

ДВУСТОРОННИЕ ПИЛОТНЫЕ СЛИЧЕНИЯ В ОБЛАСТИ ИЗМЕРЕНИЙ ПЛОТНОСТИ ЖИДКОСТИ

АННОТАЦИЯ

В данной статье рассмотрены результаты сличений, в которых РГП «Казахстанский Институт стандартизации и метрологии» (КазСтандарт) участвовал в рамках Евро-азиатского сотрудничества государственных метрологических учреждений (КООМЕТ). В статье обсуждается организация двухсторонних пилотных сличений государственных эталонов плотности жидкости между КазСтандартом и Узбекским национальным институтом метрологии (УзНИМ), где КазСтандарт выступил в роли пилотной лаборатории. Основная цель сличений – подтверждение точности и международной прослеживаемости эталонов плотности.

Целью сличений эталонов единицы плотности жидкости является сравнение результатов измерений плотности образцов жидкостей, выполненных лабораториями-участницами. Измерения плотности жидкости в основном выполняются лабораториями, чтобы обеспечить средствами калибровки и поверки рабочие средства измерений плотности, такие, например, как ареометры и вибрационные плотномеры.

Плотность, как важная физическая характеристика, измеряется в различных отраслях промышленности. В статье рассматриваются измерение плотности жидкости методом гидростатического взвешивания эталонной меры плотности, погруженной в испытываемые образцы жидкости. Этот метод измерения плотности жидкости и твёрдых тел, основанный на законе Архимеда.

КазСтандарт, обладая государственным эталоном плотности жидкости, принимает активное участие в международных сличениях для обеспечения единообразия и точности измерений на глобальном уровне. В рамках проекта КООМЕТ 555/AZ-a/12 были проведены сличения с ВНИИМ им. Д.И. Менделеева, где КазСтандарт подтвердил свою компетентность.

Ключевые слова: КООМЕТ, сличения, неопределённость, плотность

BILATERAL PILOT COMPOUNDS IN THE AREA OF FLUID DENSITY MEASUREMENTS

ANNOTATION

This article discusses the results of comparisons in which the RSE "Kazakhstan Institute of Standardization and Metrology" (KazStandart) participated in the framework of the Euro-Asian cooperation of state metrological institutions (COOMET). The article discusses the organization of bilateral pilot comparisons of state standards of liquid density between Kazstandart and the Uzbek National Institute of Metrology (UzNIM), where KazStandart acted as a pilot laboratory. The main purpose of the comparisons is to confirm the accuracy and international traceability of density standards.

The purpose of comparing the standards of the liquid density unit is to compare the results of density measurements of liquid samples performed by participating laboratories. Liquid density measurements are mainly performed by laboratories in order to provide calibration and verification tools for working density measurements, such as hydrometers and vibration density meters.

Density, as an important physical characteristic, is measured in various industries. The article discusses the measurement of liquid density by hydrostatic weighing of a reference density measure immersed in the liquid samples under test. This is a method for measuring the density of liquids and solids based on Archimedes' law.

KazStandart, having the state standard of liquid density, takes an active part in international comparisons to ensure uniformity and accuracy of measurements at the global level. Within the framework of the COOMET 555/AZ-a/12 project, comparisons were conducted with the Mendeleev VNIIM, where KazStandart confirmed its competence.

Keywords: COOMET, comparisons, uncertainty, density



РГП «КазСтандарт» проводит постоянные работы по совершенствованию, созданию, исследованию и расширению функциональных возможностей эталонов и эталонного оборудования Казахстана.

Государственный эталон единицы плотности жидкости (Рис.1) предназначен для воспроизведения, хранения и передачи единицы плотности жидкости в диапазоне от 650 до 2000 кг/м³, при помощи рабочих эталонов (или непосредственно) рабочим средствам измерений в соответствии с Государственной поверочной схемой.

Принцип действия эталона основан на измерениях плотности жидкости методом гидростатического взвешивания эталонных поплавков в воздухе и в жидкости с известными значениями плотности при заданной температуре измерений.

Эталон состоит из комплекса следующих средств измерений:

- эталонных мер плотности;
- аналитические весов;
- термостата жидкостного низкотемпературного;
- стеклянных ртутных термометров;
- термогигрометры.



Рис.1 Государственный эталон единицы плотности жидкости

Государственный эталон единицы плотности жидкости используются для поверки и калибровки ареометров 1-го и 2-ого разрядов спиртомеров, сахарометров, ареометров для нефти, плотномеров типа DE, DMA и т.д., для разработки и производства стандартных образцов плотности жидкостей и т.д.

Плотность является физической величиной, характеризующей физико-химические свойства веществ. Измерение плотности играет существенную роль при проведении исследовательских работ в

различных отраслях науки и техники, равно как при осуществлении контроля за технологическими процессами и качеством продукции.

Следует отметить большое значение приборов для автоматического измерения плотности, которые являются элементом комплексной автоматизации целого ряда производственных процессов во многих отраслях промышленности химической, металлургической, нефтяной, пищевой и др.

Значительную роль измерения плотности играют в организации правильной системы количественного учета жидких веществ при их приемке, хранении и отпуске, когда масса жидкостей, например горючесмазочных материалов не может быть измерена непосредственным взвешиванием на весах. Количество жидкости сначала определяют в объемных единицах, а затем, умножая на плотность, найденную для тех же условий, что и объем, переводят в единицы массы.

Вот почему во всем мире вопросам организации правильного измерения плотности придается большое значение. В мире установлены единые условия измерения плотности, запрещено применение условных шкал, введена единая нормальная температура для всех ареометрических приборов, проведена стандартизация ряда лабораторных приборов для измерения плотности, налажено промышленное производство этих приборов, внедрена четкая система их поверки, расширяется выпуск автоматических плотномеров.

В сентябре 2014 г. на 19-м заседании технического комитета ТК 1.6 «Масса и связанные с ней величины» было принято решение о проведении дополнительных сличений в области измерений плотности жидкости. Пилотной лабораторией выступала научно-исследовательская лаборатория государственных эталонов и научных исследований ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева», г. Санкт-Петербург, РФ. В 2015 году IV квартале РГП «КазСтандарт» принял участие в дополнительных сличениях СОOMET №555/AZ/12 «Сличения жидких образцов плотности».

Измерения выполнялись на четырех образцах плотности жидкости, поставляемых ВНИИМ, как пилот - лабораторией. Образцы плотности жидкости приготовлены из тридекана, тетрахлорэтилена, дистиллированной воды и высоковязкого масла и не квалифицируется как опасный продукт. Каждая жидкость поставляется в стеклянных бутылках в количестве не менее 20 дм³ каждой.



В 2019 году на заседании технического комитета ТК 1.6 «Масса и связанные величины» было принято решение о проведении двухсторонних пилотных сличений в области измерений плотности жидкости между КазСтандарт и УзНИМ по теме 789/KZ-а/19 «Пилотные сличения по плотности жидкости в диапазоне от 600 до 1000 kg/m³».

Это стало важным шагом для КазСтандарт, так как организация впервые выступала в роли пилотной лаборатории, имея опыт участия в предыдущих международных сличениях.

Основной целью пилотных сличений является не только проверка и оценка точности измерений плотности жидкости, но и обмен опытом, знаниями и лучшими практиками. По просьбе УзНИМ, КазСтандарт делится своим опытом участия в международных сличениях, а также знаниями, накопленными в процессе проведения таких мероприятий. Это позволяет не только укрепить сотрудничество между метрологическими институтами, но и способствует повышению качества измерений и развитию новых методик, соответствующих международным стандартам.

Пилотные сличения способствуют поддержанию единства измерений в рамках Евро-азиатского сотрудничества (далее-КОOMET), что необходимо для признания результатов измерений в международном сообществе.

Пилотные сличения позволяют установить более тесное сотрудничество между метрологическими учреждениями различных стран, что способствует обмену опытом и информацией, а также улучшению качества измерений.

Участие в сличениях помогает лабораториям подтвердить свою компетентность и соответствие международным требованиям, что особенно важно в контексте аккредитации и признания их результатов на международном уровне.

Для успешного проведения сличений пилотной лабораторией разрабатывается и согласовывается Технический протокол, который содержит:

- описание последовательности действий при проведении сличений;
- детальное описание средств измерений: модель, тип, серийный номер, размеры, вес, упаковка и технические данные;
- рекомендации по обращению с транспортируемым эталоном сравнения, включая инструкции по распаковке, пересылке и упаковке;
- последовательность действий при распаковке эталонов сравнения в каждой лаборатории;

- испытания и проверки, которые необходимо провести перед началом измерений;
- условия эксплуатации эталона сравнения во время измерений;
- форму представления результатов измерений;
- методику выполнения измерений;
- оценку неопределенности измерений и рекомендации по её расчёту, включая ковариационную матрицу;
- срок представления результатов измерений, который составляет один месяц после завершения измерений.

КазСтандартом был подготовлен и направлен объекты сличений. Объектами сличений представляет собой эталонные образцы плотности жидкости гептана, воды и масла высокой вязкости 1100 мПас (при 20°C).

Каждая жидкость поставляется во флаконе вместимостью 500 мл. После измерений лабораторией образцы отправляются обратно лаборатории-пилоту, для повторных измерений с целью определения возможного изменения плотности образцов в процессе транспортировки и выполнения измерений лабораторией.

Методика измерений и расчет плотности

Для сличения выбрана температура 20°C.

Для каждой жидкости при 20°C выполнены не менее десяти измерений. Плотность жидкости рассчитывают по уравнению:

$$\rho_{ПЖ} = \frac{M_{П} - (1 - e_{В} / 8000)M_{ПЖ}}{V_{П}} \quad (1)$$

где, $\rho_{ПЖ}$ - плотность жидкости, кг/м³;
 - $M_{ПЖ}$ результат взвешивания поплавка в жидкости, кг;
 - $M_{П}$ и $V_{П}$ масса и объем поплавка, определяемые из сертификата на поплавок, кг и м³ соответственно;
 - $e_{В}$ плотность воздуха с учетом атмосферного давления и температуры, кг/м³; 8000 – условная плотность материала гирь, кг/м³.

Неопределенность измерений

При оценке неопределенности измерений плотности жидкостей включают все влияющие величины, их значения и стандартные неопределенности. Расширенная неопределенность результата измерения плотности жидкости, представленная в виде: $U_{95} = k_{95} \cdot u_c$ рассчитывается в соответствии с ИСО 1725 «руководство по выражению неопределенности измерений».

Для вычисления неопределенности кинематической вязкости жидкости рассматриваются следующие составляющие.



Суммарная стандартная неопределенность плотности жидкости оценивается на основании формулы (1) в следующем виде:

$$u_c(\rho_{ПЖ}) = \sqrt{c^2\left(\frac{M_{П}}{V_{П}}\right)u^2\left(\frac{M_{П}}{V_{П}}\right) + c^2(M_{ПЖ})u^2(M_{ПЖ}) + c^2(V_{П})u^2(V_{П}) + c^2(e_B)u^2(e_B)} \quad (2)$$

Стандартная неопределенность соотношения массы и объема поплавка берется из сертификата калибровки поплавка в предположении нормального распределения:

$$u\left(\frac{M_{П}}{V_{П}}\right) = \frac{U}{2} \quad (3)$$

U – значение расширенной неопределенности из сертификата.

Коэффициент чувствительности стандартной неопределенности соотношения массы и объема поплавка вычисляется по производному уравнения измерений (1):

$$c\left(\frac{M_{П}}{V_{П}}\right) = 1 \quad (4)$$

Стандартная неопределенность массы взвешенного поплавка в жидкости состоит из двух составляющих и определяется по следующей формуле:

$$u(M_{ПЖ}) = \sqrt{u_A^2(M_{ПЖ}) + u_B^2(M_{ПЖ})} \quad (5)$$

Первая составляющая по типу А стандартной неопределенности массы взвешенного поплавка в жидкости, обусловленная случайным разбросом результатов измерений, вычисляется по формуле:

$$u_A(M_{ПЖ}) = \sqrt{\frac{1}{n(n-1)} * \sum_{i=1}^n (M_{ПЖ_i} - M_{ПЖ_{cp}})^2} \quad (6)$$

Вторая составляющая по типу В стандартной неопределенности массы взвешенного поплавка в жидкости является стандартная неопределенность применяемого для взвешивания массы поплавка весов, указанная в документе на весы. В случае указания в документе на весы только его погрешность Δb , предполагая прямоугольное распределение вероятности стандартную неопределенность оценивают по следующей формуле:

$$u_B(M_{ПЖ}) = \frac{\Delta b}{\sqrt{3}} \quad (7)$$

Коэффициент чувствительности стандартной неопределенности массы взвешенного поплавка в жидкости вычисляется по производному уравнения измерений (1):

$$c(M_{ПЖ}) = \frac{e_B / 8000 - 1}{V_{П}} \quad (8)$$

Стандартная неопределенность объема поплавка оценивается в предположении прямоугольного распределения вероятности в пределах цены деления значения объема поплавка, указанного в сертификате на калибровку.

$$u(V_{П}) = \frac{\delta V_{П}}{2\sqrt{3}} \quad (9)$$

Коэффициент чувствительности стандартной неопределенности объема поплавка вычисляется по производному уравнения измерений (1):

$$c(V_{П}) = \frac{(1 - e_B / 8000)M_{ПЖ} - M_{П}}{V_{П}^2} \quad (10)$$

Плотность воздуха вычисляют по формуле:

$$e_B = \frac{e_0(B - P_{ВП})}{760 * (1 + 0,00366t)} + \varphi \rho_{ВП} \quad (11)$$

где, e_0 – плотность воздуха при температуре 0°C и нормальном атмосферном давлении ($1,294 \text{ кг/м}^3$);

B – атмосферное давление воздуха во время поверки ареометра, мм. рт. ст.;

t – температура воздуха, 0°C ;

φ – относительная влажность воздуха, доли единицы;

$P_{ВП}$ – парциальное давление водяного пара при температуре t, мм рт.ст.;

$\rho_{ВП}$ – плотность насыщенного водяного пара при температуре t, кг/м^3 .

Стандартная неопределенность плотности воздуха при температуре 0°C и нормальном атмосферном давлении ($1,294 \text{ кг/м}^3$), рассчитывается в предположении прямоугольного распределения в пределах цены деления нормального значения атмосферного давления $1,294 \text{ кг/м}^3$:

$$u(e_0) = \frac{0,001}{2\sqrt{3}} = 0,000289_{\text{кг/м}^3} \quad (12)$$

Литература:

1. Технический протокол COOMET №555/AZ/12 (COOMET.M.D-S1)
2. «Руководство по выражению неопределенности измерений», Международная организация по стандартизации (ISO), 1995.
3. «Mutual recognition of national measurement standards and of calibration and measurement certificates issued by national metrology institutes». BIPM, Paris, 14 October 1999.
4. R.S. Davis. «Equation for the Determination of the Density of Moist Air (1981/91)», Metrologia, 1992, vol. 29, pp. 67-70.
5. «Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement», International Organization for Standardization (ISO), 1995.