



УТВЕРЖДАЮ

Директор ФГУП
«ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»

Н. И. Ханов

«20 октября» 2015 г.

Датчики плотности серии L-dens 4X7 поточные

Методика поверки

МП 2302-085-2015

ч.р. 63202-15

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

А.А. Демьянов

Санкт-Петербург
2015

Настоящая методика поверки распространяется на датчики плотности L-dens 4X7 поточные (далее – датчики плотности), выпускаемые компанией «Anton Paar GmbH», Австрия, и устанавливает методику их первичной и периодической поверок.

Метод поверки основан на непосредственном сличении показаний датчика плотности и эталонного СИ для измерений плотностей жидкостей и рассчитанных значений плотностей газов.

Интервал между поверками – 1 год.

1. Операции поверки

При проведении поверки должны быть выполнены следующие операции:

- внешний осмотр (п. 5.1);
- подтверждение соответствия характеристик ПО при первичной поверке (п. 5.2)
- опробование (п. 5.3);
- определение метрологических характеристик (п. 5.4)

2. Средства поверки

При проведении поверки должны быть применены следующие средства измерений:

2.1 Поверка датчиков плотности в режиме измерений плотности жидкости.

2.1.1 Установка пикнометрическая, рабочий эталон 1-го разряда в соответствии с ГОСТ 8.024-2002;

2.1.2 Стандартные образцы плотности сжиженных углеводородов ГСО 10209-2013, ГСО 10210-2013;

2.1.3 Преобразователь сигналов ТС и ТП «ТЕРКОН» в комплекте с термометром сопротивления ЭТС-100 с пределами допускаемой абсолютной погрешности измерений температуры в диапазоне измерений от минус 50 до 200 °С, погрешность $\pm 0,02$ °С;

2.1.4 Мультиметр Keithley 2700, с диапазонами измерения частоты от 3 Гц до 500 кГц; периода от 333 нс до 2 мкс, силы постоянного тока от 0 мА до 50 мА;

2.1.5 Преобразователь давления эталонный типа ПДЭ-020, пределы допускаемой основной погрешности 0,05 %, диапазон измерений от 0,0 МПа до 2,5 МПа;

2.1.6 Поверочные жидкости (жидкости-компараторы). В качестве поверочных жидкостей-компараторов допускается применять нефти, продукты нефтепереработки, жидкости углеводородного состава, воду в диапазоне плотностей соответствующем диапазону измерений плотности поверяемого датчика плотности.

2.2 Поверка датчиков плотности в режиме измерений плотности газов.

2.2.1 Азот газообразный особой чистоты по ГОСТ 9293-74, содержание основного компонента 99,999% в баллоне под давлением не менее 0,3 МПа;

2.2.2 Аргон газообразный высокой чистоты по ТУ 2114-005-05798345-2009 содержание основного компонента 99,998% в баллоне под давлением не менее 0,3 МПа;

2.2.3 Преобразователь давления эталонный типа ПДЭ-020, пределы допускаемой основной погрешности 0,02 %, диапазон измерений от 0,0 кПа до 600 кПа;

2.3 Вспомогательные средства и материалы:

- термостат циркуляционный, диапазон поддержания температуры от минус 10 до 100 °С, со стабильностью поддержания температуры не более $\pm 0,02$ °С;
- вакуумный насос;
- барометр aneroidный типа М98 по ГОСТ 23696-79;
- психрометр бытовой типа БП-1;
- дистиллированная вода по ГОСТ 6709-72
- ацетон по ГОСТ 2603-79;
- уайт-спирит по ГОСТ 3134-78;
- бумага фильтровальная по ГОСТ 12026-76;
- баллон с азотом 40 дм³.

2.4 Все средства измерений, применяемые при поверке должны иметь действующие

свидетельства о поверке или оттиски поверительных клейм.

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

3. Требования безопасности

3.1. Процесс проведения поверки относится к вредным условиям труда.

3.2. Помещение, в котором проводится поверка, должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией и вытяжным шкафом.

3.3. Должны быть соблюдены требования безопасности по ГОСТ 12.3.019-80 «Система стандартов безопасности труда. Испытания и измерения электрические. Общие требования безопасности»

4. Условия поверки

4.1. При проведении испытаний должны соблюдаться следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С	20 ± 5
- относительная влажность, %	65 ± 15
- атмосферное давление, кПа	$101,3 \pm 4,0$
- напряжение питания, В	230 ± 23
- частота питания переменного тока, Гц	$50 \pm 0,5$

Внешние электрические и магнитные поля должны отсутствовать или находиться в пределах, не влияющих на работу прибора.

5. Проведение поверки

5.1 Внешний осмотр.

При проведении внешнего осмотра необходимо убедиться в:

- целостности датчика (отсутствие трещин или вмятин на корпусе);
- исправности резьбовых (фланцевых) соединений;
- соответствии комплектности, маркировки, упаковки требованиям, указанным в эксплуатационной документации;
- наличии документа с описанием градуировочной характеристики;
- датчик плотности должен размещаться в рабочем положении согласно РЭ.

5.2 Подтверждение соответствия программного обеспечения

Идентификацию встроенного ПО L-dens 4X7 проводят при первичной поверке. Идентификацию ПО L-dens 4X7 Т производят после установки автономного ПО «ModbusReader» на компьютер, подключении поверяемого прибора к компьютеру через Modbus/RS485. В информационном окне Sensor Info будут отображены серийный номер и версия ПО прибора (Приложение 2); Для исполнения L-dens 4X7 TD идентификация версии ПО на встроенном дисплее при включении питания.

Идентификацию ПО датчиков плотности L-dens 4X7 E с электронным устройством PTE5 (внутренний протокол Anton Paar GmbH) проводят на дисплее вторичного прибора mPDS 1100 при включении питания.

В исполнении L-Dens 4X7 F программное обеспечение отсутствует.

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

5.3 Опробование.

При опробовании в датчиках плотности, калиброванных в диапазоне измерений жидкости, измерительную ячейку заполняют образцом воды и замыкают переключкой из гибкой трубки. Подают напряжение питания постоянным током в соответствии с маркировкой. Измеренные значения плотности при комнатной температуре в исполнении E считывают со вторичного прибора mPDS 1100, в исполнении TD – с дисплея, в исполнении F – с мультиметра (Частота должна быть около 1250 Гц (период 800 мкс) по воде), в исполнении T – значения выходного сигнала должны укладываться в диапазон 4-20 мА или расчет плотности по формуле:

$$\rho_i = \frac{(I_{изм} - 4)}{16} \cdot (\rho_v - \rho_n) + \rho_n \quad (1),$$

где:

$I_{изм}$ – измеренное значение силы постоянного тока;

ρ_i – значение плотности, г/см³;

ρ_v - верхний предел диапазона измерений плотности соответствующий значению выходного сигнала I_v (диапазон измерений соответствует диапазону заводской калибровки, указанному в сертификате калибровки или предыдущим свидетельстве о поверке. Типичный диапазон заводской калибровки 0,5-1,5 г/см³),

ρ_n - нижний предел диапазона измерений плотности соответствующий значению выходного сигнала I_n .

Результаты проверки положительные, если нарушений не обнаружено и значения плотности укладываются в диапазон измерений датчика.

5.4 Определение метрологических характеристик

5.4.1 Поверку датчиков плотности L-dens 4X7, применяемых для измерений плотности нефти и нефтепродуктов в диапазоне плотности 0,65-1,20 г/см³, производят:

- первичную и периодическую поверку в условиях лаборатории в соответствии с требованиями МИ 3240-2009 ГСИ «Преобразователи плотности поточные. Методика поверки»;

- периодическую поверку в условиях эксплуатации в соответствии с требованиями МИ 2816-2008. ГСИ. «Преобразователи плотности поточные. Методика поверки на месте эксплуатации».

5.4.2 Первичную и периодическую поверку датчиков плотности L-dens 4X7, применяемых для измерений плотности сжиженных углеводородных газов и нефтепродуктов в диапазоне плотности 0,50-0,65 г/см³ проводят с применением стандартных образцов плотности сжиженных углеводородов ГСО-СУГ по методике п.п. 5.4.2.1-5.4.2.9

5.4.2.1 Устанавливают корпус чувствительного элемента поверяемого датчика плотности L-dens 4X7 в рабочее пространство циркуляционного термостата в положение блок электроники вверх. Внутренняя полость чувствительного элемента должна быть предварительно промыта растворителем и высушена. На входной и выходной фитинги чувствительного элемента датчика плотности устанавливают запорные краны. Устанавливают в термостат в непосредственной близости от корпуса датчика плотности термометр сопротивления ЭТС-100. Выполняют подключения выходного крана секции для ГСО-СУГ поршневого баллона постоянного давления с первым стандартным образцом плотности сжиженных углеводородов ГСО 10209-2013 к запорному крану входного фитинга чувствительного элемента датчика плотности посредством гибкой трубки из нержавеющей стали, диаметром 3 мм. В линию подачи ГСО-СУГ должен быть включен преобразователь давления. К крану выходного фитинга чувствительного элемента подключают гибкий вакуумный шланг вакуумного насоса. Подключают подающие трубопроводы редуктора баллона с сжатым азотом к газовому клапану поршневого баллона с ГСО плотности. Схема подключения оборудования приведена в Приложении 1.

5.4.2.2 Открывают входной и выходной краны чувствительного элемента датчика плотности и выполняют вакуумирование внутренних полостей чувствительного элемента и подводящих трубопроводов. Закрывают выходной кран чувствительного элемента.

5.4.2.3 Задают на редукторе баллона с азотом давление выходящего газа, соответствующее значению давления аттестации из паспорта на ГСО-СУГ. Открывают выпускной клапан секции для ГСО поршневого баллона и заполняют жидкой фазой ГСО-СУГ внутренние полости подводящих трубопроводов и чувствительного элемента датчика плотности. Контроль полноты заполнения производят плавно приоткрыв запорный кран выводящего трубопровода чувствительного элемента. При этом через кран должна выходить жидкая фаза ГСО-СУГ.

ВНИМАНИЕ! Заполнение и выпуск газа из чувствительного элемента датчика

должен выполняться только в вытяжном шкафу при включенной вытяжной вентиляции.

ВНИМАНИЕ! Пары ГСО-СУГ чрезвычайно огнеопасны, вдыхание паров может принести вред здоровью. Пары могут самовоспламениться.

После заполнения полостей закрыть все клапаны.

5.4.2.4 Установить на задатчике температуры термостата значение температуры 20 °С и включить термостатирование.

5.4.2.5 Перед проведением измерений выдержать датчик плотности с заполненным жидкой фазой ГСО-СУГ чувствительным элементом не менее 2 (двух) часов для стабилизации температуры.

5.4.2.6 Включить питание датчика плотности. После выдержки не менее 30 мин. зафиксировать показания давления газа по данным преобразователя давления (эталонного манометра). давление ГСО-СУГ не должно отличаться от значения давления аттестации, указанного в паспорте на ГСО-СУГ более чем на $\pm 0,01$ МПа, в противном случае установить необходимое значение давления ГСО-СУГ посредством регулировочного винта редуктора баллона с азотом. Зафиксировать фактическое давления, значения температуры и плотности ГСО-СУГ по показаниям поверяемого датчика плотности. Занести результаты измерений в протокол поверки по форме Приложения 2.

5.4.2.7 Удалить ГСО-СУГ из полостей чувствительного элемента датчика плотности и подводящих трубопроводов. Удаление ГСО-СУГ возможно выполнить двумя способами:

- испарение газа через выпускной кран чувствительного элемента и дальнейшая утилизация;

- перелив жидкой фазы ГСО-СУГ обратно в секцию для ГСО поршневого баллона постоянного давления посредством понижения давления и охлаждения секции для инертного газа.

ВНИМАНИЕ! Заполнение и выпуск газа из чувствительного элемента датчика должен выполняться только в вытяжном шкафу при включенной вытяжной вентиляции.

ВНИМАНИЕ! Пары ГСО-СУГ чрезвычайно огнеопасны, вдыхание паров может принести вред здоровью. Пары могут самовоспламениться.

5.4.2.8 Повторное промывание чувствительного элемента датчика плотности после удаления ГСО-СУГ не требуется.

5.4.2.9 Выполнить действия в соответствии с пунктами 5.4.2.2.-5.4.2.8 для ГСО 10210-2013 и ГСО 10211-2013.

5.4.3 Первичную и периодическую поверку датчиков плотности L-dens 4X7, применяемых для измерений плотности газов в диапазоне плотности 0,0005-0,0030 г\см³ и диапазоне избыточного давления 0,0-0,3 МПа проводят с применением газообразных Азота особой чистоты и Аргона высокой чистоты в баллонах под давлением по методике п.п. 5.4.3.1-5.3.2.6

5.4.3.1 Устанавливают корпус чувствительного элемента поверяемого датчика плотности L-dens 4X7 в рабочее пространство циркуляционного термостата в положение блок электроники вверх. Внутренняя полость чувствительного элемента должна быть предварительно промыта растворителем и высушена. На входной и выходной фитинги чувствительного элемента датчика плотности устанавливают запорные краны. Устанавливают в термостат в непосредственной близости от корпуса датчика плотности термометр сопротивления ЭТС-100. Выполняют подключение баллона с газообразным Азотом под давлением к запорному крану входного фитинга чувствительного элемента датчика плотности посредством гибкой трубки из нержавеющей стали, диаметром 3 мм. В линию подачи газа должен быть включен преобразователь давления. К крану выходного фитинга чувствительного элемента подключают гибкий вакуумный шланг вакуумного насоса. Схема подключения оборудования приведена в Приложении 2.

5.4.3.2 Открывают входной и выходной краны чувствительного элемента датчика плотности и выполняют вакуумирование внутренних полостей чувствительного элемента и подводящих трубопроводов. Закрывают выходной кран чувствительного элемента.

5.4.2.3 Открывают кран баллона с газом и заполняют азотом внутренние полости

подводящих трубопроводов и чувствительного элемента датчика плотности. открывают выпускной кран чувствительного элемента и выполняют продувку азотом в течение 10-15 с. Скорость выхода газа не должны приводить к обмерзанию выходного крана. Закрывают выпускной кран. Создают гидрозатвор, для чего надевают на выпускной кран чувствительного элемента резиновую трубку и опускают свободный конец трубки в стакан с водой на глубину 3-5 мм. Закрывают кран баллона с газом, входной кран чувствительного элемента и плавно открывают выходной кран. Избыточное давление газа из полости чувствительного элемента снижают до текущего атмосферного давления путем выпуска пузырьков газа через гидрозатвор.

5.4.2.4 Выдерживают датчик в термостате не менее 30 минут для выравнивания температуры теплоносителя в термостате и чувствительного элемента с газом. Фиксируют показания плотности и температуры по данным датчика плотности и атмосферное давление по данным барометра, записывают в протокол поверки.

5.4.2.5 Плавно открывая выходной вентиль баллона с газом доводят давление азота до значения $0,25 \pm 0,02$ МПа. Выдерживают датчик в термостате не менее 30 минут для выравнивания температуры теплоносителя в термостате и чувствительного элемента с газом. Фиксируют показания плотности и температуры по данным датчика плотности и текущее давление газа по данным эталонного преобразователя давления, записывают в протокол поверки.

5.4.2.6 Выполняют действия по п.5.4.3.1-5.4.3.5 для аргона.

5.4.4 Определение абсолютной погрешности измерений температуры встроенного термопреобразователя сопротивления.

Измерительную ячейку датчика плотности заполняют образцом воды и замыкают перемычкой из гибкой трубки, затем помещают в рабочее пространство термостата рядом с эталонным термометром. Последовательно устанавливают значения температуры в термостате (пять значений, равномерно расположенных в температурном диапазоне 5...90°C). После стабилизации, снимают показания поверяемого датчика плотности по каналу измерений температуры и эталонного термометра ЭТС-100. Записывают в протокол поверки.

5.5 Обработка результатов измерений.

5.5.1 Результаты измерений датчика плотности рассчитывают по уравнению, запатентованному компанией Anton Paar:

$$\rho = DA \cdot P^2 \cdot (1 + DA1 \cdot t + DA2 \cdot t^2) - DB \cdot (1 + DA3 \cdot t) \quad (2)$$

где:

ρ - плотность [г/см³]

P - период колебаний в [мкс]

t - температура [°C]

$DA, DB, DA1, DA2, DA3$ - константы преобразователя плотности, определяемые при заводской калибровке.

Примечание:

Для датчиков L-Dens 4X7 E отображение значений плотности и температуры на дисплее вторичного прибора mPDS;

для датчиков L-Dens 4X7 T(D) отображение значений плотности и температуры на встроенном дисплее (D), на коммуникаторе Hart, Modbus или расчет по выходному сигналу 4-20 мА по формуле 1;

для датчиков L-Dens 4X7 исполнения F измеренные значения частотного сигнала, пропорционального плотности и токового сигнала, пропорционального температуре считывают с мультиметра Keithley 2700 и пересчитывают в значение плотности по уравнению 2.

5.5.2 Значения абсолютной погрешности измерений плотности сжиженных газов, определенные как разность между показаниями плотности поверяемого датчика и аттестованными значениями плотности ГСО-СУГ, должны находиться в пределах $\pm (0,0003 + 0,001 \cdot \Delta P)$ г/см³, где ΔP — абсолютная погрешность преобразователя давления, МПа.

5.5.3 Действительные значения плотностей Азота и Аргона рассчитывают по формуле:

$$\rho_z = 1,165 \cdot (P + P_{атм}) \cdot 293,15 / (0,101325 \cdot (T + 273,15) \cdot Z / 0,9997) \quad (3)$$

где:

ρ_z – плотность чистого газа, г/см³;

P – давление газа (показания измерительного преобразователя избыточного давления), МПа;

$P_{атм}$ – атмосферное давление (показания барометра), МПа;

T – температура газа (показания термометра термостата), °С;

Z – фактор сжимаемости газа при температуре T и давлении P (значения факторов сжимаемости азота и аргона приведены в приложении 2).

5.5.4 Значения относительной погрешности измерений плотности газа, определенные как разность между показаниями плотности поверяемого датчика и рассчитанных по формуле (3) значений плотности газообразных азота и аргона, должны находиться в пределах $\pm (2,0 + (0,1 \cdot \Delta_P) / \rho_z)$, % где Δ_P — абсолютная погрешность преобразователя давления, МПа.

Значение погрешности канала измерения температуры определяют как разность между значениями температуры датчика и эталонного СИ в каждой контрольной точке.

Результаты поверки канала измерения температуры считают положительными, если абсолютная погрешность при каждом измерении находится в пределах $\pm 0,1^\circ\text{C}$.

6 Оформление результатов поверки

Результаты поверки оформляют протоколом (рекомендуемая форма протокола приведена в приложении). При положительных результатах поверки выдается свидетельство о поверке установленного образца. При отрицательных результатах поверки выдается извещение о непригодности.

ПРОТОКОЛ
поверки Датчика плотности L-dens 4X7

Наименование _____
 Назначение _____
 Номер _____
 Тип _____
 Дата выпуска _____
 Представлен _____
 Место проведения поверки _____

Условия поверки:

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

Методика поверки: МП 2302-085- 2015 «Датчики плотности L-dens 4X7 поточные. Методика поверки».

Сведения о средствах поверки:

- номера свидетельств о поверке, аттестатах СИ.

Результаты внешнего осмотра: _____

Подтверждение соответствия программного обеспечения: _____

Результаты измерений

образец ГСО-СУГ	Режимы поверки				Показания поверяемого датчика			Абсолютная погрешность поверяемого датчика	Абсолютная погрешность поверяемого датчика
	Аттестованное значение плотности ГСО-СУГ при абс. давлении	Показания эталонного термометра ЭТС-100	Показания преобразователя давления	Выходной сигнал	Показания плотности	Показания температуры			
							ρ , г/см ³		
A								Δ , г/см ³	Δ , °С
B									
C									

Значения абсолютной погрешности находятся в пределах, указанных в описании типа.

Должность, подпись, И. О. Фамилия лица,
проводившего поверку _____

Дата проведения поверки

« ____ » _____ 201_ г.

Значения фактора сжимаемости азота (N₂)

T(K) P(МПа) _{abs}	280	300	350
0,1	0,99963	0,99982	1,00012
0,2	0,99926	0,99965	1,00025
0,4	0,99890	0,99948	1,00038
0,4	0,99855	0,99931	1,00051
0,5	0,99820	0,99915	1,00065
0,6	0,99785	0,99900	1,00079
0,7	0,99751	0,99885	1,00093
0,8	0,99718	0,99870	1,00107
0,9	0,99685	0,99856	1,00122
1,0	0,99653	0,99842	1,00137
2,0	0,99357	0,99728	1,00304
3,0	0,99115	0,99659	1,00500
4,0	0,98929	0,99636	1,00725
5,0	0,98802	0,99661	1,00980
6,0	0,98734	0,99734	1,01029
7,0	0,98728	0,99856	1,02435
8,0	0,98783	1,00027	1,02859

Схема подключения датчика плотности L-dens 4X7 при поверке в диапазоне 0,50-0,65 г/см³

