ГОСУДАРСТВЕННЫЙ НАУЧНЫЙ МЕТРОЛОГИЧЕСКИЙ ЦЕНТР
Федеральное государственное унитарное предприятие
ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ РАСХОДОМЕТРИИ (ФГУП ВНИИР)
ФЕДЕРАЛЬНОГО АГЕНТСТВА ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

УТВЕРЖДАЮ
Зам. директора ГНМЦ
ВНИИР по научной работе
_____М.С. Немиров
« 29 » декабря 2005г.

РЕКОМЕНДАЦИЯ

ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ
ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

ВЛАГОМЕРЫ НЕФТИ ТИПА
УДВН

Методика поверки

МИ 2366 - 2005

г. Казань
2005 г.

gost.e-ecolog.ru

РАЗРАБОТАНА	Государственным научным метрологическим центром Всероссийским научно – исследовательским институтом расходометрии (ГНМЦ ВНИИР)
ИСПОЛНИТЕЛИ:	Немиров М.С. к.т.н. Силкина Т.Г. Ибрагимов Р.Р. Газизов Р.Р.
УТВЕРЖДЕНА	ГНМЦ ВНИИР 29 декабря 2005 г.

Настоящая рекомендация не может быть полностью или частично воспроизведена, тиражирована и (или) распространена без разрешения ГНМЦ ВНИИР

Настоящая рекомендация распространяется на влагомеры поточные и лабораторные типа УДВН (далее влагомеры), предназначенные для измерений влагосодержания нефти и нефтепродуктов и устанавливает методику их первичной и периодической поверок.

Межповерочный интервал 1 год.

1. ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

При проведении поверки влагомеров должны быть выполнены следующие операции:

- внешний осмотр (п.7.1);
- опробование (п.7.2);
- определение основной абсолютной погрешности (п.7.3).

2. СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

При проведении поверки применяют следующие средства поверки, вспомогательное оборудование, материалы и реактивы:

- установка для поверки влагомеров нефти УПВ ТУ 4318-021-25567981-2002 (далее – установка УПВ), в составе:
  диспергатор;
  установка осушки нефти;
  комплект средств дозирования воды и нефти.
- титратор DL 32 по методу К.Фишера с абсолютной погрешностью измерений не более 0,03 % об. долей воды ;
- весы лабораторные электронные, с наибольшим пределом взвешивания 6 кг, с пределами допускаемой погрешности ± 0,05 г по ГОСТ 24104;
- пипетки градуированные 1-2-1-2, 1-2-1-5 по ГОСТ 29228;
- ёмкость герметичная вместимостью 2 $дм^3$;
- ёмкость стеклянная, с узким горлом и герметичной пробкой вместимостью 0,5 $дм^3$;
- устройство перемешивающее компактное УПК ТУ 4318-022-25567981-2005 (далее– перемешивающее устройство);
- барометр-анероид метеорологический БАММ-1 по ТУ 25-11.1513-19;
- гигрометр психрометрический ВИТ-1 (ВИТ-2) по ТУ 25-11.1645-84;
- ареометр АНТ-1 по ГОСТ 18481;
- термометр группы 3 с диапазоном измерений 0...55 °С по ГОСТ 215;
- стакан Н-500 по ГОСТ 25336;
- прокладка резиновая, мягкая, масло-бензостойкая, размером 10×10 см, толщиной 3…5 мм;
- нефть по ГОСТ Р 51858 с влагосодержанием не более 0,2 %, об. долей воды*;

*При периодической поверке рекомендуется использовать нефть с объекта эксплуатации влагомера.

- вода дистиллированная по ГОСТ 6509;
- бензин растворитель по ГОСТ 5769;
- хромовая смесь (60 г двухромого калия, 1 $дм^3$ серной кислоты и 1 $дм^3$ дистиллированной воды);

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

3. ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЕЙ

К проведению поверки допускают лиц, достигших 18 лет, имеющих соответствующее техническое образование, аттестованных в качестве поверителя и имеющие опыт работ в данной области. Лица, проводящие поверку, должны изучить руководство по эксплуатации поверяемых средств измерений и средств поверки, приведенных в настоящем документе и пройти инструктаж по технике безопасности.

4. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

При проведении поверки соблюдают следующие требования безопасности:

4.1 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.-

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

4.3 При проведении поверки должны выполняться требования *"Правил технической эксплуатации электроустановок»(ПТЭ), «Правил техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителем"(ПТБ),* требования мер безопасности, указанные в эксплуатационной документации на средства поверки и поверяемые влагомеры, а также специальные требования техники безопасности, действующие на предприятии.

5. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

При проведении первичной и периодической поверки, соблюдают следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С	20±5;
- атмосферное давление, кПа	101,3±4;
- относительная влажность, %, не более	80;
- температура поверочных проб, °С	20±5;
- изменение температуры поверочных проб в процессе измерения влагосодержания, °С	±1,0.

6. ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

Перед проведением поверки в лабораторных условиях выполняют следующие работы:

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

6.2 Химическую посуду для дозирования воды промывают хромовой смесью, ополаскивают дистиллированной водой и сушат.

6.3 Промывают внутренние полости влагомера и вспомогательного оборудования бензином, тщательно сушат.

6.4 Подготавливают нефть, при необходимости проводят осушку нефти на установке осушке нефти согласно руководству по эксплуатации (далее – РЭ) на установку УПВ.

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

6.6 Подготавливают влагомер к работе согласно паспорту на поверяемый влагомер.

6.7 При поверке поточных влагомеров присоединяют первичный преобразователь, согласно РЭ на установку УПВ. Заполняют диспергатор подготовленной нефтью с помощью ёмкости. Заполняют ёмкость нефтью, взвешивают (M_1). Нефть выливают в диспергатор, ёмкость с остатками нефти взвешивают (M_2).

Вычисляют массу залитой нефти ($M_н$) по формуле

$$M_н = M_1 - M_2 \qquad (1)$$

Вычисляют объем залитой в диспергатор нефти ($V_н$) по формуле

$$V_н = \frac{M_н}{c_н} \qquad (2)$$

Общий объём залитой нефти ($V_н$) записывают в рабочем журнале.

6.8 Производят перемешивание нефти на установке УПВ в течение 5-7 мин.

6.9 Отбирают пробу нефти ($V_{от}$), для измерения начального влагосодержания (W_0) на титраторе DL 32 по методу К. Фишера

Примечание: *Для измерения начального влагосодержания можно использовать также установку поверочную дистилляционную УПВН-2.01 по ТУ 50.582-86, или эталонный влагомер типа ЭУДВН-1л, или методику выполнения измерений по МИ 2954-2005.*

6.10 Вычисляют оставшийся в диспергаторе после отбора пробы нефти объем нефти ($V_{0н}$) по формуле:

$$V_{0н} = V_н - V_{от} \qquad (3)$$

6.11 При поверке лабораторного и мобильного влагомера заполняют установку подготовленной нефтью без присоединенного первичного преобразователя поточного влагомера, отбирают пробу нефти и измеряют начальное влагосодержание(W_0), выполняя операции по п.6.7-6.10.

6.12 При поверке влагомеров товарной нефти без диспергатора (только для нефтей, образующих устойчивую эмульсию) подготовленную нефть наливают в канистру объёмом 2 дм ^{3}, тщательно перемешивают и измеряют начальное влагосодержание (W_0), отобрав из канистры необходимое для анализа количество нефти.

7. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

7.1 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.

7.2 Опробование

При опробовании влагомеров проверяют функционирование влагомера и проверку значений параметров калибровочных коэффициентов A, B, C, Kt согласно инструкции по эксплуа-

тации. Значения параметров калибровочных коэффициентов влагомера должны совпадать с значениями указанными в приложении к паспорту поверяемого влагомера.

Если значения A, B, C, Kt не соответствуют значениям указанными в приложении к паспорту – поверяемый влагомер подлежит переградуировке.

Примечание: *Проверку значений параметров калибровочных коэффициентов проводят только при наличии у влагомеров функций сервиса и контроля параметров*

7.3 Определение основной абсолютной погрешности

Определение основной абсолютной погрешности поверяемого влагомера в лабораторных условиях, проводят методом прямого измерения влагосодержания, воспроизводимого поверочными пробами в реперных точках.

Основную абсолютную погрешность влагомеров товарной нефти, с диапазоном измерения до 2% об. доли воды, определяют в реперных точках соответствующих 20, 50, и 80 % диапазона измерений влагомера.

Основную абсолютную погрешность поточных влагомеров нефти, с диапазоном измерения более 2% об. доли воды, определяют в реперных точках соответствующих 10, 30, 50, 70 и 90 % диапазона измерений влагомера.

Допускаемое отклонение от расчетного влагосодержания в реперной точке не должно превышать ±5 %.

7.3.1 Определение основной абсолютной погрешности всех типов влагомеров

7.3.1.1 Определение основной абсолютной погрешности поточного влагомера

При определение основной абсолютной погрешности поточного влагомера для первой реперной точки используют нефть, подготовленную на диспергаторе, с измеренным по п. 6.9 значением влагосодержания (W_0).

Приготовление поверочных проб в последующих реперных точках проводят дозированием воды в перемешиваемую пробу нефти.

Объем добавляемой воды $V_{в.доб.}$ вычислить по формуле:

$$V_{в.доб.} = \frac{W_i - W_0}{100 - W_i} \cdot V_{0н.}, \qquad (4)$$

где $V_{эм.0}$ - начальный объем нефти, мл;

$V_{в.\,доб.}$ - объем добавляемой воды, мл;

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

W_i - заданное значение влагосодержания поверочной пробы, об. доля воды, %.

Рассчитанный объем добавляемой воды округляют до объема, удобного для дозирования и фактическое влагосодержание поверочной пробы ($W_{фi}$) рассчитывают по формуле, используя фактический объем доливаемой воды ($V_{в.ф.}$)

$$W_{ф.i} = \frac{V_{в.ф.} \cdot 100 + W_0 \cdot V_{0н.}}{V_{0н.} + V_{в.ф.}}, \qquad (5)$$

Рассчитывают по формуле (5) значение влагосодержания поверочной пробы для каждой реперной точки и заносят эти значения в протокол поверки.

Дозируют воду в нефть, следуя РЭ установки УПВ, перемешивают в течение 5-7 минут и после стабилизации показаний в течение 20 секунд, измеряют влагосодержание согласно паспорту на влагомер.

Основную абсолютную погрешность в каждой реперной точке вычисляют по формуле:

$$ДW_i = W_{iвл} - W_{ф.i}$$

где, $W_{iвл}$ – влагосодержание поверочной пробы, измеренное влагомером, об. доля воды, %;

$W_{фi}$ – рассчитанное влагосодержание поверочной пробы, об. доля воды ,%.

За основную абсолютную погрешность (ΔW_{max}) принимают наибольшее значение расхождений в реперных точках между рассчитанным значением влагосодержания пробы (W_i) и влагосодержанием пробы, измеренным влагомером.

Результаты вычислений и показания влагомера ($W_{iвл}$) заносят в протокол поверки (Приложение А).

Если погрешность влагомера превышает нормированные значения, то влагомер подлежит переградуировке и проведению повторной поверки.

7.3.1.2 Определение основной абсолютной погрешности лабораторного и мобильного влагомера

При определении основной абсолютной погрешности лабораторного или мобильного влагомера отбирают поверочные пробы из диспергатора в кювету, входящую в комплект влагомера и измеряют влагосодержание согласно паспорту на влагомер.

Приготовление поверочных проб проводят по п.7.3.1.1.

Примечание: *Приготовленную поверочную пробу необходимо использовать в течение 20 секунд.*

За основную абсолютную погрешность (ΔW_{max}) принимают наибольшее значение расхождений в реперных точках между рассчитанным значением влагосодержания пробы (W_i) и влагосодержанием пробы измеренным влагомером.

Результаты рассчитанных значений влагосодержания поверочных проб и показания влагомера заносят в протокол поверки (Приложение А).

Если погрешность влагомера превышает нормированные значения, то влагомер подлежит переградуировке и проведению повторной поверки.

7.3.2 Определение основной абсолютной погрешности влагомеров товарной нефти с диапазоном измерений влагосодержания до 2% об. доли воды

Этот способ пригоден только для нефтей, образующих стойкую эмульсию вода-нефть при приготовлении поверочных проб в диапазоне до 2 % объемной доли воды.

Для первой реперной точки используют подготовленную нефть, с измеренным по п. 6.9 значением влагосодержания (W_0).

Поверочные пробы в последующих реперных точках приготавливают в ёмкости вместимостью 0,5 $дм^3$.

Ёмкость взвешивают, заливают подготовленную нефть 490±5 $см^3$ для перемешивающего устройства или 290±5 $см^3$ для перемешивания встряхиванием, взвешивают ёмкость с нефтью и рассчитываю массу нефти. Вычисляют объём взятой нефти по формуле 2.

По формулам 4 и 5 для каждой реперной точки, рассчитывают значение добавляемой воды и расчетное значение влагосодержания поверочной пробы.

В ёмкость с нефтью добавляют необходимое количество воды и тщательно перемешивают (с помощью перемешивающего устройства в течение 1 минуты или интенсивным встряхиванием в течение 5 минут).

Примечание: *Приготовленную поверочную пробу необходимо использовать в течение 20 секунд.*

При поверке поточных влагомеров, первичный преобразователь влагомера устанавливают на резиновую прокладку, поверочную пробу заливают в измерительную ячейку и измеряют влагосодержание согласно паспорту на влагомер.

При поверке лабораторных влагомеров поверочную пробу заливают в кювету, входящую в комплект лабораторного влагомера и измеряют влагосодержание согласно паспорту на влагомер.

Примечание: Измерение влагосодержания при поверке влагомеров этим способом проводят только при стабилизации показаний влагомера в течение 10 секунд, показания при этом могут изменяться только в пределах ±0,03 % об. доли воды. Если это условие не выполняется, поверка таким способом не допускается.

За основную абсолютную погрешность (ΔW_{max}) принимают наибольшее значение расхождений в реперных точках между рассчитанным значением влагосодержания пробы (W_i) и влагосодержанием пробы измеренным влагомером.

Результаты рассчитанных значений влагосодержания поверочных проб и показания влагомера заносят в протокол поверки (Приложение А).

Если погрешность влагомера превышает нормированные значения, то влагомер подлежит переградуировке и проведению повторной поверки.

7.3.3 Определение основной абсолютной погрешности поточных влагомеров УДВН-1пм 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 0,5% об.доли воды и при скорости потока нефти, проходящей через влагомер не менее 3 $м^3$ /час.

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

- снимают показания влагомера ($W_{вл}$) в рабочем режиме измерений влагосодержания;
- одновременно с ручного пробоотборника, предварительно слив не менее пяти литров нефти, отбирают 500 $см^3$ нефти для измерений влагосодержания лабораторным методом (W_o) с погрешностью измерений не более 0,03% об. доли воды;
- последовательно проводят пять измерений влагомером и пять измерений влагосодержания лабораторным методом;
- рассчитывают средние значения из пяти измерений влагосодержания с помощью влагомера ($\overline{W}_{ВЛ}$) и пяти измерений, проведенных лабораторным методом ($\overline{W}_o$).

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

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

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 измеренного на месте эксплуатации ($t_{из}$) от номинального значения и которую рассчитывают по формуле

$$\Delta W_\tau = 0{,}002 \mid t_{из} - 20 \mid .$$

Результаты измерений влагосодержания лабораторным методом и показания влагомера заносят в протокол поверки (Приложение А).

Если погрешность влагомера превышает нормированные значения, то влагомер подлежит переградуировке и проведению повторной поверки.

8. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

8.1 При положительных результатах поверки оформляют свидетельство о поверке, установленной формы по ПР 50.2.006-94 с указанием на оборотной стороне свидетельства основных метрологических характеристик влагомера.

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

ПРОТОКОЛ

поверки влагомера нефти типа УДВН

Обозначение: _____

Зав. номер №: _____ **Дата выпуска** _____

Принадлежность: _____

Место проведения поверки: _____

Условия проведения поверки:

Температура окружающей среды, °С _____
Влажность воздуха, % _____
Атмосферное давление, кПа _____

Результаты поверки:

Температура поверочной пробы, °С _____
Плотность поверочной пробы, кг/м^3 _____

№ реп. точки	Значение влагосодержания поверочной пробы, объемная доля воды, %		Основная абсолютная погрешность, объемная доля воды, %	
	Действительное*	Измеренное	По результатам поверки	Нормированное значение**

* За действительное значение принимается рассчитанное значение влагосодержания поверочной пробы или измеренное лабораторным методом по п.7.3.3.
** Нормированное значение указано в паспорте на влагомер.

Заключение: _____

_____

Поверитель: _____ _____ _____
должность подпись ф. и. о.

Дата поверки _____

УТВЕРЖДАЮ

Зам. директора по научной работе
ГНМЦ ВНИИР
Немиров М.С.
м.п. «31» 08 2007 г.

Дата введения с «01» 09 2007 г.

МИ 2366-2005 Рекомендация. ГСИ. Влагмеры нефти типа УДВН. Методика поверки

И з м е н е н и е № 1

Пункт. 7.3.3 Первый абзац изложить в следующей редакции:

«Проведение поверки по приведенному ниже способу возможно при условии, что изменение от минимального до максимального значения влагосодержания в течение не менее 1 года на конкретном объекте эксплуатации, где установлен поверяемый влагомер, составит не более, чем 0,5 % об. доли воды, и при объемном расходе нефти, проходящей через влагомер не менее 3 $м^3$/час. В качестве информации о влагосодержании нефти на конкретном объекте эксплуатации, используют результаты лабораторных анализов по пробам нефти.»

ИСПОЛНИТЕЛИ:

Зам. начальника НИО-9 ГНМЦ ВНИИР Силкина Т.Г.

Инженер НИО-9 ГНМЦ ВНИИР Ибрагимов Р.Р.

gost.e-ecolog.ru