

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ  
ВСЕСОЮЗНЫЙ ОРДЕНА ТРУДОВОГО КРАСНОГО ЗНАМЕНИ НАУЧНО-  
ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ ФИЗИКО-ТЕХНИЧЕСКИХ И РАДИО-  
ТЕХНИЧЕСКИХ ИЗМЕРЕНИЙ

Казанский филиал



МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ  
"ГСИ. ПРОБЫ ПОВЕРОЧНЫЕ ДЛЯ ВЛАГОМЕРОВ НАЧАТЬ  
МЕТОДИКА МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ АТТЕСТАЦИИ"

н и 15.36 - 86

Казань  
1986 г.

РАЗРАБОТАНЫ КАЗАНСКИМ ФИЛИАЛОМ ВНИИЭТРИ  
ИСПОЛНИТЕЛИ:

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

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

ПОДГОТОВЛЕНЫ К УТВЕРЖДЕНИЮ научно-исследовательским отделом  
метрологического обеспечения измере-  
ний состава и свойств нефти и нефте-  
продуктов Казанского филиала  
ВНИИЭТРИ

Начальник отдела

Иванов В.П.

Начальник сектора

Фитман И.И.

УТВЕРЖДЕНЫ Казанским филиалом ВНИИЭТРИ 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 ИЗМЕРЕНИИ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

2.1 При приготовлении поверочных проб применяются следующие средства:

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

установка поверочная дистилляционная,

установка осушки,

диспергатор,

комплект мер вместимости для дозирования нефти и воды;

мешалка лабораторная ТУ 25.15507-72;

набор пинеток, исполнения I- 8, класса точности I и 2, вместимостью от 0,1 до 200,0 мл по ГОСТ 20292-74;

колон мерные исполнение 1, вместимостью 50, 100, 200, 500 мл по ГОСТ 1770-74 л, переградуированые на объем отливаемой нефти по МУ 351;

термометр группы 3, с диапазоном измерения от 0 до 300°С по ГОСТ 215-73 и ГОСТ 73;

вода дистиллированная по ГОСТ 3700-72;

кристаллы смесь (50 г двухкристаллического камня, 1000 мл серной кислоты плотностью 1840 кг/м<sup>3</sup> и 1000 мл дистиллированной воды);

бензин авиационный марка В - 70 по ГОСТ 1012-72;

ацетон по ГОСТ 2603-79;

тальк по ГОСТ 5789-78;

нефть с объекта эксплуатации взятом из группы 1 по ГОСТ 5060-73, допускается применять другие средства измерения и вспомогательные устройства с аналогичными характеристиками.

3.2. Все применяемые средства измерений должны быть поверены и аттестованы

### 3. ПРОЦЕДУРЫ ПОДГОТОВКИ

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 производится с помощью установки осушки из комплекта УВН-2.

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

случае необходимости проводят дополнительную осушку нефти до влажности, не превышающей значения первои 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 Ушн-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 Ушн-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 ПОГРЕШНОСТИ ПРИ ПОРИГОДЛЕНИИ ПОВЕРОЧНЫХ ПРОБ

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

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

$$V_{\theta n} = \frac{V_n (W - W_{ocm}) - (100 - W) \sum_{i=1}^{n-1} V_{\theta i}}{100 - W} \quad (4.1)$$

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:

$$W_n = \frac{V_n \cdot W_{0ct} + 100(V_{Bn} + \sum_{i=1}^{n-1} V_{Bi})}{V_n + V_{Bn} + \sum_{i=1}^{n-1} V_{Bi}}. \quad (4.2)$$

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

$$\Delta W = 1,1 \sqrt{\frac{(100 - W_{0ct})^2 [V_n^2 / \Delta V_{Bn}^2 + \sum_{i=1}^{n-1} \Delta V_{Bi}^2] + \Delta V_n^2 (V_{Bn} + \sum_{i=1}^{n-1} V_{Bi})^2 + V_n^2 (V_n + V_{Bn} + \sum_{i=1}^{n-1} V_{Bi})^2 \Delta W_{0ct}^2}{(V_n + V_{Bn} + \sum_{i=1}^{n-1} V_{Bi})^2}} \quad (4.3)$$

где  $\Delta W_{0ct}$  - абсолютная погрешность аттестации "сухой" нефти по паспорту на установку поверочную дистилляционную в объемных долях влаги, %;

$\Delta V_{Bn}$  - абсолютная погрешность дозирования воды, ? мл;

$\Delta V_n$  - абсолютная погрешность дозирования нефти, ? мл;

$\Delta V_{Bi}$  - абсолютная погрешность дозирования воды, добавленной при приготовлении  $i$ -й поверочной пробы, мл.

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

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

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 Головным управлением пожарной охраны МВД СССР.

5.2. легковоспламеняющиеся жидкости для промывки следует хранить в стеклянных банках В-1 или стаканах С-1 с притертными 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, вложенными из горючим 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

В 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 водонеф-  
тяная эмульсия аттесто-  
ванный по процедуре при-  
готовления

Пример расчета по дозированию компонентов  
проверочной пробы и расчета погрешностей  
приготовления проверочных проб

1. Для поверки влагомера требуется приготовить проверочные пробы с влажностью объемных долей влаги 0,5; 2,5; 9,5% ( $W$ ), объемом около 2000 мл.
2. Аттестованное с помощью дистилляционной установки УВН-2.01 значение остаточной влажности "сухой" нефти ( $W_{oer}$ ) в объемных долях влаги равно 0,05%, с погрешностью  $\Delta W_{oer}$  (по паспорту на установку) объемных долей влаги 0,01%.
3. Объем "сухой" нефти для дозирования  $V_H = 2000$  мл с погрешностью  $\Delta V_H = \pm 2$  мл.
- 4.1. Объем дозируемой воды для получения первой проверочной пробы ( $n=1$ ) рассчитывают по формуле (4.1)
 
$$V_{o1} = \frac{2000 (0,5 - 0,05)}{100 - 0,5} = 9,04 \text{ мл}$$
- 4.2. Выбирают для дозирования воды пипетку на 10 мл I-го класса с погрешностью  $\Delta V_{o1} = \pm 0,05$  мл.
- 4.3. Значение абсолютной погрешности приготовления проверочной пробы для первой точки ( $n=1$ ), рассчитывают по формуле (4.3). Используя следующие исходные данные

$$W_{oer} = 0,05\%$$

$$W_1 = 0,5\%$$

$$\Delta W_{oer} = \pm 0,01\%$$

$$V_H = 2000 \text{ мл}$$

$$V_{o1} = 9,04 \text{ мл}$$

$$\Delta V_H = \pm 2 \text{ мл}$$

$$\Delta V_{o1} = \pm 0,05 \text{ мл}$$

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)

$$V_{b_2} = \frac{2000(2,5-0,05) - 9,04(100-2,5)}{100-2,5} = 41,2 \text{ мл.}$$

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

5.3 Значение абсолютной погрешности приготовления поверочной пробы для второй точки ( $n=2$ ) рассчитывают по формуле (4.3). Используя данные для второй точки:  $W_2 = 2,5\%$ ;  $V_{b_2} = 41,2 \text{ мл.}$ ;  $\Delta V_{b_2} = \pm 0,05 \text{ мл.}$ , 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)

$$V_{b_3} = \frac{2000(9,5-0,05) - (9,04 + 41,2)(100-9,5)}{100-9,5} = 158,59 \text{ мл.}$$

6.2 Выбирают для дозирования пипетки без делений 1-го класса на 50 мл с погрешностью  $\pm 0,05 \text{ мл.}$ , на 100 мл с погрешностью  $\pm 0,08 \text{ мл.}$  и пипетку 1 класса на 10 мл с погрешностью  $\pm 0,005 \text{ мл.}$  общая погрешность дозирования  $\Delta V_{b_3} = \pm 0,18 \text{ мл.}$

6.3. Значение абсолютной погрешности приготовления поверочной пробы для третьей точки ( $n=3$ ) рассчитывают по формуле (4.3). Используя данные для третьей точки:  $W_3 = 9,5\%$ ,  $V_{b_3} = 158,6 \text{ мл.}$ ;  $\Delta V_{b_3} = \pm 0,18 \text{ мл.}$ , получаем значение  $\Delta W_3 = \pm 0,009 \text{ мл.}$

7. Пример расчета по программе на микрокалькуляторе "Электроника В3-21" при использовании исходных данных предыдущего примера.

7.1 Алгоритм расчета объема воды для дозирования методом последовательных добавок

$$V_{b_n} = \frac{W \cdot V_H - V_H \cdot W_{act} - (100-W) \sum_{i=1}^{n-1} V_{b_i}}{100-W} = \frac{V_H(W-W_{act})}{100-W} - \sum_{i=1}^{n-1} V_{b_i}$$

Рассчитываем значение

$$V_{B_1} = \frac{V_H(W - W_{0,05})}{100 - W}$$

исходные данные:

$$V_H = 2000 \quad W = 6,5 \quad W_{0,05} = 0,05$$

набираем программу

$P \quad R P \quad F2 \uparrow F4 - P0 \quad P4 \uparrow P5 - 1 F3 X 1$   
 $P0 \div \uparrow \quad F8 - P8 \quad C/P \quad P \quad PP$

вводим исходные данные в регистры памяти:

100	P2	2000	P3	0,5	P4	0,05	P5
0	P8	P6		P7	B/0	C/P	

Ответ: 9,04

7.1.2. Для расчета  $V_{B_2} = \frac{V_H(W - W_{0,05})}{100 - W} - V_{B_1}$

исходные данные:

$$V_H = 2000 \quad W = 2,5 \quad W_{0,05} = 0,05$$

набираем:

2,5      P4      B/0      C/P

Ответ: 41,2

7.1.3. Для расчета  $V_{B_3} = \frac{V_H(W - W_{0,05})}{100 - W} - (V_{B_1} + V_{B_2})$

исходные данные:

$$V_H = 2000 \quad W = 9,5 \quad W_{0,05} = 0,05$$

Набираем:

9,5      P4      B/0      C/P

Ответ: 167,62

7.2 Алгоритм расчета номинального влагосодержания поверочной пробы

$$W = \frac{V_H \cdot W_{0cm} + 100 (V_{Bn} + \sum_{i=1}^{n-1} V_{Bi})}{V_H + V_{Bn} + \sum_{i=1}^n V_{Bi}}$$

7.2.1 Расчитываем значение  $W_1 = \frac{V_H \cdot W_{0cm} + 100 V_{B_1}}{V_H + V_{B_1}}$

исходные данные:

$$V_H = 2000 \quad W_{0cm} = 0,05 \quad V_{B_1} = 9,04$$

запускаем программу

F31 F6+P7 F21 F6xPQ F31 F5x1  
PQ+1 F7 ÷ C/P P PP

вводим исх. данные в регистры памяти:

$$100 \quad P_2 \quad 2000 \quad P_3 \quad 0,05 \quad P_5 \quad 9,04 \quad P_6$$

$$B/0 \quad C/P$$

7.2.2 Рассчитываем значение  $W_2 = \frac{V_H \cdot W_{0cm} + 100 (V_{B_1} + V_{B_2})}{V_H + V_{B_1} + V_{B_2}}$

вводим исходные данные:

$$50,24 \quad P_6 \quad B/0 \quad C/P$$

7.2.3 Для расчета  $W_3 = \frac{V_H \cdot W_{0cm} + 100 (V_{B_1} + V_{B_2} + V_{B_3})}{V_H + V_{B_1} + V_{B_2} + V_{B_3}}$

вводим значение  $(V_{B_1} + V_{B_2} + V_{B_3}) \quad P_6 \quad B/0 \quad C/P$

7.3 Алгоритм расчета абсолютной погрешности приготовленной поверочной пробы

$$\Delta W = 1,1 \sqrt{\frac{(100 - W_{0cm})^2 [V_H^2 (\Delta V_{Bn}^2 + \sum_{i=1}^n V_{Bi}^2) + \Delta V_H^2 (V_{Bn} + \sum_{i=1}^n V_{Bi})^2 + V_H^2 (V_H + \sum_{i=1}^n V_{Bi})^2 \cdot \Delta W_{0cm}^2]}{(V_H + \sum_{i=1}^n V_{Bi})^2}}$$

7.3.1 Рассчитываем значение  $\Delta W_1$

$$\Delta W_1 = 1,1 \sqrt{\frac{(100 - W_{0cm})^2 [V_H^2 \Delta V_{B_1}^2 + \Delta V_H^2 V_{B_1}^2] + V_H^2 (V_H + V_{B_1})^2 \cdot \Delta W_{0cm}^2}{(V_H + V_{B_1})^2}}$$

исходные данные:

$$V_H = 2000 \quad \Delta V_H = \pm 2 \quad W_{0cm} = 0,05 \quad \Delta W_{0cm} = \pm 0,01$$

$$V_{B_1} = 9,04 \quad \Delta V_{B_1} = \pm 0,00$$

вводим программы

$P \text{ } P7 \text{ } F6 \text{ } 1 \text{ } F3 + F1-1 \text{ } PQ \text{ } F6 \text{ } F1-1 \text{ } P6 \text{ } F4 \text{ } F1-1$   
 $\times PQ \text{ } P7 \text{ } F1-1 \text{ } F3 \text{ } F1-1 \text{ } P3 \times 1 \text{ } PQ +$   
 $PQ \text{ } P4 \times F2 \text{ } 1 \text{ } F5 - F1-1 \text{ } P0 \times PQ \text{ } PQ$   
 $F1-1 \text{ } F4 \times 1 \text{ } F3 \times 1 \text{ } PQ \text{ } PQ + FB7 \text{ } 1$   
 $F4 \div C/P \text{ } P \text{ } PQ$

вводим исходные данные:

100 P2 2000 P3 2P4 0,05 P5  
9,04 P6 0,05 P7 0P8 0,01 PQ  
B/0 C/P

полученный результат  $\uparrow 1,1$

ответ 0,011

7.3.2 для расчета

$$\Delta W_2 = 1,1 \frac{(400 - W_{001})^2 [V_H^2 (\Delta V_{B_1}^2 + \Delta V_{B_2}^2) + \Delta V_H^2 (V_{B_1} + V_{B_2})^2] + V_H^2 (V_H + V_{B_1} + V_{B_2})^2 \Delta W_{001}^2}{(V_H + V_{B_1} + V_{B_2})^2}$$

вводим исходные данные

$$V_{B_1} + V_{B_2} = 9,04 + 41,2 = 50,24 \quad \Delta V_{B_2} = \pm 0,05$$

50,24 P6 0P8 PQ Cx  
0,01 PQ B/0 C/P

ответ: 0,0101

7.3.3 для расчета  $\Delta W_3$

вводим исходные данные:

$$V_{B_1} + V_{B_2} + V_{B_3} = 9,04 + 41,2 + 167,62 = 217,86$$

$$\Delta V_{B_3} = \pm 0,18$$

217,86 P6 0P8 0,18 P7  
PQ Cx PQ Cx 0,01 PQ B/0 C/P

ответ: 0,0100