

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

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



А. Н. Пронин

М.п. «07» ноября 2019 г.

Государственная система обеспечения единства измерений


## Плотномеры автоматические

серии DDM

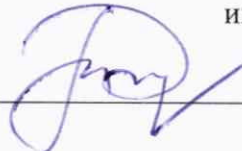
Методика поверки

МП 2302-0124-2019

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

 А. А. Демьянов

инженер 1 кат.

 Т. В. Попова

г. Санкт-Петербург  
2019 г.

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

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

При пользовании настоящей методикой поверки целесообразно проверить действие ссылочных документов по соответствующему указателю стандартов, составленному на 1 января текущего года, и по соответствующим указателям, опубликованным в текущем году.

Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящей методикой следует руководствоваться заменяющим (измененным) документом. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

## 1 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

При проведении поверки должны выполняться операции, указанные в таблице 1:

Таблица 1.

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

## 2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

При проведении поверки применяют следующие основные и вспомогательные средства поверки:

Таблица 2.

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



	<p>10), ГСО 8105-2002 (РЭП-11), ГСО 8103-2002 (РЭП-12) с погрешностью не более 0,05 кг/м<sup>3</sup>);</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- промывочные жидкости: вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72, гептан по ГОСТ 25828-83, ацетон по ГОСТ 2768-84, высший сорт.</li> <li>- барометр-анероид метеорологический БАММ-1, диапазон измерений атмосферного давления от 80 до 106 кПа, погрешность: ±0,2 кПа, регистрационный номер 5738-76;</li> <li>- 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;</li> </ul>
--	--

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

Допускается применение средств поверки, не приведенных в перечне, но обеспечивающих определение (контроль) метрологических характеристик поверяемых средств измерений с требуемой точностью.

### 3 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие требования безопасности:

3.1 Помещения, в которых проводят работы с нефтепродуктами, должны быть оснащены пожарной сигнализацией и средствами пожаротушения в соответствии с ГОСТ 12.4.009-83 и оснащены общеобменной приточно-вытяжной вентиляцией.

3.2 Требования, изложенные в руководстве по эксплуатации плотномеров.

### 4 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

При проведении поверки должны соблюдаться следующие условия:

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

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

### 5 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

При проведении поверки должны быть выполнены следующие операции:

5.1 Включена вентиляция в помещении, где проводится поверка плотномера.

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

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

### 6 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1 Внешний осмотр.

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

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

6.2 Опробование.

При опробовании проверяют работу плотномера согласно руководству по эксплуатации по воздуху (плотность 0,0012 г/см<sup>3</sup>).

### 6.3 Подтверждение соответствия программного обеспечения

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

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

### 6.4 Определение метрологических характеристик

#### 6.4.1 Определение абсолютной погрешности плотности жидкостей.

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

Измерения плотности прибором проводят в следующей последовательности:

#### 6.4.1.2 Провести очистку измерительной ячейки и затем настройку по воздуху.

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

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

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

6.4.1.6 Записать показания прибора в протокол.

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

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

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

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

где:  $\rho_{ГСО}$  – аттестованное значение плотности образца, г/см<sup>3</sup>

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

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

Таблица 3

Модификации приборов	DDM2909	DDM2910
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерения плотности, г/см <sup>3</sup>	± 0,0002	± 0,0001

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

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

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

6.4.1.2.3 Заполняют измерительную ванну ВЭТ первой жидкостью-компаратором с номинальным значением плотности 740±10 кг/м<sup>3</sup> (Декан). Погружают в измерительную ванну эталонную меру плотности из состава оборудования эталона. Устанавливают температуру измерений 20°C и включают термостатирование. Термостатирование



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

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

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

где  $\rho_{li}$  – результат  $i$ -того измерения плотности жидкости-компаратора, г/см<sup>3</sup>;

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

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

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

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

8 – условная плотность материала гирь, г/см<sup>3</sup>

$V_s$  – объем эталонной меры при 20°С из свидетельства о калибровке, см<sup>3</sup>;

$\rho_{air}$  – плотность атмосферного воздуха в момент проведения измерений, г/см<sup>3</sup>,

рассчитывают по формуле (4):

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

где  $P_a$  – значение атмосферного давления по показаниям барометра, г/см<sup>3</sup>;

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

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

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

$$\rho_{ат} = \frac{(\rho_{i1} + \rho_{i2})}{2}, \text{ г/см}^3 \quad (5)$$

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

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

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

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

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

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

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

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

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

Таблица 4

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

## 7 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

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

При отрицательных результатах поверки выдается извещение о непригодности установленной формы.

Знак поверки наносят на свидетельство о поверке.



**ПРОТОКОЛ № \_\_\_\_\_**

Поверки прибора

Тип \_\_\_\_\_

Зав.№ \_\_\_\_\_

Год выпуска \_\_\_\_\_

Предоставлен \_\_\_\_\_

Место проведения поверки \_\_\_\_\_

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

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

Поверка проведена с применением ГСО:

\_\_\_\_\_

Результаты внешнего осмотра: \_\_\_\_\_

Подтверждение соответствия программного обеспечения: \_\_\_\_\_

\_\_\_\_\_

**РЕЗУЛЬТАТЫ**

Определения абсолютной погрешности измерений плотности жидкости

Таблица 1

ГСО	Значение плотности ГСО, г/см <sup>3</sup>	Среднее значение плотности жидкости по данным плотномера, г/см <sup>3</sup>	Абсолютная погрешность, Δρ, г/см <sup>3</sup>
8579-2004			
8583-2004			
8102-2002			

Выводы:

Должность, подпись, И. О. Фамилия поверителя \_\_\_\_\_

Дата проведения поверки «\_\_» \_\_\_\_\_ 202\_\_ г.

ПРОТОКОЛ № \_\_\_\_\_

Поверки прибора

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

РЕЗУЛЬТАТЫ

измерений плотности жидкости-компаратора с применением рабочего эталона

Таблица 1

№ изм	T <sub>l</sub> , °С	T <sub>air</sub> , °С	P <sub>air</sub> , мм рт. Ст.	P <sub>air</sub> , гПа	H <sub>air</sub> , % <sub>отн</sub>	W <sub>sl</sub> ,	W <sub>gl</sub> ,	W <sub>gl</sub> ,	W <sub>sl</sub> ,	W <sub>sl</sub> ,	W <sub>gl</sub> ,	M <sub>г</sub> ,	ρ <sub>ж</sub> , г/см <sup>3</sup>	ρ <sub>л</sub> , г/см <sup>3</sup>
						г	г	г	г					
1						A1	B1	B2	A2					
2														
													ρ <sub>ж</sub>	

где:

- T<sub>l</sub>- температура поверочной жидкости, °С;
- T<sub>air</sub>- температура окружающего воздуха, °С;
- P<sub>air</sub>- атмосферное давление, Гпа;
- H<sub>air</sub>- относительная влажность окружающего воздуха, %;
- W<sub>gl</sub>- показание весов при взвешивании набора замещающих гирь, г;
- W<sub>sl</sub>- показание весов при взвешивании эталонной меры плотности в жидкости-компараторе, г;
- M<sub>г</sub>- суммарная условная масса набора замещающих гирь, г;
- ρ<sub>ж</sub>- плотность жидкости-компаратора, г/см<sup>3</sup>;
- W<sub>gl</sub>- среднее значение из двух (B1 и B2) показаний весов при взвешивании набора замещающих гирь, г;
- W<sub>sl</sub>- среднее значение из двух (A1 и A2) показаний весов при взвешивании эталонной меры плотности в жидкости-компараторе, г.

Определения абсолютной погрешности при измерении плотности жидкости

Таблица 2

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

Выводы:

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



Методика приготовления 25% водного раствора глюкозы с номинальным значением плотности при 20 °С в диапазоне (1050 - 1100) кг/м<sup>3</sup>.

В.1 Расчет навески глюкозы, необходимой для приготовления материала

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

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

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

$m_{co}$  - масса ГСО РЭП (5000 г)

В.2 В предварительно взвешенную на весах 4-го класса точности колбу вместимостью 6 дм<sup>3</sup> с помощью шпателя помещают соответствующую навеску глюкозы, затем добавляют такое количество воды, чтобы масса раствора составляла 5000 г и тщательно перемешивают содержимое колбы в течение 30 мин.