ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ

ВСЕСОЮЗНЫЙ ОРДЕНА ТРУДОВОГО КРАСНОГО ЗНАМЕНИ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ ФИЗИКО-ТЕХНИЧЕСКИХ И РАДИОТЕХНИЧЕСКИХ ИЗМЕРЕНИЙ

Казанский филиал

УТВЕРЖДАЮ
Директора ВНИИФТРИ
М.С.Немиров
1986 г.

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

"ГСИ. ПРОБЫ ПОВЕРОЧНЫЕ ДЛЯ ВЛАГОМЕРОВ НЕФТИ
МЕТОДИКА МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ АТТЕСТАЦИИ"

МИ 1536 - 86

Казань
1986 г.

gost.e-ecolog.ru

РАЗРАБОТАНЫ КАЗАНСКИМ ФИЛИАЛОМ ВНИИМТРИ

ИСПОЛНИТЕЛИ:

Немиров М.С. канд.техн.наук (руководитель темы)

Силкина Т.Г., Фишман И.И. канд.ф.м. наук.

ПОДГОТОВЛЕНЫ К УТВЕРЖДЕНИЮ научно-исследовательским отделом метрологического обеспечения измерений состава и свойств нефти и нефтепродуктов Казанского филиала ВНИИМТРИ

Начальник отдела Иванов В.П.

Начальник сектора Фишман И.И.

УТВЕРЖДЕНЫ Казанским филиалом ВНИИМТРИ 3 ноября 1986 года

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

ГСИ. Пробы поверочные для влагомеров нефти. Методика метрологической аттестации

МИ... – 86

Взамен МУ № 332
Введены в действие с 01.01.87.

I. НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящие методические указания определяют порядок приготовления и метрологической аттестации по влажности поверочных проб нефти (искусственных водонефтяных эмульсий), предназначенных для поверки и градуировки влагомеров нефти.

2. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

2.I При приготовлении поверочных проб применяются следующие средства:

комплект средств поверки влагомеров и преобразователей влагосодержания нефти УПВН-2 ТУ 50-УПВН-2.00.00.000-86 в состав которого входят:

установка поверочная дистилляционная,

установка осушки,

диспергатор,

комплект мер вместимости для дозирования нефти и воды;

мешалка лабораторная ТУ 25.I5507-72;

набор пипеток, исполнения I- 8, класса точности I и 2, вместимостью от 0,I до 200,0 мл по ГОСТ 20292-74;

колбы мерные исполнения 1, вместимостью 50, 100, 200, 500 мл по ГОСТ 1770-74 *, перегрудированные на объем отливаемой нефти по МУ 351;

термометр группы 3, с диапазоном измерения от 0 до 50°С по ГОСТ 215-73Е 215-73 *;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72;

хромовая смесь (50 г двухромовокислого калия, 1000 мл серной кислоты плотностью 1840 кг/м^3 и 1000 мл дистиллированной воды);

бензин авиационный марки Б - 70 по ГОСТ 1012-72;

ацетон по ГОСТ 2603-79;

толуол по ГОСТ 5789-78;

нефть с объекта эксплуатации влагомера группы 1 по ГОСТ 9965-76.

Допускается применять другие средства измерения и вспомогательные устройства с аналогичными характеристиками.

3.2. Все применяемые средства измерений должны быть поверены и аттестованы.

3. ПРОЦЕДУРА ПРИГОТОВЛЕНИЯ

3.1. Условия проведения работ:

температура окружающего воздуха, °С	(20 ± 5)
относительная влажность, %, не более	80
атмосферное давление, кПа	(100 ± 4)
разность температур воды и нефти, °С, не более	2

3.2. Процедура приготовления поверочных проб включает четыре стадии:

осушка нефти;

аттестация "сухой" нефти,

дозирование "сухой" нефти и воды дистиллированной,

диспергирование воды в "сухой" нефти.

3.2.1. Осушка нефти проводится с помощью установки осушки из комплекта УПВП-2.

Влажность "сухой" нефти ($W_{сух}$) не должна превышать объемных долей влаги 0,2%.

случае необходимости проводят дополнительную осушку нефти до влажности, не превышающей значения первой реперной точки поверяемого влагомера.

3.2.2. Аттестация "сухой" нефти проводится на установке поверочной дистилляционной согласно паспорта.

3.2.3. Дозирование "сухой" нефти и воды при поверке поточных влагомеров проводится методом последовательных добавок согласно паспорта на комплект УПВН-2.

Для приготовления поверочной пробы при поверке лабораторных влагомеров подбирают меры вместимости для дозирования, исходя из необходимого объема поверочной пробы и ее влажности, используя набор пипеток и колб, приведенный в разделе 2. Расчет проводят по формуле 4.1

3.2.4. Диспергирование поверочных проб для поточных влагомеров проводят на диспергаторе из комплекта УПВН-2 согласно паспорта.

При поверке лабораторных влагомеров диспергирование проводят с использованием лабораторной мешалки. Время диспергирования 10 минут. Поверочные пробы должны использоваться не позднее , чем через 5 минут после приготовления.

4. АЛГОРИТМ РАСЧЕТА АБСОЛЮТНОЙ И ОТНОСИТЕЛЬНОЙ ПОГРЕШНОСТЕЙ ПРИГОТОВЛЕНИЯ ПОВЕРОЧНЫХ ПРОБ

4.1. Номинальные значения влажности (W) и необходимый объем "сухой" нефти ($V_н$) для приготовления поверочных проб регламентированы в методиках поверки конкретных влагомеров.

4.2. Объем воды в мл для дозирования методом последовательных добавок рассчитывается по формуле:

$$V_{вл} = \frac{V_н(W - W_{ост}) - (100 - W)\sum_{i=1}^{n-1} V_{вi}}{100 - W} \qquad (4.1)$$

где V_{Bi} – объем воды, добавленный при приготовлении i-й поверочной пробы, мл;

n – количество проб, приготовленных путем последовательного добавления порций воды к предыдущей поверочной пробе.

Для лабораторных влагомеров при вычислении необходимого объема дозируемой воды $\sum_{i=1}^{n-1} V_{Bi} = 0$.

4.3. При необходимости можно вычислить номинальную влажность поверочной пробы в объемных долях влаги, %, по формуле:

$$W_n = \frac{V_H \cdot W_{ост} + 100\left(V_{Bн} + \sum_{i=1}^{n-1} V_{Bi}\right)}{V_H + V_{Bн} + \sum_{i=1}^{n-1} V_{Bi}} \qquad (4.2)$$

4.4. Значение абсолютной погрешности приготовления поверочной пробы рассчитывается в объемных долях влаги, %, по формуле:

$$\Delta W = 1{,}1\frac{\sqrt{(100-W_{ост})^2\left[V_H^2\left(\Delta V_{Bп}^2 + \sum_{i=1}^{n-1}\Delta V_{Bi}^2\right) + \Delta V_H^2\left(V_{Bп} + \sum_{i=1}^{n-1} V_{Bi}\right)^2\right] + V_H^2\left(V_H + V_{Bп} + \sum_{i=1}^{n-1} V_{Bi}\right)^2 \Delta W_{ост}^2}}{\left(V_H + V_{Bп} + \sum_{i=1}^{n-1} V_{Bi}\right)^2} \qquad (4.3)$$

где $\Delta W_{ост}$ – абсолютная погрешность аттестации "сухой" нефти по паспорту на установку поверочную дистилляционную в объемных долях влаги, %;

$\Delta V_{Bн}$ – абсолютная погрешность дозирования воды, мл;

ΔV_H – абсолютная погрешность дозирования нефти, мл;

ΔV_{Bi} – абсолютная погрешность дозирования воды, добавленной при приготовлении i-й поверочной пробы, мл.

4.5. Относительная погрешность приготовления поверочной пробы, %, рассчитывается по формуле:

$$\delta = \frac{\Delta W \cdot 100}{W_n} \qquad (4.4)$$

4.6 Результаты аттестации поверочных проб заносятся в протокол поверки конкретного вида влагомера.

5. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

5.1. Помещение для приготовления поверочных проб по пожарной опасности относится к категории А. Оно должно соответствовать требованиям "Правил пожарной безопасности для промышленных предприятий", утвержденных Главным управлением пожарной охраны МВД СССР.

5.2. Легковоспламеняющиеся жидкости для промывки следует хранить в стеклянных банках Б-I или склянках С-I с притертыми пробками по ГОСТ 3885-73. Нефть для приготовления поверочных проб отбирается в металлические канистры. Все легковоспламеняющиеся жидкости должны быть помещены в закрывающиеся металлические ящики со стенками и дном, выложенными негорючим материалом.

5.3. Работа с приведенными в разделе 2 средствами измерений и вспомогательным оборудованием должна выполняться в строгом соответствии с указаниями мер безопасности инструкций по эксплуатации.

6. ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРА

К работе допускаются лица, прошедшие инструктаж по технике безопасности, изучившие инструкции по эксплуатации применяемых средств измерений и вспомогательных устройств, настоящую методику и имеющие опыт работы в химических лабораториях.

ПРИЛОЖЕНИЕ

Справочное

ПОЯСНЕНИЕ ТЕРМИНОВ, ИСПОЛЬЗУЕМЫХ В НАСТОЯЩИХ МЕТОДИЧЕСКИХ УКАЗАНИЯХ

Термин	Пояснение
I. Поверочная проба	Искусственная водонефтяная эмульсия аттестованная по процедуре приготовления

Приложение 2
Справочное

Пример расчета по дозированию компонентов поверочной пробы и расчета погрешностей приготовления поверочных проб

1. Для поверки влагомера требуется приготовить поверочные пробы с влажностью объемных долей влаги 0,5; 2,5; 9,5% (W), объемом около 2000 мл.

2 Аттестованное с помощью дистилляционной установки УПВН-2.01 значение остаточной влажности "сухой" нефти ($W_{ост}$) в объемных долях влаги равно 0,05%, с погрешностью $\Delta W_{ост}$ (по паспорту на установку) объемных долей влаги 0,01%.

3 Объем "сухой" нефти для дозирования $V_н$ = 2000 мл с погрешностью $\Delta V_н = \pm 2$ мл.

4.1. Объем дозируемой воды для получения первой поверочной пробы ($n=1$) рассчитывают по формуле (4.1)

$$V_{в1} = \frac{2000\,(0,5-0,05)}{100-0,5} = 9,04 \text{ мл}$$

4.2 Выбирают для дозирования воды пипетку на 10 мл I-го класса с погрешностью $\Delta V_{в1} = \pm 0,05$ мл.

4.3 Значение абсолютной погрешности приготовления поверочной пробы для первой точки ($n=1$) рассчитывают по формуле (4.3). Используя следующие исходные данные

$W_{ост} = 0,05\%$ $\quad W_1 = 0,5\%$

$\Delta W_{ост} = \pm 0,01\%$

$V_н = 2000$ мл $\quad V_{в1} = 9,04$ мл

$\Delta V_н = \pm 2$ мл $\quad \Delta V_{в1} = \pm 0,05$ мл

получают значение $\Delta W_1 = \pm 0,011\%$.

5.1. Объем дозируемой воды для получения второй поверочной пробы ($n=2$) рассчитывают по формуле (4.1)

$$V_{в2} = \frac{2000(2,5-0,05)-9,04(100-2,5)}{100-2,5} = 41,2 \text{ мл.}$$

5.2 Выбирают для дозирования воды бюретку на 50 мл 1-го класса с погрешностью $\Delta V_{в_2} = \pm 0,05$ мл.

5.3 Значение абсолютной погрешности приготовления поверочной пробы для второй точки ($n=2$) рассчитывают по формуле (4.3). Используя данные для второй точки: $W_2 = 2,5\%$; $V_{в_2} = 41,2$ мл; $\Delta V_{в_2} = \pm 0,05$ мл, получают значение $\Delta W_2 = \pm 0,011\%$.

6.1 Объем дозируемой воды для получения третьей поверочной пробы ($n=3$) рассчитывают по формуле (4.1)

$$V_{в_3} = \frac{2000(9,5-0,05)-(9,04+41,2)(100-9,5)}{100-9,5} = 158,59 \text{ мл.}$$

6.2 Выбирают для дозирования пипетки без деления 1-го класса на 50 мл с погрешностью $\pm 0,05$ мл, на 100 мл с погрешностью $\pm 0,08$ мл и пипетку 1 класса на 10 мл с погрешностью $\pm 0,05$мл общая погрешность дозирования $\Delta V_{в_3} = \pm 0,18$ мл.

6.3. Значение абсолютной погрешности приготовления поверочной пробы для третьей точки ($n=3$) рассчитывают по формуле (4.3). Используя данные для третьей точки: $W_3 = 9,5\%$, $V_{в_3} = 158,6$ мл, $\Delta V_{в_3} = \pm 0,18$ мл, получаем значение $\Delta W_3 = \pm 0,009$ мл.

7. Пример расчета по программе на микрокалькуляторе "Электроника БЗ-21" при использовании исходных данных предыдущего примера.

7.1 Алгоритм расчета объема воды для дозирования методом последовательных добавок

$$V_{вп} = \frac{W \cdot V_н - V_н \cdot W_{ост} - (100-W)\sum_{i=1}^{n-1} V_{вi}}{100-W} = \frac{V_н(W-W_{ост})}{100-W} - \sum_{i=1}^{n-1} V_{вi}$$

Рассчитываем значение $V_{в_1} = \frac{V_н(W - W_{ост})}{100 - W}$

Исходные данные:

$V_н = 2000$ $W = 0,5$ $W_{ост} = 0,05$

Набираем программу

Р ПП F2 1 F4 - РО Р4 1 Р5 - 1 F3 X 1
РО ÷ 1 F8 - Р8 С/П Р РР

Вводим исходные данные в регистры памяти:

100 Р2 2000 Р3 0,5 Р4 0,05 Р5
0 Р8 Р6 Р7 В/О С/П

Ответ: 9,04

7.I.2. Для расчета $V_{в_2} = \frac{V_н(W - W_{ост})}{100 - W} - V_{в_1}$

Исходные данные:

$V_н = 2000$ $W = 2,5$ $W_{ост} = 0,05$

Набираем:

2,5 Р4 В/О С/П

Ответ: 41,2

7.I.3. Для расчета $V_{в_3} = \frac{V_н(W - W_{ост})}{100 - W} - (V_{в_1} + V_{в_2})$

Исходные данные:

$V_н = 2000$ $W = 9,5$ $W_{ост} = 0,05$

Набираем:

9,5 Р4 В/О С/П

Ответ: 167,62

7.2 Алгоритм расчета номинального влагосодержания поверочной пробы

$$W = \frac{V_н \cdot W_{ост} + 100\left(V_{бп} + \sum_{i=1}^{n-1} V_{бi}\right)}{V_н + V_{бп} + \sum_{i=1}^{n-1} V_{бi}}$$

7.2.1 Рассчитываем значение $W_1 = \frac{V_н \cdot W_{ост} + 100 V_{б1}}{V_н + V_{б1}}$

Исходные данные:

$V_н = 2000$ $W_{ост} = 0{,}05$ $V_{б1} = 9{,}04$

Набираем программу

F3 1 F6 + P7 F2 1 F6 × P0 F3 1 F5 × 1
P0 +1 F7 ÷ С/П P PP

Вводим исходные данные в регистры памяти:

100 P2 2000 P3 0,05 P5 9,04 P6
В/О С/П

7.2.2 Рассчитываем значение $W_2 = \frac{V_н \cdot W_{ост} + 100(V_{б1} + V_{б2})}{V_н + V_{б1} + V_{б2}}$

Вводим исходные данные:

50,24 P6 В/О С/П

7.2.3 Для расчета $W_3 = \frac{V_н \cdot W_{ост} + 100(V_{б1} + V_{б2} + V_{б3})}{V_н + V_{б1} + V_{б2} + V_{б3}}$

Вводим значение $(V_{б1} + V_{б2} + V_{б3})$ P6 В/О С/П

7.3 Алгоритм расчета абсолютной погрешности приготовления поверочной пробы

$$\Delta W = 1{,}1 \frac{\sqrt{(100 - W_{ост})^2 [V_н^2 (\Delta V_{бп}^2 + \sum_{i=1}^{n-1} \Delta V_{бi}^2) + \Delta V_н^2 (V_{бп} + \sum_{i=1}^{n-1} V_{бi})^2] + V_н^2 (V_н + \sum_{i=1}^{n} V_{бi})^2 \cdot \Delta W_{ост}^2}}{(V_н + \sum_{i=1}^{n} V_{бi})^2}$$

7.3.1 Рассчитываем значение ΔW_1

$$\Delta W_1 = 1{,}1 \frac{\sqrt{(100 - W_{ост})^2 [V_н^2 \Delta V_{б1}^2 + \Delta V_н^2 \cdot V_{б1}^2] + V_н^2 (V_н + V_{б1})^2 \cdot \Delta W_{ост}^2}}{(V_н + V_{б1})^2}$$

Исходные данные:

$V_н = 2000$ $\Delta V_н = \pm 2$ $W_{ост} = 0{,}05$ $\Delta W_{ост} = \pm 0{,}01$

$V_{б1} = 9{,}04$ $\Delta V_{б1} = \pm 0{,}05$

Набираем программу

Р ПП F6 ↑ F3 + F1-1 РО F6 F1-1 Р6 ↑ F4 F1-1 × РО Р7 F1-1 ↑ F3 F1-1 Р3 × ↑ РО + РО Р4 ‹ F2 ↑ F5 – F1-1 ↑ РО × РО РО F1-1 : ↑ F4 × ↑ F3 × ↑ РО РО + F ВП ↑ F4 ÷ С/П Р РР

Вводим исходные данные:

100 Р2 2000 Р3 2 Р4 0,05 Р5 9,04 Р6 0,05 Р7 ОР8 0,01 РО В/О С/П

Полученный результат ↑ 1,1

Ответ 0,011

7.3.2 Для расчета

$$\Delta W_2 = 1{,}1\frac{\sqrt{(100-W_{ост})^2\left[V_н^2(\Delta V_{в_1}^2+\Delta V_{в_2}^2)+\Delta V_н^2(V_{в_1}+V_{в_2})^2\right]+V_н^2(V_н+V_{в_1}+V_{в_2})^2\cdot\Delta W_{ост}^2}}{(V_н+V_{в_1}+V_{в_2})^2}$$

Вводим исходные данные

$V_{в_1}+V_{в_2} = 9{,}04+41{,}2 = 50{,}24$ $\Delta V_{в_2} = \pm 0{,}05$

50,24 Р6 ОР8 РО Сх

0,01 РО В/О С/П

Ответ: 0,0101

7.3.3 Для расчета ΔW_3

Вводим исходные данные:

$V_{в_1}+V_{в_2}+V_{в_3} = 9{,}04+41{,}2+167{,}62 = 217{,}86$

$\Delta V_{в_3} = \pm 0{,}18$

217,86 Р6 ОР8 0,18 Р7 РО Сх РО Сх 0,01 РО В/О С/П

Ответ: 0,0100

gost.e-ecolog.ru