

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


УТВЕРЖДАЮ
И.о. генерального директора
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»
А.Н. Пронин
«13» июля 2020 г.



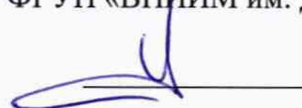
М. п.

Государственная система обеспечения единства измерений
Пикнометры напорные ПН
МЕТОДИКА ПОВЕРКИ
МП 2302-0132-2020

Руководитель научно-исследовательской
лаборатории государственных эталонов
в области измерений плотности и
вязкости жидкости (НИЛ 2302)
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

Неклюдова А.А.
Зам Рук НИЛ 2302
РАСПОРЯЖЕНИЕ 2302-112
от 15.04.2019 г.,
 А.А. Демьянов

Руководитель группы плотности
научно-исследовательской лаборатории
государственных эталонов в области измерений
плотности и вязкости жидкости (НИЛ 2302)
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

 А.В. Домостроев

Санкт-Петербург
2020 г.

Настоящая методика поверки распространяется на пикнометры напорные ПН, исполнений ПН-01 и ПН-02, производства ФГУП «СНИИМ», г. Новосибирск, предназначенные для измерений объемов отбираемых проб жидкостей при условиях транспортирования их по технологическим трубопроводам и применяемые в составе установок пикнометрических, предназначенных для прецизионных измерениях плотности жидкостей, а также для проведения поверки и калибровки поточных преобразователей плотности.

Метод поверки основан на взвешивании пикнометра, заполненного жидкостью с известной плотностью.

1 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

1.1 При проведении поверки должны выполняться следующие операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 – Список операций, выполняемых при проведении поверки пикнометров напорных.

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Проведение операции при:	
		первичной поверке	периодической поверке
Внешний осмотр	6.1	да	да
Опробование	6.2	да	да
Определение массы корпуса пикнометра	6.3.1	да	да
Определение действительного значения внутреннего объема пикнометра	6.3.2	да	да

2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1 При проведении поверки применяют следующие основные и вспомогательные средства поверки:

Средства поверки, их основные технические и (или) метрологические характеристики	Номер пункта МП
1. Компаратор массы с НПВ не менее 6000 г и значением среднего квадратического отклонения показаний не более 2 мг в диапазоне нагрузки от 4 кг до 6 кг, регистр. № 33294-09.	6.3.1.1
2. Комплект гирь класса точности E ₂ по ГОСТ OIML R 111-1-2009, с номинальными значениями массы, кг: 2; 2; 1; 0,5; 0,2; 0,2; 0,1; 0,05.	6.3.1.2
3. Поверочная жидкость: жидкость компаратор, аттестованная на Вторичном эталоне плотности ВЭТ 18 в соответствии с ГПС для СИ плотности по значению плотности при температуре (25,00 ± 0,01) °С. Абсолютная погрешность аттестованного значения не более ± 1·10 ⁻⁵ г/см ³ . В качестве жидкостей-компараторов допускается применять жидкости — чистые вещества углеводородного состава с номинальным значением плотности при 25 °С не менее 0,75 г/см ³ .	6.3.2.2
4. Термометр сопротивления эталонный ЭТС-100 – рабочий эталон 3-го разряда в соответствии с ГОСТ 8.558-2009, регистр. № 19916-10.	6.3.2.4
5. Прибор комбинированный Testo 622 регистр. №53505-13, или средство(-а) измерений параметров окружающего воздуха с пределами допускаемых абсолютных погрешностей не более: ± 3,0 % в диапазоне относительной влажности от 10 % до 95 %; ± 0,4 °С в диапазоне температур (10...40) °С; ± 5 гПа в диапазоне от 900 до 1050 гПа.	6.3.1.1
6. Жидкостной циркуляционный термостат с погрешностью поддержания температуры не более ± 0,02 °С при 25,00 °С и габаритами термостатной ванны, достаточными для полного погружения пикнометра в жидкость — теплоноситель. В качестве жидкости – теплоносителя применяется вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144-2018.	6.3.2.4
7. Система подачи сухого сжатого воздуха или азота для сушки пикнометров, фен бытовой или компрессор воздушный безмаслянный.	5.1.1
8. Салфетки хлопчатобумажные.	5.1.1
9. Промывочные жидкости: вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144-2018, гексан по ГОСТ 25828-83, спирт этиловый ректифицированный технический высшей очистки по ГОСТ 18300-87, нефрас по ГОСТ 8505.	5.1.1
10. Штатив лабораторный.	6.3.2.2.1
11. Шланги для заполнения пикнометров силиконовые.	6.3.2.2.4

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

2.3 Допускается применять вновь разработанные или находящиеся в обращении другие аналогичные средства измерений, удовлетворяющие по точности требованиям настоящей методики поверки.

3 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

При проведении поверки соблюдают следующие требования безопасности:

3.1 Промывку и просушку пикнометров проводят в помещении, оборудованном вытяжными шкафами.

3.2 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 нефтепродуктов помещения или металлические шкафы.

3.3 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".

3.4 При работе с пикнометрами предохранительный клапан пикнометра, заполненного жидкостью, следует направлять в сторону, противоположную от себя и от персонала.

3.5 Следует избегать нагревания заполненного жидкостью пикнометра с закрытыми кранами по причине возможности срабатывания предохранительного клапана.

3.6 Запрещается оставлять на ночь заполненные жидкостью пикнометры с закрытыми кранами.

4 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

При проведении поверки соблюдают следующие условия:

4.1 Температура окружающего воздуха, °C 20 ± 5 ;

4.2 Относительная влажность воздуха, % от 30 до 80;

4.3 Атмосферное давление, кПа 101 ± 4 ;

5 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

Перед проведением поверки выполняют следующие работы:

5.1 Промывают и сушат пикнометры.

5.1.1 Промывку выполняют в следующей последовательности:

- заполняют пикнометр нефрасом и оставляют на 24 часа. 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 внутреннего объема, 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;

- протирают поверхность пикнометра салфетками хлопчатобумажными и просушивают внутреннюю полость пикнометра сухим сжатым воздухом;

Примечание: для целей сокращения времени поверки пикнометра после промывки пикнометра нефрасом и просушки допускается выполнить определение массы корпуса пикнометра в соответствии с п.6.3.1.1. В случае, если результат измерений массы корпуса пикнометра не отличается от значения массы корпуса пикнометра, указанного в предыдущем свидетельстве о поверке или паспорте на комплект пикнометров СНМК.414123.025.00.00.01 ПС более, чем на $\pm 0,02$ г допускается не выполнять дальнейшую промывку пикнометра дистиллированной водой и этанолом.

- заполняют пикнометр дистиллированной водой с температурой (90 – 97) °С, выдерживают 7-10 минут и сливают воду. Промывку горячей водой выполняют не менее трех раз с интервалом между сливом старой и наливом новой порции воды не более 5 минут, не допуская охлаждения тела пикнометра. В случае наличия на поверхности слитой воды следов парафинов промывку повторяют до появления чистой воды.

- заполняют пикнометр этанолом примерно на 1/3 внутреннего объема, закрывают краны и производят встряхивание пикнометра в течении 2-3 минут. Сливают этанол;

- просушивают внутреннюю полость пикнометра сухим сжатым воздухом или азотом.

5.2 Вымытые и просушенные пикнометры хранят завёрнутыми в кальку.

5.3 Подготавливают компаратор-массы в соответствии с инструкцией по эксплуатации.

6 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1 Внешний осмотр

При проведении внешнего осмотра устанавливают:

6.1.1 Соответствие комплектности и маркировки пикнометров требованиям технической документации.

6.1.2 Отсутствие на телах и пикнометров механических повреждений.

6.1.3 Исправность запорных кранов и предохранительного клапана.

6.2 Опробование

6.2.1 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. При этом не должно наблюдаться подтеканий нефраса из кранов пикнометра.

6.2.2 В случае обнаружения подтеканий нефраса из кранов пикнометра, произвести подтяжку гаек уплотнений кранов в соответствии с процедурой, описанной в п. 2.3.2.6 руководства по эксплуатации на пикнометры СМК 414123.025.00.000.001 РЭ. Выполнить повторную проверку герметичности кранов в соответствии с п. 6.1.2. В случае обнаружения не устранимых подтеканий нефраса пикнометр к измерениям не допускают и оформляют свидетельство о непригодности с указанием причин по установленной форме.

6.3 Определение метрологических характеристик

6.3.1 Определение массы корпуса пикнометра.

6.3.1.1 Массу корпуса пикнометра определяют взвешиванием методом замещения набором эталонных гирь по следующей методике:

- устанавливают чистый пикнометр по возможности ближе к геометрическому центру грузоприемной платформы компаратора массы. После успокоения показаний фиксируют

результат взвешивания корпуса пикнометра по данным электронного блока компаратора массы и удаляют пикнометр с грузоприемной платформы;

- подбирают набор эталонных гирь с суммарной условной массой близкой к результату взвешивания корпуса пикнометра. Суммарная условная масса набора гирь не должна отличаться от результата взвешивания корпуса пикнометра более чем на 50 г. Устанавливают набор гирь на грузоприемную платформу компаратора массы по возможности ближе к геометрическому центру грузоприемной платформы. После успокоения показаний фиксируют результат взвешивания набора гирь по данным электронного блока компаратора массы и удаляют набор гирь с грузоприемной платформы;

- пикнометр и набор гирь взвешивают поочередно не менее трёх раз. Сходимость последовательных результатов взвешивания набора гирь, сходимость последовательных результатов взвешивания пикнометра должны быть не более 0,005 г; в противном случае взвешивания повторяют;

-измеряют вблизи весов температуру, относительную влажность атмосферного воздуха и барометрическое давление;

-вычисляют результат измерений массы корпуса пикнометра по формуле:

$$M_k = \left[\frac{W_k}{W_{Гк}} \right] \times M_{Гк} \times \left[1 - \frac{e}{\rho_{Г}} \right], \quad (1)$$

где: M_k - результат измерений массы корпуса пикнометра, г;

$W_k, W_{Гк}$ - средние арифметические значения результатов взвешивания корпуса пикнометра и набора замещающих гирь соответственно, г;

$M_{Гк}$ - суммарная условная масса набора гирь, замещающих корпус пикнометра, г (из свидетельств о поверке на гири);

e - плотность атмосферного воздуха, г/см³, вычисленная по формуле:

$$e = \frac{(0,34848 P_a - 0,0009024 H_a \cdot e^{0,0612 t_a})}{273,15 + t_a} \cdot 10^{-3} \quad (2)$$

где: P_a - барометрическое давление, гПа.;

t_a - температура атмосферного воздуха, °С;

H_a - относительная влажность атмосферного воздуха, %;

$\rho_г$ - плотность материала гирь ($\rho_г = 8 \text{ г/см}^3$).

6.3.1.2 В случае, если результат измерений массы корпуса пикнометра $M_{к1}$ не отличается от значения массы корпуса пикнометра, указанного в Паспорте СНМК 414123.025.00.000.001 ПС или предыдущем свидетельстве о поверке более, чем на $\pm 0,02$ г, переходят к определению значения внутреннего объема пикнометра по п. 6.3.2.

6.3.1.3 В случае, если не выполняется условие п. 6.3.1.2 выполняют повторную промывку и просушку пикнометра в соответствии с п. 5.1.1 и определение массы корпуса пикнометра $M_{к2}$ в соответствии с 6.3.1.1. Если после повторной промывки выполняется условие п. 6.2.1.2, переходят к определению значения внутреннего объема пикнометра по п. 6.3.2.

6.3.1.4 В случае, если после повторной промывки условие п. 6.3.1.2 не выполняется, но выполняется условие: $|M_{к1} - M_{к2}| \leq 0,005$ г, переходят к определению значения внутреннего объема пикнометра по п. 6.3.2.

6.3.1.5 В случае, если после повторной промывки условие п. 6.3.1.4 не выполняется, выполняют третью промывку и просушку пикнометра в соответствии с п. 5.1.1 и определение массы корпуса пикнометра $M_{к3}$ в соответствии с 6.3.1.1. В случае, если после третьей промывки и просушки пикнометра не выполняются условия п. 6.3.1.2 или п. 6.3.1.4, дальнейшую поверку пикнометра прекращают, результаты поверки признают отрицательными.

6.3.2 Определение действительного значения внутреннего объема пикнометра.

6.3.2.1 Заполнение пикнометра жидкостью - компаратором.

6.3.2.1.1 Закрепляют пикнометр на штативе в вертикальном положении (оси отверстий кранов должны располагаться на вертикальной прямой).

6.3.2.1.2 Подключают шланг для заполнения к нижнему крану пикнометра

6.3.2.1.3 Закрепляют свободный конец шланга для заполнения пикнометра с помощью штатива на уровне, на 7-10 мм выше верхнего края выходного крана.

6.3.2.1.4 При помощи воронки, через шланг для заполнения, наполняют пикнометр жидкостью-компаратором до появления жидкости из верхнего крана.

6.3.2.1.5 Закрывают верхний кран пикнометра. Нижний кран оставляют открытым. Внутренняя полость шланга при этом должна быть заполнена жидкостью-компаратором. Переворачивают пикнометр на 180°.

6.3.2.2 Помещают пикнометр в циркуляционный термостат в положении кран с присоединённым шлангом вверх. Свободный конец шланга для заполнения должен быть закреплён выше уровня теплоносителя (дистиллированной воды) в ванне термостата на 20 - 25 мм.

6.3.2.3 Устанавливают в ванну термостата термометр ЭТС-100 и включают термостатирование. Выдерживают пикнометр в термостате при температуре $(25,00 \pm 0,02) ^\circ\text{C}$ не менее 8 часов.

6.3.2.4 Закрывают верхний кран пикнометра, извлекают его из термостата, отсоединяют шланг для заполнения, продувают корпус пикнометра и внутренние полости кранов и предохранительного клапана сухим сжатым воздухом. Промывают корпус пикнометра и полости кранов снаружи этанолом и высушивают сухим сжатым воздухом.

Примечание: не допускается нагрев заполненного пикнометра с закрытыми кранами до температуры выше $27 ^\circ\text{C}$ во избежания неконтролируемого роста давления жидкости-компаратора в пикнометре и риска разрушения предохранительного клапана.

6.3.2.5 Выполняют измерение массы заполненного жидкостью-компаратором пикнометра в соответствии с п. 6.3.1.1 настоящей методики. Массу заполненного пикнометра определяют по формуле:

$$M_{Pf} = \left[\frac{W_{Pf}}{W_{gf}} \right] \times M_{gf} \times \left[1 - \frac{e}{8} \right] + e \times V_f, \quad (3)$$

где M_{Pf} - результат измерений массы заполненного пикнометра, г;

W_{pf}, W_{gf} - средние арифметические значения результатов взвешивания заполненного пикнометра и набора гирь соответственно, г;

M_{gf} - суммарная условная масса набора гирь при взвешивании заполненного пикнометра, г (из свидетельств о поверке на гири);

V_f – внутренний объем пикнометра из Паспорта СНМК 414123.025.00.000.001 ПС или предыдущего свидетельства о поверке, см³;

e - плотность атмосферного воздуха, г/см³, вычисленная по формуле 2.

6.3.2.6 Действительное значение внутреннего объема пикнометра при 25⁰С и атм. давлении определяют по формуле:

$$V_{25} = \frac{(M_{pf} - M_k) \cdot (1 + \beta(25 - t_i))}{\rho_{25}}, \text{ см}^3 \quad (4)$$

где ρ_{25} – аттестованное на вторичном эталоне единицы плотности ВЭТ18 значение плотности жидкости-компаратора при 25⁰С и атм. давлении, г/см³.

β – коэффициент объемного расширения жидкости-компаратора, 1/⁰С;

t_i – значение температуры теплоносителя в циркуляционном термостате в момент перекрытия верхнего крана пикнометра по данным термометра сопротивления эталонного ЭТС-100, ⁰С.

6.3.2.7 Сливают жидкость из пикнометра. Промывают пикнометр нефрасом и высушивают сухим сжатым воздухом.

6.3.2.8 Производят контрольное определение массы пустого корпуса пикнометра в соответствии с п.6.3.1.1 настоящей методики. Если результат контрольного определения массы пустого пикнометра отличается от предыдущего более чем на + 0,005 г, промывку и просушку пикнометра повторяют.

6.3.3 Определение действительного значения внутреннего объема пикнометра в соответствии с п.п. 6.3.2 настоящей методики выполняют два раза.

6.3.4 За результат определения действительного значения внутреннего объема

пикнометра принимают среднее арифметическое из двух последовательных результатов.

6.3.5 Абсолютную погрешность действительного значения внутреннего объема пикнометра определяют по формуле:

$$\Delta V = 1,1 \cdot \sqrt{4 \cdot 10^{-6} + S_v^2 + (6 S_k)^2 + \Delta M_{gf}^2 + \Delta M_{ge}^2 + (1100 \cdot \Delta p)^2 + (150 \cdot \Delta e)^2 + \Delta t_i} \quad (5)$$

где: ΔV - абсолютная погрешность действительного значения внутреннего объема пикнометра, см³;

S_v - среднеквадратическое отклонение результатов измерений внутреннего объема пикнометра, см³;

S_k - среднеквадратическое отклонение показаний компаратора массы, г, из свидетельства о поверке;

ΔM_{gf} - суммарная абсолютная погрешность набора гирь для замещения заполненного пикнометра, г;

ΔM_{ge} - суммарная абсолютная погрешность набора гирь для замещения пустого корпуса пикнометра, г;

Δe - пределы абсолютной погрешности результата измерений плотности атмосферного воздуха, г/см³, определяют по формуле (6):

$$\Delta e = 1,1 \cdot \sqrt{(1,2 \cdot 10^{-7})^2 + (\Delta P_a \cdot 1,2 \cdot 10^{-6})^2 + (\Delta H_a \cdot 1,1 \cdot 10^{-8})^2 + (\Delta t \cdot 4,4 \cdot 10^{-7})^2}, \text{ г/см}^3 \quad (6)$$

где: $1,2 \cdot 10^{-7}$ - абсолютная погрешность формулы (2), г/см³;

ΔP - пределы допускаемой абсолютной погрешности средства измерений атмосферного давления, гПа;

ΔH - пределы допускаемой абсолютной погрешности средства измерений отн. влажности, %;

Δt - пределы допускаемой абсолютной погрешности средства измерений температуры воздуха, °С.

6.3.6 Абсолютная погрешность действительного значения внутреннего объема пикнометра, рассчитанная по формуле (5), не должна превышать $\pm 0,025 \text{ см}^3$.

6.3.7 В случае, если абсолютная погрешность действительного значения внутреннего объема пикнометра, рассчитанная по формуле (5), превышает $\pm 0,025 \text{ см}^3$, выполняют повторное определение действительного значения внутреннего объема пикнометра в соответствии с п. 6.3.2 и п. 6.3.3 настоящей Методики поверки.

6.3.8 В случае, если при повторном определении абсолютная погрешность значения внутреннего объема пикнометра, рассчитанная по формуле (5) превышает $\pm 0,025 \text{ см}^3$ выполняют повторный осмотр и опробование пикнометра по п. 6.1 и 6.2 настоящей методики поверки. При соблюдении поверителем требований п. 6.3.1 и п. 6.3.2 настоящей методики поверки причинами превышения погрешности значения внутреннего объема пикнометра может быть не герметичность уплотнений кранов пикнометра вызванная чрезмерным износом или механическими повреждениями уплотнений кранов.

6.3.9 В случае, если при повторном осмотре обнаружены механические повреждения, дальнейшую поверку пикнометра прекращают, результаты поверки признают отрицательными.

6.3.10 В случае, если при повторном осмотре и опробовании механические повреждения или подтекания через уплотнения кранов пикнометра не обнаружено, выполняют определение действительного значения внутреннего объема пикнометра в соответствии с п. 6.3.2 и п. 6.3.3 настоящей Методики поверки третий раз. При несоблюдении требований к погрешности п. 6.3.6 дальнейшую поверку пикнометра прекращают, результаты поверки признают отрицательными.

7 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ ПИКНОМЕТРОВ

7.1 Результаты поверки вносят в протокол, форма которого приведена в Приложении А.

7.2 На пикнометр, признанный годным к применению, выдают свидетельство о поверке установленной формы. На обратной стороне свидетельства указывают действительное значение внутреннего объема пикнометра при $25 \text{ }^\circ\text{C}$ и атмосферном давлении 1013 гПа , пределы абсолютной погрешности действительного значения внутреннего объема пикнометра в соответствии с требованиями п.6.3.6 и коэффициенты

изменения внутреннего объема при изменении температуры и давления измеряемой среды из Паспорта СМК 414123.025.00.000.001 ПС.

7.3 При отрицательных результатах поверки выдают извещение о непригодности с установленной формы.

7.4 Знаки поверки наносятся на свидетельство о поверке.

Форма протокола поверки пикнометра

Протокол поверки № _____

Пикнометр напорный, изготовитель _____

Зав. № _____

Принадлежит _____

Место проведение поверки _____

Методика поверки _____

Средства поверки:

1.

2.

.....

Условия поверки:

- атмосферное давление, гПа
- относительная влажность, %
- температура окружающего воздуха, °С

1. Результаты измерений при определении массы корпуса пикнометра

№ изм.	Условная масса гири из свидетельства	Результат взвешивания гири	Результат взвешивания пикнометра	Температура воздуха	Атмосферное давление	Относительная влажность	Плотность атмосферного воздуха	Масса корпуса пикнометра
	г	г	г	°С	гПа	%	г/см ³	г
1								
2								
3								

2. Результаты измерений при определении массы заполненного пикнометра

№ изм.	Условная масса гирь из свидетельства	Результат взвешивания гирь	Результат взвешивания пикнометра	Температура воздуха	Атмосферное давление	Относительная влажность	Объем пикнометра (из заводского сертификата)	Плотность атмосферного воздуха	Масса заполненного пикнометра
	г	г	г	°С	ГПа	%	см ³	г/см ³	г
1									
2									
3									

3. Результаты определения действительного значения внутреннего объема пикнометра.

№ измерения	Аттестованное значение плотности жидкости-компаратора при 25 °С, ρ_{25}	Действительное значение внутреннего объема пикнометра при температуре 25 °С и атмосферном давлении, определенное по формуле (5)	Абсолютная погрешность действительного значения внутреннего объема пикнометра, определенная по формуле (6)
	г/см ³	см ³	см ³
1			
2			
3			

Выводы: _____

Поверитель

подпись

ФИО