

ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ РАСХОДОМЕТРИИ –
ФИЛИАЛ ФЕДЕРАЛЬНОГО ГОСУДАРСТВЕННОГО УНИТАРНОГО ПРЕДПРИЯТИЯ
«ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ
им. Д.И.МЕНДЕЛЕЕВА»

ВНИИР – филиал ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»



УТВЕРЖДАЮ

Заместитель директора по развитию

А.С. Тайбинский

2020 г.

Государственная система обеспечения единства измерений
УСТАНОВКИ ПОВЕРОЧНЫЕ ПИКНОМЕТРИЧЕСКИЕ ПУ-ИС

Методика поверки

МП 51946-12

с Изменением № 1

Начальник отдела НИО-6

Сладовский А.Г.

Тел. отдела: (843) 272-03-63

Казань
2020

РАЗРАБОТАНА	ВНИИР – филиал ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»
РАЗРАБОТЧИКИ	Сладовский А.Г., Чевдарь А.Н., Гыйниятуллин М.Г.
РАЗРАБОТАНА	ООО «Инвестстрой»
РАЗРАБОТЧИКИ	Кожуров В.Ю., Линно В.В., Галузинский И.Д.
УТВЕРЖДЕНА	ВНИИР – филиал ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева» «20» февраля 2020 г.

СОДЕРЖАНИЕ

1	Операции поверки.....	1
2	Средства поверки.....	1
3	Требования безопасности и требования к квалификации поверителей.....	3
4	Условия поверки.....	3
5	Подготовка к поверке.....	3
6	Проведение поверки и обработка результатов измерений.....	4
7	Обработка результатов поверки установки.....	6
8	Оформление результатов поверки.....	8

Настоящая методика распространяется на установки поверочные пикнометрические ПУ-ИС, (далее – установки) и устанавливает методику их первичной и периодических поверок.

Интервал между поверками – один год.

Примечание:

1. При пользовании настоящей методикой поверки целесообразно проверить действие ссылочных документов по соответствующему указателю стандартов, составленному по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году.

2 Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящей методикой следует руководствоваться заменяющим (измененным) документом. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

1 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

При проведении поверки выполняют операции, приведенные в Таблице 1.

Таблица 1 – Операции поверки

Наименование операций	Номер пункта документа по поверке
Внешний осмотр	6.3
Проверка комплектности	6.4
Опробование	6.5
Определение метрологических характеристик	6.6
Оформление результатов поверки	8

Таблица 1 (измененная редакция, изм. №1)

2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1 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 средств измерений, входящих в состав установки. Поверку пикнометров напорных металлических проводят в соответствии с разделом 6 настоящей методики поверки.

2.1 (измененная редакция, изм. №1)

2.2 Допускается применение других средств поверки с аналогичными или лучшими метрологическими характеристиками, чем указанные в таблице 2.

Таблица 2 - Средства поверки

Наименование средств поверки и вспомогательного оборудования	Основные характеристики
Вторичный эталон единицы плотности - установка для передачи единицы плотности в потоке в соответствии Государственной поверочной схемой для средств измерений плотности, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и	Пределы допускаемой абсолютной погрешности эталона (расширенная неопределенность) $\pm 0,03 \text{ кг/м}^3$;

метрологии от 01.11.2019 № 2603 (далее – ВЭТ)	
Весы	Специального I-го класса точности по ГОСТ Р 53228-2008 «Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания» с НПВ не менее 6 кг.
Жидкостной циркуляционный термостат	Поддерживаемая температура жидкости 25 °С со стабильностью $\pm 0,05$ °С. Габариты термостатной ванны, должны быть достаточными для полного погружения пикнометра
Прибор комбинированный	Прибор комбинированный Testo 622 с пределами допускаемой погрешности измерений температуры $\pm 0,4$ °С, пределами допускаемой погрешности измерений относительной влажности ± 3 %, пределами допускаемой погрешности измерений абсолютного давления $\pm 0,5$ кПа
Комплект гирь	Класс точности E ₂ по ГОСТ OIML R 111-1-2009 «ГСИ. Гири классов E ₁ , E ₂ , F ₁ , F ₂ , M ₁ , M ₁₋₂ , M ₂ , M ₂₋₃ и M ₃ . Часть 1. Метрологические и технические требования»
Термометр	Эталонный платиновый термометр сопротивления с доверительными границами абсолютной погрешности (при 0,95) не более $\pm 0,01$ °С, преобразователь сигналов ТС и ТП «ТЕРКОН»
Промывочные жидкости	Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72 «Вода дистиллированная. Технические условия», спирт этиловый ректификованный технический высшей очистки по ГОСТ Р 55878-2013 «Спирт этиловый технический гидролизный ректификованный. Технические условия», нефрас по ГОСТ 8505-80 «Нефрас-С 50/170. Технические условия»
Система подачи сухого сжатого воздуха для сушки пикнометров или компрессор воздушный безмаслянный	
Штатив лабораторный. Шланги для заполнения пикнометров. Салфетки хлопчатобумажные	

Таблица 2 (измененная редакция, изм. №1)

Таблица 3 (исключена, изм. №1)

2.3 Все средства измерений, применяемые при поверке должны иметь действующие свидетельства о поверке или знаки поверки.

2.3 (измененная редакция, изм. №1)

2.4 Все СИ, входящие в состав установки, имеют межповерочный интервал 1 год.

2.5 (исключен, изм. №1)

2.6 При положительных результатах поверки всех средств измерений, входящих в состав установки, ее признают пригодной к эксплуатации.

В случае отрицательных результатов поверки одного из средств измерений поверка прекращается, установка признается не пригодной к эксплуатации.

3 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ И ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЕЙ

При проведении поверки соблюдают следующие требования безопасности:

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

3.2 Легковоспламеняющиеся промывочные жидкости хранят в стеклянных бутылках с притертыми пробками вместимостью 5, 10 дм³ (литров) и в металлических канистрах емкостью 20 дм³ (литров). Жидкости помещают в специально предназначенные для хранения металлические шкафы.

3.2 (измененная редакция, изм. №1)

3.3 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».

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

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

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

3.7 К выполнению поверки допускают лиц, имеющих необходимую квалификацию, изучивших эксплуатационную документацию на установку, СИ, входящих в состав установки и средства их поверки, настоящую рекомендацию и прошедших инструктаж по технике безопасности.

3.8 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.

4 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

4.1 При проведении поверки соблюдают следующие условия:

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

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

5 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

Перед проведением поверки выполняют следующие работы:

5.1 Промывают и сушат пикнометры

5.1.1 Промывку выполняют в следующей последовательности:

- заполняют пикнометр нефрасом и оставляют на 24 часа. 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.

5.1.2 Вымытые и просушенные пикнометры хранят завёрнутыми в кальку.

5.2 Подготавливают СИ, входящие в состав установки, в соответствии с методиками поверки на эти СИ.

6 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ И ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

6.1 Поверку установки проводят экспериментально-расчетным методом, при этом определяют фактическую вместимость пикнометров, поверяют СИ, входящие в состав установки в соответствии с методиками поверки, указанными в описаниях типа средств измерений, входящих в состав установки, пикнометры напорные металлические в соответствии с разделом 6 и вычисляют пределы абсолютной погрешности измерений плотности.

6.1 (измененная редакция, изм. №1)

6.2 Если на СИ, входящее в состав установки, имеется действующее свидетельство о поверке сроком более 6 месяцев, поверку СИ допускается не проводить.

6.2 (измененная редакция, изм. №1)

6.3 Внешний осмотр.

6.3.1 При внешнем осмотре проверяют:

- отсутствие механических повреждений и целостность покрытий на корпусе установки;
- отсутствие протечек в соединениях шлангов и трубопроводов;
- целостность бокса с термоизолирующим кожухом для пикнометров;
- отсутствие видимых повреждений на телах пикнометров;
- отсутствие шумов и стуков при встряхивании пикнометра (целостность внутренней трубки корпуса пикнометра);
- исправность запорных вентилях и предохранительного клапана.

6.3.2 Внешний осмотр средств измерений, входящих в состав установки производят в соответствии с требованиями, указанными в соответствующих методиках поверки.

Результаты проверки положительные, если нарушений не обнаружено.

6.4 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.

6.5 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

6.6 Определение метрологических характеристик

6.6.1 Определение абсолютной погрешности измерения плотности пикнометром

6.6.1.1 Для определения абсолютной погрешности измерения плотности пикнометра определяют массу незаполненного, чистого высушенного пикнометра взвешиванием на электронных весах специального I-го класса точности по ГОСТ Р 53228-2008 по следующей методике:

- взвешивают набор гирь не менее трех раз;
- затем взвешивают пикнометр не менее трех раз;
- вновь взвешивают набор гирь не менее трех раз;
- вычисляют среднее значение результатов взвешивания пикнометра и набора гирь.

Повторяемость результатов взвешивания гирь, пикнометра и соответствующих средних арифметических значений результатов взвешивания должна быть не более 0,02 г; в противном случае взвешивания повторяют. Набор гирь не должен отличаться от веса пикнометров более чем на 0,5 кг;

- измеряют вблизи весов температуру атмосферного воздуха и барометрическое давление;
- массу незаполненного пикнометра M_n , кг, вычисляют по формуле:

$$M_n = \left[\frac{W_n}{W_g} \right] \times M_g \times \left[1 - \frac{\rho_a}{\rho_g} \right], \quad (1)$$

$$\rho_a = [1198,4 + 1,6 \times (P_a - 760) - 4 \times (t_a - 20)] \times 10^{-3}, \quad (2)$$

где: W_n, W_g - средние арифметические значения результатов взвешивания пикнометра и гирь соответственно, г;

M_g - суммарная масса набора гирь, кг (из свидетельств о поверке на гири);

ρ_a - плотность атмосферного воздуха, вычисленная по формуле (2), кг/м³;

ρ_g - плотность материала гирь ($\rho_g = 8000$ кг/м³);

P_a - барометрическое давление, мм рт.ст.;

t_a - температура атмосферного воздуха, °С.

6.6.1.2 Заполняют пикнометр поверочной жидкостью.

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

6.6.1.4 Подключают шланг для заполнения к нижнему крану пикнометра.

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

6.6.1.6 При помощи воронки, через шланг для заполнения, наполняют пикнометр поверочной жидкостью до появления жидкости из верхнего крана.

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

6.6.1.8 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.

6.6.1.9 Выдерживают пикнометр в термостате при температуре $(25,00 \pm 0,05)$ °С не менее 5 часов.

6.6.1.10 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: Не допускать нагрева пикнометра с закрытыми вентилями до температуры выше 32 °С во избежание разрушения предохранительного клапана.

6.6.1.11 Выполняют взвешивание заполненного поверочной жидкостью пикнометра в соответствии с п.6.6.1.1 настоящей методики. Массу заполненного пикнометра M_3 , кг, вычисляют по формуле:

$$M_3 = \left[\frac{W_3}{W_{ГЗ}} \right] \cdot M_{ГЗ} \cdot \left[1 - \frac{\rho_a}{\rho_{Г}} \right] + \rho_a \cdot V_{Т1}, \quad (3)$$

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

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

$V_{Т1}$ - вместимость пикнометра, из сертификата калибровки завода-изготовителя или свидетельства о поверке установки, см³.

6.6.1.11 (измененная редакция, изм. №1)

6.6.1.12 Результат измерения плотности жидкости пикнометром при 25 °С и атм. давлении определяют по формуле:

$$\rho = \frac{(M_3 - M_n)}{V_f} \quad (4)$$

где V_f - фактическая вместимость пикнометра при 25 °С и атм. давлении из заводского сертификата калибровки или предыдущего свидетельства о поверке, см³.

6.6.1.12 (измененная редакция, изм. №1)

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

6.6.1.14 Производят контрольное определение массы пустого пикнометра в соответствии с п.6.6.1.1 настоящей методики. Если результат контрольного определения массы пустого пикнометра отличается от предыдущего более чем на + 30 мг, промывку и просушку пикнометра повторяют.

6.6.2 Определение плотности пикнометром выполняют два раза.

6.6.2.1 Сходимость результатов определения плотности пикнометром не должна превышать 0,05 кг/м³. Если сходимость результатов превышает 0,05 кг/м³, измерения выполняют ещё раз.

6.6.2.2 За результат определения плотности пикнометром принимают среднее арифметическое из двух результатов, сходимость между которыми не превышает 0,05 кг/м³.

6.6.2.3 Абсолютную погрешность измерения плотности пикнометром определяют по формуле:

$$\Delta\rho = \bar{\rho} - \rho_{ат} \quad (5)$$

где: $\Delta\rho$ - абсолютная погрешность измерения плотности пикнометром, кг/м³;

$\bar{\rho}$ - среднее арифметическое двух результатов измерения плотности жидкости пикнометром, кг/м³;

$\rho_{ат}$ - результат измерения плотности жидкости эталоном плотности, кг/м³.

Абсолютная погрешность пикнометра не должна превышать $\pm 0,05$ кг/м³, в противном случае пикнометр требует проведения калибровки по значению вместимости.

6.6.2.3 (измененная редакция, изм. №1)

7 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ УСТАНОВКИ

Погрешность результата измерений плотности пикнометрической установкой оценивают

расчетным путем.

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

$$\Delta\rho_{1,2} = \frac{2 \cdot \Delta M \cdot V + \Delta V_{t,p} \cdot (M_3 - M_{II})}{V^2}, \quad (6)$$

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

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

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

$$\Delta V_{t,p} = \Delta V_0 + \Delta F_t \cdot (t_{\text{доп}} - t_0) + \Delta t \cdot F_t + \Delta F_p \cdot P_{\text{доп}} + \Delta P \cdot F_p \quad (7)$$

где: ΔV_0 – пределы допускаемой абсолютной погрешности вместимости пикнометра из сертификата калибровки или предыдущего свидетельства о его поверке, см³;

ΔF_t – пределы допускаемой абсолютной погрешности температурного коэффициента вместимости пикнометра, см³/°С – из сертификата калибровки или предыдущего свидетельства о его поверке;

ΔF_p – пределы допускаемой абсолютной погрешности коэффициента вместимости пикнометра по давлению, см³/бар – из сертификата калибровки или предыдущего свидетельства о его поверке;

$t_{\text{доп}}$ и $P_{\text{доп}}$ – допускаемая температура (верхний и нижний пределы) и допускаемое избыточное давление жидкости при отборе пробы, °С и бар;

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

7.1 (измененная редакция, изм. №1)

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

$$\Delta\rho_{\text{уст}} = \frac{\Delta\rho_{1,2}}{\sqrt{2}} \quad (8)$$

7.3 Проводят проверку наличия действующих знаков поверки и (или) свидетельств о поверке измерителя давления цифрового и термометра цифрового, входящих в состав установки.

Результат считается положительным, если на измеритель давления цифровой и термометр цифровой имеются действующие свидетельства о поверке и (или) знаки поверки, пределы допускаемой приведенной погрешности измерения избыточного давления не превышают $\pm 0,25$ % от верхнего предела измерений, пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений температуры не превышают $\pm 0,2$ °С.

Установку признают пригодной к эксплуатации при положительных результатах поверки всех средств измерений, входящих в состав установки, и, если границы абсолютной погрешности измерений плотности не выходят за пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений плотности установкой, равные $\pm 0,1$ кг/м³.

7.3 (измененная редакция, изм. №1)

8 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

8.1 Результаты поверки установки оформляются протоколом.

8.2 При положительных результатах поверки оформляют свидетельство о поверке в соответствии с требованиями Приказа № 1815 Минпромторга России от 2 июля 2015 г. «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке».

8.3 При отрицательных результатах поверки установку к эксплуатации не допускают и выдают извещение о непригодности в соответствии с требованиями Приказа № 1815 Минпромторга России от 2 июля 2015 г. «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке».

8.2, 8.3 (измененная редакция, изм. №1)

8.4 Знак поверки наносится на свидетельство о поверке.

8.4 (введен дополнительно, изм. №1)