

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

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

Государственный научный метрологический центр

ФГУП «ВНИИР»

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель директора ФГУП «ВНИИР»
по развитию

А. С. Тайбинский

«10» 08 2016 г.

ИНСТРУКЦИЯ

Государственная система обеспечения единства измерений

Установка пикнометрическая АРГО зав. №001

Методика поверки

МП 0550-6-2017

Начальник отдела НИО-6

А.Г. Сладовский

Тел. отдела (843) 2720363

Казань
2016

РАЗРАБОТАНА

ИСПОЛНИТЕЛИ

УТВЕРЖДЕНА

АТТЕСТОВАНА

«__» _____ 2016 г.

ФГУП «ВНИИР»

Сладовский А.Г., Гайнуллин И.К.

ФГУП «ВНИИР»

ФГУП «ВНИИР»

1 Область применения

Настоящий документ распространяется на Установку пикнометрическую АРГО зав. №001 изготовленную ИП Осипова Г. Н. (далее - установка) и устанавливает методику 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. Допускается применение других средств поверки с аналогичными или лучшими метрологическими характеристиками, чем указанные в таблице 2.

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 $(20,00 \pm 0,01) \text{ }^\circ\text{C}$	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 E2 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	Термометр сопротивления платиновый эталонный ПТС-10, доверительные границы абсолютной погрешности (при 0,95) 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 20 °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 аналогичных средств поверки, 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 ± 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 Проведение поверки установки включает в себя поверку всех входящих в состав установки СИ в соответствии с методиками их поверки, указанными в описаниях типа данных СИ, и определение абсолютной погрешности измерения плотности жидкости установкой.

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 плотности установкой.

Для определения абсолютной погрешности измерения плотности установкой, определяют массу незаполненных, чистых, высушенных пикнометров взвешиванием на электронных весах по следующей методике:

- взвешивают набор гирь не менее трех раз;

- затем взвешивают каждый 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, для каждого 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 $M_{п}$, кг, вычисляют по формуле:

$$M_{п} = \left[\frac{W_{п}}{W_{г}} \right] \times M_{г} \times \left[1 - \frac{\rho_{а}}{\rho_{г}} \right], \quad (1)$$

$$\rho_{а} = [1198,4 + 1,6 \times (P_{а} - 760) - 4 \times (t_{а} - 20)] \times 10^{-3}, \quad (2)$$

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

$M_{г}$ - суммарная масса набора гирь, кг (из свидетельств о поверке на гири);

$\rho_{а}$ - плотность атмосферного воздуха, вычисленная по формуле (2), кг/м³;

$\rho_{г}$ - плотность материала гирь ($\rho_{г} = 8000$ кг/м³);

$P_{а}$ - барометрическое давление, мм.рт.ст.;

$t_{а}$ - температура атмосферного воздуха, °С.

8.6.2 Устанавливают установку в замкнутый гидравлический контур эталона.

Гидравлический контур эталона заполняется дистиллированной водой (далее – поверочная жидкость) свежекипяченной и охлажденной до комнатной температуры. В контуре осуществляется циркуляция поверочной жидкости, задание и поддержание значения температуры $20 \pm 0,05$ °С в течении 1-1,5 часов. Измерения начинают после стабилизации температуры в эталоне и установки, когда изменение температуры поверочной жидкости во времени не превышает 0,05 °С. Фиксируют значение температуры поверочной жидкости в эталоне и одновременно снимают показания термометров в установке.

Проводится измерение плотности жидкости средствами эталона. Затем закрывают краны пикнометров, начиная с выходного крана второго по потоку пикнометра. Далее отсоединяют пикнометры, промывают наружную поверхность растворителем и продувают сухим сжатым воздухом до полного удаления остатков растворителя.

Примечание: Не допускать нагрева пикнометра с закрытыми вентилями до температуры выше 27⁰С во избежание разрушения предохранительного клапана.

8.6.3 Выполняют взвешивание заполненного жидкостью-компаратором пикнометра в соответствии с п. 8.6.1 настоящей методики. Массу заполненного пикнометра $M_{з}$, кг, вычисляют по формуле:

$$M_{з} = \left[\frac{W_{з}}{W_{гз}} \right] \cdot M_{гз} \cdot \left[1 - \frac{\rho_{а}}{\rho_{г}} \right] + \rho_{а} \cdot V_{п1}, \quad (3)$$

где: $W_{з}, W_{гз}$ - 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 пикнометра, см³

8.6.4 Результат измерения плотности жидкости пикнометром при 20⁰С и атм. давлении определяют по формуле:

$$\rho_{(1,2)} = \frac{(M_{пз} - M_n)}{V_f} \quad (4)$$

где $\rho_{(1,2)}$ – результат измерения плотности жидкости одним из пикнометров, кг/м³;
 V_f – фактическая вместимость пикнометра при 20⁰ С и атм. давлении, см³, рассчитанная по формуле

$$V_f = [V + (F_p * P)] * [1 + F_t * t], \quad (5)$$

где V – вместимость пикнометра из свидетельства о его поверке, см³;

F_t – температурный коэффициент вместимости пикнометра - сертификата калибровки или предыдущего свидетельства о его поверке, см³ / ⁰С;

t – температура пикнометра при отборе пробы, ⁰С;

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

P – избыточное давление в пикнометре при отборе пробы, бар.

Сходимость результатов определения плотности между двумя пикнометрами не должна превышать 0,16 кг/м³.

8.6.5 Сливают жидкость из пикнометров. Промывают пикнометры растворителем и высушивают сухим сжатым воздухом.

Производят контрольное определение массы пустых пикнометров в соответствии с п.8.6.1 настоящей методики. Если результат контрольного определения массы пустых пикнометров отличается от предыдущего более чем на + 20 мг, промывку и просушку пикнометра повторяют.

8.6.6 За результат определения плотности установкой принимают среднее арифметическое из результатов измеренных двумя пикнометрами.

Абсолютную погрешность измерения плотности установкой определяют по формуле:

$$\Delta\rho_{уст} = \rho_{уст} - \rho_{эт} \quad (6)$$

где: $\Delta\rho_{уст}$ - абсолютная погрешность измерения плотности установкой, кг/м³;

$\rho_{уст}$ - результат измерения плотности жидкости установкой, кг/м³;

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

$$\rho_{уст} = \frac{\Gamma}{2}(\rho_1 + \rho_2) \quad (7)$$

8.6.7 Определение абсолютной погрешности установки в соответствии с п.п. 8.6.1-8.6.6 выполняют два раза.

Установку признают прошедшей поверку, если абсолютная погрешность измерения плотности пикнометрической установкой двух измерений не выходит за пределы допускаемой погрешности измерений установкой, равные $\pm 0,1 \text{ кг/м}^3$.

10 Оформление результатов поверки

10.1 Результаты поверки установки оформляются протоколом по форме, приведенной в Приложении А.

10.2 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 указывается состав пикнометрической установки с указанием заводских номеров средств измерения.

10.3 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 № _____

Наименование средства измерений: _____
Заводской номер _____
Владелец _____
Методика поверки: _____
Место поверки _____
Поверка выполнена с применением: _____
Условия проведения поверки: _____
Температура окружающей среды _____
Атмосферное давление _____
Относительная влажность _____

Результаты поверки

Состав установки:

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

Значение плотности измеренное эталоном, кг/м ³	Значение плотности измеренное установкой, кг/м ³	Абсолютная погрешность, кг/м ³

Абсолютная погрешность превышает/не превышает 0,1 кг/м³

Вывод: пикнометрическая установка пригодна/непригодна к применению.

Поверку провел:

должность

подпись

Ф.И.О.

Дата проведения поверки: