.5 Следует избегать нагревания заполненного поверочной жидкостью пикнометра с закрытыми кранами по причине возможности срабатывания предохранительного клапана.

5.6 Запрещается оставлять на ночь заполненные поверочной жидкостью пикнометры с закрытыми кранами.

5.7 К выполнению поверки допускают лиц, аттестованных в качестве поверителей, изучивших эксплуатационную документацию на установку, СИ, входящие в состав установки и средства их поверки, настоящую рекомендацию и прошедших инструктаж по технике безопасности.

5.8 При проведении поверки СИ, входящих в состав установки, соблюдают требования безопасности и требования к квалификации поверителей, определяемые методиками поверки на СИ, входящие в состав установки.

6 Условия поверки

6.1 При проведении поверки соблюдают следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С 20 ± 5 ;
- относительная влажность воздуха, % от 30 до 80;
- атмосферное давление, кПа $101,3 \pm 4,0$

6.2 Условия проведения поверки СИ, входящих в состав установки, должны соответствовать условиям, указанным в методиках поверки на эти средства измерений.

7 Подготовка к поверке

Перед проведением поверки выполняют следующие работы:

7.1 Промывают и сушат пикнометры.

7.1.1 Промывку выполняют в следующей последовательности:

- заполняют пикнометр нефрасом и оставляют на 5 часов. Верхний кран пикнометра должен быть оставлен открытым во избежание разрушения предохранительного клапана при возможном нагреве пикнометра. Сливают нефрас;

- заполняют пикнометр новой порцией нефраса примерно до половины вместимости, закрывают краны и производят 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;

- просушивают внутреннюю полость пикнометра сухим сжатым воздухом;

- заполняют пикнометр дистиллированной водой с температурой 90-97°С, выдерживают 7-10 минут и сливают воду. В случае наличия на поверхности слитой воды следов парафинов промывку повторяют до появления чистой воды;

- заполняют пикнометр спиртом этиловым примерно на 1/3 вместимости, закрывают краны и производят встряхивание пикнометра в течении 2-3 минут;

- сливают спирт этиловый;

- просушивают внутреннюю полость пикнометра сухим сжатым воздухом.

7.1.2 Вымытые и просушенные пикнометры хранят завернутыми в хлопчатобумажную ветошь.

7.2 Подготавливают СИ, входящие в состав установки, в соответствии с руководствами по эксплуатации на эти СИ.

8 Проведение поверки и обработка результатов измерений

8.1 Поверку установки проводят экспериментально-расчетным методом, при этом определяют фактическую вместимость напорных пикнометров (далее – пикнометров), поверяют СИ, входящие в состав установки в соответствии с методиками, указанными в описаниях типа данных СИ, и вычисляют пределы абсолютной погрешности измерений плотности.

8.2 Если на средство измерений, входящее в состав установки, имеется действующее свидетельство о поверке со сроком действия более 6 месяцев, его поверка может не проводиться.

8.3 Внешний осмотр

8.3.1 При внешнем осмотре проверяют:

- отсутствие механических повреждений и целостность покрытий на корпусе установки;

- целостность бокса с термоизолирующим кожухом для пикнометров;

- отсутствие видимых повреждений на телах пикнометров;

- отсутствие шумов и стуков при встряхивании пикнометра;

- исправность запорных кранов и предохранительного клапана.

Результаты проверки положительные, если нарушений не обнаружено.

8.4 Проверка комплектности

Проверяют комплектность установки в соответствии с эксплуатационной документацией на установку.

Результаты проверки положительные, если комплектность установки соответствует указанной в эксплуатационной документации на данную установку.

8.5 Опробование

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.

Результаты поверки положительные, если не наблюдается течи нефраса.

8.6 Определение метрологических характеристик

8.6.1 Определение абсолютной погрешности измерения вместимости пикнометров.

8.6.1.1 Для определения абсолютной погрешности измерения вместимости пикнометра определяют массу незаполненного, чистого высушенного пикнометра взвешиванием на электронных весах, входящих в состав установки, по следующей методике:

- взвешивают набор гирь не менее трех раз;

- взвешивают пикнометр не менее трех раз;

- вновь взвешивают набор гирь не менее трех раз;

- вычисляют среднее значение результатов взвешивания пикнометра и набора гирь.

Сходимость результатов взвешивания гирь, пикнометра и соответствующих средних арифметических значений результатов взвешивания должна быть не более 0,005 г; в противном случае взвешивания повторяют. Масса набора гирь не должен отличаться от веса пикнометров более чем на 0,1 кг;

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

- массу незаполненного пикнометра M_n , кг, вычисляют по формуле:

$$M_n = \left[\frac{W_{\Pi}}{W_{ГП}} \right] \times M_{ГП} \times \left[1 - \frac{\rho_a}{\rho_{Г}} \right], \quad (1)$$

где: W_{Π} , $W_{ГП}$ - средние арифметические значения результатов взвешивания пикнометра и набора гирь соответственно, г;

$M_{ГП}$ - суммарная масса набора гирь при взвешивании пустого пикнометра (из свидетельств о поверке на гири), кг;

$\rho_{Г}$ - плотность материала гирь ($\rho_{Г} = 8000 \text{ кг/м}^3$);

ρ_a - плотность атмосферного воздуха, вычисленная по формуле (2), кг/м^3 .

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

где: P_a - барометрическое давление, мбар;

H_a - относительная влажность воздуха, %;

t_a - температура атмосферного воздуха, °С.

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

8.6.1.3 Подключают шланг для заполнения к нижнему крану пикнометра.

8.6.1.4 Закрепляют свободный конец шланга для заполнения пикнометра с помощью штатива на уровне, на 7-10 мм выше верхнего края входного крана.

8.6.1.5. При помощи воронки, через шланг для заполнения, наполняют пикнометр поверочной жидкостью до появления жидкости из верхнего крана. В качестве поверочной жидкости применяется дистиллированная вода по ГОСТ 6709, аттестованная на ВЭТ плотности с погрешностью не более $\pm 0,03 \text{ кг/м}^3$ при температуре $25,00 \pm 0,01 \text{ }^\circ\text{C}$.

8.6.1.6 Закрывают верхний вентиль. Нижний вентиль оставляют открытым. Внутренняя полость шланга при этом должна быть полностью заполнена поверочной жидкостью. Переворачивают пикнометр на 180° .

8.6.1.7 Помещают пикнометр в циркуляционный термостат в положении кран с присоединённым шлангом вверх. Свободный конец шланга для заполнения должен быть закреплён выше уровня воды в термостате на 20-25 мм.

8.6.1.8 Выдерживают пикнометр в термостате при температуре $(25,00 \pm 0,05) \text{ }^\circ\text{C}$ не менее 5 часов.

8.6.1.9 Закрывают кран пикнометра, извлекают пикнометр из термостата, отсоединяют шланг для заполнения, продувают корпус пикнометра и внутренние полости вентиля и предохранительного клапана сухим сжатым воздухом. Промывают корпус пикнометра и вентили снаружи этанолом и высушивают сжатым воздухом.

Примечание: Запрещается допускать нагрев пикнометра с закрытыми вентилями до температуры выше $27 \text{ }^\circ\text{C}$ во избежание разрушения предохранительного клапана.

8.6.1.10 Выполняют взвешивание заполненного поверочной жидкостью пикнометра. Массу заполненного пикнометра M_3 , кг, вычисляют по формуле:

$$M_3 = \left[\frac{W_3}{W_{Г3}} \right] \cdot M_{Г3} \cdot \left[1 - \frac{\rho_a}{\rho_{Г}} \right] + \rho_a \cdot V_{25}, \quad (3)$$

где: $W_3, W_{Г3}$ - средние арифметические значения результатов взвешивания пикнометра и набора гирь соответственно, г;

$M_{Г3}$ - суммарная масса набора гирь при взвешивании заполненного пикнометра (из свидетельств о поверке на гири), кг;

V_{25} - фактическая вместимость пикнометра при 25 °С и атмосферном давлении из сертификата калибровки или предыдущего свидетельства о поверке, см³;

8.6.1.11 Результат измерения вместимости пикнометром $V_{изм}$, кг/м³, при 25 °С и атмосферном давлении определяют по формуле:

$$V_{изм} = \frac{(M_3 - M_{П}) \cdot 1000}{\rho_{ж}} \quad (4)$$

где: $\rho_{ж}$ - плотность поверочной жидкости аттестованная на ВЭТ, кг/м³.

8.6.1.12 Сливают поверочную жидкость из пикнометра. Промывают пикнометр растворителем и высушивают сухим сжатым воздухом.

8.6.1.13 Производят контрольное определение массы пустого пикнометра в соответствии с п.8.6.1.1 настоящей методики. Если результат контрольного определения массы пустого пикнометра отличается от предыдущего более чем на 10 мг, промывку и просушку пикнометра повторяют.

8.6.1.14 Определение вместимости пикнометра выполняют два раза

Если повторяемость результатов превышает 0,016 см³, измерения выполняют ещё раз.

За результат определения вместимости пикнометром принимают среднее арифметическое из двух результатов, повторяемость между которыми не превышает 0,016 см³.

Абсолютную погрешность измерения вместимости пикнометра определяют по формуле:

$$\Delta V = V_{25} - V_{изм} \quad (5)$$

где: ΔV - абсолютная погрешность измерения вместимости пикнометром при 25 °С и атмосферном давлении из сертификата калибровки или предыдущего свидетельства о поверке, см³;

$V_{изм}$ - измеренное значение вместимости пикнометром при 25 °С и атмосферном давлении, см³.

8.6.1.15 Процедуру определения абсолютной погрешности вместимости по п.п. 8.6.1-8.6.1.14, выполняют для каждого пикнометра входящего в состав пикнометрической установки.

Абсолютная погрешность измерения вместимости пикнометра (-ов) не должна превышать $\pm 0,025$ см³.

9 Обработка результатов поверки установки

Погрешность результата измерений плотности пикнометрической установкой оценивают расчетным путем.

9.1 Пределы допускаемой абсолютной погрешности определения плотности каждым пикнометром, $\Delta\rho_{1,2}$, кг/м³, оценивают по формуле:

$$\Delta\rho_{1,2} = \frac{2 \cdot \Delta M \cdot V + \Delta V_{i,p} \cdot (M_3 - M_{П})}{V^2} \times 10^3, \quad (6)$$

где: ΔM – допустимая абсолютная погрешность взвешивания ($\Delta M = \pm 0,01$ г);

V – номинальная величина вместимости пикнометра ($V = 500$ см³);

$\Delta V_{t,p}$ – предел допустимой абсолютной погрешности вместимости пикнометра в условиях отбора пробы, см³, которые оценивают по формуле:

$$\Delta V_{tp} = \sqrt{(\Delta V_0)^2 + [\Delta F_t \cdot (t_{дон} - t_0)]^2 + (\Delta t \cdot F_t)^2 + (\Delta F_p \cdot P_{дон})^2 + (\Delta P \cdot F_p)^2} \quad (7)$$

где: ΔV_0 – погрешность вместимости пикнометра при 25 °С и атмосферном давлении (из сертификата калибровки или предыдущего свидетельства о поверке), см³;

ΔF_t – погрешность температурного коэффициента вместимости пикнометра, см³/°С - из сертификата калибровки или предыдущего свидетельства о его поверке;

ΔF_p – погрешность коэффициента вместимости пикнометра по давлению, см³/бар - из сертификата калибровки или предыдущего свидетельства о его поверке;

$t_{дон}$ и $P_{дон}$ – максимальная допустимая температура и максимальное допустимое избыточное давление жидкости при отборе пробы, °С и бар;

t_0 – температура, при которой определена вместимость пикнометра V из сертификата калибровки или предыдущего свидетельства о его поверке, °С;

Δt и ΔP – пределы допустимых абсолютных погрешностей измерения температуры и давления при отборе пробы, °С и бар – из свидетельств о поверке СИ температуры и СИ давления.

9.2 Пределы абсолютной погрешности измерения плотности установкой (средняя величина по двум пикнометрам), $\Delta \rho_{уст}$, кг/м³, оценивают по формуле:

$$\Delta \rho_{уст} = \frac{\Delta \rho_{max}}{\sqrt{2}} \quad (8)$$

где: $\Delta \rho_{max}$ – максимальное значение пределов допустимой абсолютной погрешности определения плотности каждым пикнометром ($\Delta \rho_{1,2}$), кг/м³

9.3 Установку признают пригодной к эксплуатации при положительных результатах поверки всех средств измерений входящих в состав установки, а также если полученное расчетное значение абсолютной погрешности результата измерений пикнометрической установкой находится в пределах $\pm 0,1$ кг/м³ при температуре измерений от 0 °С до 50 °С и давлении от 0 до 62 бар и $\pm 0,15$ кг/м³ при температуре измерений от 50 °С до 100 °С и давлении от 0 до 100 бар.

10 Оформление результатов поверки

10.1 Оформление результатов поверки пикнометров.

10.1.1 Результаты поверки установки оформляются протоколом.

10.1.2 При положительных результатах поверки оформляют свидетельство о поверке по форме, приведенной в приложении 1а Приказа Министерства промышленности и торговли Российской Федерации № 1815 от 2 июля 2015 года «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке».

На оборотной стороне свидетельства о поверке напорных пикнометров указывается:

- Заводской № напорного пикнометра;

- Масса корпуса пикнометра с установленным предохранительным диском, кг;

- Масса пикнометра в сборе, кг;
- Вместимость пикнометра при температуре плюс 25°C и нормальном атмосферном давлении, см³ (м³);
- Среднее изменение вместимости в диапазоне изменения давления от 1 до 100 бар, F_p, см³/бар;
- Среднее изменение вместимости в диапазоне изменения температуры от плюс 0 до плюс 100°C, F_t см³/°C .

10.1.3 При отрицательных результатах поверки установку к эксплуатации не допускают, свидетельство о поверке аннулируют и выдают извещение о непригодности с указанием причин по форме, приведенной в приложении 2 Приказа Министерства промышленности и торговли Российской Федерации № 1815 от 2 июля 2015 года «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке».

10.2 Оформление результатов поверки пикнометрической установки оформляются протоколом.

10.2.1 При положительных результатах поверки оформляют свидетельство о поверке по форме, приведенной в приложении 1а Приказа Министерства промышленности и торговли Российской Федерации № 1815 от 2 июля 2015 года «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке».

На оборотной стороне свидетельства указывается состав пикнометрической установки с указанием заводских номеров средств измерения.

10.2.3 При отрицательных результатах поверки установку к эксплуатации не допускают, свидетельство о поверке аннулируют и выдают извещение о непригодности с указанием причин по форме, приведенной в приложении 2 Приказа Министерства промышленности и торговли Российской Федерации № 1815 от 2 июля 2015 года «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке».

Приложение А
(Рекомендуемое)

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ ПИКНОМЕТРИЧЕСКОЙ УСТАНОВКИ № _____

Заводской номер пикнометрической установки: _____

Владелец: _____

Методика поверки: _____

Поверка выполнена с применением: _____

Условия проведения поверки:

Температура окружающей среды: _____

Атмосферное давление: _____

Относительная влажность: _____

Результаты поверки

1. Определение абсолютной погрешности измерения вместимости напорных пикнометров:

Заводской номер напорного пикнометра _____

Плотность аттестованной на ВЭТ поверочной жидкости, кг/м ³	Температура аттестации поверочной жидкости, °С	Измеренная вместимость, см ³	Средняя вместимость, см ³	Вместимость из сертификата калибровки или свидетельства о поверке, см ³	Абсолютная погрешность определения вместимости, см ³

Абсолютная погрешность определения вместимости напорного пикнометра зав. № _____ превышает/не превышает 0,025 см³

Заводской номер напорного пикнометра пикнометра _____

Плотность аттестованной на ВЭТ поверочной жидкости, кг/м ³	Температура аттестации поверочной жидкости, °С	Измеренная вместимость, см ³	Средняя вместимость, см ³	Вместимость из сертификата калибровки или свидетельства о поверке, см ³	Абсолютная погрешность определения вместимости, см ³

Абсолютная погрешность определения вместимости напорного пикнометра зав. № _____ превышает/не превышает 0,025 см³

Поверку провел:

должность

подпись

Ф.И.О.

2. Определение абсолютной погрешности измерений плотности пикнометрической установкой

Состав пикнометрической установки:

Наименование средства измерения:	Зав. №	№ свидетельства о поверке/калибровки
1		
2		
.		
.		
i		

Абсолютная погрешность измерений плотности пикнометрической установкой, кг/м ³	Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений плотности при указанных параметрах рабочей среды, кг/м ³ :	
		±0,10
	±0,15	от 50 °С до 100 °С, до 100 бар

Полученное расчетное значение абсолютной погрешности результата измерений пикнометрической установкой **превышает/не превышает** $\pm 0,1$ кг/м³ при температуре измерений от 0 °С до 50 °С и давлении от 0 до 62 бар и $\pm 0,15$ кг/м³ при температуре измерений от 50 °С до 100 °С и давлении от 0 до 100 бар.

Вывод: пикнометрическая установка **пригодна/непригодна** к применению.

Поверку провел:

_____ должность _____ подпись _____ Ф.И.О.

Дата проведения поверки: