

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



УТВЕРЖДАЮ

И. о. директора ФГУП «ВНИИМ
им. Д. И. Менделеева»

А. Н. Пронин

М.П. «29» ноября 2019 г.


Государственная система обеспечения единства измерений

Плотномеры жидкости серии DIMF


Методика поверки

МП 2302-0122-2019

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

 А. А. Демьянов

инженер 1 кат.

 Е. С. Лернер

г. Санкт-Петербург
2019 г.

Настоящая методика поверки распространяется на плотномеры жидкости серии DIMF (далее – плотномеры DIMF), изготовленные фирмой «Bopp & Reuther Messtechnik GmbH», Германия, и устанавливает методику их первичной и периодической поверок.

Метод поверки основан на непосредственном сличении показаний плотномера DIMF и эталонного СИ для измерений плотности жидкостей.

Методикой поверки не предусмотрена возможность проведения поверки отдельных измерительных каналов и (или) отдельных автономных блоков из состава средства измерений для меньшего числа измеряемых величин или на меньшем числе поддиапазонов измерений.

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

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 должны быть выполнены следующие операции:

Таблица 1.

Наименование операции	Номер пункта	Проведение операции при	
		первичной поверке	периодической поверке
Внешний осмотр	п.6.1	+	+
Опробование	п.6.2	+	+
Подтверждение соответствия программного обеспечения	п. 6.3	+	+
Определение метрологических характеристик	п. 6.4	+	+

2 Средства поверки

При проведении поверки применяют следующие основные и вспомогательные средства поверки:

Таблица 2.

Номер пункта документа по поверке	Наименование и тип (условное обозначение) основного или вспомогательного средства поверки; обозначение нормативного документа, регламентирующего технические требования, и (или) метрологические и основные технические характеристики средства поверки
6.4	<p>Основные:</p> <ul style="list-style-type: none"> - рабочий эталон единицы плотности в соответствии с Государственной поверочной схемой, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 01.11.2019 № 2603 (установка пикнометрическая, диапазон измерений плотности от 700 до 2000 кг/м³, пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений плотности не более ±0,1 кг/м³; или анализатор плотности жидкостей серии DMA, регистрационный номер в Федеральном информационном фонде 39787-08, диапазон измерений плотности 0-2000 кг/м³, пределы абсолютной погрешности измерений плотности не более ±0,1 кг/м³); <p>Вспомогательные:</p> <ul style="list-style-type: none"> - термогигрометр ИВА-6Н-Д, диапазон измерений относительной влажности от

Номер пункта документа по поверке	Наименование и тип (условное обозначение) основного или вспомогательного средства поверки; обозначение нормативного документа, регламентирующего технические требования, и (или) метрологические и основные технические характеристики средства поверки
	<p>0 до 98 %, температуры от минус 20 до 60 °С, атмосферного давления от 700 до 1100 гПа; погрешность измерений отн. влажности при (23,2)°С, от 0 до 90 % не более 2 % , от 90 до 98 % не более 3 %, температуры не более 0,3 °С, атмосферного давления не более 2,5 гПа, регистрационный номер в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений 46434-11;</p> <ul style="list-style-type: none"> - весы лабораторные PS 10100 X2, абсолютная погрешность ± 10 мг, регистрационный номер в Федеральном информационном фонде 72358-18; - гири 1 кг E2, регистрационный номер в Федеральном информационном фонде 36068-07; - гири 2 кг E2, регистрационный номер в Федеральном информационном фонде 52768-13; - термометр цифровой в комплекте с термопреобразователем с пределами допускаемой абсолютной погрешности в диапазоне температур от 5 до 90 °С не более ±0,2 °С; - манометр цифровой в диапазоне от 0 до 10 МПа и пределом допускаемой приведенной погрешности измерений не более 0,1 %; - преобразователь расхода поверочной жидкости через поверяемое СИ в диапазоне от 0,1 до 1,5 м³/ч (погрешность не нормируется); - стенд для поверки поточных плотномеров и вискозиметров, обеспечивающий циркуляцию жидкости через плотномер и пикнометрическую установку в диапазоне температур от 20 до 60 °С, в диапазоне давлений от 0,1 до 10,0 МПа; - компрессор, обеспечивающий подачу сухого воздуха под давлением; - канистры металлические для нефтепродуктов вместимостью 20 л; - салфетки льняные или хлопчатобумажные; - вода дистиллированная по ГОСТ 6709; - толуол по ГОСТ 5789; - нефрас по ГОСТ 8505.

Все основные средства измерений, применяемые при поверке должны иметь действующие свидетельства о поверке или оттиски поверительных клейм.

Допускается применение средств поверки, не приведенных в перечне, но обеспечивающих определение (контроль) метрологических характеристик поверяемых средств измерений с требуемой точностью.

3 Требования безопасности

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие требования безопасности:

3.1 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.

3.2 Требования, изложенные в руководстве по эксплуатации на средства поверки и поверяемый плотномер.

3.3 Легковоспламеняющиеся жидкости хранят в стеклянных бутылках с притертыми пробками или в металлических канистрах в специально предназначенных для этого металлических шкафах или помещениях.

3.4 Опорожнение, промывку и продувку плотномера DIMF и эталона следует производить в вытяжном шкафу или в специально отведенном и оборудованном месте.

3.5 Не допускается хранить эталоны в заполненном состоянии после завершения измерений. Невыполнение этого требования может привести к неконтролируемому повышению давления в эталоне свыше допустимого вследствие естественного нагрева жидкости.

4 Условия поверки

При проведении поверки должны соблюдаться следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С	20,0 ± 2,0
- относительная влажность окружающего воздуха, %, не более	80
- атмосферное давление, кПа	101,3 ± 4,0
- расход продукта через пикнометры при отборе проб, м ³ /ч, не менее	0,2

При поверке должны соблюдаться требования, приведенные в Руководстве по эксплуатации.

5 Подготовка к поверке

Перед проведением поверки должны быть выполнены следующие операции:

Перед проведением поверки выполняют следующие работы:

- 5.1 Включают вентиляцию помещения, где проводят поверку плотномеров.
 - 5.2 Подготавливают средства поверки к работе в соответствии с требованиями руководства по эксплуатации.
 - 5.3 Готовят поверочные жидкости «А», «В» и «С», соответствующие минимальному, среднему и максимальному значению диапазона измерений плотности плотномера DIMF.
 - 5.4 Промывают трубопроводную систему стенда.
 - 5.5 Заполняют емкость поверочной жидкостью.
 - 5.6 Промывают внутреннюю поверхность плотномера растворителем (нефрас, толуол) и продувают чистым воздухом.
 - 5.7 Подготавливают электронные весы в соответствии с инструкцией по эксплуатации.
 - 5.8 Подготавливают пикнометры к проведению измерений, для этого их разбирают в соответствии с руководством по эксплуатации, промывают нефрасом и продувают сжатым воздухом до полного высыхания.
 - 5.9 Взвешивают пустые пикнометры:
 - методом прямого взвешивания, если используемые весы имеют функцию калибровки по массе;
 - методом сравнения с известной массой, если весы не имеют функции калибровки по массе и используются в качестве компаратора.
- При прямом взвешивании, непосредственно перед взвешиванием пикнометров калибруют весы в соответствии с инструкцией по эксплуатации. Каждый пикнометр взвешивают не менее трех раз, вычисляют среднее значение результатов взвешиваний.
- При использовании метода сравнения с известной массой, кроме пикнометров взвешивают известную массу (набор гирь) также не менее трех раз и вычисляют средние значения результатов взвешиваний каждого пикнометра и среднее значение результатов взвешиваний набора гирь. Повторяемость результатов взвешиваний - не более 0,02 г, в противном случае взвешивания производят заново.
- 5.10 Измеряют температуру окружающего воздуха и барометрическое давление в помещении, где проводились взвешивания;
 - 5.11 Пикнометры подсоединяют к стенду в соответствии с руководством по их эксплуатации;
 - 5.12 Устанавливают расход поверочной жидкости через плотномер DIMF:
 - от 0,3 до 1,0 л/мин для модификации DIMF 1.3;
 - от 1,6 до 10,0 л/мин для модификации DIMF 2.0;
 - от 20 до 100 л/мин для модификации DIMF 2.1;
 - от 1 до 10,0 л/мин для модификации DIMF-Compact.
 - 5.13 Устанавливают расход поверочной жидкости через пикнометры - не менее 0,2 м³/ч.

6 Проведение поверки

6.1. Внешний осмотр

При внешнем осмотре устанавливают:

- отсутствие механических повреждений и дефектов у плотномера DIMF, не позволяющих провести поверку;
- соответствие комплектности плотномера DIMF его технической документации;
- читаемость и соответствие требованиям эксплуатационной документации подписей и обозначений.

6.2 Опробование

Проверяют исправную работу плотномера DIMF в соответствии с требованиями Руководства по эксплуатации.

6.3 Подтверждение соответствия программного обеспечения

6.3.1 Подтверждение соответствия программного обеспечения (ПО) плотномера DIMF заключается в определении идентификационных данных ПО.

6.3.2 Для плотномеров DIMF модификаций DIMF 1.3, DIMF 2.0, DIMF 2.1 идентификация ПО производится по наименованию и номеру версии ПО. С помощью ПК с установленным ПО PACTware - в меню следует выбрать – View > Project > Device Tag – отображаются идентификационные данные встроенного и автономного ПО (наименование и номер версии ПО).

6.3.3 Для плотномеров DIMF модификации DIMF-Compact идентификация ПО производится по номеру версии.

Результат подтверждения соответствия программного обеспечения считается положительным, если наименование ПО и номер версии ПО, соответствует данным, указанным в описании типа.

6.4 Определение метрологических характеристик

6.4.1 При использовании в качестве эталонного СИ - установки пикнометрической, метрологические характеристики плотномера DIMF определяют путем сличения показаний поверяемого СИ с показаниями эталонного СИ при одновременном измерении плотности поверочной жидкости, перекачиваемой через поверяемое СИ и эталонное СИ при одинаковых условиях.

При использовании в качестве эталонного СИ – анализатора плотности жидкостей серии DMA, метрологические характеристики плотномера DIMF определяют путем непосредственного сличения показаний поверяемого СИ с показаниями эталонного СИ при одинаковых условиях. В данном случае производится отбор пробы поверочной жидкости из системы циркуляции поверочного стенда с установленным плотномером DIMF.

6.4.2 Требования к режимам поверки указаны в Таблице 3 настоящей методики.

Таблица 3.

№ пункта методики	Поверочная жидкость	Режим (или режим условий эксплуатации плотномера DIMF)			
		Температура поверочной жидкости, °С	Требования к стабильности, °С/мин	Абсолютное давление поверочной жидкости, МПа	Требования к стабильности, МПа/мин
п. 6.4.3 Определение абсолютной погрешности измерений плотности при температуре и давлении, близких к нормальным	A	20±2	±0,2	0,2±0,1	±0,1
	B				
	C				
п. 6.4.4 Определение абсолютной погрешности измерений плотности при изменении температуры поверочной жидкости	B	50±5	±0,2	0,2±0,1	±0,1
п. 6.4.5 Определение абсолютной погрешности измерений	B	20±2	±0,2	6,0±0,3 для DIMF 1.3 и DIMF 2.0	±0,1

плотности при изменении давления поверочной жидкости				3,0±0,3 для DIMF 2.1	
				0,4±0,1 для DIMF-Compact	

6.4.3 Определение абсолютной погрешности измерений плотности при температуре и давлении жидкости, близких к нормальным.

6.4.3.1 Абсолютную погрешность определяют при температуре $(20 \pm 2)^\circ\text{C}$ и абсолютном давлении $P = (0,2 \pm 0,1)$ МПа.

6.4.3.2 Измерения плотности поверочной жидкости проводят в следующей последовательности:

- заполняют систему циркуляции поверочного стенда с установленным плотномером DIMF и эталонным СИ жидкостью "А".

- включают циркуляционный насос, удаляют воздух из циркуляционной системы. Расход поверочной жидкости через поверяемый плотномер DIMF и эталонное СИ должен соответствовать рекомендованному значению расхода, обеспечивающему нормальную работу поверяемого СИ в соответствии с Руководством по эксплуатации.

- устанавливают температуру поверочной жидкости, равной $(20 \pm 2)^\circ\text{C}$, жидкость должна циркулировать в системе не менее двух часов для стабилизации температуры жидкости, оборудования стенда и эталонного СИ;

- при выполнении условий, при котором изменение температуры жидкости во времени не превышает $0,1^\circ\text{C}/\text{мин}$, изменение давления $0,1$ МПа/мин, производят измерения плотности поверочной жидкости эталонным СИ в соответствии с требованиями его руководства по эксплуатации;

- за 1 - 2 минуты до начала выполнения процедуры измерения плотности поверочной жидкости эталонным СИ начинают отсчет показаний плотности (значений выходного сигнала) поверяемого плотномера DIMF и продолжают отсчёт показаний до окончания процедуры измерений. Количество зафиксированных показаний плотности должно быть не менее 5, результаты измерений заносят в протокол, форма которого приведена в приложении № 1;

- во время измерений плотности поверочной жидкости эталонным СИ фиксируют показания датчиков температуры и давления стенда и датчиков температуры и давления эталонного СИ. Результаты измерений заносят в протокол, форма которого приведена в приложении № 1.

Отсоединяют эталонное СИ от стенда, открывают сливные краны и сливают поверочную жидкость "А" из циркуляционной системы стенда.

После опорожнения циркуляционной системы закрывают все открытые краны и при необходимости промывают систему в течение 15 минут промывочной жидкостью.

Выключают насос, сливают промывочную жидкость из циркуляционной системы и продувают ее воздухом в течение 5 минут

6.4.3.3 Плотность поверочной жидкости в случае применения эталонной пикнометрической установки определяют в соответствии с требованиями МИ 2816-2012 с изменением №1 «ГСИ. Преобразователи плотности поточные. Методика поверки на месте эксплуатации».

6.4.3.4 Заносят в протокол поверки результаты измерений плотности эталонным СИ и показания плотности поверяемого плотномера DIMF. Допускается дополнительно к показаниям плотности поверяемого DIMF фиксировать в протоколе значения выходного сигнала DIMF. Форма протокола представлена в приложении № 1.

6.4.3.5 Повторяют операции по п.п. 6.4.3.2 – 6.4.3.4 для поверочных жидкостей "В" и "С".

6.4.4 Определение абсолютной погрешности измерений плотности при изменении температуры поверочной жидкости.

6.4.4.1 Абсолютную погрешность измерений плотности при изменении температуры жидкости определяют с использованием поверочной жидкости "В" при температуре (50 ± 5) °С и давлении $(0,2 \pm 0,1)$ МПа. Для этого выполняют действия в соответствии с п.п. 6.4.3.2 - 6.4.3.4 настоящей методики.

6.4.5 Определение абсолютной погрешности измерений плотности при изменении давления поверочной жидкости.

6.4.5.1 Абсолютную погрешность измерений плотности при изменении давления жидкости определяют с использованием поверочной жидкости "В" при температуре (20 ± 2) °С и давлении, заданном в соответствии с требованиями к режимам поверки, указанным в Таблице 3 настоящей методики. Для этого выполняют действия в соответствии с методикой, изложенной в п.п. 6.4.3.2 – 6.4.3.4.

6.4.6 Обработка результатов измерений.

6.4.6.1 Абсолютную погрешность измерений плотности вычисляют по формуле:

$$\Delta_i = \rho_i - \rho_{i,s}, \quad (1)$$

где: Δ_i - абсолютная погрешность плотномера DIMF в i -той точке диапазона измерений, кг/м³;

$\rho_{i,s}$ - результат измерения плотности поверочной жидкости эталонным СИ в i -той точке диапазона измерений, приведенный к условиям измерений поверяемого плотномера DIMF, кг/м³;

ρ_i - результат измерения плотности поверочной жидкости поверяемым плотномером DIMF в i -той точке диапазона измерений, кг/м³.

За абсолютную погрешность измерений плотности принимают максимальное из пяти значений, вычисленных по формуле (1).

Абсолютная погрешность измерений плотности не должна превышать:

$\pm 0,3$ кг/м³ для модификаций DIMF 1.3, DIMF 2.0, DIMF 2.1;

$\pm 1,0$ кг/м³ для модификации DIMF-Compact.

7 Оформление результатов поверки

Результаты поверки оформляют протоколом (рекомендуемая форма протокола приведена в приложении № 1). При положительных результатах поверки средство измерений признают годным к применению и выдают свидетельство о поверке установленной формы. При отрицательных результатах поверки выдается извещение о непригодности.

Знак поверки наносят на свидетельство о поверке.

ПРОТОКОЛ
первичной (периодической) поверки

Наименование, модификация поверяемого СИ _____

Изготовитель _____

Заводской номер _____

Дата выпуска _____

Представлен _____

Место проведения поверки _____

Условия поверки:

- температура окружающего воздуха, °С

- относительная влажность, %

- атмосферное давление, кПа

- температура проведения измерений, °С

- расход продукта через пикнометры при отборе проб, м³/ч, не менее

Метод измерений: _____

Сведения о средствах поверки: _____

Результаты внешнего осмотра: _____

Опробование: _____

Подтверждение соответствия программного обеспечения: _____

Результаты определения абсолютной погрешности измерений плотности:

Таблица 1.

Температура жидкости		Давление жидкости		Плотность жидкости, измеренная пикнометрами	Плотность жидкости, измеренная пикнометрами, приведенная	Плотность жидкости, измеренная плотномером DIMF	Абсолютная погрешность
в плотномере DIMF	в пикнометрах	в плотномере DIMF	в пикнометрах				
°C	°C	МПа	МПа	кг/м ³	кг/м ³	кг/м ³	кг/м ³

Абсолютная погрешность не превышает _____

Заключение _____

Должность, ФИО, подпись лица, проводившего поверку

Дата проведения поверки «__» _____ 20__ г.