Государственный научный метрологический центр
ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
ИНСТИТУТ РАСХОДОМЕТРИИ (ГНМЦ ВНИИР)
ГОССТАНДАРТА РОССИИ

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель директора ВНИИР,
начальник ГЦИ СИ
_____ М.С.НЕМИРОВ
25 декабря 1995 г.

РЕКОМЕНДАЦИЯ

ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ
ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

ВЛАГОМЕРЫ ТОВАРНОЙ НЕФТИ
ТИПА УДВН

Методика поверки

МИ 2366 - 96

г.Казань
1995 г.

gost.e-ecolog.ru

Настоящая рекомендация распространяется на влагомеры товарной нефти лабораторные УДВН-1л и поточные УДВН-1п (далее влагомеры), предназначенные для измерений влагосодержания нефти в диапазоне объемные доли воды 0,0-2,0 %, и устанавливает методику их первичной и периодической поверок.

1. ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

При проведении поверки влагомеров должны быть выполнены следующие операции:

- внешний осмотр (п.6.1);
- опробование (п.6.2);
- определение основной абсолютной погрешности (п.п.6.3, 6.4).

2. СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

При проведении поверки применяют следующие средства поверки, вспомогательные устройства и реактивы:

- установка поверочная дистилляционная УПВН-2.01 по ТУ 50.582-86, или методика выполнения измерений по ГОСТ 2477 согласно приложения 1 ;
- диспергатор лабораторный с шестеренчатым насосом, производительность не более (2±0,5) л/мин., размер дисперсных частиц воды не более 10 мкм.;
- барометр-анероид метеорологический БАММ-1 по ТУ 25-04-1838-73;
- психрометр аспирационный по ГОСТ 6353;
- термометр группы 3 с диапазоном измерений 0 .... 55 ^{0}С по ГОСТ 215;
- стакан Н-500 по ГОСТ 25336;
- пипетки 4-1-2 и 6-1-5 по ГОСТ 20292;
- колба мерная 1-250-2 по ГОСТ 1770;
- нефть товарная по ГОСТ 9965 с содержанием воды не более, об. доли воды 0,2% с объекта эксплуатации влагомера;
- кипелки;
- толуол по ГОСТ 5789;
- бензин растворитель по ГОСТ 5769;
- хромовая смесь;
- вода дистиллированная по ГОСТ 6509;
- резиновая прокладка, мягкая, масло-бензостойкая, толщиной 3 ...5 мм, размером ≈ 10х10 см;
- аттестованные поверочные жидкости индивидуальных углеводородов;
- ареометр АНТ-1 по ГОСТ 18481;
- весы лабораторные,предел взвешивания 1 кг.с погрешностью ± 0,01г.

Допускается применение других средств измерений и вспомогательных устройств с аналогичными или лучшими характеристиками.

Все применяемые средства измерений должны быть поверены или аттестованы в органах Государственной метрологической службы и иметь действующие свидетельства о поверке или аттестации.

3. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

При проведении поверки соблюдают следующие требования безопасности:

3.1 Помещение для проведения поверки по пожарной опасности должно относится к категории А и соответствовать требованиям *"Правил пожарной безопасности для промышленных предприятий"*, утвержденным Главным управлением пожарной охраны МВД РФ.

3.2 Легковоспламеняющиеся жидкости следует хранить в стеклянных банках Б-1 или склянках С-1 с притертыми пробками вместимостью 5 л (группа фасовки У1) по ГОСТ 3885, которые помещают в закрывающиеся металлические ящики со стенками и дном, выложенными негорючими материалами.

3.3 При проведении поверки должны выполняться требования *"Правил технической эксплуатации и правил техники безопасности при работе на электроустановках"*.

4. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

4.1 При проведении поверки в лаборатории соблюдают следующие условия:
- температура окружающего воздуха, ^{0}С.....20±5;
- атмосферное давление, кПа.....101,3±4;
- относительная влажность, %.....60±10;
- температура поверочных проб, ^{0}С.....20±5;
- изменение температуры поверочных проб в процессе измерения влагосодержания, ^{0}С.....±1.

4.2 При проведении периодической поверки поточных влагомеров на месте эксплуатации соблюдают рабочие условия согласно паспорту на влагомер и условия эксплуатации.

5. ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

Перед проведением поверки выполняют следующие работы:

5.1 Проверяют наличие действующих свидетельств о поверке на используемые средства измерений.

5.2 Химическую посуду промывают хромовой смесью, ополаскивают дистиллированной водой и сушат.

5.3 Мерную колбу на 250 мл переградуируют на объем отливаемой нефти . Для этого колбу осторожно заполняют нефтью через воронку, подходя к отметке номинольной вместимости снизу . Отсчет производят по нижнему мениску.

Определяют массу колбы с нефтью (q_1).

Сливают нефть из колбы, установив колбу в вертикальном положении горловиной вниз и выдерживают в этом положении 5 минут, следя, чтобы горловина не прикасалась к стенкам сосуда , куда сливается нефть.

После слива нефти определяют массу колбы с остатками нефти (q_2).
Вычисляют массу слившейся нефти ($q_н$), по формуле

$$q_н = q_1 - q_2.$$

Измеряют плотность нефти ($\rho_н$) ареометром при температуре поверки.

Вычисляют значение отливаемого обьема нефти ($V_{н1}$) по формуле:

$$V_{н1} = \frac{q_{н1}}{\rho_{н1}}.$$

Операцию повторяют, вычислив аналогично $V_{н2}$.

За номинальное значение обьема отливаемой нефти данного сорта с помощью данной колбы на 250 мл., принимают среднее арифметическое двух измерений:

$$V_н = \frac{V_{н1} + V_{н2}}{2}.$$

При дальнейших расчетах используют полученное значение объема нефти ($V_н$).

5.4 Измеряют начальное влагосодержание (W_o) приготовленной для поверки нефти одним из следующих методов:

- дистилляции на установке поверочной дистилляционной УПВН-2.01 по ТУ 50.582-86;

- дистилляции по ГОСТ 2477, с использованием аппаратуры, реактивов и материалов, и проведением испытаний по приложению 2 настоящей методики.

5.6. Устанавливают первичный преобразователь поточного влагомера на резиновую прокладку.

5.7. Промывают внутреннюю полость влагомера бензином и тщательно протирают.

6. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре проверяют комплектность и устанавливают соответствие влагомера следующим требованиям:

- на влагомере отсутствуют механические повреждения, дефекты покрытия, ухудшающие внешний вид и препятствующие применению;

- надписи и обозначения четкие и соответствуют требованиям технической документации.

6.2 Опробование

При опробовании влагомеров проверяют общее функционирование влагомеров, а также проверяют показания влагомера на воздухе.

Показания влагомера на воздухе соответствуют показаниям, определенным для конкретного влагомера при предыдущей периодической поверке или после градуировки при первичной поверке при выпуске и ремонте. Основная абсолютная погрешность не должна превышать значений, указанных в документации на влагомер.

6.3 Определение основной абсолютной погрешности влагосодержания в лабораторных условиях

1 способ - метод прямых измерений влагосодержания, воспроизводимого поверочными пробами в реперных точках, взятых в соответствии с таблицей 1.

Таблица 1.

N реперной точки	1 W_1	2 W_2	3 W_3
Влагосодержание поверочной пробы, об. доля воды, % W_i	не более 0,2	0,9 ... 1,0	1,8 ... 1,9

Для первой реперной точки берут нефть, приготовленную для поверки с измеренным по п.5.4 значением влагосодержания (W_o), т.е. $W_1 = W_o$.

Для последующих реперных точек поверочную пробу готовят следующим образом. В стеклянный стакан на 500 мл с помощью мерной колбы на 250 мл наливают нефть, объем которой на отлив нефти измерен по п.5.3 (V_H).

Затем в нефть опускают трубку всасывания насоса диспергатора. Чтобы избежать захвата воздуха в первый момент перемешивания, вторую. трубку, предназначенную для слива, придерживают над поверхностью нефти и погружают в нефть после включения диспергатора. Воду вливают при непрерывном перемешивании нефти по каплям.

Добавляемый объем воды (Vвi) рассчитывают по формуле

$$Vвi = \frac{V_H \cdot (Wi - W_o)}{100 - Wi},$$

где V_H - объем нефти взятый для приготовления поверочной пробы,мл;

W_0 - начальное влагосодержание нефти,об. доля воды ,%;

W_i - влагосодержание поверочной пробы в реперной точке, об. доля воды, %.

Рассчитанный объём воды (Vвi) округляют до десятых долей мл.

Значение влагосодержания поверочных проб (Wi) для каждой реперной точки рассчитывают в зависимости от обьема дозируемой воды (Vвi) по формуле

$$Wi = \frac{V_н \cdot W_o + 100 \cdot V_{вi}}{V_н + V_{вi}} .$$

Поверочную пробу перемешивают 5 минут, после чего используют в течение 1 мин для измерений влагосодержания с помощью влагомера.

Поверка лабораторного влагомера.

Лабораторный влагомер опускают в емкость с приготовленной поверочной пробой до риски, нанесенной на корпусе влагомера, влагомер включают и измеряют влагосодержание поверочной пробы. Показания влагомера (W_iвл) заносят в протокол поверки. Затем влагомер отключают, промывают и осушают. Измерения повторяют для следующей поверочной пробы.

Поверка поточного влагомера.

Поточный влагомер устанавливают на резиновую прокладку, поверочную пробу заливают в ячейку первичного преобразователя. Влагомер включают, измеряют влагосодержание поверочной пробы и показания влагомера (W_iвл) заносят в протокол поверки. Затем влагомер выключают, ячейку первичного преобразователя освобождают от поверочной пробы с помощью шприца или резиновой груши, промывают бензином и тщательно протирают ветошью. Измерения повторяют для следующей поверочной пробы.

Основную абсолютную погрешность измерений влагосодержания в каждой реперной точке вычисляют по формуле

$$\Delta W_i = W_i \text{ вл} - W_i ,$$

где W_i вл - влагосодержание поверочной пробы, измеренное влагомером, об. доля воды ,% ;

W_i - рассчитанное влагосодержание поверочной пробы. об.доля воды,%.

За основную абсолютную погрешность (ΔW_{max}) принимают наибольшее значение расхождений в реперных точках между рассчитанными влагосодержаниями пробы (Wi) и влагосодержанием этой пробы, измеренным влагомером.

Результаты вычислений и показания влагомера заносятся в протокол поверки (приложение 2).

2 способ - по аттестованным поверочным жидкостям, приготовленным на основе смеси индивидуальных углеводородов, имитирующих поглощение энергии микроволнового излучения водонефтяными эмульсиями в диапазоне измерений влагосодержания поверяемых влагомеров в реперных точках .соответствующих табл. 1.

Методика измерений, снятия показаний и расчет основной абсолютной погрешности аналогичны 1-му способу.

ПРИМЕЧАНИЕ: *Поверочные жидкости индивидуальных углеводородов изготавливают и аттестуют во ВНИИР индивидуально для каждого влагомера. Срок хранения 12 месяцев. Поверочные пробы могут использоваться также для контроля в межповерочном интервале.*

6.4 Определение основной абсолютной погрешности поточных влагомеров на месте эксплуатации

Проведение поверки по приведенному ниже способу возможно при условии изменения диапазона влагосодержания на конкретном узле учета, где установлен поверяемый влагомер, не более, чем на ± 0,3 % об.доли воды.

Определение погрешности проводят при рабочем значении влагосодержания во время поверки в следующей последовательности:

снимают показания влагомера в рабочем режиме измерений влагосодержания;

одновременно отбирают 500 мл нефти для измерений влагосодержания по п.5.4., последовательно проводят пять измерений;

рассчитывают средние значения из пяти измерений влагосодержания с помощью влагомера ($\overline{W}_{вл}$)и пяти измерений, проведенных по п.5.4 ($\overline{W_o}$).

Основную абсолютную погрешность (ΔW) измерений в условиях эксплуатации рассчитывают по формуле

$$\Delta W = \overline{W}_{вл} - \overline{W}_{o}.$$

При этом должно выполняться условие

$$\Delta W \le |\Delta W_{доп}| + |\Delta W_{\tau}|,$$

где $\Delta W_{доп}$ - допускаемое значение основной абсолютной погрешности по сертификату на влагомер;

ΔW_{τ} - дополнительная погрешность, возникающая при измерениях за счет отклонения температуры нефти ($t_{из}$) от номинального значения и которую рассчитывают по формуле

$$\Delta W_{\tau} = 0{,}02 |t_{из} - 20|.$$

Если погрешность превышает значения, указанные в паспорте на влагомер, то влагомер подлежит переградуировке и проведению поверки по п.6.3.

7. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1 При положительных результатах поверки оформляют свидетельство о поверке установленной формы по ПР 50.2.006 - 94.

7.2 При отрицательных результатах поверки влагомер к применению не допускается и выдается извещение о его непригодности с указанием причин по ПР 50.2.006-94.

ПРИЛОЖЕНИЕ 1

Методика выполнения измерений начального влагосодержания приготовленной для поверки нефти методом дистилляции по ГОСТ 2477

1. Аппаратура, реактивы и материалы:

- колба с нормальным шлифом типа КШ 29/32 по ГОСТ 25336 вместимостью 500 или 2000 $см^3$;
- холодильник ХПТ-400 14/23 ГОСТ 25336;
- приемник-ловушка по ГОСТ 1594 со шкалами 2, 5 или 10 $см^3$ исполнения 1;
- газовая горелка или электрический нагреватель;
- "кипелки" для равномерного кипения (фарфор, фаянс, пемза, стеклянные капилляры);
- асбестовое одеяло 100х100 см;
- металлическая жесткая проволока длиной около 500 мм с резиновым или фторопластовым наконечником по размеру внутреннего диаметра холодильника;
- мерная колба вместимостью 100 или 500 $см^3$ по ГОСТ 1770;
- измерительный цилиндр вместимостью 250 $см^3$ по ГОСТ 1770;
- толуол технический по ГОСТ 14710.

2. Подготовка к испытаниям

Колбу, приемник-ловушку и внутреннюю поверхность холодильника тщательно промывают и высушивают.

Подготовленную нефть интенсивно перемешивают. Отбирают мерной колбой 500 $см^3$ нефти и переносят в перегонную колбу вместимостью 2000 $см^3$. Затем смывают нефть со стенок мерной колбы 500 $см^3$ толуола, вначале однократно 200 $см^3$ и два раза по 150 $см^3$.

Собирают дистилляционный аппарат с приемником-ловушкой на5$см^3$ или10 $см^3$.

При использовании приемника-ловушки со шкалой 2 $см^3$ отбирают 100 $см^3$ пробы и 100 $см^3$ толуола, дистилляцию проводят в колбе вместимостью 500 $см^3$.

В перегонную колбу вносят "кипелки".

Верхний конец холодильника свободно прикрывают ватной или бумажной пробкой.

В рубашке холодильника должна циркулировать холодная вода с температурой не выше $15^{O}C$.

3. Проведение испытаний и обработка их результатов

Включают нагреватель, содержимое колбы доводят до кипения, регулируют скорость нагрева таким образом, чтобы дистиллят стекал из холодильника со скоростью 2-5 капель в 1 сек.

Перегонку продолжают до тех пор, пока на стенках холодильника и переходника не останется видимых следов воды, а объем воды в ловушке будет постоянным в течение 5 мин. Если в трубке холодильника задерживаются капли воды, то их смывают растворителем, увеличив для этого скорость перегонки на несколько минут. Время перегонки должно быть не менее 30 , но не более 60 мин.

После охлаждения сталкивают со стенок холодильника капельки растворителя и воды в приемник-ловушку металлической проволокой с наконечником.

Когда ловушка и содержимое охладятся до комнатной температуры, а растворитель над водой в ловушке станет прозрачным, переносят капли воды со стенок ловушки в водный слой с помощью стеклянной палочки. Объем воды в ловушке записывают с точностью деления шкалы.

Объемную долю воды в процентах вычисляют по формуле

$$W_o = \frac{V_B}{V_{пр}} \cdot 100\%,$$

где : V_B - объем воды в ловушке, мл;
$V_{пр}$ - объем пробы, мл.

За результат измерений принимают среднее арифметическое двух параллельных измерений.

ПРИЛОЖЕНИЕ 2

ПРОТОКОЛ

поверки влагомера типа УДВН

Обозначение_____

Принадлежность_____

_____
(наименование организации)

Заводской номер_____Дата выпуска_____

Место проведения поверки_____

Условия проведения поверки_____

Результаты поверки :

- плотность нефти_____

- температура поверочной пробы_____

- показания влагомера на воздухе:

при предыдущей поверке_____
при очередной поверке _____

№ п/п	Значение влагосодержания поверочной пробы (об.доля воды, %)		Основная абсолютная погрешность (об.доля воды, %)	
	рассчитанное	измеренное	по результатам поверки	допускаемое значение

Заключение

Подпись лица,
проводившего повёрку_____

Дата поверки_____

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

РАЗРАБОТАНА Всероссийским научно-исследовательским институтом расходометрии (ВНИИР)

ИСПОЛНИТЕЛИ М.С.НЕМИРОВ, к.т.н.; Т.Г.СИЛКИНА

ПОДГОТОВЛЕНА К УТВЕРЖДЕНИЮ Научно-исследовательским отделом метрологического обеспечения измерений состава и свойств нефти и нефтепродуктов ВНИИР

Начальник отдела И.И.ФИШМАН, к.ф-м.н.

УТВЕРЖДЕНА ВНИИ Расходометрии *" 25 " декабря 1995 г.*

ЗАРЕГИСТРИРОВАНА ВНИИМС *" 11 " марта 1996 г.*

gost.e-ecolog.ru