

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

УТВЕРЖДАЮ
И. о. директора ФГУП «ВНИИМ



Государственная система обеспечения единства измерений

Пикнометры напорные ARCCO ANUBIS

Методика поверки

МП 2302-0110-2018

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

 А. А. Демьянов

инженер

 Т. В. Попова

г. Санкт-Петербург
2018 г.

Настоящая методика поверки распространяется на пикнометры напорные ARCCO ANUBIS с зав. № 2723, 2724, 2725, 2726 (далее - пикнометры), изготовленные фирмой «Arcco Instrument Company, Inc.», США, и устанавливает методику их первичной и периодической поверки.

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

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.

Интервал между поверками - 1 год

1 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

При проведении поверки должны быть выполнены следующие операции:

Наименование операции	№ пункта	Проведение операции при	
		первичной поверке	периодической поверке
Внешний осмотр	п.6.1	+	+
Опробование	п.6.2	+	+
Определение абсолютной погрешности измерений вместимости пикнометра	п. 6.3	+	+

2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1 При проведении поверки применяются следующие средства измерений:

№ пункта	Средство поверки, характеристики
6.2	- весы электронные GF-6100, № 21346-06, НПВ 6100 г, цена деления 0,01 г;
6.3	- комплект гирь класса точности E ₂ по ГОСТ OIML R 111-1-2009; - жидкость-компаратор, аттестованная на Вторичном эталоне плотности ВЭТ 18 в соответствии с ГОСТ 8.024-2002 по значению плотности при температуре (25±0,02) °С с пределами абсолютной погрешности аттестованного значения плотности не более ± 0,03 кг/м ³ . Значение плотности жидкости-компаратора должно находиться в диапазоне (800-1100) кг/м ³ при температуре 25 °С; - термостат жидкостной с нестабильностью поддержания установленной температуры в течение 30 мин. не более +/- 0,01°С в диапазоне регулирования температуры от 20 °С до 30 °С - термометр сопротивления эталонный ЭТС-100/2, диапазон измерений темпера-

туры от 0,01 до 231,928 °С, погрешность $\pm 0,05$ °С, № 19916-10;

- преобразователь сигналов ТС и ТП «Теркон» в режиме измерения сопротивления, диапазон от 0 до 2000 Ом, погрешность $\pm(0,02$ % от показаний $+0,005$ % от диапазона) Ом

- 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;

- барометр-анероид метеорологический БАММ-1, диапазон измерений атмосферного давления от 80 до 106 кПа, погрешность: $\pm 0,2$ кПа, регистрационный номер 5738-76;

- нефрас по ГОСТ 8505;

- дистиллированная вода по ГОСТ 6709.

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

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 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 специализированных металлических канистрах. 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 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.

3.7 Следует избегать нагревания заполненного жидкостью пикнометра с закрытыми кранами до температуры выше 27°C по причине возможности срабатывания предохранительного клапана.

3.8 При промывке пикнометра растворителями и горячей водой необходимо использовать защитные резиновые и матерчатые перчатки.

4 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

При проведении поверки соблюдают следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °C от 17 до 27
- относительная влажность воздуха, % от 30 до 80;
- 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);

- сливают нефрас и заполняют пикнометр новой порцией нефраса примерно до половины вместимости, закрывают краны и производят встряхивание пикнометра в течении 5-7 минут. 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°C, выдерживают 7-10 минут и сливают воду. В случае наличия на поверхности слитой воды следов парафинов промывку повторяют до появления чистой воды. В случае, если промывка нефрасом и горячей водой не обеспечивает полное удаление парафинов из внутренних полостей пикнометра (наличие следов парафинов на поверхности сливаемой воды при промывке водой) рекомендуется выполнить кипячение тела пикнометра в дистиллированной воде в течении 1-1,5 часа. Уплотнения кранов пикнометра должны быть сняты.

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

- просушивают внутреннюю полость пикнометра сухим сжатым воздухом.

5.2 Вымытые и просушенные пикнометры хранят завёрнутыми в кальку.

5.3 Подготавливают электронные весы в соответствии с руководством 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 пикнометров механических повреждений;

6.1.3 Исправность запорных вентилях и предохранительного клапана;

6.1.4 Отсутствие шумов и стуков при встряхивании пикнометров (целостность внутренней трубки корпуса пикнометра).

6.2 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. Течи нефраса из кранов не должно быть.

6.3 Определение абсолютной погрешности вместимости пикнометра.

6.3.1.1 Определение абсолютной погрешности значения вместимости пикнометра начинают с определения массы незаполненного, чистого и высушенного пикнометра. Массу пикнометра определяют взвешиванием на электронных весах по следующей методике:

- устанавливают на грузоприемную чашку весов пикнометр и выполняют предварительное взвешивание с целью определения требуемой суммарной массы набора замещающих гирь для взвешивания пустого пикнометра. Суммарная масса набора гирь не должна отличаться от показаний веса пикнометра более чем на 50 г.;

Примечание: краны пикнометра при взвешивании пустого пикнометра должны быть открыты.

- взвешивают набор гирь не менее трех раз, затем взвешивают пикнометр не менее трех раз, вновь взвешивают набор гирь не менее трех раз; вычисляют среднее значение результатов взвешивания пикнометра и набора гирь. Сходимость результатов взвешивания набора гирь, пикнометра и соответствующих средних арифметических значений результатов взвешивания не должна превышать 0,005 г. В противном случае взвешивания повторяют. Записывают средние значения результатов взвешивания набора гирь и пустого пикнометра в протокол поверки, форма которого приведена в Приложении А;

- измеряют вблизи весов температуру, влажность атмосферного воздуха и барометрическое давление и записывают в протокол поверки, форма которого приведена в Приложении А;

6.3.1.2 Заполняют пикнометры жидкостью-компаратором, для этого закрепляют пикнометр на штативе в вертикальном положении (оси отверстий кранов должны располагаться по возможности близко к вертикальному положению).

6.3.1.3 Соединяют шланг для заполнения с патрубком нижнего крана пикнометра, закрепляют свободный конец шланга для заполнения пикнометра с помощью штатива на 7-10 мм выше верхнего края входного крана. В случае необходимости для целей обеспечения герметичности соединения шланга и патрубка применяют металлические винтовые хомуты.

6.3.1.4 При помощи воронки через шланг для заполнения медленно наполняют пикнометр жидкостью-компаратором до появления жидкости из патрубка верхнего крана пикнометра.

6.3.1.5 Закрывают верхний кран. Нижний кран оставляют открытым. Внутренняя полость шланга при этом должна быть полностью заполнена жидкостью. Переворачивают пикнометр на 180°. Для ускорения процесса выхода пузырьков воздуха, образование которых возможно на стенках внутренних полостей пикнометра в процессе заполнения жидкостью, допускается выполнять легкие постукивания по корпусу пикнометра резиновым молотком.

6.3.1.6 Помещают пикнометр в циркуляционный термостат в положение — ось тела пикнометра вертикальна, открытый кран с присоединённым шлангом сверху. Свободный конец шланга для заполнения должен быть закреплён выше уровня воды в термостате на 20-25 мм. Уровень жидкости-компаратора в шланге должен находиться на 30-40 мм выше верхнего среза патрубка крана пикнометра. Выдерживают пикнометр в термостате при температуре $(25,00 \pm 0,01) ^\circ\text{C}$ не менее 5 часов.

6.3.1.7 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 вентили снаружи этанолом и высушивают сжатым воздухом. В случае, если температура воздуха в помещении ниже или выше $25 ^\circ\text{C}$ для предотвращения образования конвекционных потоков воздуха при взвешивании пикнометров выдерживают пикнометр в помещении лаборатории вблизи весов в течение времени, необходимого для выравнивания температур окружающего воздуха и пикнометра (1-2 часа).

Примечание. Не допускать нагрева пикнометра с закрытыми кранами до температуры выше 27°C во избежание разрушения предохранительного клапана.

6.3.1.8 Выполняют измерение массы заполненного жидкостью-компаратором пикнометра в соответствии с методикой п.6.3.1.1. Требуемую суммарную массу набора заменяющих гирь определяют предварительным взвешиванием заполненного пикнометра. Суммарная масса набора гирь не должна отличаться от показаний веса заполненного пикнометра более чем на 50 г. Записывают средние значения результатов взвешивания набора гирь, заполненного пикнометра, температуры, влажности и атмосферного давления в протокол поверки, форма которого приведена в Приложении А;

6.3.1.9 Сливают поверочную жидкость из пикнометра. Промывают пикнометр этанолом и высушивают сухим сжатым воздухом.

6.3.1.10 Производят контрольное определение массы пустого пикнометра в соответствии с п.6.3.1.1 настоящей методики. Если результат контрольного определения массы пустого пикнометра отличается от предыдущего более чем на + 5 мг, см выше промывку и просушку пикнометра повторяют.

6.3.1.11 Измерения по п.п.6.3.1.1 — 6.3.1.8 выполняют два раза, включая заполнение пикнометра следующей порцией жидкости-компаратора и термостатирование пикнометра.

6.3.2 Обработка результатов измерений

6.3.2.1 Массу незаполненного пикнометра вычисляют по формуле:

$$M_n = \left[\frac{W_{\Pi}}{W_{\Gamma}} \right] M_{\Gamma} \left[1 - \frac{e}{\rho_{\Gamma}} \right], \text{ г} \quad (1)$$

где: M_n - результат измерений массы незаполненного пикнометра, г;

W_{Π}, W_{Γ} - средние арифметические значения результатов взвешивания пикнометра и гирь соответственно, г;

M_{Γ} - суммарная масса набора гирь, кг (из свидетельств о поверке на гири);

e - плотность атмосферного воздуха, $\text{кг}/\text{м}^3$, вычисляют по формуле:

$$\rho_{air} = \frac{(0,34848 \cdot P_a - 0,009024 \cdot H \cdot e^{0,06127 T_{air}}) \cdot 10^{-3}}{273,15 + T_{air}}, \text{ г}/\text{см}^3 \quad (2)$$

где: P_a — атмосферное давление, гПа;

H — относительная влажность атмосферного воздуха, %;

T_{air} — температура атмосферного воздуха, °С.

ρ_r - плотность материала гирь ($\rho_r = 8 \text{ г/см}^3$);

6.7.2 Массу заполненного пикнометра рассчитывают по формуле:

$$M_{пз} = \left[\frac{W_{пз}}{W_{гз}} \right] M_{гз} \left[1 - \frac{e}{\rho_r} \right] + \rho_{air} V_{f25}, \text{ г} \quad (3)$$

где: $M_{пз}$ - результат измерений массы заполненного пикнометра, г;

$W_{пз}, W_{гз}$ - средние арифметические значения результатов взвешивания пикнометра и набора гирь соответственно, г;

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

V_{f25} - вместимость пикнометра, из сертификата калибровки или предыдущего свидетельства о поверке, см^3

6.3.2.2 Значение вместимости пикнометра при 25°С и атм. давлении V_{0i} , см^3 определяют по формуле:

$$V_{0i} = \frac{(M_{пз} - M_n)}{\rho_l}, \text{ см}^3 \quad (4)$$

где: ρ_l — аттестованное значение плотности жидкости-компаратора при 25°С и атм. давлении, г/см^3 .

Разница между двумя последовательными результатами измерений вместимости пикнометра не должна превышать 0,015 см^3 . В противном случае измерение вместимости пикнометра повторяют.

За результат измерений вместимости пикнометра при 25°С и атм. давлении V_0 принимают среднее арифметическое из результатов двух последовательных измерений, удовлетворяющих условию сходимости результатов.

6.3.3 Абсолютная погрешность определяется по формуле:

$$\Delta V = V_{изм} - V_{серт},$$

где $V_{изм}$ - рассчитанная вместимость;

$V_{серт}$ – значение, приведенное в сертификате пикнометра или в предыдущем свидетельстве о поверке .

Абсолютная погрешность вместимости пикнометра не должна превышать $\pm 0,05 \text{ см}^3$.

7 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

Результаты поверки оформляют протоколом (рекомендуемая форма протокола приведена в приложении А. При положительных результатах поверки выдается свидетельство о поверке установленной приказом Минпромторга России «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке» №1815 формы (Приложение 1).

При отрицательных результатах поверки выдается извещение о непригодности установленной приказом Минпромторга России «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке» №1815 формы (Приложении 2).

Знак поверки наносят на свидетельство о поверке.

ПРОТОКОЛ № _____
Поверки пикнометра

Тип _____

Зав.№ _____

Предоставлен _____

Место проведения поверки _____

Условия поверки:

- температура окружающего воздуха, °С

- относительная влажность, %

- атмосферное давление, кПа

Метод поверки: МП 2302-0110-2018 «Пикнометры напорные «ARCCO ANUBIS». Методика поверки»

Сведения о средствах поверки:

Компаратор массы зав.№ _____ Тип _____;

Набор гирь:

1. заводской № _____; номинальная масса _____ кг; класс точности _____;

2. заводской № _____; номинальная масса _____ кг; класс точности _____;

3. заводской № _____; номинальная масса _____ кг; класс точности _____;

4. заводской № _____; номинальная масса _____ кг; класс точности _____;

5. заводской № _____; номинальная масса _____ кг; класс точности _____;

Термостат жидкостной зав.№ _____; модель _____; аттестат № _____;

Термометр зав.№ _____; тип _____;

Барометр зав.№ _____; тип _____;

Термогигрометр зав.№ _____; тип _____;

Жидкость-компаратор, аттестованная на вторичный эталоне плотности ВЭТ18-№ _____; № эталона в ФИФ _____;

1. Определение действительного значения и абсолютной погрешности вместимости пикнометра

Температура, t _____ °С; Относительная влажность, φ _____ %; Давление, P _____ гПа;

Плотность воздуха

$$\rho_a = \frac{0,34848 p - 0,009024 h \exp(0,0612 t)}{273,15 + t}, \text{ кг/м}^3 \quad (\text{A.1.1})$$

1.1 Результаты измерений массы пустого пикнометра зав. № _____;

№ измерения	Показание весов, г		Плотность воздуха, кг/м ³	Масса гирь, г
	W _п	W _г		

1				
2				
3				
Среднее				

Значение массы пустого пикнометра зав.№ _____, $M_n =$ г.

1.2 Результаты измерений массы заполненного пикнометра:

№ изме- рения	Показание весов, г		Плотность воздуха, кг/м ³	Масса гирь, г
	$W_{ПЖ}$	$W_{ГЖ}$		
1				
2				
3				
Среднее				

Значение массы заполненного пикнометра $M_{ПЗ} =$ г.

1.3 Аттестованное значение плотности жидкости-компаратора г/см³;

Пределы абсолютной погрешности аттестованного значения жидкости-компаратора \pm г/см³;

Действительное значение вместимости пикнометра при 25 °С.

Определение абсолютной погрешности вместимости пикнометра

Значение вместимости пик- нометра (из паспорта) см ³	Измеренное значение вместимости пикнометра см ³	Абсолютная погреш- ность при измерении вместимости пикнометра см ³

Выводы: абсолютная погрешность при измерении вместимости не превышает $\pm 0,05$ см³.

Заключение _____

Подпись поверителя

Дата проведения поверки « ____ » _____ 20__ г.