

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

УТВЕРЖДАЮ

Директор ФГУП «УНИИМ»

С.В. Медведевских

С.В. Медведевских

"20" genavril 2018 г.

ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

**Системы анализа термодинамических свойств
VISUAL FLUID EVAL
МЕТОДИКА ПОВЕРКИ
МП 102-251-2018**

Екатеринбург

2018

ПРЕДИСЛОВИЕ

- 1 РАЗРАБОТАНА ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии» (ФГУП «УНИИМ»)**
- 2 ИСПОЛНИТЕЛЬ и.о. зав. лаб. 251, к.х.н., Собина Е.П.**
- 3 УТВЕРЖДЕНА директором ФГУП «УНИИМ» в 2018 г.**

СОДЕРЖАНИЕ

1	ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ	4
2	НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ.....	4
3	ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ	4
4	СРЕДСТВА ПОВЕРКИ.....	5
5	ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЯ.....	6
6	ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ	7
7	УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ.....	7
8	ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ.....	7
9	ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ.....	7
9.1	Внешний осмотр	7
9.2	Опробование	7
9.3	Проверка метрологических характеристик	8
10	ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ	13
	ПРИЛОЖЕНИЕ А.....	15

Дата введение в действие: «20» декабря 2018 г.

1 Область применения

Настоящая методика поверки распространяется на системы анализа термодинамических свойств VISUAL FLUID EVAL, выпускаемые фирмой VINCI Technologies, Франция (далее – системы PVT), и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок.

Поверка системы PVT 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 12.2.007.0–75 «Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности»;

ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 10157-79 Аргон газообразный и жидкий технические условия

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

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
1 Внешний осмотр	9.1	да	да
2 Опробование	9.2	да	да
3 Проверка метрологических характеристик	9.3		
3.1 Проверка приведенной к верхнему пределу измерений (далее – ВПИ) погрешности измерений избыточного давления	9.3.1	да	да
3.2 Проверка абсолютной погрешности измерений температуры	9.3.2	да	да
3.3 Проверка абсолютной погрешности измерений объема ячейки PVT	9.3.3	да	да
3.4 Проверка абсолютной погрешности измерений температуры автоматическим газометром	9.3.4	да	да
3.5 Проверка абсолютной погрешности измерений объема автоматическим газометром	9.3.5	да	да
3.6 Проверка приведенной к ВПИ погрешности измерений абсолютного давления автоматическим газометром	9.3.6	да	да

Продолжение таблицы 1

3.7 Проверка приведенной к ВПИ погрешности измерений вязкости	9.3.7	да	да
3.8 Проверка абсолютной погрешности измерений плотности	9.3.8	да	да
3.9 Проверка диапазонов измерений вязкости, плотности, давления, объема ячейки РВТ, объема автоматическим модулем газометра и температуры	9.3.9	да	нет
<hr/>			
Операции по п.9.3.4-9.3.8 проводятся только в случае оснащения системы РВТ optionalными блоками:			
<ul style="list-style-type: none"> - автоматическим газометром Gasometer auto (далее - газометр); - вискозиметром высокого давления EV1000 (далее - вискозиметр); - высокотемпературным цифровым плотномером DMA HPM (далее - плотномер). 			

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций проводится настройка системы РВТ в соответствии с руководством по эксплуатации (далее – РЭ). В дальнейшем операция повторяется вновь, в случае повторного невыполнения требований хотя бы к одной из операций поверка прекращается, система РВТ бракуется.

3.3 Допускается при проведении периодической поверки системы РВТ для каждой измеряемой величины проводить поверку в ограниченном диапазоне измерений в соответствии с заявкой на проведение поверки.

4 Средства поверки

4.1 При проведении поверки применяют следующее средства поверки:

- рабочий эталон единицы избыточного давления 2-го разряда в диапазоне от 0 до 100 МПа в соответствии с приложением к приказу Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 29 июня 2018 года N 1339, манометр цифровой LEX-1, ФИФ № 53901-13 (далее - внешний датчик высокого давления);

- рабочий эталон единицы избыточного давления 2-го разряда в диапазоне от 0 до 0,3 МПа в соответствии с приложением к приказу Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 29 июня 2018 года N 1339, манометр цифровой LEX-1, ФИФ № 53901-13 (далее - внешний датчик низкого давления);

- стандартный образец вязкости РЭВ-2 ГСО 8586-2004 (интервал аттестованных значений динамической вязкости от 1,30 до 1,80 мПа·с, границы относительной погрешности аттестованного значения при $P=0,95 \pm 0,2\%$);

- стандартный образец вязкости РЭВ-10 ГСО 8588-2004 (интервал аттестованных значений динамической вязкости от 7 до 10 мПа·с, границы относительной погрешности аттестованного значения при $P=0,95 \pm 0,2\%$);

- стандартный образец вязкости РЭВ-20 ГСО 8589-2004 (интервал аттестованных значений динамической вязкости от 15 до 21 мПа·с, границы относительной погрешности аттестованного значения при $P=0,95 \pm 0,2\%$);

- стандартный образец вязкости РЭВ-60 ГСО 8589-2004 (интервал аттестованных значений динамической вязкости от 46 до 79 мПа·с, границы относительной погрешности аттестованного значения при $P=0,95 \pm 0,2\%$);

- стандартный образец вязкости РЭВ-100 ГСО 8594-2004 (интервал аттестованных значений динамической вязкости от 76 до 104 мПа·с, границы относительной погрешности аттестованного значения при $P=0,95 \pm 0,2\%$);

- стандартный образец вязкости РЭВ-1000 ГСО 8599-2004 (интервал аттестованных значений динамической вязкости от 765 до 1035 мПа·с, границы относительной погрешности аттестованного значения при $P=0,95 \pm 0,2\%$);

- стандартный образец вязкости РЭВ-10000 ГСО 8603-2004 (интервал аттестованных значений динамической вязкости от 7650 до 10350 мПа·с, границы относительной погрешности аттестованного значения при $P=0,95 \pm 0,3\%$);
- стандартный образец плотности жидкости РЭП-1 ГСО 8579-2002 (интервал аттестованных значений плотности от 0,683 до 0,6972 г/см³, границы абсолютной погрешности аттестованного значения при $P=0,95 \pm 0,00005$ г/см³);
- стандартный образец плотности жидкости РЭП-3 ГСО 8581-2004 (интервал аттестованных значений плотности от 0,7722 до 0,7872 г/см³, границы абсолютной погрешности аттестованного значения при $P=0,95 \pm 0,00005$ г/см³);
- стандартный образец плотности жидкости РЭП-5 ГСО 8583-2004 (интервал аттестованных значений плотности от 0,998 до 0,999 г/см³, границы абсолютной погрешности аттестованного значения при $P=0,95 \pm 0,00005$ г/см³);
- стандартный образец плотности жидкости РЭП-6 ГСО 8584-2004 (интервал аттестованных значений плотности от 0,881 до 0,899 г/см³, границы абсолютной погрешности аттестованного значения при $P=0,95 \pm 0,00005$ г/см³);
- стандартный образец плотности жидкости РЭП-7 ГСО 8585-2004 (интервал аттестованных значений плотности от 1,3167 до 1,3430 г/см³, границы абсолютной погрешности аттестованного значения при $P=0,95 \pm 0,00005$ г/см³);
- стандартный образец плотности жидкости РЭП-12 ГСО 8106-2002 (интервал аттестованных значений плотности от 1,0810 до 1,1028 г/см³, границы абсолютной погрешности аттестованного значения при $P=0,95 \pm 0,00005$ г/см³);
- весы лабораторные электронные II (высокого) класса точности по ГОСТ Р OIML 76-1-2011 с наибольшим пределом взвешивания 6000 г, $d=0,01$ г;
- весы лабораторные электронные I (специального) класса точности по ГОСТ Р OIML 76-1-2011 с наибольшим пределом взвешивания 200 г, $d=0,0001$ г;
- весы лабораторные электронные II (высокого) класса точности по ГОСТ Р OIML 76-1-2011 с наибольшим пределом взвешивания 600 г, $d=0,001$ г;
- термогигрометр CENTER модели 313, от 10 до 100 %, $\Delta = \pm 2,5\%$, от минус 20 до плюс 60 °C, $\Delta = \pm 0,7$ °C;
- барометр анероид метеорологический БАММ-1, диапазон измерений атмосферного давления от 80 до 106 кПа, пределы допускаемой относительной погрешности $\pm 0,2$ кПа (далее – датчик атмосферного давления);
- измеритель температуры двухканальный прецизионный МИТ 2.05 (диапазон измерений температуры при подключении термометра сопротивления на 100 Ом от минус 200 до 500 °C, пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений температуры $\pm(0,004+10^{-5} \cdot t)$ °C), ФИФ № 29933-05 (далее – измеритель МИТ 2.05);
- термометр сопротивления платиновый вибропрочный ТСПВ-1.1 (диапазон измерений температуры от минус 80 до 200 °C, пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений температуры $\pm 0,1$ °C), ФИФ № 50256-12 (далее – термометр ТСПВ);
- аргон газообразный, высший сорт по ГОСТ 10157, объемная доля аргона не менее 99,993 %;
- вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

4.2 Средства измерений, применяемые для поверки, должны быть поверены, эталоны – аттестованы, а СО должны иметь действующие паспорта.

4.3 Допускается применение других эталонов, средств измерений и стандартных образцов утвержденных типов с метрологическими характеристиками не хуже приведенных в п. 4.1.

5 Требования к квалификации поверителя

К проведению работ по поверке системы PVT допускаются лица, прошедшие специальное обучение и аттестованные в порядке, установленном Росстандартом, ознакомившиеся с настоящей методикой поверки и РЭ системы PVT.

6 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.

7 Условия поверки

7.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- | | |
|---------------------------------------|--------------|
| - температура окружающего воздуха, °C | от 15 до 25 |
| - относительная влажность воздуха, % | не более 80 |
| - атмосферное давление, кПа | от 84 до 106 |

7.2 Система PVT устанавливается вдали от источников магнитных и электрических полей. Система PVT должна находиться на ровной и устойчивой поверхности, без возможности тряски; необходимо соблюдать дистанцию между задней панелью системы PVT и стеной в соответствии с РЭ.

8 Подготовка к поверке

8.1 Систему PVT подготовить к работе в соответствии с РЭ.

8.2 Стандартные образцы и средства измерений, используемые при поверке, подготовить в соответствии с их инструкциями по применению и эксплуатационными документами.

9 Проведение поверки

9.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре установить:

- отсутствие видимых повреждений системы PVT;
- соответствие комплектности, указанной в РЭ;
- четкость обозначений и маркировки.

9.2 Опробование

9.2.1 Опробование системы происходит в автоматическом режиме. Включить питание системы PVT. После включения питания происходит автоматическое тестирование системы PVT. В случае успешного прохождения тестирования на дисплее появляется стандартное окно программного обеспечения системы. В случае если система PVT не прошла тестирование, на дисплее появляется сообщение об ошибке.

9.2.2 Провести проверку идентификационных данных ПО системы PVT.

Проверка соответствия ПО заключается в определении идентификационных наименований ПО и номеров версий (идентификационного номера) программного обеспечения для основного блока системы PVT и дополнительных модулей.

9.2.2.1 Для проверки номера версии ПО для основного блока системы PVT в режиме запущенной программы в левом верхнем углу отображается идентификационное наименование ПО, далее выбрать меню «О программе (About)». В результате чего откроется окно, в котором приведен номер версии ПО. При проверке ПО основного блока наименование ПО должно быть Fluid-Eval Visual 400 APPLILAB, а номер версии ПО не ниже 6.20.

9.2.2.2 Для проверки номера версии встроенного ПО газометра автоматического Gasometer auto необходимо зафиксировать ее в момент его включения на сенсорном экране газометра. При проверке встроенного ПО газометра номер версии ПО должен быть не ниже 2.0.3.

9.2.2.3 Для проверки идентификационного наименования и номера версии встроенного ПО вискозиметра электромагнитного высокого давления EV1000 необходимо зафиксировать эти сведения в момент его включения на сенсорном экране вискозиметра. При проверке встроенного ПО вискозиметра идентификационное наименование должно быть Viscosity Monitor, а номер версии ПО должен быть не ниже R2.19. Для проверки номера версии внешнего ПО для вискозиметра в режиме запущенной программы в левом верхнем углу отображается

идентификационное наименование ПО, далее выбрать меню «О программе (About)». В результате чего откроется окно, в котором приведен номер версии ПО. При проверке внешнего ПО вискозиметра наименование ПО должно быть EV 1000 APPLILAB, а номер версии ПО не ниже 6.20.

9.2.2.4 Для проверки номера версии встроенного ПО плотномера цифрового высокотемпературного DMA НРМ необходимо выбрать в меню сведения о программном обеспечении с помощью сенсорного экрана плотномера. При проверке встроенного ПО плотномера номер версии ПО должен быть не ниже 6.0.19168.14.

9.2.2.5 Система PVT считается выдержавшей проверку ПО, если идентификационные наименования и номера версии ПО для основного блока и дополнительных модулей соответствуют указанным. Версии ПО могут иметь дополнительные цифровые и/или буквенные суффиксы. Для модулей, которые поставляются опционально, проверка идентификационных данных ПО проводится в случае их наличия.

9.3 Проверка метрологических характеристик

9.3.1 Проверка приведенной к ВПИ погрешности избыточного давления

Для проверки приведенной погрешности давления необходимо подключить внешний датчик высокого давления к магистрали давления ячейки PVT. Ячейка PVT при этом должна быть заполнена дистиллированной водой или любым другим подходящим флюидом, для которого возможно повышение давления до 100 МПа¹. С помощью программного обеспечения системы PVT поочередно установить в системе PVT давление, соответствующее 0 %; 20 %; 40 %; 60 %; 80 %; 100 % от верхнего предела измерения давления (скорость повышения давления должна быть не более 0,13 МПа/мин и должна быть снижена до 0,05 МПа/мин при приближении к верхней точке диапазона измерений 100 МПа). После стабилизации показаний датчиков давления провести регистрацию измерений давления с помощью внешнего датчика высокого давления и соответствующие значения встроенного датчика давления с помощью внешнего программного обеспечения основного блока системы PVT. Рассчитать приведенную погрешность измерения давления по формуле

$$\gamma_i = \frac{P_i - P_{oi}}{P_m} \cdot 100, \quad (1)$$

где P_i - результат измерения давления системой PVT в i -й точке диапазона измерения, МПа;

P_{oi} - значение давление, измеренное внешним датчиком высокого давления в i -й точке, МПа;

P_m – верхний предел измерения давления, равный 100 МПа.

Полученные значения приведенной погрешности измерений давления должны удовлетворять требованиям таблицы 2.

9.3.2 Проверка абсолютной погрешности измерений температуры

Проверку абсолютной погрешности измерений температуры провести не менее чем в трех точках диапазона (в начале (от -20 до +10 °C), середине (от +50 до +100 °C) и в конце диапазона (от +150 до +200 °C)).

Извлечь встроенный термометр сопротивления из ячейки PVT, далее обернуть встроенный термометр и термометр ТСПВ алюминиевой фольгой для обеспечения теплового контакта и погрузить во внешний термостат из системы PVT². После выдерживания термометров в одной из точек диапазона измерений температуры и стабилизации показаний, провести одновременную регистрацию показаний температуры с помощью встроенного

¹ При опробовании методики поверки в процессе испытаний в целях утверждения типа, систему PVT заполняли дистиллированной водой.

² Допускается использовать калибратор температуры.

термометра сопротивления из внешнего программного обеспечения системы PVT и термометра ТСПВ, который подключен к измерителю МИТ 2.05.

Абсолютную погрешность измерений температуры в каждой точке диапазона измерений температуры рассчитать по формуле

$$\Delta_{t_i} = t_{\text{изм}_i} - t_{\text{эм}_i}, \quad (2)$$

где $t_{\text{изм}_i}$ - температура в i -ой точке диапазона измерения, считанная с программного обеспечения системы PVT, °C;

$t_{\text{эм}_i}$ - температура в i -ой точке диапазона измерения, измеренная термометром ТСПВ, который подключен к измерителю МИТ 2.05, °C.

Полученные значения абсолютной погрешности измерений температуры должны удовлетворять требованиям таблицы 2.

9.3.3 Проверка абсолютной погрешности измерений объема ячейки PVT

Проверку абсолютной погрешности измерений объема ячейки провести с использованием дистиллированной воды и насоса системы PVT. Заполнить ячейку PVT дистиллированной водой по ГОСТ 6709 (далее – дистиллированной водой)³. Для этого на один из входов в ячейку PVT подключают с помощью соответствующих фитингов пластиковый шланг, конец которого помещают в емкость с дистиллированной водой. Перед заполнением установить ячейку PVT под углом 45° с помощью задания данного угла в ПО системы PVT. Далее с помощью ПО запустить насос для заполнения системы PVT дистиллированной водой⁴. После полного заполнения ячейки дистиллированной водой необходимо полностью удалить пузырьки воздуха из ячейки. Для удаления пузырьков воздуха запустить перемешивание внутри ячейки на несколько минут, затем выключить перемешивающее устройство, подождать несколько минут и запустить из ПО насос для удаления небольшой части дистиллированной воды из ячейки PVT. В первый момент будут выходить пузырьки воздуха и дистиллированная вода, а затем пойдет только дистиллированная вода, что контролируется визуально. Данные процедуры для удаления пузырьков воздуха из ячейки PVT может потребоваться повторить многократно. После полного заполнения ячейки и удаления пузырьков воздуха перейти к проверке абсолютной погрешности измерений объема. Для этого установить любую пластиковую или стеклянную емкость на весы (для нижней точки диапазона измерений (10-50) см³ использовать весы I (специального) класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г, для средней точки диапазона измерений (150-250) см³ и верхней точки диапазона измерений (350-400) см³ использовать весы II (высокого) класса точности с наибольшим пределом взвешивания 600 г). Далее весы с размещённой на ней пустой емкостью тарировать и над горлом емкости закрепить трубку, которая выходит из ячейки PVT. Трубку, которая выходит из системы PVT закрепить таким образом, чтобы обеспечить ее неподвижность в процессе дозирования, а также отсутствие касания емкости, например, закрепляя ее конец с помощью лабораторного штатаива.

Для каждой точки диапазона измерений последовательно провести дозирование объема дистиллированной воды из ячейки PVT в емкость, которая размещена на весах (значение объема в начале (10-50) см³, середине (150-250) см³ и в конце диапазона измерений (350-400) см³). Дозирование дистиллированной воды провести при скорости дозирования 20 см³/мин. При дозировании в каждой точке диапазона измерений зафиксировать температуру дистиллированной воды по показаниям встроенного термометра сопротивления из ПО системы

³ При периодической поверке перед заполнением ячейки дистиллированной водой может потребоваться последовательная промывка толуолом, ацетоном, этиловым спиртом. В обратной последовательности рекомендуется промывать установку растворителями для подготовки системы PVT к проведению исследований флюидов.

⁴ Рекомендуется заполнять дистиллированной водой, которая предварительно освобождена от растворенных газов, например, кипячение или вакууммирование.

PVT. Абсолютную погрешность измерения объема ячейки PVT в каждой точке рассчитать по формуле

$$\Delta_i = V_i - \frac{1000 \cdot m_i}{1000,28 - 0,0015t_{H_2O(i)} - 0,0051t_{H_2O(i)}^2}, \quad (3)$$

где V_i - результат измерения объема ячейки системой PVT в i -ой точке диапазона измерения, заданный в ПО системы PVT, см^3 ;

m_i - масса дистиллированной воды, измеренная на весах в i -ой точке диапазона измерения, г;

$t_{H_2O(i)}$ - температура дистиллированной воды, $^{\circ}\text{C}$.

Полученные значения абсолютной погрешности измерений объема должны удовлетворять требованиям таблицы 2.

9.3.4 Проверка абсолютной погрешности измерений температуры автоматическим газометром

Проверку абсолютной погрешности измерений температуры провести не менее чем в трех точках диапазона (в начале (от +20 до +25 $^{\circ}\text{C}$), середине (от +30 до +35 $^{\circ}\text{C}$) и в конце диапазона (от +40 до +50 $^{\circ}\text{C}$)).

Поместить термометр ТСПВ непосредственно к встроенному термометру сопротивления в ячейке газометра (допускается извлечение встроенного термометра сопротивления из ячейки газометра, далее обертывание встроенного термометра и термометра ТСПВ алюминиевой фольгой для обеспечения теплового контакта и погружения во внешний термостат или калибратор температуры). После выдерживания термометров в одной из точек диапазона измерений температуры и стабилизации показаний, провести одновременную регистрацию показаний температуры с помощью встроенного термометра сопротивления из встроенного программного обеспечения газометра и термометра ТСПВ, который подключен к измерителю МИТ 2.05.

Абсолютную погрешность измерений температуры в каждой точке диапазона измерений температуры рассчитать по формуле

$$\Delta_{t_i} = t_{usm_i} - t_{sm_i}, \quad (4)$$

где t_{usm_i} - температура в i -ой точке диапазона измерения, считанная с программного обеспечения газометра, $^{\circ}\text{C}$;

t_{sm_i} - температура в i -ой точке диапазона измерения, измеренная термометром ТСПВ, который подключен к измерителю МИТ 2.05, $^{\circ}\text{C}$.

Полученные значения абсолютной погрешности измерений температуры должны удовлетворять требованиям таблицы 2.

9.3.5 Проверка абсолютной погрешности измерений объема автоматическим газометром

Проверку абсолютной погрешности измерений объема газометром провести в следующем порядке. Отключить выход газового насоса от ячейки газометра. Далее с помощью встроенного программного обеспечения автоматического газометра полностью заполнить объем ячейки дистиллированной водой⁵. Для этого к выходу из ячейки подключить с помощью соответствующих фитингов пластиковую трубку, которую поместить в емкость с дистиллированной водой, далее запустить работу насоса газометра с отрицательной скоростью минус 800 $\text{см}^3/\text{мин}$ для заполнения ячейки дистиллированной водой. После полного заполнения ячейки газометра дистиллированной водой $\sim 10000 \text{ см}^3$, запускают насос на выход

⁵ При периодической поверке перед заполнением ячейки дистиллированной водой может потребоваться последовательная промывка толуолом, ацетоном, этиловым спиртом. В обратной последовательности рекомендуется промывать установку растворителями для подготовки системы PVT к проведению исследований флюидов.

дистиллированной воды для удаления пузырьков воздуха с небольшой скоростью $\sim 40 \text{ см}^3/\text{мин}$ с помощью открытия крана входа, расположенного на верхней панели газометра, перекрывая при этом шланг, который использовался для заполнения дистиллированной воды, чтобы исключить захват воздуха из помещения внутрь ячейки газометра. При необходимости данные процедуры повторяют для полного заполнения ячейки газометра дистиллированной водой и удаления пузырьков воздуха. После заполнения ячейки газометра дистиллированной водой установить емкость на весы (для нижней точки диапазона измерений (10-50) cm^3 использовать весы I (специального) класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г, для средней (4000-6000) cm^3 и верхней точки диапазона измерений (9000-10000) cm^3 использовать весы II (высокого) класса точности с наибольшим пределом взвешивания 6000 г. Также для средней и верхней точек диапазона измерений допускается последовательное дозирование и сложение дозированных объемов и соответствующих масс дистиллированной воды, в случае невозможности проведения однократного взвешивания либо в случае наличия весов II (высокого) класса точности с меньшим наибольшим пределом взвешивания, например с НПВ=1000 г). Далее весы, с размещенной на них емкостью, тарировать, трубку, с помощью которой проводили заполнение внутреннего объема газометра, закрепить над емкостью. Трубку, которая выходит из газометра, закрепить таким образом, чтобы обеспечить ее неподвижность в процессе дозирования, а также отсутствие касания емкости, например, закрепляя ее конец с помощью лабораторного штатива. Установить скорость дозирования $\sim 400 \text{ см}^3/\text{мин}$. Провести последовательное дозирование объема (значение объема в начале, середине и в конце диапазона измерений). Абсолютную погрешность измерения объема газометром в каждой точке рассчитать по формуле (3). Температуру дистиллированной воды зарегистрировать по показаниям встроенного в газометр термометра сопротивления с помощью встроенного ПО из сенсорного экрана на передней панели газометра.

9.3.6 Проверка приведенной к ВПИ погрешности измерений абсолютного давления автоматическим газометром

Для проверки приведенной погрешности измерений абсолютного давления необходимо подключить внешний датчик низкого давления к магистрали ячейки газометра (допускается демонтировать датчик высокого давления, дальнейшее подключение его к калибратору давления, с помощью которого задаются различные точки диапазона измерений давления. При этом следует учесть, что к показаниям калибратора, который как правило, измеряет дифференциальное давление необходимо добавить соответствующее атмосферное давление). Ячейка газометра при проведении проверки должна быть заполнена дистиллированной водой или любым другим подходящим флюидом, для которого возможно повышение абсолютного давления до 0,3 МПа⁶. С помощью внешнего насоса из системы РВТ поочередно установить следующие точки абсолютного давления: 0,1; 0,2; 0,3 МПа. После стабилизации показаний датчиков давления провести регистрацию измерений давления с помощью внешнего датчика низкого давления и соответствующие значения встроенного датчика давления с помощью встроенного программного обеспечения газометра. Рассчитать приведенную погрешность измерений давления в каждой точке диапазона измерений по формуле

$$\gamma_i = \frac{P_i - P_{oi}}{P_m} \cdot 100, \quad (5)$$

где P_i - результат измерения абсолютного давления газометром в i -й точке диапазона измерения, МПа;

P_{oi} - значение абсолютного давления, измеренное внешним датчиком низкого давления в i -й точке, МПа;

P_m – верхний предел измерения давления, равный 0,3 МПа.

⁶ При опробовании методики поверки в процессе испытаний в целях утверждения типа, газометр заполняли дистиллированной водой.

Полученные значения приведенной погрешности измерений абсолютного давления должны удовлетворять требованиям таблицы 2.

Таблица 2 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение
Диапазон измерений избыточного давления, МПа	от 0 до 100
Пределы допускаемой приведенной к верхнему пределу измерений (далее – ВПИ) погрешности измерения избыточного давления, %	$\pm 0,2$
Диапазон измерений температуры, $^{\circ}\text{C}$	от -20 до +200
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерения температуры, $^{\circ}\text{C}$	$\pm 0,3$
Диапазон измерений объема флюида в ячейке системы PVT, см^3	от 0 до 400
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерения объема ячейки PVT, см^3	$\pm(0,05+0,001 \cdot V_v)$
Диапазон измерений объема автоматическим газометром, см^3 ¹⁾	от 0 до 10000
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерения объема автоматическим газометром, см^3 ¹⁾	$\pm(0,1+0,001 \cdot V_g)$
Диапазон измерений температуры автоматическим газометром, $^{\circ}\text{C}$ ¹⁾	от +20 до +50
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерения температуры автоматическим газометром, $^{\circ}\text{C}$ ¹⁾	$\pm 0,3$
Диапазон измерений абсолютного давления автоматическим газометром, МПа	от 0 до 0,3
Пределы допускаемой приведенной к ВПИ погрешности измерения абсолютного давления автоматическим газометром, %	$\pm 0,10$
Диапазоны измерений вязкости модулем измерения вязкости, $\text{мПа} \cdot \text{с}$ ²⁾ :	
- поршень (0,2 – 2)	от 0,4 до 2
- поршень (1 – 20)	от 1 до 20
- поршень (5 – 100)	от 5 до 100
- поршень (50 – 1000)	от 50 до 1000
- поршень (500 – 10000)	от 500 до 10000
Пределы допускаемой приведенной к ВПИ погрешности измерения вязкости, % ²⁾	$\pm 1,0$
Диапазон измерений плотности модулем измерения плотности, $\text{г}/\text{см}^3$ ³⁾	от 0,6 до 2,0
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерения плотности, $\text{г}/\text{см}^3$ ³⁾	$\pm 0,0005$

- 1) при наличии автоматического газометра;
- 2) при наличии вискозиметра высокого давления;
- 3) при наличии высокотемпературного цифрового плотномера;
- 4) V_v – объем ячейки системы PVT, см^3 ;
- 5) V_g – объем ячейки автоматического газометра, см^3 .

9.3.7 Проверка приведенной к ВПИ погрешности измерений вязкости

Провести измерения вязкости с использованием ГСО вязкости при атмосферном давлении по п. 7.1⁷ и температуре 20 $^{\circ}\text{C}$. Для проверки каждого диапазона измерений необходимо использовать соответствующий поршень и выбирать соответствующих диапазон измерений во встроенным ПО вискозиметра. Для проверки приведенной погрешности измерений вязкости необходимо использовать как минимум один ГСО, который имеет

⁷ Допускается проводить измерения при других температурах, если в паспорте на ГСО приведены аттестованные значения вязкости при других температурах.

аттестованное значение близкое к верхнему значению диапазона измерений. Рекомендованные ГСО вязкости в зависимости от поршня и диапазона измерений приведены в таблице 3.

Таблица 3 – Поршни и соответствующие диапазоны измерений и рекомендуемые ГСО для их проверки

Поршень	Диапазон измерений динамической вязкости, мПа·с	ГСО вязкости
0,2-2	0,4-2	ГСО 8586-2004 (РЭВ-2)
1-20	1-20	ГСО 8589-2004 (РЭВ-20)
5-100	5-100	ГСО 8594-2004 (РЭВ-100)
50-1000	50-1000	ГСО 8599-2004 (РЭВ-1000)
500-10000	500-10000	ГСО 8603-2004 (РЭВ-10000)

Для каждого ГСО рассчитать приведенную погрешность измерения вязкости по формуле

$$\gamma_i = \frac{\eta_{ij} - \eta_{ico}}{\eta_m} \cdot 100, \quad (6)$$

где η_{ij} - результат j -го измерения вязкости i -го ГСО, мПа·с;

η_{ico} - аттестованное значение вязкости i -го ГСО, мПа·с;

η_m - верхний предел измерений для соответствующего поршня, мПа·с.

Полученные значения приведенной погрешности измерений вязкости должны удовлетворять требованиям таблицы 2.

9.3.8 Проверка абсолютной погрешности измерений плотности

Провести не менее 5 измерений плотности в каждом ГСО при атмосферном давлении по п. 7.1 и температуре 20 °C. Для каждого ГСО рассчитать абсолютную погрешность измерения плотности по формуле

$$\Delta_{ij} = \rho_{ij} - \rho_{ico}, \quad (7)$$

где ρ_{ij} - результат j -го измерения плотности в i -ом ГСО, г/см³;

ρ_{ico} - аттестованное значение плотности в i -ом ГСО, г/см³.

Полученные значения абсолютной погрешности измерений плотности должны удовлетворять требованиям таблицы 2.

9.3.9 Проверка диапазонов измерений вязкости, плотности, давления, объема ячейки PVT, объема автоматическим модулем газометра и температуры

Проверку диапазонов измерений вязкости, плотности, давления, объема ячейки PVT, объема автоматическим модулем газометра и температуры провести одновременно с определением погрешностей по 9.3.1 – 9.3.8.

За диапазоны измерений системы PVT принять диапазоны измерений вязкости, плотности, давления, объема ячейки PVT, объема газометра и температуры, указанные в таблице 2.

10 Оформление результатов поверки

10.1 Оформляют протокол проведения поверки по форме Приложения А.

10.2 Положительные результаты поверки оформляют выдачей свидетельства о поверке в соответствии с Приказом Минпромторга России от 02.07.2015 № 1815. Знак поверки наносится на свидетельство о поверке и на систему PVT в соответствии с рисунком общего вида, приведенным в описании типа.

10.3 При положительных результатах поверки в свидетельстве о поверке дополнительно указываются заводские номера optionalных блоков (автоматического газометра, вискозиметра

высокого давления и высокотемпературного цифрового плотномера), использующихся совместно с основным блоком системы PVT.

10.4 При отрицательных результатах поверки систему PVT признают непригодной к дальнейшей эксплуатации, аннулируют свидетельство, гасят клеймо и выдают извещение о непригодности с указанием причин в соответствии с Приказом Минпромторга России от 02.07.2015 № 1815.

И.о. зав. лаб. 251 ФГУП «УНИИМ», к.х.н.

Е.П. Собина

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(рекомендуемое)
ФОРМА ПРОТОКОЛА ПОВЕРКИ
ПРОТОКОЛ № _____ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

Система анализа термодинамических свойств VISUAL FLUID EVAL, зав № _____

Документ на поверку:

МП 102-251-2018 «ГСИ. Системы анализа термодинамических свойств VISUAL FLUID EVAL. Методика поверки».

Информация об использованных средствах поверки:

Условия проведения поверки:

- температура окружающего воздуха, °C _____
- относительная влажность воздуха, % _____
- атмосферное давление, кПа _____

Результаты внешнего осмотра _____

Результаты опробования _____

Проверка метрологических характеристик

Таблица А1 – Результаты проверки приведенной погрешности результатов измерений давления

Значение давление, измеренное внешним датчиком высокого давления, МПа	Результаты измерений давления системой PVT, МПа	Приведенная погрешность измерений избыточного давления, %	Нормируемые значения приведенной погрешности измерений давления, %

Таблица А2 – Результаты проверки абсолютной погрешности результатов измерений температуры

Температура, измеренная термометром, °C	Результаты измерений температуры системой PVT, °C	Абсолютная погрешность результатов измерений температуры, °C	Нормируемые значения абсолютной погрешности измерений температуры, °C

Таблица А3 – Результаты проверки абсолютной погрешности результатов измерений объема ячейки

Объем дистиллированной воды, вычисленный по формуле 4, см ³	Результаты измерений объема ячейки системой PVT, см ³	Абсолютная погрешность результатов измерений объема ячейки, см ³	Нормируемые значения абсолютной погрешности измерений объема ячейки, см ³

Таблица А4 – Результаты проверки абсолютной погрешности результатов измерений температуры газометром (заполняется только при наличии в системе PVT)

Температура, измеренная термометром, °C	Результаты измерений температуры газометром, °C	Абсолютная погрешность результатов измерений температуры, °C	Нормируемые значения абсолютной погрешности измерений температуры газометром, °C

Таблица А5 – Результаты проверки абсолютной погрешности измерений объема газометром (заполняется только при наличии в системе PVT)

Объем дистиллированной воды, вычисленный по формуле 4, см ³	Результаты измерений объема газометром, см ³	Абсолютная погрешность результатов измерений объема газометром, см ³	Нормируемые значения абсолютной погрешности измерений объема газометром, см ³

Таблица А6 – Результаты проверки приведенной погрешности результатов измерений абсолютного давления газометром (заполняется только при наличии в системе PVT)

Значение давление, измеренное внешним датчиком низкого давления, МПа	Результаты измерений давления газометром, МПа	Приведенная погрешность измерений давления, %	Нормируемые значения приведенной погрешности измерений абсолютного давления газометром, %

Таблица А7 – Результаты проверки приведенной погрешности результатов измерений вязкости вискозиметром (заполняется только при наличии в системе РВТ)

Аттестованное значение вязкости в ГСО, мПа·с	Результаты измерений вязкости системой РВТ, мПа·с	Приведенная погрешность результатов измерений вязкости, %	Нормируемые значения приведенной погрешности измерений вязкости, %

Таблица А8 – Результаты проверки абсолютной погрешности результатов измерений плотности плотномером (заполняется только при наличии в системе РВТ)

Аттестованное значение плотности в ГСО, г/см ³	Результаты измерений плотности системой РВТ, г/см ³	Абсолютная погрешность результатов измерений плотности, г/см ³	Нормируемые значения абсолютной погрешности измерений плотности, г/см ³

Таблица А9 – Результаты проверки диапазонов измерений системы РВТ

Наименование характеристики и ее размерность	Полученные значения диапазона измерений	Соответствие требованиям Да (+) / Нет (-)
Давление, МПа		
Давление, измеряемое газометром, МПа		
Температура, °С		
Температура, измеряемая газометром °С		
Объем ячейки, см ³		
Объем, измеряемый газометром, см ³		
Вязкость, мПа·с		
Плотность, г/см ³		

Результат проведения поверки: _____

Выдано свидетельство о поверке (извещение о непригодности)

от «___» 20___ г, №_____

Поверитель _____
Подпись _____ (Ф.И.О.)

Организация, проводившая поверку _____