

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

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 проверки 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/м<sup>3</sup>;

$\rho_{г}$  - плотность материала гирь ( $\rho_{г} = 8000$  кг/м<sup>3</sup>);

$P_{а}$  - 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 27<sup>0</sup>С 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, см<sup>3</sup>

8.6.4 Результат измерения плотности жидкости пикнометром при 20<sup>0</sup>С 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/м<sup>3</sup>;  
 $V_f$  – фактическая вместимость пикнометра при 20<sup>0</sup> С и атм. давлении, см<sup>3</sup>, рассчитанная по формуле

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

где  $V$  – вместимость пикнометра из свидетельства о его поверке, см<sup>3</sup>;

$F_t$  – температурный коэффициент вместимости пикнометра - сертификата калибровки или предыдущего свидетельства о его поверке, см<sup>3</sup> / <sup>0</sup>С;

$t$  – температура пикнометра при отборе пробы, <sup>0</sup>С;

$F_p$  – коэффициент вместимости пикнометра по давлению - из сертификата калибровки или предыдущего свидетельства о его поверке, см<sup>3</sup> / бар;

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

Сходимость результатов определения плотности между двумя пикнометрами не должна превышать 0,16 кг/м<sup>3</sup>.

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/м<sup>3</sup>;

$\rho_{уст}$  - результат измерения плотности жидкости установкой, кг/м<sup>3</sup>;

$\rho_{эт}$  - результат измерения плотности жидкости эталоном, кг/м<sup>3</sup>



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

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 <sup>3</sup>	Значение плотности измеренное установкой, кг/м <sup>3</sup>	Абсолютная погрешность, кг/м <sup>3</sup>

Абсолютная погрешность **превышает/не превышает** 0,1 кг/м<sup>3</sup>

**Вывод:** пикнометрическая установка **пригодна/непригодна** к применению.

Поверку провел:

\_\_\_\_\_

должность

\_\_\_\_\_

подпись

\_\_\_\_\_

Ф.И.О.

Дата проведения поверки: