

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ УНИТАРНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ
УРАЛЬСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ
(ФГУП «УНИИМ»)

УТВЕРЖДАЮ
Директор ФГУП «УНИИМ»
С.В. Медведевских
« 27 » 03 2016 г.



ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА
ИЗМЕРЕНИЙ

**Пикнометры газовые Руспоматик
МЕТОДИКА ПОВЕРКИ**

МП 100-251-2015

и.р.64386-16

Екатеринбург

2016

ПРЕДИСЛОВИЕ

- 1. РАЗРАБОТАНА** ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии» (ФГУП «УНИИМ»)
- 2. ИСПОЛНИТЕЛЬ** к.х.н., зав. лаб. 251 Собина Е.П.
- 3. УТВЕРЖДЕНА** директором ФГУП «УНИИМ» в 2016 г.

СОДЕРЖАНИЕ

| | | |
|---|--|----|
| 1 | Область применения | 4 |
| 2 | Нормативные ссылки | 4 |
| 3 | Операции поверки | 4 |
| 4 | Средства поверки | 4 |
| 5 | Требования безопасности | 5 |
| 6 | Условия поверки | 5 |
| 7 | Подготовка к поверке | 5 |
| 8 | Проведение поверки..... | 5 |
| | 8.1 Внешний осмотр | 5 |
| | 8.2 Опробование..... | 5 |
| | 8.3 Проверка метрологических характеристик | 5 |
| 9 | Оформление результатов поверки | 7 |
| | Приложение А..... | 8 |
| | Приложение Б | 9 |
| | Приложение В..... | 10 |

| | |
|---|------------------------|
| Государственная система обеспечения единства измерений Пикнометры газовые Руспomatic. Методика поверки | МП 100-251-2015 |
|---|------------------------|

1 Область применения

Настоящая методика поверки распространяется на пикнометры газовые Руспomatic (далее – пикнометры) и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок.

Поверка пикнометров должна производиться в соответствии с требованиями настоящей методики.

Интервал между поверками – 1 год.

2 Нормативные ссылки

В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие нормативные документы:

ГОСТ 6709-72 «Вода дистиллированная. Технические условия»;

Нормативный правовой акт: Приказ Минпромторга России от 02.07.2015 № 1815 «Об утверждении порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельств о поверке».

3 Операции поверки

3.1 При поверке должны быть выполнены операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 – Операции поверки

| Наименование операции | Номер пункта методики поверки | Обязательность проведения операций при | |
|---|-------------------------------|--|-----------------------|
| | | первичной поверке | периодической поверке |
| <i>1</i> | <i>2</i> | <i>3</i> | |
| 1 Внешний осмотр | 8.1 | да | да |
| 2 Опробование | 8.2 | да | да |
| 3 Проверка метрологических характеристик: | 8.3 | - | - |
| 3.1 Проверка относительной погрешности и диапазона измерений объема | 8.3.1 | да | да |
| 3.2 Проверка относительной погрешности и диапазона измерений плотности* | 8.3.2 | да | да |

* допускается не проводить, если пикнометр не применяется для измерения плотности.

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций, проводится настройка и калибровка пикнометра в соответствии с руководством по эксплуатации (далее – РЭ). В дальнейшем все операции повторяются вновь, в случае повторного невыполнения требований хотя бы к одной из операций поверка прекращается, пикнометр бракуется.

4 Средства поверки

4.1 При поверке пикнометров необходимо применять следующие средства измерения, оборудование и материалы:

- термогигрометр, диапазон относительной влажности от 10 до 100 %, $\Delta = \pm 2,5$ %, диапазон температуры от 5 до 40 °С, $\Delta = \pm 0,5$ °С;
- барометр-анероид метеорологический, от 80 до 106 кПа, $\Delta = \pm 0,2$ кПа;
- термометр стеклянный ртутный, от 15 до 30 °С, $\Delta = \pm 0,1$ °С;
- термостат воздушный лабораторный, от 15 до 50 °С, $\Delta = \pm 0,5$ °С;

- эталон единицы массы 1-го разряда в диапазоне от 0,001 до 220 г с возможностью взвешивания под весами;
- эталон единицы массы 2-го разряда в диапазоне от 100 до 500 г с возможностью взвешивания под весами;
- вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

4.2 Допускается применять другие средства поверки, обеспечивающие определение метрологических характеристик с требуемой точностью.

5 Требования безопасности

При проведении поверки должны быть соблюдены требования безопасности, указанные в руководстве по эксплуатации пикнометров газовых Русpomatic.

6 Условия поверки

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С 20±2
- относительная влажность % не более 80

7 Подготовка к поверке

Пикнометр подготовить к работе в соответствии с руководством по эксплуатации.

8 Проведение поверки

8.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре установить:

- отсутствие видимых повреждений пикнометра;
- соответствие комплектности указанной в РЭ;
- четкость обозначений и маркировки.

8.2 Опробование

8.2.1 Проверить работоспособность органов управления и регулировки пикнометра в соответствии с РЭ.

8.2.3 Провести проверку идентификационных данных программного обеспечения (ПО) пикнометра. Идентификационное наименование ПО, номер версии ПО, цифровой идентификатор ПО идентифицируется при запуске ПО путем вывода на экран. Идентификационные данные программного обеспечения приведены в таблице 2.

Таблица 2 – Идентификационные данные программного обеспечения

| Идентификационные данные (признаки) | Значение |
|---|----------------------|
| Идентификационное наименование программного обеспечения | Русpomatic |
| Номер версии (идентификационный номер) программного обеспечения | не ниже version 1.00 |
| Цифровой идентификатор программного обеспечения | 9E7B69F8 |

8.3 Проверка метрологических характеристик

8.3.1 Проверка относительной погрешности и диапазона измерений объема

8.3.1.1 Проверку относительной погрешности измерений объема производят с помощью калибровочных сфер (далее сфер) из нержавеющей стали, входящих в комплект поставки.

Определение действительных значений объема сфер определяют методом гидростатического взвешивания по приложению А настоящей методики поверки.

8.3.1.2 Для пикнометра модификации Русpomatic АТС устанавливают температуру 20 °С. Пикнометру модификации Русpomatic АТС требуется не менее 15 минут для термостабилизации.

Для пикнометра модификации Русpomatic температура отображается в измерительной камере, которая измерена датчиком температуры.

При проведении поверки в условиях, отличных от 20 °С, необходимо сделать корректировку объема сфер по формуле

$$V'_s = V_s [1 + \gamma(t_{\text{раб.}} - t_c)], \quad (1)$$

где V_s - действительное значение объема сферы при температуре 20 °С, см³;
 γ - коэффициент объемного расширения нержавеющей стали сферы, равный $30,6 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$;

$t_{\text{раб.}}$ - рабочая температура, отображаемая пикнометром, °С;

t_c - температура 20 °С.

8.3.1.3 Измерения проводят для измерительных камер, которыми укомплектован пикнометр.

Для измерительной камеры 4 см³ проводят пять измерений объема с помощью сферы 3 см³.

Для измерительной камеры 20 см³ проводят пять измерений объема с помощью сферы 14 см³.

Для измерительной камеры 40 см³ проводят пять измерений объема с помощью сферы 22 см³.

Для измерительной камеры 60 см³ проводят пять измерений объема с помощью сферы 36 см³.

Для измерительной камеры 100 см³ проводят пять измерений объема с помощью сфер 36 см³, 22 см³ и 14 см³.

8.3.1.4 Значения относительной погрешности измерений для каждой измерительной камеры пикнометра, δ_{0V} , %, рассчитать по формуле

$$\delta_{0V} = \frac{\frac{tS_V}{\sqrt{5}} + |\bar{V} - V_s| + |\Delta V_s|}{\left[\frac{S_V}{\sqrt{5}} + \frac{|\bar{V} - V_s| + |\Delta V_s|}{\sqrt{3}} \right] \cdot V_s} \cdot \sqrt{\frac{(|\Delta V_s| + |\bar{V} - V_s|)^2}{3} + \frac{S_V^2}{5}} \cdot 100, \quad (2)$$

где $S_V = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (V_i - \bar{V})^2}{n-1}}$ - СКО единичного результата измерения объема, см³;

V_i - результат измерения объема на пикнометре, см³;

$$\bar{V} = \frac{\sum_{i=1}^n V_i}{n} \text{ - среднее значение объема, см}^3;$$

V_s - действительное значение объема сферы, см³;

n - число измерений;

ΔV_s - погрешность определения объема сферы, связанная с погрешностью взвешивания, см³;

t - коэффициент Стьюдента, который зависит от доверительной вероятности P и числа результатов наблюдений n , равный 2,78 для $n=5$ $P=0,95$.

Полученные значения относительной погрешности измерений должны удовлетворять требованиям таблицы 2.

8.3.1.5 Диапазон измерений объема проверяют на соответствие требованиям таблицы 2 на основе результатов, полученных по п.8.3.1.4 (учитывают комплектацию пикнометра измерительными камерами). За диапазон измерений объема принимают диапазон измерений, приведенный в таблице 2, если полученные значения относительной погрешности измерений объема, удовлетворяют требованиям таблицы 2.

Таблица 2 - Метрологические характеристики

| Наименование характеристик | Значение характеристик | | | | | | |
|---|--|------------|--------------|----------------|---------------------------------|---------|---------|
| | Русnomatic ATC | | | | Русnomatic | | |
| | при комплектации измерительными камерами | | | | при комплектации измерительными | | |
| | 20,40,60 | 4,20,40,60 | 20,40,60,100 | 4,20,40,60,100 | 20 | 40 | 60 |
| Диапазон измерений объема, см ³ | 14 - 60 | 3 - 60 | 14 - 100 | 3 - 100 | 14 - 20 | 22 - 40 | 36 - 60 |
| Диапазон измерений плотности, г/см ³ | от 2 до 23 | | | | | | |
| Пределы допускаемой относительной погрешности измерений объема, % | ±0,5 | | | | | | |
| Пределы допускаемой относительной погрешности измерений плотности*, % | ±0,6 | | | | | | |

* - указанное в таблице значение погрешности достигается при использовании весов лабораторных электронных I (специального) класса точности

8.3.2 Проверка относительной погрешности и диапазона измерений плотности

Проверить, что в комплекте с пикнометром имеются весы лабораторные электронные I (специального) класса точности с погрешностью не более $\pm 0,0010$ г, на которых измеряется масса образца.

При наличии весов лабораторных электронных I (специального) класса точности с действующим свидетельством о поверке относительная погрешность и диапазон измерений плотности принимается по таблице 2.

9 Оформление результатов поверки

9.1 Оформляют протокол проведения поверки по форме Приложения В.

9.2 Положительные результаты поверки оформляют выдачей свидетельства о поверке в соответствии с Приказом Минпромторга России от 02.07.2015 № 1815. Знак поверки наносится на пикнометр.

9.3 При отрицательных результатах поверки пикнометр признают непригодным к применению, свидетельство о поверке аннулируют, и выписывают извещение о непригодности к применению с указанием причин в соответствии с Приказом Минпромторга России от 02.07.2015 № 1815.

Разработчик:

Зав. лаб. 251 ФГУП «УНИИМ», к.х.н.

 Е.П. Соби́на

ПРИЛОЖЕНИЕ А

(обязательное)

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ДЕЙСТВИТЕЛЬНЫХ ЗНАЧЕНИЙ ОБЪЕМА И ПЛОТНОСТИ КАЛИБРОВОЧНЫХ СФЕР МЕТОДОМ ГИДРОСТАТИЧЕСКОГО ВЗВЕШИВАНИЯ

а) Взвешивают сферы в воздухе при температуре (20 ± 2) °С, записывают результат измерений m_1 (с помощью термогигрометра и барометра регистрируют температуру и давление окружающего воздуха соответственно);

б) Собирают установку для взвешивания сфер в воде дистиллированной;

в) Взвешивают сферы в воде дистиллированной при температуре (20 ± 2) °С, записывают результат измерений m_2 (с помощью термометра регистрируют температуру воды в процессе взвешивания);

д) Объем сферы, V_s , см³, рассчитывают по формуле

$$V_s = \frac{m_1 - m_2}{\rho_1 - \rho_2}, \quad (\text{A.1})$$

где ρ_1 - плотность воды дистиллированной, определенная с учетом температуры воды по приложению Б настоящей методики поверки, г/см³;

ρ_2 - плотность воздуха, вычисленная с учетом температуры и давления окружающего воздуха по приложению Б настоящей методики поверки, г/см³;

m_1 - масса сферы в воздухе, г;

m_2 - масса сферы в воде дистиллированной, г.

Результат измерения объема записывают до четвертого десятичного знака.

е) Для каждой сферы рассчитывают погрешность определения объема, связанную с погрешностью взвешивания* по формуле

$$\Delta V_s = \sqrt{\left(\frac{\Delta m_1}{\rho_1 - \rho_2}\right)^2 + \left(\frac{\Delta m_2}{\rho_1 - \rho_2}\right)^2}, \quad (\text{A.2})$$

где Δm_1 и Δm_2 - погрешности используемых весов в соответствующем диапазоне взвешивания, г;

* - погрешностями определения справочных данных плотности воды и воздуха пренебрегаем ввиду их малости.

Примечание:

Сферы объёмами 3 см³, 14 см³, 22 см³ взвешивают с помощью государственного эталона единицы массы 1-го разряда.

Сферу объемом 36 см³ взвешивают с помощью государственного эталона единицы массы 2-го разряда.

Воду дистиллированную выдерживают в термостате в течение 2 часов при температуре 20 °С.

Перед измерением объема и плотности сфер на пикнометрах их высушивают в термостате в течение 4 часов при температуре 50 °С, а затем охлаждают в течение 4 часов.

ПРИЛОЖЕНИЕ Б
(справочное)

**ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПЛОТНОСТИ ВОДЫ ДИСТИЛЛИРОВАННОЙ
И ОКРУЖАЮЩЕГО ВОЗДУХА**

1. Плотность окружающего воздуха в г/см³, рассчитывается по формуле

$$\rho = \frac{0,001293 \cdot (P - 0,3783E)}{(1 + t/273,2) \cdot 760}, \quad (\text{Б.1})$$

где t - температура окружающего воздуха, °С;

P - величина атмосферного давления, мм рт. ст.;

E - давление паров воды в воздухе, мм рт.ст., определяемое по таблице Б.1.

2. Плотность дистиллированной воды при различных значениях температуры определяется по таблице Б.1.

Таблица Б.1 - справочные данные плотности воды дистиллированной и давления паров воды при различных температурах*.

| t , °С | Плотность дистиллированной воды, г/см ³ | Давление паров воды в воздухе, мм рт.ст. |
|----------|--|--|
| 15 | 0,99913 | 12,79 |
| 16 | 0,99897 | 13,64 |
| 17 | 0,99880 | 14,54 |
| 18 | 0,99862 | 15,48 |
| 19 | 0,99843 | 16,48 |
| 20 | 0,99823 | 17,54 |
| 20,1 | 0,99823 | 17,54 |
| 20,2 | 0,99823 | 17,54 |
| 20,3 | 0,99810 | 17,54 |
| 20,4 | 0,99810 | 17,54 |
| 20,5 | 0,99810 | 17,54 |
| 20,6 | 0,99810 | 17,54 |
| 20,7 | 0,99810 | 17,54 |
| 20,8 | 0,99800 | 17,54 |
| 20,9 | 0,99800 | 17,54 |
| 21 | 0,99802 | 18,66 |
| 21,1 | 0,99800 | 18,66 |
| 21,2 | 0,99800 | 18,66 |
| 21,3 | 0,99790 | 18,66 |
| 21,4 | 0,99790 | 18,66 |
| 21,5 | 0,99790 | 18,66 |
| 21,6 | 0,99780 | 18,66 |
| 21,7 | 0,99780 | 18,66 |
| 21,8 | 0,99780 | 18,66 |
| 21,9 | 0,99780 | 18,66 |
| 22 | 0,99780 | 19,84 |
| 23 | 0,99757 | 21,08 |
| 24 | 0,99733 | 22,39 |
| 25 | 0,99708 | 23,77 |
| 26 | 0,99682 | 25,22 |
| 27 | 0,99655 | 26,75 |
| 28 | 0,99627 | 28,37 |
| 29 | 0,99598 | 30,06 |
| 30 | 0,99568 | 31,84 |

* «Краткий справочник по химии» Гороновский И.Т., Назаренко Ю.П., Некряч Е.Ф.
«Большой химический справочник» Волков А.И., Жарский И.М.

ПРИЛОЖЕНИЕ В
(рекомендуемое)
ФОРМА ПРОТОКОЛА ПОВЕРКИ
ПРОТОКОЛ № _____ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ
Пикнометр газовый Русномат (Русномат АТС), зав № _____

Документ на поверку: МП 100-251-2015 «ГСИ. Пикнометры газовые Русномат. Методика поверки».

Информация об использованных средствах поверки:

Условия проведения поверки:

- температура окружающего воздуха, °С _____

- относительная влажность воздуха, % _____

Результаты внешнего осмотра _____

Результаты опробования _____

Проверка метрологических характеристик

Таблица В.1 – Определение действительных значений объема сфер

| Плотность воздуха при температуре (20 ± 2) °С, ρ_2 , г/см ³ | Плотность дистиллированной воды при температуре (20 ± 2) °С, ρ_1 , г/см ³ | Масса сферы в воздухе, m_1 , г | Масса сферы в воде дистиллированной, m_2 , г | Результат измерения объема методом гидростатического взвешивания, V_s , см ³ |
|--|--|-------------------------------------|---|--|
| | | | | |

Таблица В.2 – Проверка относительной погрешности и диапазона измерений объема

| Результат измерения объема, V_i , см ³ | Среднее значение объема, \bar{V} , см ³ | Действительное значение объема сферы, V_s , см ³ | Относительная погрешность измерений объема, % | Относительная погрешность измерений объема, δ_{0V} , % | Диапазон измерений (соответствует/не соответствует) |
|--|---|--|--|---|---|
| | | | | | |
| | | | | | |
| | | | | | |
| | | | | | |

Проверка относительной погрешности и диапазона измерений плотности (проводится если пикнометр применяется для измерения плотности): соответствует/не соответствует

Результат проведения поверки: _____

Выдано свидетельство о поверке (извещение о непригодности)

от «___» _____ 20___ г, № _____

Поверитель _____

Подпись

(Ф.И.О.)