

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

УТВЕРЖДАЮ



Директор ФГУП «УНИИМ»

С.В. Медведевских

« 20 » 02 2017 г.

**ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА
ИЗМЕРЕНИЙ**

**Пикнометры газовые Quantachrome
МЕТОДИКА ПОВЕРКИ**

МП 84-251-2016

Екатеринбург

2017

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 2017 г.

СОДЕРЖАНИЕ

1	Область применения.....	4
2	Нормативные ссылки.....	4
3	Операции поверки	4
4	Средства поверки.....	5
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.....	6
9	Оформление результатов поверки.....	9
	Приложение А	10
	Приложение Б.....	11
	Приложение В.....	12

1 Область применения

Настоящая методика поверки распространяется на пикнометры газовые Quantachrome (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 документы:

ГОСТ 8.021-2015 «Государственная система обеспечения единства измерений. Государственная поверочная схема для средств измерений массы»;

ГОСТ 12.2.007.0-75 «Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности»;

Приказ Минтруда России от 24.07.2013 N 328н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок»;

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

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 относительного среднего квадратического отклонения результата измерений объема	8.3.1	да	да
3.2 Проверка относительной погрешности измерений объема	8.3.2	да	да
3.3 Проверка диапазона измерений объема	8.3.3	да	да
3.4 Проверка относительного среднего квадратического отклонения результата измерений плотности, относительной погрешности измерений плотности и диапазона измерений плотности	8.3.5	да	да

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 20 до 90 %, $\Delta = \pm 2,5$ %, диапазон температуры от 15 до 30 °С, $\Delta = \pm 0,7$ °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;
- рабочий эталон единицы массы 1 разряда по ГОСТ 8.021-2015, в диапазоне значений от 0,01 до 220 г с возможностью взвешивания под весами;
- рабочий эталон единицы массы 2 разряда по ГОСТ 8.021-2015, в диапазоне значений от 150 до 500 г с возможностью взвешивания под весами;
- вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

4.2 Допускается применение аналогичных средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемых пикнометров с требуемой точностью. Средства измерений должны быть поверены, эталоны – аттестованы.

5 Требования безопасности

При проведении поверки должны быть соблюдены требования Приказа Минтруда России от 24.07.2013 N 328н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок», требования ГОСТ 12.2.007.0-75, требования безопасности, указанные в РЭ пикнометров.

6 Условия поверки

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С 20±2
- относительная влажность % от 30 до 85

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.

8.2.2 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.

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 20 до 90 %, $\Delta = \pm 2,5$ %, диапазон температуры от 15 до 30 °С, $\Delta = \pm 0,7$ °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;
- рабочий эталон единицы массы 1 разряда по ГОСТ 8.021-2015, в диапазоне значений от 0,01 до 220 г с возможностью взвешивания под весами;
- рабочий эталон единицы массы 2 разряда по ГОСТ 8.021-2015, в диапазоне значений от 150 до 500 г с возможностью взвешивания под весами;
- вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

4.2 Допускается применение аналогичных средств поверки, обеспечивающих определенные метрологические характеристики поверяемых пикнометров с требуемой точностью. Средства измерений должны быть поверены, эталоны – аттестованы.

5 Требования безопасности

При проведении поверки должны быть соблюдены требования Приказа Минтруда России от 24.07.2013 N 328н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок», требования ГОСТ 12.2.007.0-75, требования безопасности, указанные в РЭ пикнометров.

6 Условия поверки

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С 20±2
- относительная влажность % от 30 до 85

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.

8.2.2 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.

V_i - результат измерения объема на пикнометре, см³;

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

n - число измерений.

Полученные значения относительного среднего квадратического отклонения результата измерений объема должны удовлетворять требованиям таблицы 3.

8.3.2 Проверка относительной погрешности измерений объема

Значения относительной погрешности измерений объема δ_{0V} , %, для каждой измерительной кюветы рассчитывают по формуле, используя результаты, полученные по 8.3.1.3

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

V_s - действительное значение объема сферы, см³;

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 объема должны удовлетворять требованиям таблицы 3.

8.3.3 Диапазон измерений объема проверяют на соответствие требованиям таблицы 3 на основе результатов, полученных по п.8.3.1, п.8.3.2. За диапазон измерений объема принимают диапазон измерений, приведенный в таблице 3, если полученные значения относительного среднего квадратического отклонения результата измерений объема и относительной погрешности измерений объема, удовлетворяют требованиям таблицы 3.

Пикнометр ULTRAPYC 1200e модификация UPY комплектуется измерительными кюветами 0,25; 1,8; 4,5 см³ по дополнительному заказу, поэтому при проверке диапазона измерений для данной модификации пикнометра учитывают комплектацию пикнометра измерительными кюветами.

8.3.4 Поверку по требованию заказчика допускается проводить для конкретно используемых кювет, с указанием сокращенного диапазона измерений в свидетельстве о поверке.

8.3.5 Проверка относительного среднего квадратического отклонения результата измерений плотности, относительной погрешности измерений плотности и диапазона измерений плотности

Проверяют, 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 среднее квадратическое отклонение результата измерений плотности, относительная погрешность измерений плотности и диапазон измерений плотности принимаются по таблице 3.

Таблица 3 - Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение характеристики		
	ULTRAPYC 1200e модификация UPY	ULTRAPYC 1200e модификация MUPY	PENTAPYC 5200e
Диапазон измерений объёма, см ³	от 0,1 до 135	от 0,1 до 4,5	от 3,0 до 135
Предел допускаемого значения относительного среднего квадратического отклонения результата измерений объёма, % ¹ :			
-для измерительной кюветы 135 см ³	0,03	-	0,03
-для измерительной кюветы 50 см ³	0,03	-	0,05
-для измерительной кюветы 10 см ³	0,05	-	0,30
-для измерительной кюветы 4,5 см ^{3*}	0,50	0,15	-
-для измерительной кюветы 1,8 см ^{3*}	3,0	0,50	-
-для измерительной кюветы 0,25 см ^{3*}	5,0	1,5	-
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений объёма, % ¹ :			
-для измерительной кюветы 135 см ³	±0,09	-	±0,09
-для измерительной кюветы 50 см ³	±0,09	-	±0,12
-для измерительной кюветы 10 см ³	±0,11	-	±0,60
-для измерительной кюветы 4,5 см ^{3*}	±1,0	±0,31	-
-для измерительной кюветы 1,8 см ^{3*}	±6,0	±1,0	-
-для измерительной кюветы 0,25 см ^{3*}	±10	±3,4	-
Диапазон измерений плотности, г/см ³	от 0,5 до 23		
Предел допускаемого значения относительного среднего квадратического отклонения результата измерений плотности, % ² :			
-для измерительной кюветы 135 см ³	0,03	-	0,03
-для измерительной кюветы 50 см ³	0,03	-	0,05
-для измерительной кюветы 10 см ³	0,05	-	0,30
-для измерительной кюветы 4,5 см ^{3*}	0,50	0,15	-
-для измерительной кюветы 1,8 см ^{3*}	3,0	0,50	-
-для измерительной кюветы 0,25 см ^{3*}	5,0	1,5	-
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений плотности, % ² :			
-для измерительной кюветы 135 см ³	±0,09	-	±0,09
-для измерительной кюветы 50 см ³	±0,09	-	±0,12
-для измерительной кюветы 10 см ³	±0,12	-	±0,61
-для измерительной кюветы 4,5 см ^{3*}	±1,0	±0,33	-
-для измерительной кюветы 1,8 см ^{3*}	±6,1	±1,1	-
-для измерительной кюветы 0,25 см ^{3*}	±10	±3,6	-
¹ при заполнении измерительной кюветы образцом более чем на 2/3; ² указанное в таблице значение погрешности достигается при использовании весов лабораторных электронных I (специального) класса точности; * измерительные кюветы: 0,25; 1,8; 4,5 см ³ поставляются по дополнительному заказу для ULTRAPYC 1200e модификация UPY			

9 Оформление результатов поверки

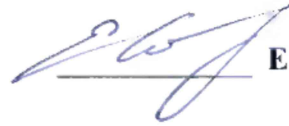
9.1 Оформляют протокол проведения поверки по форме Приложения В.

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 в соответствии с описанием типа и на свидетельство о поверке.

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
КАЛИБРОВОЧНЫХ СФЕР МЕТОДОМ ГИДРОСТАТИЧЕСКОГО ВЗВЕШИВАНИЯ

1) Перед измерением сферы выдерживают в термостате при температуре 20 °С не менее 1 часа.

Проводят пять измерений массы каждой сферы в воздухе при температуре, которая соответствует условиям проведения поверки. С помощью термогигрометра и барометра регистрируют температуру и давление окружающего воздуха в начале и в конце измерений.

Рассчитывают среднее арифметическое значение результатов измерений массы и записывают результат m_1 . Рассчитывают среднее арифметическое значение температуры окружающего воздуха и записывают результат t_1 . Рассчитывают среднее арифметическое значение давления окружающего воздуха и записывают результат P .

2) Собирают установку для взвешивания сфер в воде дистиллированной.

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

Проводят пять измерений массы каждой сферы в воде дистиллированной при температуре, которая соответствует условиям проведения поверки. С помощью термометра регистрируют температуру воды дистиллированной в начале и в конце измерений.

Рассчитывают среднее арифметическое значение результатов измерений массы и записывают результат m_2 . Рассчитывают среднее арифметическое значение температуры воды дистиллированной и записывают результат t_2 .

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

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

где m_1 - масса сферы в воздухе, г;

m_2 - масса сферы в воде дистиллированной, г.

ρ_2 - плотность воды дистиллированной, определенная с учетом температуры воды t_2 по приложению Б настоящей методики поверки, г/см³;

ρ_1 - плотность воздуха, определенная с учетом температуры окружающего воздуха t_1 и давления окружающего воздуха P по приложению Б настоящей методики поверки, г/см³.

Результат измерения объема записывают до четвертого десятичного знака.

5) 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.

6) Полученные значения объема сфер и погрешностей определения объема при температуре t приводят к температуре 20 °С по формулам

$$V_s = V_s' \cdot [1 - \gamma \cdot (t - 20)], \quad (\text{A.3})$$

$$\Delta V_s = \Delta V_s' \cdot [1 - \gamma \cdot (t - 20)], \quad (\text{A.4})$$

где V_s' - действительное значение объема сферы при определённой температуре, см^3 ;
 $\Delta V_s'$ - погрешность определения объема сферы при определённой температуре, см^3
 γ - коэффициент объемного расширения нержавеющей стали, из которой изготовлена сфера, $^{\circ}\text{C}^{-1}$.

Примечание:

Сферы объёмами 0,0898; 1,0725; 7,0699 см^3 взвешивают с помощью рабочего эталона единицы массы 1 разряда; сферы объёмами 28,9583 и 56,5592 см^3 взвешивают с помощью рабочего эталона единицы массы 2 разряда.

Перед измерением объема и плотности сфер на пикнометрах их высушивают в термостате в течение 4 часов при температуре 50 $^{\circ}\text{C}$, а затем охлаждают в течение 4 часов.

ПРИЛОЖЕНИЕ Б
(справочное)
ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПЛОТНОСТИ ВОДЫ ДИСТИЛЛИРОВАННОЙ
И ОКРУЖАЮЩЕГО ВОЗДУХА

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

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

где t - температура окружающего воздуха, °С;

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

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

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

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

$t, ^\circ\text{C}$	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» Горюновский 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 Quantachrome _____, зав № _____

Документ на поверку: МП 84-251-2016 «ГСИ. Пикнометры газовые Quantachrome. 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, ρ_2 , г/см ³	Плотность дистиллированной воды, 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 относительного среднего квадратического отклонения результата измерений объема, относительной погрешности измерений объема

Объем измерительной кюветы, см ³	Результат измерения объема, V_i , см ³	Среднее значение объема, \bar{V} , см ³	Действительное значение объема сферы, V_s , см ³	Относительное среднее квадратическое отклонение результата измерений объема, S_x , %	Относительная погрешность измерений объема, δ_{0V} , %

Таблица В.3 - Проверка диапазона измерений объема

Объем измерительной кюветы, см ³	Диапазон измерений объема, см ³

Таблица В.4 - Проверка относительного среднего квадратического отклонения результата измерений плотности, относительной погрешности измерений плотности, диапазона измерений плотности

Объем измерительной кюветы, см ³	Относительное среднее квадратическое отклонение результата измерений плотности, %	Относительная погрешность измерений плотности, %	Диапазон измерений плотности, г/см ³

В комплекте с пикнометром имеются весы лабораторные электронные I (специального) класса точности с погрешностью не более $\pm 0,0010$ г, свидетельством о поверке действительно до «__»__20__ г.

Результат проведения поверки: _____

Выдано свидетельство о поверке (извещение о непригодности)

от «__»__20__ г, № _____

Поверитель _____

Подпись

(Ф.И.О.)