



УТВЕРЖДАЮ

Директор

ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

К.В. Гоголинский

«25» июля 2016 г.

**Анализаторы плотности жидкостей серии DMA  
фирмы «ANTON PAAR GmbH», Австрия**

Методика поверки  
МП 2302-0049-2008  
(с изменением № 1)

Руководитель НИЛ2302

А.А. Демьянов

«25» июля 2016 г.

Руководитель группы НИЛ2302

А.В. Домостроев

«25» июля 2016 г.

Санкт-Петербург  
2016

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы плотности жидкостей серии DMA фирмы «Anton Paar GmbH», Австрия (далее анализаторы), предназначенные для измерения плотности жидкостей, и устанавливает методику их первичной и периодической поверок.

Интервал между поверками - 1 год.

## 1 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

При проведении поверки выполняют следующие операции:

- 1.1 Внешний осмотр (п.6.1);
- 1.2 Опробование (п.6.2);
- 1.3 Определение метрологических характеристик (п.6.3).

## 2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

При проведении поверки применяют следующие основные и вспомогательные средства поверки:

2.1 Поверка анализаторов DMA 4100, DMA 4100M, DMA HP, DMA 35n, DMA 35nEx, DMA 35nEx Petrol, DMA 38.

2.1.1 Барометр мембранный метеорологический типа МВЗ-1.

2.1.2 Термометры стеклянные ртутные для точных измерений типа ТР с ценой деления  $0,01^{\circ}\text{C}$  по ГОСТ 13646;

2.1.3 Психрометр аспирационный по ГОСТ 6353;

2.1.4 Поверочные жидкости: государственные стандартные образцы плотности жидкости типа РЭП, ГСО 8579-2004, ГСО 8585-2004 и ГСО 8583-2004 с границами абсолютной погрешности аттестованного значения плотности (при  $P = 0,95$ )  $\pm 5 \cdot 10^{-2}$  кг/м<sup>3</sup>;

2.2 Поверка анализаторов DMA 4500, DMA 4500M, DMA 5000, DMA 5000M.

2.2.1 Установка гидростатического взвешивания - государственный вторичный эталон единицы плотности с диапазоном значений плотности, в которых эталон хранит и передает единицу, 650-2000 кг/м<sup>3</sup> и пределами абсолютной погрешности  $8,0 \cdot 10^{-3}$  кг/м<sup>3</sup> в соответствии с ГОСТ 8.024\*;

2.2.2 Поверочные жидкости: декан ч по ТУ6-09-3614-74, вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72, 25 % водный раствор глюкозы чда по ГОСТ 6038-79.

2.3 Промысловые жидкости: вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72, гексан по ГОСТ 25828-83, ацетон по ГОСТ 2768-84, высший сорт.

2.4 Допускается применять другие средства поверки с аналогичными характеристиками, удовлетворяющие требованиям настоящей методики поверки.

\* **Примечание:** допускается при поверке анализаторов DMA 4500, DMA 4500M, DMA 5000, DMA 5000M применять утвержденные в установленном порядке стандартные образцы плотности с номинальными значениями плотности, находящимися в диапазонах (700 - 800) кг/м<sup>3</sup>, (950 - 1000) кг/м<sup>3</sup> и (1050 - 1100) кг/м<sup>3</sup> с границами абсолютной погрешности (при  $P = 0,95$ ) не более  $\pm 2,0 \times 10^{-2}$  кг/м<sup>3</sup> ( $\pm 2,0 \times 10^{-5}$  г/см<sup>3</sup>).

2 (Измененная редакция, Изм. № 1).

### 3 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ,

При проведении поверки соблюдают следующие требования безопасности:

3.1 Правил безопасности, изложенных в Руководстве по эксплуатации анализатора.

3.2 «Правил техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителем», утвержденных Госэнергонадзором 31.03.92г.

3.3 Правил безопасности по РД-39-0147103-354-89 при работе в аналитической лаборатории.

3.4 Помещение для проведения поверки анализаторов должно быть оборудовано устройствами приточно-вытяжной вентиляции и вытяжными шкафами.

3.5 Поверочные и промывочные жидкости хранят в стеклянных банках Б-1 или в склянках С-1 с притёртыми пробками.

### 4 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

При проведении поверки соблюдают следующие условия:

|   |              |
|---|--------------|
| 4.1 Температура окружающего воздуха, °С | 20±5;        |
| 4.2 Относительная влажность воздуха, %  | от 30 до 80; |
| 4.3 Атмосферное давление, КПа           | 101,3±4;     |
| 4.4 Напряжение питания, В               | 220 +10/-15  |
| 4.5 Частота питающей сети, Гц           | 50 ± 0,5     |

### 5 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

Перед проведением поверки выполняют следующие работы:

5.1 Включают вентиляцию помещения, где проводят поверку анализаторов.

5.2 Подготавливают средства поверки к работе в соответствии с требованиями эксплуатационной документации.

5.3 Промывают измерительную ячейку и подготавливают поверяемый анализатор к проведению измерений согласно требований Руководства по эксплуатации.

### 6 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

#### 6.1 Внешний осмотр

При проведении внешнего осмотра устанавливают:

- соответствие комплектности и маркировки анализатора требованиям технической документации;

- отсутствие на анализаторе механических повреждений и дефектов покрытий, ухудшающих его внешний вид и мешающих работе;

#### 6.2 Опробование

При опробовании анализатора проверяют исправность электрической схемы и общее функционирование в соответствии с Руководством по эксплуатации.

### 6.3 Определение метрологических характеристик

6.3.1 Определение метрологических характеристик анализаторов DMA 4100, DMA 4100M, DMA HP, DMA 35n, DMA 35nEx, DMA 35nEx Petrol, DMA 38.

6.3.1.1 Определение абсолютной погрешности при измерении плотности проводят по трём поверочным жидкостям РЭП-1, РЭП-5, РЭП-7 при температуре  $(20,00 \pm 0,01) ^\circ\text{C}$ .

6.3.1.2 Измерения плотности поверочной жидкости анализатором проводят в следующей последовательности:

6.3.1.3 Задают температуру измерения  $(20,00 \pm 0,01) ^\circ\text{C}$ , выполняя действия согласно требований Руководства по эксплуатации анализатора.

6.3.1.4 Заполняют измерительную ячейку анализатора первым образцом поверочной жидкости, действуя в соответствии с Руководством по эксплуатации.

6.3.1.5 Выполняют измерения плотности поверочной жидкости анализатором, действуя в соответствии с Руководством по эксплуатации.

6.3.1.6 Записывают показания прибора в протокол поверки анализатора (форма протокола поверки для анализаторов DMA 4100, DMA 4100M, DMA HP, DMA 35n, DMA 35nEx, DMA 35nEx Petrol, DMA 38. приведена в Приложении А), сливают жидкость и промывают измерительную ячейку, следуя указаниям Руководства по эксплуатации.

6.3.1.7 Повторяют операции по п.п. 6.3.4 - 6.3.6 для 2-й и 3-й поверочной жидкости.

6.3.2 Определение метрологических характеристик анализаторов DMA 4500, DMA 4500M, DMA 5000, DMA 5000M.

6.3.2.1 Определение абсолютной погрешности при измерении плотности выполняют методом непосредственных сличений показаний поверяемого анализатора и вторичного эталона плотности типа ВЭТ18-(№ эталона) (далее в тексте - ВЭТ18) при одинаковых значениях температуры поверочной жидкости.

6.3.2.2 Определение плотности поверочной жидкости.

6.6.2.2.1 Определение плотности поверочной жидкости на вторичном эталоне ГЭТ18 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 поверочной жидкости на вторичном эталоне ГЭТ18 выполняют в следующей последовательности:

6.3.2.2.2 Заполняют измерительную ванну ВЭТ18 первой поверочной жидкостью с номинальным значением плотности  $740 \pm 10 \text{ кг/м}^3$  (Декан). Погружают в измерительную ванну эталонную меру плотности из состава оборудования эталона. Устанавливают температуру измерений  $20^\circ\text{C}$  и включают термостатирование. Термостатирование измерительной ванны эталона выполняют до достижения стабилизации температуры поверочной жидкости в диапазоне  $20,00 \pm 0,05 ^\circ\text{C}$ . Изменения температуры поверочной жидкости в течении измерения плотности не должно превышать  $\pm 0,005 ^\circ\text{C}$ .

6.6.2.2.3 Плотность поверочной жидкости определяют методом гидростатического взвешивания. Эталонную меру плотности крепят к нижнему подвесу весов и проводят её взвешивание в поверочной жидкости в соответствии с Руководством по эксплуатации на установку (Правилами содержания и применения эталона). Показания весов при взвешивании эталонной меры в

поверочной жидкости и замещающих гирь  $W_{sl}$  и  $W_{gl}$  соответственно, заносят в таблицу 1 протокола поверки, форма которого приведена в приложении В. 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 поверочной жидкости, 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 поверочной жидкости  $\rho_{li}$ , г/см<sup>3</sup>, вычисляют по формуле (1):

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

где  $\rho_{li}$  – результат  $i$ -того измерения плотности поверочной жидкости, 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 поверочной жидкости, г;

$W_{gl}$  – показания весов при взвешивании набора замещающих гирь при взвешивании эталонной меры в поверочной жидкости, 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<sup>0</sup>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 (3):

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

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, <sup>0</sup>С.

Результаты измерений плотности поверочной жидкости заносят в протокол поверки (форма протокола поверки для анализаторов DMA 4500, DMA 4500M, DMA 5000, DMA 5000M приведена в Приложении Б, 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 поверочной жидкости по данным термометра эталона. В соответствии с формулой (1) выполняют расчет плотности поверочной жидкости по результатам двух последовательных измерений в соответствии с алгоритмом методики измерений на ВЭТ18. Расхождение между двумя последовательными результатами измерений плотности поверочной жидкости на ВЭТ18 не должны превышать  $\pm 8 \times 10^{-6}$  г/см<sup>3</sup>, в противном случае измерения повторяют. За результат измерений плотности поверочной жидкости принимают среднее значение из двух результатов измерений плотности. Среднее значение определяют по формуле 2:

$$\rho_{ам} = \frac{(\rho_{11} + \rho_{12})}{2}, \text{ г/см}^3 \quad (2)$$

Рассчитанное по формуле (2) значение плотности поверочной жидкости записывают в протокол поверки (Приложение Б, таблицы 1 и 2).

6.3.2.3 Чистую сухую измерительную ячейку поверяемого анализатора заполняют образцом поверочной жидкости, отобранной из измерительной ванны ВЭТ18. При заполнении измерительной ячейки действуют в соответствии с Руководством по эксплуатации на анализатор. Задают температуру измерений, соответствующую фактической температуре поверочной жидкости в измерительной ванне эталона в момент измерений плотности с точностью до  $\pm 0,001$  °С.

6.3.2.4 Выполняют измерения плотности поверочной жидкости анализатором, действуя в соответствии с Руководством по эксплуатации.

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

6.3.2.6 Повторяют операции по п.п. 6.3.2.2 — 6.3.2.5 для 2-й и 3-й поверочной жидкости (вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72, 25% водный раствор глюкозы чда по ГОСТ 6038-79\*);

**Примечание:** методика приготовления 25 % водного раствора глюкозы с номинальным значением плотности при 20 °С в диапазоне (1050 - 1100) кг/м<sup>3</sup> приведена в Приложении В.

### 6.3 (Измененная редакция, Изм. № 1).

## 7 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

7.1 Абсолютную погрешность измерения плотности вычисляют по формуле:

$$\Delta_{\rho} = \rho_{изм} - \rho_{ам}; \text{ г/см}^3 \quad (3)$$

где:  $\Delta_{\rho}$  – абсолютная погрешность поверяемого анализатора, г/см<sup>3</sup>;

$\rho_{изм}$  – результат измерения плотности поверочной жидкости поверяемым анализатором, г/см<sup>3</sup>.

$\rho_{ам}$  – значение плотности поверочной жидкости по данным паспорта на ГСО или результат измерений плотности поверочной жидкости с применением вторичного эталона ВЭТ18;

7.2 Абсолютная погрешность при измерении плотности для всех точек измерений не должна превышать:

- $\pm 4 \cdot 10^{-5}$  г/см<sup>3</sup> для DMA 5000, DMA 5000M;
- $\pm 5 \cdot 10^{-5}$  г/см<sup>3</sup> для DMA 4500, DMA 4500M,
- $\pm 1 \cdot 10^{-4}$  г/см<sup>3</sup> для DMA 4100, DMA 4100M; DMA HP;
- $\pm 1 \cdot 10^{-3}$  г/см<sup>3</sup> для DMA 35n, DMA 35nEx, DMA 35nExPetrol, DMA 38.

## 8 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

8.1 Результаты поверки оформляют протоколом по формам, приведенным в Приложениях А или Б в зависимости от модели поверяемого анализатора.

8.2 При положительных результатах поверки оформляют свидетельство о поверке по форме, установленной в Приказе Минпромторга РФ от 2 июля 2015 года №1815.

**8.2 (Измененная редакция, Изм. № 1).**

8.3 При отрицательных результатах поверки Анализатор к эксплуатации не допускают, пломбу и свидетельство о поверке аннулируют и выдают извещение о непригодности с указанием причин по форме, приведенной в Приказе Минпромторга РФ от 2 июля 2015 года № 1815.

**8.3 (Измененная редакция, Изм. № 1).**

8.4 Знак поверки наносится на свидетельство о поверке.

**8.4 (Измененная редакция, Изм. № 1).**

## ПРОТОКОЛ № \_\_\_\_\_

## Поверки анализатора

Тип \_\_\_\_\_  
 Зав.№ \_\_\_\_\_  
 Год выпуска \_\_\_\_\_  
 Предоставлен \_\_\_\_\_  
 Место проведения поверки \_\_\_\_\_

Условия поверки:

Атмосферное давление \_\_\_\_\_ гПа;

Температура окружающего воздуха \_\_\_\_\_ °С;

Относительная влажность \_\_\_\_\_ %.

## РЕЗУЛЬТАТЫ

определения абсолютной погрешности при измерении плотности жидкости

Таблица 1

| Поверочная жидкость | Значение плотности поверочной жидкости (из паспорта ГСО)<br>$\rho_{ит}$ , г/см <sup>3</sup> | Плотность поверочной жидкости по данным анализатора<br>$\rho_{изм}$ , г/см <sup>3</sup> | Абсолютная погрешность при измерении плотности<br>$\Delta\rho$ , г/см <sup>3</sup> |
|---------------------|---|---|--|
| 1                   |   |   |  |
| 2                   |   |   |  |
| 3                   |   |   |  |

Выводы: абсолютная погрешность при измерении плотности не превышает \_\_\_\_\_ г/см<sup>3</sup> в диапазоне \_\_\_\_\_.

Поверитель

Дата проведения поверки « \_\_\_\_ » \_\_\_\_\_ 20\_\_ г.



## ПРОТОКОЛ № \_\_\_\_\_

## Поверки анализатора

Тип \_\_\_\_\_  
 Зав.№ \_\_\_\_\_  
 Год выпуска \_\_\_\_\_  
 Предоставлен \_\_\_\_\_  
 Место проведения поверки \_\_\_\_\_

Условия поверки:

Атмосферное давление \_\_\_\_\_ гПа;

Температура окружающего воздуха \_\_\_\_\_ °С;

Относительная влажность \_\_\_\_\_ %.

## РЕЗУЛЬТАТЫ

измерений плотности поверочной жидкости с применением вторичного эталона  
 ГЭТ18-\_\_\_\_\_

Таблица 1

| №<br>изм | T <sub>l</sub> ,<br>°С | T <sub>air</sub> ,<br>°С | P <sub>air</sub> ,<br>мм<br>рт.<br>ст. | P <sub>air</sub> ,<br>гПа | H <sub>air</sub> ,<br>%<br>отн | W <sub>sl</sub> ,<br>г | W <sub>gl</sub> ,<br>г | W <sub>gl</sub> ,<br>г | W <sub>sl</sub> ,<br>г | W <sub>sl</sub> ,<br>г | W <sub>gl</sub> ,<br>г | M <sub>g</sub> ,<br>г | ρ <sub>air</sub> ,<br>г/с<br>м <sup>3</sup> | ρ <sub>l</sub> ,<br>г/с<br>м <sup>3</sup> |
|----------|------------------------|--------------------------|--|---------------------------|--------------------------------|------------------------|------------------------|------------------------|------------------------|------------------------|------------------------|-----------------------|---|---|
|          |                        |                          |  |                           |                                | A1                     | B1                     | B2                     | A2                     |                        |                        |                       |   |   |
| 1        |                        |                          |  |                           |                                |                        |                        |                        |                        |                        |                        |                       |   |   |
| 2        |                        |                          |  |                           |                                |                        |                        |                        |                        |                        |                        |                       |   |   |
|          |                        |                          |  |                           |                                |                        |                        |                        |                        |                        |                        |                       | ρ <sub>am</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 поверочной жидкости, г;

M<sub>g</sub>- суммарная условная масса набора замещающих гирь, г;

ρ<sub>l</sub>- плотность поверочной жидкости, 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 поверочной жидкости, г.

**РЕЗУЛЬТАТЫ**  
определения абсолютной погрешности при измерении плотности жидкости

Таблица 2

| Поверочная жидкость | Значение плотности поверочной жидкости по данным ВЭТ18-____<br>$\rho_{\text{ит}}$ , г/см <sup>3</sup> | Плотность поверочной жидкости по данным анализатора<br>$\rho_{\text{изм}}$ г/см <sup>3</sup> | Абсолютная погрешность при измерении плотности<br>$\Delta\rho$ , г/см <sup>3</sup> |
|---------------------|---|--|--|
| 1                   |   |  |  |
| 2                   |   |  |  |
| 3                   |   |  |  |

Выводы: абсолютная погрешность при измерении плотности не превышает \_\_\_\_\_ г/см<sup>3</sup> в диапазоне \_\_\_\_\_.

Поверитель

Дата проведения поверки « \_\_\_\_ » \_\_\_\_\_ 20\_\_ г.

**Приложение Б (Измененная редакция, Изм. № 1).**

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<sub>i</sub>), осуществляется по формуле:

$$m_i = \frac{A \cdot m_{co}}{100} \quad (B1)$$

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

m<sub>co</sub> - 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.

**Приложение В (Измененная редакция, Изм. № 1).**