



ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

**ФЕДЕРАЛЬНОЕ БЮДЖЕТНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ
«ГОСУДАРСТВЕННЫЙ РЕГИОНАЛЬНЫЙ ЦЕНТР СТАНДАРТИЗАЦИИ,
МЕТРОЛОГИИ И ИСПЫТАНИЙ В Г. МОСКВЕ И МОСКОВСКОЙ ОБЛАСТИ»
(ФБУ «РОСТЕСТ-МОСКВА»)**

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель генерального директора
ФБУ «Ростест-Москва»

 А.Д. Меньшиков

М.п.

« 11 » февраля 2022 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

ПЛОТНОМЕРЫ DMA

Методика поверки

РТ-МП-1146-448-2021

г. Москва

2022 г.

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на плотномеры DMA модификаций DMA 4101, DMA 4501, DMA 5001 (далее – плотномеры), и устанавливает методы и средства их первичной и периодической поверок.

1.2 В целях обеспечения прослеживаемости поверяемого плотномера к государственному первичному эталону единиц величин необходимо соблюдать требования настоящей методики поверки.

Выполнение всех требований настоящей методики обеспечивает прослеживаемость поверяемого средства измерений к ГЭТ 18-2014 ГПЭ единицы плотности.

1.3 Средства измерений, используемые при поверке плотномеров, должны быть утверждённого типа и иметь действующую поверку. Используемые стандартные образцы должны иметь паспорта, действующие на момент поверки.

1.4 В настоящей методике поверки используются методы:

- прямых измерений с использованием стандартных образцов;
- сличений при помощи компаратора.

2 Перечень операций поверки

2.1 При проведении первичной и периодической поверки выполняют операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 – Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Необходимость выполнения при	
		первичной поверке	периодической поверке
Внешний осмотр	8.1	Да	Да
Опробование	8.2	-	-
– проверка общего функционирования	8.2.1	Да	Да
– проверка идентификации программного обеспечения	8.2.2	Да	Да
Определение метрологических характеристик	8.3	-	-
– определение абсолютной погрешности измерений плотности (для модификации DMA 4101M)	8.3.1	Да	Да
– определение абсолютной погрешности измерений плотности (для модификаций DMA 4501M и DMA 5001)	8.3.2	Да	Да
Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	9	Да	Да

3 Требования к условиям проведения поверки

При проведении поверки должны соблюдаться следующие условия влияющих факторов:

- температура окружающего воздуха, °C от плюс 15 до плюс 25;
- относительная влажность воздуха, % от 30 до 80;
- атмосферное давление, кПа от 84 до 106.

4 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

К проведению поверки допускаются лица:

- имеющие опыт работы в области измерений физико-химического состава и свойств веществ;
- прошедшие инструктаж по технике безопасности;
- ознакомленные с руководствами по эксплуатации средств поверки и поверяемого плотномера.

Требования к количеству специалистов в целях обеспечения безопасности работ и возможности выполнения процедур поверки отсутствуют.

5 Метрологические и технические требования к средствам поверки

5.1 При проведении поверки применяют средства поверки, указанные в таблице 1.

Таблица 1 – Средства поверки

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
3	Прибор комбинированный Testo 622, диапазон измерений температуры от минус 10 °С до плюс 60 °С, пределы допускаемой погрешности $\pm 0,4$ °С, диапазон измерений относительной влажности от 10 % до 95 %, пределы допускаемой погрешности ± 3 %, диапазон измерений абсолютного давления от 300 до 1200 гПа, пределы допускаемой погрешности ± 5 гПа
7	Государственный вторичный эталон единицы плотности жидкости в диапазоне значений от 650 до 2000 кг/м ³ в соответствии с государственной поверочной схемой для средств измерений плотности, утвержденной Приказом Росстандарта от 01.11.2019 № 2603
	Набор гирь от 1 до 100 г класса точности E2, рабочий эталон 1 разряда в соответствии с ГПС для средств измерений массы, утвержденной Приказом Росстандарта от 28.12.2018 № 2818.
	Барометр рабочий сетевой БРС-1М-1 (диапазон измерений абсолютного давления от 600 до 1100 гПа, пределы абсолютной погрешности измерений абсолютного давления ± 33 Па)
	Термогигрометр ИВА-6АР (диапазон измерений относительной влажности от 0 до 98%, пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений относительной влажности в диапазоне от 0 до 90 % относительной влажности ± 1 %, диапазон измерений температуры от 0 до 50 °С, пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений температуры $\pm 0,3$ °С).
8.3.1	Стандартные образцы плотности жидкости (РЭП-1, РЭП-5, РЭП-8) (номер в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений 8579-2004, 8583-2004, 8102-2002), абсолютная погрешность $\pm 0,05$ кг/м ³
8.3.2	Государственный вторичный эталон единицы плотности жидкости в диапазоне значений от 650 до 2000 кг/м ³ в соответствии с государственной поверочной схемой для средств измерений плотности, утвержденной Приказом Росстандарта от 01.11.2019 № 2603
	Барометр рабочий сетевой БРС-1М-1 (диапазон измерений абсолютного давления от 600 до 1100 гПа, пределы абсолютной погрешности измерений абсолютного давления ± 33 Па)

Термогигрометр ИВА-6АР (диапазон измерений относительной влажности от 0 до 98%, пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений относительной влажности в диапазоне от 0 до 90 % относительной влажности ± 1 %, диапазон измерений температуры от 0 до 50 °С, пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений температуры $\pm 0,3^{\circ}\text{C}$).
--

5.2 Допускается применение других средств поверки с метрологическими и техническими характеристиками, обеспечивающими передачу единицы величины поверяемому средству измерений с точностью, удовлетворяющей требованиям государственной поверочной схемы для средств измерений плотности, утвержденной Приказом Росстандарта от 01 ноября 2019 года № 2603.

6 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

При проведении поверки необходимо соблюдать:

- общие правила техники безопасности в соответствии с требованиями ГОСТ 12.2.003-91 «Система стандартов безопасности труда. Оборудование производственное. Общие требования безопасности»;

- «Правила по охране труда при эксплуатации электроустановок», утвержденные Приказом Министерства труда и социальной защиты Российской Федерации от 15 декабря 2020 года № 903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок»;

- указания по технике безопасности, приведённые в эксплуатационной документации на средства поверки;

- указания по технике безопасности, приведённые в эксплуатационной документации на плотномеры.

Помещение, в котором проводят поверку, должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией.

7 Подготовка к поверке

7.1 Перед проведением поверки поверяемый плотномер и применяемые стандартные образцы (жидкости-компараторы) должны быть выдержаны в помещении, в котором проводят поверку, в течение 1 часа.

7.2 Перед проведением поверки определяют плотности применяемых жидкостей-компараторов, указанных в таблице 2А Приложения А, с помощью установки гидростатического взвешивания из состава вторичного эталона единицы плотности жидкостей.

7.2.1 В соответствии с руководством по эксплуатации на установку гидростатического взвешивания (далее – установка) из состава вторичного эталона установить на ее термостате температуру $(20,00 \pm 0,01)$ °С.

7.2.2 Первую жидкость-компаратор залить в ванну (термостатируемую вставку) установки. Погрузить в нее меру плотности из состава установки и выдержать ее при заданной температуре не менее 30 мин.

7.2.3 Измерение массы меры плотности

Для измерения массы меры плотности к нижнему подвесу весов из состава вторичного эталона единицы плотности закрепить цепочку и подвес для меры плотности. Подвес закрепить таким образом, чтобы крючок и проволоочная скрутка находились ниже уровня жидкости. Для учета значения массы приспособления для взвешивание провести «сброс тары весов» в соответствии с эксплуатационной документацией на весы.

На нижний крючок подвеса закрепить меру плотности и выдержать не менее 15 минут при установившемся температурном режиме в термостате $(20,00 \pm 0,01)$ °С.

Провести определение массы меры плотности в соответствии с эксплуатационной документацией на весы.

Зафиксировать измеренное значение массы меры плотности (M_j) в j -ой жидкости и температуру j -ой жидкости (t_j) в.

7.2.5 Рассчитать измеренную плотность, ρ_j^D , г/см³, j -ой жидкости по формуле:

$$\rho_j^D = \frac{M_n \cdot \frac{M_j \cdot M_g}{W_g} \left(1 - \frac{e_B}{8}\right)}{V_n}, \quad (1)$$

где δ – условная плотность материала гирь, г/см³;

M_n – масса меры плотности, г;

M_j – показания весов при взвешивании меры плотности в жидкости, г;

M_g – суммарная условная масса набора замещающих гирь (из свидетельства о поверке), г;

W_g – показания весов при взвешивании набора замещающих гирь, г;

V_n – объем меры плотности, см³;

e_B – плотность воздуха, рассчитанная по формуле (1Б) в Приложении Б, г/см³.

Зафиксировать рассчитанное значение плотности j -ой жидкости.

Провести измерения плотности для всех жидкостей-компараторов, перечисленных в таблице А2 Приложение А.

7.3 Аттестованные в соответствии с п. 7.2. жидкости-компараторы могут храниться при комнатной температуре в течение:

- декан и вода не более 10 дней,
- раствор глюкозы не более 5 дней.

7.4 Перед началом работы с плотномером необходимо провести его регулировку (настройку) по воздуху и дистиллированной воде в соответствии с п. 8.2.1 Руководства по эксплуатации.

8 Проведение поверки

8.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре должно быть установлено:

- соответствие внешнего вида и маркировки описанию типа средства измерений и эксплуатационной документации на плотномеры;
- отсутствие повреждений, препятствующих применению плотномера.

8.2 Опробование

8.2.1 Проверка общего функционирования

Проверка общего функционирования выполняется автоматически при включении плотномера.

Результаты проверки считают положительными, если:

- органы управления плотномера функционируют;
- показания плотности воздуха при чистой сухой ячейке при температуре 20,00 °С находятся в диапазоне от 0,001065 до 0,001243 г/см³ (в зависимости от атмосферного давления. Значения плотности воздуха при температуре 20,00 °С в зависимости от атмосферного давления указаны в таблице 1Г Приложения Г.

8.2.2 Проверка идентификации программного обеспечения

Для проверки идентификации программного обеспечения (ПО) выполнить следующие операции:

- проверить визуально идентификационные данные ПО плотномера (номер версии встроенного ПО отображается в соответствующем разделе меню прибора (Меню-Информация о системе-Версия ПО);
- сравнить полученные данные с идентификационными данными, установленными при проведении испытаний для целей утверждения типа и указанными в описании типа плотномеров.

Плотномеры, не отвечающие перечисленным выше требованиям, дальнейшей проверке не подлежат.

8.3 Определение метрологических характеристик

8.3.1 Определение метрологических характеристик плотномеров DMA модификации DMA 4101

Определение абсолютной погрешности измерений плотности плотномеров DMA модификации DMA 4101 проводят с использованием стандартных образцов плотности, приведенных в таблице 1А приложения А. После каждого измерения ячейку плотномера промывают и просушивают воздухом. Жидкость для промывки выбирается с учетом использованного образца. Рекомендации по выбору жидкостей для промывки приведены в п. 9 «Уход и чистка» РЭ.

Для определения абсолютной погрешности измерений плотности выполнить следующие операции:

- 1) Выбрать режим измерения «Стандарт», температуру измерения 20,00 °С, класс точности «Точный».
- 2) С помощью шприца или автоматического податчика ввести пробу стандартного образца, нажать кнопку «Старт».
- 3) По окончании измерения зафиксировать значение плотности, отображаемое на дисплее анализатора.
- 4) Выполнить последовательно три измерения.
- 5) По результатам трех измерений рассчитать среднее арифметическое значение плотности, $\bar{\rho}_j$, г/см³, по формуле:

$$\bar{\rho}_j = \frac{\rho_{j1} + \rho_{j2} + \rho_{j3}}{3}, \quad (2)$$

где $\rho_{j1}, \rho_{j2}, \rho_{j3}$ - значения плотности j-го стандартного образца по показаниям дисплея анализатора, г/см³.

- 6) По результатам измерений, полученным для каждого из стандартных образцов, указанных в Таблице 1А Приложения А, рассчитать абсолютную погрешность Δ_j , г/см³, по формуле:

$$\Delta_j = \bar{\rho}_j - \rho_{ат}, \quad (3)$$

где $\rho_{ат}$ - действительное значение плотности (аттестованное значение j-го стандартного образца), г/см³.

8.3.2 Определение метрологических характеристик плотномеров DMA модификаций DMA 4501, DMA 5001.

Для определения абсолютной погрешности измерений плотности выполнить следующие операции:

- 1) Выбрать режим измерения «Стандарт», температуру измерения 20,00 °С, класс точности «Точный».
- 2) С помощью шприца или автоматического податчика ввести пробу жидкости-компаратора, нажать кнопку «Старт».
- 3) По окончании измерения зафиксировать значение плотности, отображаемое на дисплее анализатора.
- 4) Выполнить последовательно пять измерений.
- 5) По результатам пяти измерений рассчитать среднее арифметическое значение плотности, $\bar{\rho}_j$, г/см³, по формуле:

$$\bar{\rho}_j = \frac{\rho_{j1} + \rho_{j2} + \rho_{j3} + \rho_{j4} + \rho_{j5}}{5}, \quad (4)$$

где $\rho_{j1}, \rho_{j2}, \rho_{j3}, \rho_{j4}, \rho_{j5}$ - значения плотности j-й жидкости-компаратора по показаниям дисплея анализатора, г/см³.

б) По результатам измерений, полученным для каждой из жидкостей-компараторов, указанных в Таблице А2 Приложения А, рассчитать абсолютную погрешности Δ_j , г/см³, по формуле:

$$\Delta_j = \bar{\rho}_j - \rho_j^A, \quad (5)$$

где ρ_j^A - действительное значение плотности j-й жидкости-компаратора, определенной по формуле (1), г/см³.

9 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

9.1 Оценка соответствия средства измерений метрологическим требованиям, указанным в описании типа.

9.1.1 Результат поверки плотномеров считать положительным, если абсолютная погрешность измерений Δ , рассчитанная по формулам (3) и (5), не превышает значений, указанных в таблице 1В приложения В.

9.2 Оценка соответствия средства измерений метрологическим требованиям, предъявляемым к рабочему эталону.

9.2.1 Оценку соответствия средства измерений метрологическим требованиям, предъявляемым к рабочим эталонам, выполнять по требованию Заказчика.

9.2.2 Используя результаты определения значения погрешности измерений плотномера для каждой j-ой жидкости-компаратора, указанной в Таблице 2А Приложения А, рассчитать границы доверительной погрешности при вероятности 0,95.

9.2.2.1 Доверительные границы случайной погрешности, ε , г/см³, рассчитать по формуле:

$$\varepsilon = t \cdot S_{\bar{\rho}}, \quad (6)$$

где ε - доверительные границы случайной погрешности;

t - коэффициент Стьюдента, равный 2,776 при количестве измерений $n = 5$;

$S_{\bar{\rho}}$ - среднее квадратическое отклонение (СКО) среднего арифметического, г/см³, рассчитанное по формуле:

$$S_{\bar{\rho}} = \frac{\sum(\rho_{ij} - \bar{\rho}_i)}{n \cdot (n-1)}, \quad (7)$$

где n - количество измерений.

9.2.2.2 Рассчитать суммарное среднее квадратическое отклонение, S_{Σ} , г/см³, по формуле:

$$S_{\Sigma} = \sqrt{S_{\bar{\rho}}^2 + S_{\Theta}^2}, \quad (8)$$

где S_{Θ} - среднее квадратическое отклонение неисключённой составляющей погрешности (НСП), г/см³, рассчитанное по формуле:

$$S_{\Theta} = \frac{\delta_{\Sigma}}{1,1 \cdot \sqrt{3}}, \quad (9)$$

где δ_{Σ} - суммарная погрешность применяемого вторичного эталона

9.2.2.3 Рассчитать коэффициент К, зависящий от соотношения случайной составляющей погрешности и неисключённой составляющей погрешности (НСП) по формуле:

$$K = \frac{\varepsilon + \delta_{\Sigma}}{S_{\bar{\rho}} + S_{\Theta}}, \quad (10)$$

9.2.2.4 Рассчитать границы доверительной погрешности плотномера, Δ_{Σ} , г/см³ по формуле:

$$\Delta_{\Sigma} = K \cdot S_{\Sigma} \quad (11)$$

9.2.3 Плотномер считается соответствующим требованиям, предъявляемым к рабочим эталонам в соответствии с государственной поверочной схемой, утвержденной Приказом Росстандарта от 01 ноября 2019 года № 2603, если соблюдается следующее условие:

$$\delta - \Delta_{\Sigma} \geq \Delta_j, \quad (12)$$

где δ – доверительные границы погрешности измерений, установленные для рабочих эталонов. В соответствии с ГПС, утвержденной Приказом Росстандарта от 01 ноября 2019 года № 2603 $\delta = 0,00005 \text{ г/см}^3$;

Δ_{Σ} – границы доверительной погрешности, рассчитанные по формуле (11);

Δ_j – абсолютная погрешность, рассчитанная по формуле (5).

10 Оформление результатов поверки

10.1 Результаты поверки оформляются протоколом произвольной формы.

10.2 Сведения о результатах поверки средств измерений передаются в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений.

10.3 Свидетельство о поверке или извещение о непригодности к применению средства измерений выдаётся по заявлению владельцев средства измерений или лиц, представивших его в поверку. Свидетельство о поверке или извещение о непригодности к применению средства измерений должны быть оформлены в соответствии с требованиями действующих правовых нормативных документов. Знак поверки наносится на свидетельство о поверке.

Начальник лаборатории № 448



А.Г. Дубинчик

Характеристики ГСО плотности и жидкостей, используемых при поверке плотномеров
DMA

Таблица 1А – Характеристики ГСО плотности, используемых при поверке плотномеров
DMA модификации DMA 4101

Тип ГСО	Диапазон аттестованных значений плотности при температуре $(20,00 \pm 0,01) ^\circ\text{C}$, кг/м^3	Расширенная неопределённость U, кг/м^3 (k=2)	Номер ГСО по реестру
РЭП-1	от 683,0 до 679,2	0,05	8579-2004
РЭП-5	от 998,0 до 999,0	0,05	8583-2004
РЭП-8	от 1590,0 до 1624,0	0,05	8201-2002

Таблица 2А – Характеристики жидкостей-компараторов (образцов) используемых при
поверке плотномеров DMA модификаций DMA 4501, DMA 5001

Жидкость (образец)	Диапазон значений плотности при температуре $(20,00 \pm 0,01) ^\circ\text{C}$, кг/м^3
Декан	от 720,0 до 750,0
Вода дистиллированная	от 998,0 до 998,5
Водный раствор глюкозы	от 1000,0 до 1100,0

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПЛОТНОСТИ ВОЗДУХА

Плотность воздуха e_B вычисляют по формуле:

$$e_B = \frac{(0,34848 \cdot P_a - 0,009024 \cdot H \cdot e^{0,0612 T_{air}}) \cdot 10^{-3}}{273,15 + T_{air}}, \text{ г/см}^3 \text{ (A1)}$$

где: P_a – значение атмосферного давления, гПа

H – относительная влажность воздуха, %

T_{air} – температура воздуха, °С

Допускается проводить расчеты с применением программного обеспечения для поверки ареометров, входящего в состав установки гидростатического взвешивания.

Таблица 1В – Метрологические характеристики плотномеров DMA

Наименование характеристики	Значение		
Модификация плотномера	DMA 4101	DMA 4501	DMA 5001
Диапазон измерений плотности, г/см ³	от 0,65 до 1,80		
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений плотности, г/см ³	±0,0001	±0,00005	±0,00004

Таблица 1Г – Плотность воздуха в зависимости от температуры воздуха и атмосферного давления, г/см³

Температура [°C]	Плотность при давлении [гПа]							
	900	920	940	960	980	1000	1013,25	1050
15	0,001085	0,001109	0,001133	0,001157	0,001181	0,001206	0,001222	0,001266
20	0,001065	0,001088	0,001112	0,001136	0,001160	0,001183	0,001199	0,001243
25	0,001045	0,001068	0,001092	0,001115	0,001138	0,001162	0,001177	0,001220
30	0,001025	0,001048	0,001071	0,001094	0,001117	0,001140	0,001155	0,001198
35	0,001006	0,001028	0,001051	0,001073	0,001096	0,001119	0,001134	0,001175