

**«Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии
им. Д.И. Менделеева»
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»**

СОГЛАСОВАНО

Генеральный директор

ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

А.Н. Пронин

2023 г.



Государственная система обеспечения единства измерений

**ИЗМЕРИТЕЛИ УДЕЛЬНОЙ ЭЛЕКТРОПРОВОДНОСТИ
УГЛЕВОДОРОДНЫХ ЖИДКОСТЕЙ ФАЛЬКОН-100**

Методика поверки

МП 2450-0030-2023

И.о. руководителя научно-исследовательской
лаборатории госэталонов в области
физико – химических свойств жидкостей

М. В. Беднова

г. Санкт-Петербург
2023 г.

Содержание

1. Общие положения	3
2. Перечень операций поверки средства измерений	3
3. Требования к условиям проведения поверки	4
4. Требования к специалистам осуществляющим поверку	4
5. Метрологические и технические требования к средствам поверки	5
6. Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки	6
7. Внешний осмотр средства измерений	7
8. Подготовка к поверке и опробование средства измерений	7
9. Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	7
10. Оформление результатов поверки	10

1. Общие положения

Настоящая методика поверки распространяется на измерители удельной электропроводности углеводородных жидкостей Фалькон-100 (далее – измерители).

При поверке измерителей должна быть обеспечена прослеживаемость к государственному первичному эталону единицы удельной электрической проводимости жидкостей в диапазоне от 0,001 до 50 См/м ГЭТ 132-2018 в соответствии с государственной поверочной схемой для средств измерений удельной электрической проводимости жидкостей, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 27.12.2018 № 2771.

Реализация методики поверки производится косвенным измерением поверяемым измерителем величин, воспроизводимых мерами электрического сопротивления постоянного тока.

При использовании настоящей методики поверки целесообразно проверить действие ссылочных документов по соответствующему указателю стандартов, составленному по состоянию на «01» января текущего года и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

2. Перечень операций поверки средства измерений

При проведении поверки должны быть выполнены следующие операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1.

Наименование операции поверки	Обязательность выполнения операций поверки при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
1. Внешний осмотр	Да	Да	п. 7
2. Опробование (при подготовке к поверке и опробовании средства измерений)	Да	Да	п. 8
3. Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям			п. 9
3.1 Определение постоянной измерительного электрода	Да	Да	п. 9.1
3.2 Проверка диапазона измерений УЭП средства измерений	Да	Да	п. 9.2
3.3 Определение основной абсолютной погрешности измерительного канала УЭП	Да	Да	п. 9.3

Продолжение таблицы 1.

Наименование операции поверки	Обязательность выполнения операций поверки при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
3.4 Проверка дополнительной абсолютной погрешности измерений УЭП, вызванной отклонением температуры окружающей среды от 20 °С	Да	Нет	п. 9.4
4. Оформление результатов поверки	Да	Да	п. 10

При отрицательных результатах операций пп. 1-2 таблицы 1, дальнейшая поверка прекращается.

3. Требования к условиям проведения поверки

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие нормальные условия:

- температура окружающего воздуха, °С: от 19 до 21
- относительная влажность воздуха, %: от 30 до 80
- атмосферное давление, кПа: от 84 до 106,7
- температура анализируемой жидкости, °С: от 19,5 до 20,5

Требования к условиям измерений при определении постоянной электрода приведены в таблице 2.

Таблица 2.

Наименование характеристики	Значение	Допускаемое отклонение
Частота переменного тока, кГц	500	0,1 %
Температура анализируемой жидкости, °С	от 19,5 до 21,5	± 0,4

4. Требования к специалистам, осуществляющим поверку

К работе с СИ, используемыми при поверке, допускаются лица, прошедшие инструктаж по технике безопасности при работе с электроизмерительными приборами и изучившие эксплуатационную документацию на анализаторы.

5. Метрологические и технические требования к средствам поверки

Таблица 3 Перечень средств поверки

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
п. 3. Требования к условиям проведения поверки	Средства измерений температуры окружающей среды от +19 °С до +21 °С с абсолютной погрешностью не более $\pm 0,3$ °С;	Термогигрометр ИВА, модификация ИВА-6Н-Д, рег. № 46434-11
	Средства измерений относительной влажности воздуха в диапазоне от 30 % до 80 % с абсолютной погрешностью не более 2 %	
	Средства измерений атмосферного давления в диапазоне от 840 до 1067 гПа, с абсолютной погрешностью не более 2,5 гПа;	
п. 8 Подготовка к поверке и опробование средства измерений	Средства измерений температуры окружающей среды от +19 °С до +21 °С с абсолютной погрешностью не более $\pm 0,3$ °С;	Термогигрометр ИВА, модификация ИВА-6Н-Д, рег. № 46434-11
	Средства измерений относительной влажности воздуха в диапазоне от 30 % до 80 % с абсолютной погрешностью не более 2 %	
	Средства измерений атмосферного давления в диапазоне от 840 до 1067 гПа, с абсолютной погрешностью не более 2,5 гПа	
	Вспомогательные средства: Гептан нормальный эталонный ГОСТ 25828-83; Изопропиловый спирт абсолютированный по ГОСТ 9805-84	
п. 9 Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	Средства измерений температуры жидких сред от +19,5 °С до +20,5 °С, с абсолютной погрешностью не более $\pm 0,1$ °С	Термометр лабораторный электронный ЛТ-300, рег. № 61806-15
	Средства измерений электрической емкости, диапазон измерения емкости от 10 пФ до 40 пФ, с абсолютной погрешностью не более $\pm(0,002 \cdot C_{\text{изм.}})$ Примечание: $C_{\text{изм.}}$ измеренное значение емкости	Измеритель иммитанса цифровой «АМ-3001», рег. № 36304-07

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
	<p>Меры электрического сопротивления постоянного тока с номинальными значениями 10 ГОм; 2 ГОм; 1 ГОм; 0,5 ГОм, соответствующие рабочему эталону не ниже 4-го разряда по ГПС для средств измерений электрического сопротивления постоянного и переменного тока, в соответствии с государственной поверочной схемой для средств измерений электрического сопротивления постоянного и переменного тока утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 30.12.2019 № 3456.</p>	<p>Меры электрического сопротивления многозначные АКИП-7516, рег.№ 83762-21;</p>
	<p>Вспомогательные средства: Гептан нормальный эталонный по ГОСТ 25828-83; Термостат воздушный с охлаждением М-5/120-1000 ТСО, диапазон воспроизводимых температур от +10 °С до +30 °С, допускаемое отклонение температуры в контрольной точке, в установившемся тепловом режиме ±2 °С.</p>	

Допускается применение средств поверки с метрологическими и техническими характеристиками, обеспечивающими требуемую точность передачи единиц величин поверяемому измерителю.

Средства поверки, указанные в таблице 3, должны быть поверены в установленном порядке с обязательным занесением сведений о положительных результатах поверки в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений. Допускается применение аналогичных средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемого средства измерений с требуемой точностью

6. Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

6.1 Перед включением СИ, применяемых при поверке, должен быть проведен внешний осмотр приборов с целью определения исправности и электрической безопасности включения их в сеть. Также необходимо проверить, заземлены ли они в соответствии с требованиями, указанными в эксплуатационной документации.

6.2 При проведении поверки соблюдают требования техники безопасности.

- при работе с химическими реактивами - по ГОСТ 12.1.007-76 «МГС. Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности» и ГОСТ 12.4.021-75 «МГС. Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования».

- при работе с электроустановками - по ГОСТ 12.1.019 «МГС Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты»

и ГОСТ 12.2.007.0-75 «МГС. Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности».

6.3 Помещение, в котором проводится поверка, должна соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004-91 «МГС. Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования» и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009-83 «МГС. Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание».

7. Внешний осмотр средства измерений

- При проведении внешнего осмотра измерителя проверяют:
- соответствие комплектности и внешнего вида измерителя приведенным в описании типа;
- наличие знака утверждения типа в соответствии с описанием типа;
- отсутствие дефектов, способных оказать влияние на безопасность проведения поверки и (или) на результат поверки измерителя;

Измеритель считается выдержавшим внешний осмотр, если он соответствует перечисленным выше требованиям. Измерители, не соответствующие указанным требованиям, не допускаются к поверке.

8. Подготовка к поверке и опробование средства измерений

8.1 Выдержать поверяемый измеритель в помещении в условиях, соответствующих условиям поверки, не менее 8 ч. В случае, если поверяемый измеритель находился при температуре ниже 0 °С время выдержки должно быть не менее 24 ч.

8.2 Провести контроль условий поверки.

8.3 Подготовить средства поверки и поверяемый измеритель к работе в соответствии с их эксплуатационной документацией (далее — ЭД).

8.4 На поверку предоставляется предварительно настроенный и откалиброванный измеритель в соответствии с руководством по эксплуатации.

8.5 Приготовить промыточный раствор по п.п. 7.1.1 ГОСТ 33461-2015 «Топлива авиационные и дистиллятные. Методы определения электрической проводимости».

8.6 При опробовании проверяется функционирование измерителя согласно разделу «Выполнение измерений на кондуктометре Фалькон-100», документа «Измеритель удельной электропроводности углеводородных жидкостей Фалькон-100. Техническое описание и инструкция по эксплуатации».

9. Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

9.1 Определение постоянной измерительного электрода

9.1.1 Определение постоянной измерительного электрода осуществляется путем измерений электрической емкости электрода на воздухе и в сосуде с гептаном на измерителе емкости по формуле:

$$K_э = \frac{\epsilon_0(\epsilon_r - 1)}{(C_r - C_B)} \quad (1)$$

где:

ϵ_0 - диэлектрическая проницаемость вакуума, пФ/м, значение 8,854;

ϵ_r^1 - относительная проницаемость гептана при +20 °С, значение 1,924;

C_r - среднеарифметическое значение электрической емкости электрода, рассчитанное по

¹ Примечание: в качестве углеводородной жидкости используется гептан нормальный эталонный по ГОСТ 25828-83, как вещество с известными значениями относительной проницаемости, приведенными в ГСССД «Диэлектрические свойства чистых жидкостей» Ахадов Я. Ю

формуле 3, пФ;

$C_{\text{в}}$ – среднееарифметическое значение электрической емкости электрода, рассчитанное по формуле 2, пФ.

9.1.2 Для определения электрической емкости электрода в воздухе перед каждым измерением электрод промывают раствором 50 % изопропилового спирта и 50 % гептана, затем высушивают. Подключают соответствующим образом подготовленный электрод к измерителю емкости и определяют по его показаниям величину $C_{\text{в}i}$, с установленной частотой измерений 100 кГц. После чего электрод отсоединяют от измерителя емкости и повторяют измерения еще 4 раза.

Примечание: отсоединения измерительного электрода от измерителя емкости после каждого измерения строго обязательны, т.к. условия подсоединения могут влиять на результаты измерений.

9.1.3 Для определения электрической емкости электрода при погружении в сосуд с гептаном перед каждым измерением электрод промывают раствором 50 % изопропилового спирта и 50 % гептана, затем высушивают. Емкость с гептаном помещают в жидкостной термостат, устанавливая температуру в термостате на плюс 20 °С. Подключают электрод к измерителю емкости, опускают электрод в сосуд с гептаном и определяют по показаниям измерителя емкости величину $C_{\text{г}i}$, с установленной частотой измерений 100 кГц. После чего электрод вынимают из сосуда с гептаном, отсоединяют от измерителя емкости и повторяют измерения 4 раза.

Примечание: отсоединения измерительного электрода от измерителя емкости после каждого измерения строго обязательны, т.к. условия подсоединения могут влиять на результаты измерений и их погрешность.

9.1.4 По полученным в п. 9.1.2 и 9.1.3 результатам рассчитывают среднее арифметическое измеренных значений электрической емкости электрода в гептане и на воздухе в соответствии с формулами:

$$C_{\text{в}} = \frac{\sum C_{\text{в}i}}{5} \quad (2)$$

$$C_{\text{г}} = \frac{\sum C_{\text{г}i}}{5} \quad (3)$$

Результаты определения считаются положительными, если рассчитанное по формуле (1) значение K_2 находится в пределах значений от 0,9 до 1,1 м⁻¹,

9.2 Проверка диапазона измерений УЭП

Проверка диапазона измерений УЭП проводится путем сравнения показаний вторичного преобразователя измерителя $A_{\text{изм}i}$, при подключении к нему мер сопротивления постоянного электрического тока (далее – мер) и расчетных значений УЭП $A_{\text{расч}i}$, соответствующих значениям мер.

Меры электрического сопротивления постоянного тока выбирают в соответствии с таблицей 4.

Таблица 4.

Диапазон измерений УЭП измерителя, пСм/м	Номинальное значение мер сопротивления постоянного электрического тока, R, ГОм	Номинальное значение УЭП, соответствующее показаниям измерителя при подключении меры электрического сопротивления, $A_{изм.i}$, пСм/м	Допускаемое отклонение значений УЭП полученных на вторичном преобразователе при подключении к нему меры электрического сопротивления постоянного тока, %
от 1 до 2000	10	100	±3,00
	2	500	±0,60
	1	1000	±0,30
	0,5	2000	±0,15

Расчетные значения УЭП $A_{расч.i}$, соответствующие действительным значениям мер определяют по формуле:

$$A_{расч.i} = \frac{K_3 \cdot 1000}{R_i} \quad (4)$$

где:

K_3 - значение постоянной измерительного электрода, м⁻¹;

R_i – действительное значение мер электрического сопротивления, ГОм.

Для измерений УЭП измерителя выбирают из таблицы 4 меру, подключают к вторичному преобразователю и записывают результат измерений УЭП. Проводят по три измерения УЭП для каждой подключенной меры.

Результаты определения считаются положительными в случае, если значение УЭП, полученное на вторичном преобразователе при подключении к нему меры, соответствует таблице 4.

9.3 Определение основной абсолютной погрешности измерений УЭП измерителя

Для определения основной абсолютной погрешности измерений УЭП измерителя используются величины, определенные по формулам 1 и 4.

К вторичному преобразователю измерителя подключают меру, нажимают на кнопку «М», через 3 с записывают результат измерения.

Операцию повторяют для каждой меры по таблице 4, рассчитывают основную абсолютную погрешность измерений УЭП по формуле:

$$\Delta A = A_{изм.i} - A_{расч.i} \quad (5)$$

где:

$A_{изм.i}$ – измеренное по п. 9.2 значение УЭП при подключении к вторичному преобразователю измерителя меры, пСм/м;

$A_{расч.i}$ – рассчитанное значение УЭП, при помощи действительных значений мер и кондуктивной постоянной измерительного электрода по формуле 4, пСм/м.

Результаты определения считаются положительными, если основная абсолютная погрешность, полученная по формуле 5 не превышает значений:

$$\pm(0,02 \cdot X_{изм} + 1), \text{ пСм/м}$$

где $X_{изм}$ – результат измерений удельной электрической проводимости поверяемым измерителем

9.4 Проверка дополнительной абсолютной погрешности измерений УЭП вызванной отклонением температуры воздуха окружающей среды от 20 °С.

Измеритель помещают в термостат воздушный и последовательно выдерживают в двух точках, расположенных в начальном (+10 °С) и в конечном (+30 °С) участках диапазона температур не менее часа. После каждого термостатирования вынимают из термостата измеритель и в течение 15 минут поочередно проводят измерения с подключенной мерой в соответствии с п 9.2. Рассчитывают абсолютную погрешность измерений УЭП по формуле 5.

Определяют разницу абсолютной погрешности измерений при различной температуре окружающей среды по формулам:

$$\Delta A_{\text{доп.}} = \Delta A_{\text{осн.}} - \Delta A_1 \quad (6)$$

$$\Delta A_{\text{доп.}} = \Delta A_{\text{осн.}} - \Delta A_2 \quad (7)$$

где:

$\Delta A_{\text{доп.}}$ - дополнительная абсолютная погрешность измерений УЭП;

$\Delta A_{\text{осн.}}$ - основная абсолютная погрешность измерений УЭП, определенная при температуре окружающей среды +20 °С;

ΔA_1 - абсолютная погрешность измерений УЭП, определенная при температуре окружающей среды +10 °С;

ΔA_2 - абсолютная погрешность измерений УЭП, определенная при температуре окружающей среды +30 °С.

Результаты определения считаются положительными в случае, если дополнительная абсолютная погрешность измерений УЭП не превышает половины от основной абсолютной погрешности измерений рассчитанной по п. 9.3:

$$\pm((0,02 \cdot X_{\text{изм}} + 1) \cdot 0,5), \text{ пСм/м}$$

где $X_{\text{изм}}$ – результат измерений удельной электрической проводимости поверяемым измерителем

10. Оформление результатов поверки

10.1 При проведении поверки составляется протокол результатов измерений по форме Приложения А, в котором указывается о соответствии/несоответствии измерителя предъявляемым требованиям.

10.2. Результаты поверки оформляют путем внесения соответствующей записи в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений и, при наличии соответствующего заявления владельца средства измерений, предоставляющего средство измерений на поверку, в виде свидетельства о поверке установленной формы (при положительном результате поверке) или извещения о непригодности установленной формы (при отрицательном результате поверки).

10.3. Знак поверки рекомендуется наносить на свидетельство о поверке (при его оформлении).

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ

№ _____ от _____ г.

Наименование средства измерения (эталоны), тип	
Регистрационный номер в Федеральном информационном фонде	
Заводской, серийный, инвентарный или номенклатурный номер	
Изготовитель	
Год выпуска	
Заказчик (наименование и юридический адрес)	

Вид поверки:

Методика поверки:

Средства поверки:

Наименование и регистрационные номера эталона, СИ, в Федеральном информационном фонде	Метрологические характеристики

Условия поверки:

Параметры	Требования НД	Измеренные значения
Температура окружающей среды, °С	от 19 до 21	
Относительная влажность воздуха, %	от 30 до 80	
Атмосферное давление, кПа	от 84 до 106,7	
Температура анализируемой среды, °С	от 19,5 до 20,5	

Результаты поверки:

1. Внешний осмотр

Прибор удовлетворяет требованиям п. 7 МП 2450-0030-2023 «ГСИ. Измерители удельной электропроводности углеводородных жидкостей Фалькон-100».

2. Опробование

Прибор удовлетворяет требованиям п. 8 МП 2450-0030-2023 «ГСИ. Измерители удельной электропроводности углеводородных жидкостей Фалькон-100».

3. 3. Определение метрологических характеристик

Таблица 1. Определение емкостных характеристик измерительного электрода

№ п/п	C_{vi}	№ п/п	C_{Gi}
1		1	
2		2	
3		3	
4		4	
5		5	
	$C_v =$		$C_G =$

Таблица 2. Определение кондуктивной постоянной измерительного электрода

Наименование характеристики	Значение
Диэлектрическая проницаемость вакуума, пФ/м	8,854
Относительная проницаемость гептана при +20 °С	1,924
Емкостные характеристики измерительного электрода (C_G - C_v)	
Расчетное значение кондуктивной измерительного электрода, m^{-1}	

Таблица 3. Определение основной абсолютной погрешности измерений УЭП измерителя

Диапазон измерений УЭП, пСм/м	Действительное значение мер сопротивления постоянного электрического тока, R_i , ГОм	Значение УЭП, соответствующее показаниям измерителя при подключении меры электрического сопротивления, пСм/м	Расчетное значение УЭП соответствующее действительным значениям мер электрического сопротивления, пСм/м	Абсолютная погрешность измерений УЭП, пСм/м
от 1 до 2000				

Таблица 4. Определение допускаемой дополнительной абсолютной погрешности измерений УЭП, вызванной отклонением температуры окружающей среды от 20 °С

Диапазон измерений УЭП измерителя, пСм/м	Дополнительная абсолютная погрешность измерений при температуре 10 °С, пСм/м	Дополнительная абсолютная погрешность измерений при температуре 30 °С, пСм/м	Допускаемые значения дополнительной погрешности измерений, пСм/м

Вывод:

Поверитель: