

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

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



А. Н. Пронин

МП «07» ноября 2019 г.

Государственная система обеспечения единства измерений


Плотномеры автоматические

серии DDM


Методика поверки

МП 2302-0124-2019

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

 А. А. Демьянов

инженер 1 кат.

 Т. В. Попова

г. Санкт-Петербург
2019 г.

Настоящая методика поверки распространяется на плотномеры автоматические серии DDM (далее - плотномеры), изготовленные фирмой «Rudolph Research Analytical», США, и устанавливает методику их первичной и периодической поверки.

Метод поверки во всем диапазоне измерений плотности основан на непосредственном сличении показаний поверяемого плотномера со значениями плотности стандартных образцов ГСО РЭП или со значениями плотности жидкостей-компараторов полученных на вторичном эталоне единицы плотности в соответствии с государственной поверочной схемой, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 01.11.2019 № 2603.

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 выполняться операции, указанные в таблице 1:

Таблица 1.

| Наименование операций | Номера пунктов методики поверки |
|--|---------------------------------|
| Проведение внешнего осмотра | 6.1 |
| Опробование | 6.2 |
| Подтверждение соответствия программного обеспечения | 6.3 |
| Определение метрологических характеристик: | 6.4 |
| Определение диапазона измерений, абсолютной погрешности результатов измерений в режиме измерений плотности жидкостей | 6.4.1 |

2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

При проведении поверки применяют следующие основные и вспомогательные средства поверки:

Таблица 2.

| № пункта | Средство поверки, характеристики |
|----------|---|
| 6.4.1.1 | - стандартные образцы плотности жидкости ГСО 8579-2004 (РЭП-1), ГСО 8583-2004 (РЭП-5), ГСО 8106-2002 (РЭП-12), с погрешностью не более 0,05 кг/м ³ (для модификаций DDM2909, DDM2910); |
| 6.4.1.2 | - вторичный эталон в соответствии с Государственной поверочной схемой, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 01.11.2019 № 2603 - установка гидростатического взвешивания, диапазон плотности 650-2000 кг/м ³ , пределы абсолютной погрешности 8,0·10 ⁻³ кг/м ³ (для модификаций DDM2911, DDM2911 Plus); - жидкости-компараторы: декан ч по ТУ6-09-3614-74, вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72, 25 % водный раствор глюкозы чда по ГОСТ 6038-79 (методика приготовления представлена в Приложении 3 с применением стандартных образцов плотности жидкости ГСО 8103-2002 (РЭП-9), ГСО 8104-2002 (РЭП- |

| | |
|--|--|
| | 10), ГСО 8105-2002 (РЭП-11), ГСО 8103-2002 (РЭП-12) с погрешностью не более 0,05 кг/м ³); - промывочные жидкости: вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72, гептан по ГОСТ 25828-83, ацетон по ГОСТ 2768-84, высший сорт. - барометр-анероид метеорологический БАММ-1, диапазон измерений атмосферного давления от 80 до 106 кПа, погрешность: ±0,2 кПа, регистрационный номер 5738-76; - гигрометр психрометрический ВИТ-1, диапазон измерений относительной влажности от 20 до 90 %, температуры от 0 до 25 °С, погрешность измерений отн. влажности не более 7 %, температуры не более 0,2°С, регистрационный номер 42453-09; |
|--|--|

Все основные средства измерений, применяемые при поверке должны иметь действующие свидетельства о поверке или знаки поверки, стандартные образцы — действующие паспорта.

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 плотномеров.

4 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

При проведении поверки должны соблюдаться следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С 20,0±5,0;
- относительная влажность окружающего воздуха, %, не более 80;
- атмосферное давление, кПа 101,3 ± 4,0;

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

5 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

При проведении поверки должны быть выполнены следующие операции:

5.1 Включена вентиляция в помещении, где проводится поверка плотмера.

5.2 В соответствии с руководством по эксплуатации подготовить к работе и включить прибор.

5.3 Подготовить средства поверки к работе в соответствии с требованиями эксплуатационной документации.

6 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1 Внешний осмотр.

6.1.1 При внешнем осмотре устанавливают соответствие маркировки и комплектности прибора требованиям технической документации фирмы-изготовителя.

6.1.2 Проверяют отсутствие внешних механических повреждений и дефектов, загрязнений, влияющих на работоспособность приборов.

6.2 Опробование.

При опробовании проверяют работу плотмера согласно руководству по эксплуатации по воздуху (плотность 0,0012 г/см³).

6.3 Подтверждение соответствия программного обеспечения

После введения пароля, из главного меню войти в подменю «System Information» (информация о системе), в котором содержится информация о версиях программного и аппаратного обеспечения, серийный номер и версия модуля 21 CFR (в случае его наличия)

Результат проверки считается положительным, если номер версии не ниже, указанного в описании типа.

6.4 Определение метрологических характеристик

6.4.1 Определение абсолютной погрешности плотности жидкостей.

Для модификаций DDM2909, DDM2910 определение абсолютной погрешности при измерении проводят по трём стандартным образцам плотности жидкости утвержденного типа ГСО РЭП при температуре 20,00°C.

Измерения плотности прибором проводят в следующей последовательности:

6.4.1.2 Провести очистку измерительной ячейки и затем настройку по воздуху.

6.4.1.3 Задать температуру измерения 20,00 °С, выполняя действия согласно требований РЭ.

6.4.1.4 Заполнить измерительную ячейку прибора первым образцом жидкости, действуя в соответствии с РЭ.

6.4.1.5 Выполнить измерение плотности прибором, действуя в соответствии с РЭ.

6.4.1.6 Записать показания прибора в протокол.

6.4.1.7 Повторить измерения с первым образцом жидкости не менее пяти раз, после очередного заполнения, через 1 – 2 мин. После каждого измерения удалить образец из измерительной ячейки в емкость для отходов.

6.4.1.8 Повторить операции по п.п. 6.4.1.1 - 6.4.1.7 для второго и третьего образцов после очистки и сушки измерительной ячейки.

6.4.1.9 Абсолютную погрешность измерений плотности жидкости вычисляют по формуле (1):

$$\Delta\rho = \rho_{изм} - \rho_{ГСО} \quad (1)$$

где: $\rho_{ГСО}$ – аттестованное значение плотности образца, г/см³

$\rho_{изм}$ – измеренное значение плотности образца на плотномере.

6.4.1.7 Результат поверки считают положительным, если значения погрешности не превышают пределов указанных в таблице 3.

Таблица 3

| Модификации приборов | DDM2909 | DDM2910 |
|---|----------|----------|
| Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерения плотности, г/см ³ | ± 0,0002 | ± 0,0001 |

6.4.1.2 Определение абсолютной погрешности результатов измерений плотности жидкостей для модификаций DDM2911, DDM2911 Plus.

6.4.1.2.1 Определение абсолютной погрешности при измерении плотности выполняют методом непосредственных сличений показаний поверяемого плотнмера и вторичного эталона плотности типа (далее в тексте - ВЭТ) при одинаковых значениях температуры жидкости-компаратора.

6.4.1.2.2 Определение плотности жидкости-компаратора на вторичном эталоне ВЭТ выполняют с использованием эталонной меры плотности из состава оборудования эталона. Эталонная мера плотности должна быть предварительно вымыта с применением дистиллированной воды и моющих средств (в случае сильного загрязнения - органических растворителей) и просушена. Измерение плотности жидкости-компаратора на вторичном эталоне ВЭТ18 выполняют в следующей последовательности:

6.4.1.2.3 Заполняют измерительную ванну ВЭТ первой жидкостью-компаратором с номинальным значением плотности 740±10 кг/м³ (Декан). Погружают в измерительную ванну эталонную меру плотности из состава оборудования эталона. Устанавливают температуру измерений 20°C и включают термостатирование. Термостатирование

измерительной ванны эталона выполняют до достижения стабилизации температуры жидкости-компаратора в диапазоне $20,00 \pm 0,05$ °С. Изменения температуры жидкости-компаратора в течение измерения плотности не должно превышать $\pm 0,005$ °С.

6.4.1.2.4 Плотность жидкости-компаратора определяют методом гидростатического взвешивания. Эталонную меру плотности крепят к нижнему подвесу весов и проводят её взвешивание в жидкости-компараторе в соответствии с Руководством по эксплуатации на установку (Правилами содержания и применения эталона). Показания весов при взвешивании эталонной меры в жидкости-компараторе и замещающих гирь W_{sl} и W_{gl} соответственно, заносят в таблицу 1 протокола поверки, форма которого приведена в приложении 3. В момент взвешивания эталонной меры и замещающих гирь фиксируют показания текущего атмосферного давления, относительной влажности и температуры окружающего воздуха по данным средств измерений параметров окружающего воздуха и заносят таблицу 2 протокола поверки. Взвешивание эталонной меры плотности в жидкости-компараторе, включая процедуру снятия и установки меры на нижний подвес весов и измерения параметров окружающего воздуха выполняют не менее 2 (двух) раз. Результат i -того (где i принимает значение 1 или 2) измерения плотности жидкости-компаратора ρ_{li} , г/см³, вычисляют по формуле (3):

$$\rho_{li} = \frac{M_s - \frac{W_{sl}}{W_{gl}} \cdot M_g \cdot \left(1 - \frac{\rho_{air}}{8}\right)}{V_s}, \text{ г/см}^3 \quad (3)$$

где ρ_{li} – результат i -того измерения плотности жидкости-компаратора, г/см³;

M_s – значение массы эталонной меры из свидетельства о калибровке, г;

W_{sl} – показания весов при взвешивании эталонной меры в жидкости-компараторе, г;

W_{gl} – показания весов при взвешивании набора замещающих гирь при взвешивании эталонной меры в жидкости-компараторе, г;

M_g – суммарная условная масса набора замещающих гирь из свидетельства о поверке/калибровке, г;

8 – условная плотность материала гирь, г/см³

V_s – объем эталонной меры при 20°С из свидетельства о калибровке, см³;

ρ_{air} – плотность атмосферного воздуха в момент проведения измерений, г/см³,

рассчитывают по формуле (4):

$$\rho_{air} = \frac{(0,34848 \cdot P_a - 0,009024 \cdot H \cdot e^{0,0612Ta}) \cdot 10^{-3}}{273,15 + T_{air}}, \text{ г/см}^3 \quad (4)$$

где P_a – значение атмосферного давления по показаниям барометра, г/см³;

H – относительная влажность атмосферного воздуха по показаниям гигрометра, %;

T_{air} – температура атмосферного воздуха по данным термометра, °С.

Результаты измерений плотности жидкости-компаратора заносят в протокол поверки (форма протокола поверки приведена в Приложении 2, таблица 1). В таблицу 1 записывают показания атмосферного давления, температуры и влажности воздуха по показаниям средств измерений параметров окружающего воздуха из состава эталона. Записывают фактическую температуру жидкости-компаратора по данным термометра эталона. В соответствии с формулой (3) выполняют расчет плотности жидкости-компаратора по результатам двух последовательных измерений в соответствии с алгоритмом методики измерений на ВЭТ. Расхождение между двумя последовательными результатами измерений плотности жидкости-компаратора на ВЭТ не должны превышать $\pm 8 \cdot 10^{-6}$ г/см³, в противном случае измерения повторяют. За результат измерений плотности жидкости-компаратора принимают среднее значение из двух результатов измерений плотности. Среднее значение определяют по формуле (5):

$$\rho_{ар} = \frac{(\rho_{l1} + \rho_{l2})}{2}, \text{ г/см}^3 \quad (5)$$

Рассчитанное по формуле (3) значение плотности жидкости-компаратора записывают в протокол поверки (Приложение 2, таблицы 1 и 2).

6.4.1.2.5 Чистую сухую измерительную ячейку поверяемого плотномера заполняют образцом жидкости-компаратора, отобранной из измерительной ванны ВЭТ. При заполнении измерительной ячейки действуют в соответствии с Руководством по эксплуатации на прибор. Задают температуру измерений, соответствующую фактической температуре жидкости-компаратора в измерительной ванне эталона в момент измерений плотности с точностью до $\pm 0,001^\circ\text{C}$.

6.4.1.2.6 Выполняют измерения плотности жидкости-компаратора плотномером, действуя в соответствии с Руководством по эксплуатации.

6.4.1.2.7 Записывают показания плотномера в протокол поверки (Приложение 2, таблица 2), сливают жидкость и промывают измерительную ячейку, следуя указаниям Руководства по эксплуатации.

6.4.1.2.8 Повторяют операции по п.п. 6.4.1.2.1 — 6.4.1.2.7 для 2-й и 3-й жидкостей-компараторов (вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72, 25% водный раствор глюкозы чда по ГОСТ 6038-79);

6.4.1.2.9 Абсолютную погрешность измерений плотности жидкости вычисляют по формуле (6):

$$\Delta\rho = \rho_{\text{изм}} - \rho_{\text{ам}} \quad (6)$$

где: $\rho_{\text{ам}}$ – рассчитанное по формуле (5) значение плотности жидкости-компаратора, г/см^3
 $\rho_{\text{изм}}$ – измеренное значение по показаниям прибора.

6.4.1.2.10 Результат поверки считают положительным, если значения погрешности не превышают пределов указанных в таблице 4.

Таблица 4

| Модификации приборов | DDM2911 | DDM2911 Plus |
|---|---------------|---------------|
| Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерения плотности, г/см^3 | $\pm 0,00005$ | $\pm 0,00004$ |

7 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

Результаты поверки оформляют протоколом (рекомендуемая форма протокола приведена в приложениях 1) и 2). При положительных результатах поверки выдается свидетельство о поверке установленной формы.

При отрицательных результатах поверки выдается извещение о непригодности установленной формы.

Знак поверки наносят на свидетельство о поверке.

ПРОТОКОЛ № _____

Поверки прибора

Тип _____
Зав.№ _____
Год выпуска _____
Предоставлен _____
Место проведения поверки _____

Метод поверки: МП 2302-0124-2019 «ГСИ. Плотномеры автоматические серии DDM.
Методика поверки»

Значения влияющих факторов:
Температура окружающей среды __ °С
Относительная влажность __ %
Атмосферное давление __ кПа

Поверка проведена с применением ГСО:

Результаты внешнего осмотра: _____

Подтверждение соответствия программного обеспечения: _____

РЕЗУЛЬТАТЫ

Определения абсолютной погрешности измерений плотности жидкости

Таблица 1

| ГСО | Значение плотности ГСО, г/см ³ | Среднее значение плотности жидкости по данным плотномера, г/см ³ | Абсолютная погрешность, $\Delta\rho$, г/см ³ |
|-----------|--|--|---|
| 8579-2004 | | | |
| 8583-2004 | | | |
| 8102-2002 | | | |

Выводы:

Должность, подпись, И. О. Фамилия поверителя _____

Дата проведения поверки «__» _____ 202_ г.

ПРОТОКОЛ № _____

Поверки прибора

Тип _____
 Зав.№ _____
 Год выпуска _____
 Предоставлен _____
 Место проведения поверки _____
 Методика поверки № _____
 Условия поверки:
 Атмосферное давление _____ гПа;
 Температура окружающего воздуха _____ °С;
 Относительная влажность _____ %.
 Средства поверки:

РЕЗУЛЬТАТЫ

измерений плотности жидкости-компаратора с применением рабочего эталона

Таблица 1

| № изм | T _l , °С | T _{air} , °С | P _{air} , мм рт. ст. | P _{air} , гПа | H _{air} | W _{sl} , | W _{gl} , | W _{gl} , | W _{sl} , | W _{sl} , г | W _{gl} , г | M _g , г | ρ _{air} , г/см ³ | ρ _l , г/см ³ |
|----------|------------------------|--------------------------|--|---------------------------|------------------|-------------------|-------------------|-------------------|-------------------|------------------------|------------------------|-----------------------|---|---------------------------------------|
| | | | | | % _{отн} | г | г | г | г | | | | | |
| 1 | | | | | | | | | | | | | | |
| 2 | | | | | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | | | | ρ _{am} | |

где:

- T_l- температура поверочной жидкости, °С;
- T_{air}- температура окружающего воздуха, °С;
- P_{air}- атмосферное давление, Гпа;
- H_{air}- относительная влажность окружающего воздуха, %;
- W_{gl}- показание весов при взвешивании набора замещающих гирь, г;
- W_{sl}- показание весов при взвешивании эталонной меры плотности в жидкости-компараторе, г;
- M_g- суммарная условная масса набора замещающих гирь, г;
- ρ_m- плотность жидкости-компаратора, г/см³;
- W_{gl}- среднее значение из двух (B1 и B2) показаний весов при взвешивании набора замещающих гирь, г;
- W_{sl}- среднее значение из двух (A1 и A2) показаний весов при взвешивании эталонной меры плотности в жидкости-компараторе, г.

Определения абсолютной погрешности при измерении плотности жидкости

Таблица 2

| Жидкость-компаратор | Значение плотности жидкости-компаратора, г/см ³ | Среднее значение плотности жидкости по данным плотномера, г/см ³ | Абсолютная погрешность, Δρ, г/см ³ |
|---------------------|--|---|---|
| | | | |
| | | | |

Выводы:

Должность, подпись, И. О. Фамилия поверителя _____
 Дата проведения поверки « ____ » _____ 201_ г.

Методика приготовления 25% водного раствора глюкозы с номинальным значением плотности при 20 °С в диапазоне (1050 - 1100) кг/м³.

В.1 Расчет навески глюкозы, необходимой для приготовления материала

ГСО РЭП-9 –РЭП-12, (m_i), осуществляется по формуле (8):

$$m_i = \frac{A \cdot m_{co}}{100} \quad (8)$$

A - массовая доля глюкозы в ГСО РЭП-9 –РЭП-12 в соответствии с таблицей 2, %

m_{co} - масса ГСО РЭП (5000 г)

В.2 В предварительно взвешенную на весах 4-го класса точности колбу вместимостью 6 дм³ с помощью шпателя помещают соответствующую навеску глюкозы, затем добавляют такое количество воды, чтобы масса раствора составляла 5000 г и тщательно перемешивают содержимое колбы в течение 30 мин.