

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

УТВЕРЖДАЮ

И.о. генерального директора
ФГУП «ВНИИМ
им. Д.И. Менделеева»



А.Н. Пронин
ЗАМЕСТИТЕЛЬ
ГЕНЕРАЛЬНОГО ДИРЕКТОРА
КРИВЦОВ Е. П.
ДОВЕРЕННОСТЬ № 17
ОТ 24 ЯНВАРЯ 2020

Государственная система обеспечения единства измерений

**Генераторы газовых смесей паров этанола в воздухе
«Динго-С34»**

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП-242-2380-2020

И.о. руководителя научно-исследовательского
отдела государственных эталонов в области
физико-химических измерений
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

А.В. Колобова

Ведущий инженер
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

О.В. Фатина

Санкт-Петербург
2020

Настоящая методика поверки распространяется на генераторы газовых смесей паров этанола в воздухе «Динго-С34» (далее – генераторы), предназначенные для приготовления газовых смесей, используемых при проведении поверки, калибровки и испытаний средств измерений паров этанола в выдыхаемом воздухе, в том числе в целях утверждения типа, и устанавливает методику их первичной поверки (до ввода в эксплуатацию и после ремонта) и периодической поверки в процессе эксплуатации.

Генераторы применяются в качестве рабочих эталонов 1-го разряда в соответствии с Государственной поверочной схемой для средств измерений содержания этанола в газовых средах, утвержденной приказом Росстандарта от 30.12.2019 г. № 3452

Примечания:

1) При пользовании настоящей методикой поверки целесообразно проверить действие ссылочных документов по соответствующему указателю стандартов, составленному по состоянию на 1 января текущего года и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году.

Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящей методикой следует руководствоваться заменяющим (измененным) документом. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

2) Методикой поверки не предусмотрена возможность проведения поверки отдельных измерительных каналов и (или) отдельных автономных блоков из состава средства измерений для меньшего числа измеряемых величин или на меньшем числе поддиапазонов измерений.

1 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

1.1 При проведении поверки выполняют операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 – Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта методики поверки
1 Внешний осмотр	6.1
2 Опробование	6.2
– проверка герметичности газовой системы	6.2.1
– проверка работоспособности	6.2.2
– подтверждение соответствия программного обеспечения –	6.2.3
– проверка объемного расхода газовой смеси (при комплектации генератора ротаметром)	6.2.4
3 Определение метрологических характеристик	6.3

1.2 Если при проведении той или иной операции поверки получен отрицательный результат, дальнейшую поверку прекращают.

2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1 При проведении поверки применяют средства, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Средства поверки

Номер пункта методики поверки	Наименование и тип основного или вспомогательного средства поверки; обозначение нормативного документа, регламентирующего технические требования и (или) метрологические (МХ) и основные технические характеристики средства поверки
6	Средства измерений* температуры, относительной влажности воздуха и абсолютного давления, например, прибор комбинированный Testo 622, регистрационный номер в федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений 53505-13, обеспечивающий МХ: – диапазон измерений температуры от +10 °С до +30 °С, пределы допускаемой абсолютной погрешности $\pm 0,5$ °С; – диапазон измерений относительной влажности от 30 % до 80 %, пределы допускаемой абсолютной погрешности ± 3 %; – диапазон измерений абсолютного давления от 80 до 110 кПа, пределы допускаемой абсолютной погрешности $\pm 0,5$ кПа.
6.2	Вода дистиллированная по ГОСТ 6709–72.
6.2.1	Средство измерений* давления газа, диапазон измерений избыточного давления от 0 до 2,5 кПа, пределы допускаемой погрешности $\pm 0,2$ кПа, например, калибратор давления портативный Метран 501-ПКД-Р, регистрационный номер в федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений 22307-09. Секундомер*, пределы допускаемой абсолютной погрешности $\pm 0,2$ с, например, секундомер электронный Счет-1М, регистрационный номер в федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений 40929-09. Шприц инъекционный, номинальная вместимость 100 или 200 мл.
6.2, 6.3	Средство измерений* объемного расхода газа, диапазон измерений расходов от 5 до 11 дм³/мин, пределы допускаемой погрешности $\pm 0,5$ дм³/мин, например, расходомер газа тепловой MASS-VIEW, модель MV-304, регистрационный номер в федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений 55174-13. Поверочный нулевой газ воздух¹⁾ марки Б по ТУ 6-21-5-82 или азот газообразный особой чистоты 1 или 2 сорта по ГОСТ 9293–74 в баллоне под давлением. Вентиль точной регулировки ВТР-1 или ВТР-1-М160. Диапазон рабочего давления от 0 до 150 кгс/см², диаметр условного прохода 3 мм.
6.3	Государственный первичный эталон единиц молярной доли, массовой доли и массовой концентрации компонентов в газовых и газоконденсатных средах ГЭТ 154-2019 (далее – ГЭТ 154). Стандартные образцы состава газовых смесей этанол/азот в баллонах под давлением ГСО 10769–2016. Границы относительной погрешности при $P=0,95$: $\pm(0,6-0,5)$ %. Стандартные образцы состава водного раствора этанола ВРЭ-2 ГСО 8789–2006 или аналогичные; диапазон массовой концентрации этанола от 0,10 до 6,0 мг/см³; границы относительной погрешности при $P=0,95$: ± 1 %. Трубка медицинская из поливинилхлорида (ПВХ), 6х1,5 мм Трубка фторопластовая, 3х0,5 мм Трубка соединительная Т-образная Мундштук квадратный
¹⁾ Допускается использовать компрессор воздушный.	

2.2 Допускается применение средств поверки, не приведенных в перечне (таблица 2), но обеспечивающих определение (контроль) метрологических характеристик поверяемых генераторов с требуемой точностью.

2.3 Все средства поверки, отмеченные знаком «*», должны иметь действующие свидетельства о поверке, газовые смеси (далее – ГС) в баллонах под давлением и стандартные образцы (далее – СО) состава водного раствора этанола – действующие паспорта.

3 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ И ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЕЙ

3.1 Помещение, в котором проводят поверку, должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией.

3.2 Концентрации вредных компонентов в воздухе рабочей зоны (помимо этанола) должны соответствовать требованиям ГОСТ 12.1.005–88.

3.3 Должны быть соблюдены федеральные нормы и правила в области промышленной безопасности «Правила промышленной безопасности опасных производственных объектов, на которых используется оборудование, работающее под избыточным давлением» (утверждены приказом Ростехнадзора № 116 от 25.03.2014 г.).

3.4 Поверку осуществляют лица, ознакомленные с документацией на ГЭТ 154, приказом Росстандарта от 30.12.2019 г. № 3452 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания этанола в газовых средах», настоящей методикой поверки и руководством по эксплуатации (далее – РЭ) генераторов, допущенные к проведению работ на эталонной аппаратуре ГЭТ 154, выполнению поверки средств измерений, прошедшие обучение по работе с газовыми смесями в баллонах под давлением и инструктаж по технике безопасности в установленном порядке.

4 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

4.1 При проведении поверки соблюдают следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °C от +20 до +25;
- относительная влажность окружающего воздуха, % от 30 до 80;
- атмосферное давление, кПа от 84,0 до 106,7;
- массовая концентрация этанола в окружающем воздухе, мг/м³ не более 2,0.

4.2 При проведении поверки соблюдают следующие условия применения стандартных образцов состава водного раствора этанола:

- бутылки с раствором вскрывают непосредственно перед использованием;
- раствор используют для однократной заливки в генератор;
- раствор подлежит замене при превышении максимального времени нахождения раствора в генераторе, указанного в паспорте стандартного образца;
- после использования раствор хранению и повторному использованию не подлежит.

5 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

5.1 Подготавливают генератор к работе в соответствии с требованиями РЭ.

5.2 Подготавливают к работе средства поверки в соответствии с требованиями их эксплуатационной документации.

5.3 Подготавливают к работе аппаратуру ГЭТ 154 согласно эксплуатационной документации.

5.4 Проверяют наличие паспортов и сроков годности ГС в баллонах под давлением и стандартных образцов состава водного раствора этанола. Проверяют наличие и целостность защитных этикеток на бутылках со стандартными образцами состава водного раствора этанола.

5.5 Баллоны с ГС выдерживают в помещении, в котором проводят поверку, не менее 24 ч, поверяемый генератор – не менее 12 ч.

6 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре устанавливают соответствие генератора следующим требованиям:

- отсутствуют внешние повреждения, влияющие на работоспособность и безопасность, в том числе сколы и трещины на емкостях для раствора;
- органы управления, разъемы, штуцера, соединительные провода и кабели исправны;
- надписи и маркировка на корпусе генератора четкие, соответствующие РЭ;
- наличие и целостность уплотнительного кольца для соединения контрольного блока с емкостью для водного раствора этанола;

Результаты внешнего осмотра считают положительными, если генератор соответствует перечисленным требованиям.

6.2 Опробование

6.2.1 Проверка герметичности газовой системы

6.2.1.1 Проверку герметичности газовой системы генераторов выполняют в следующей последовательности:

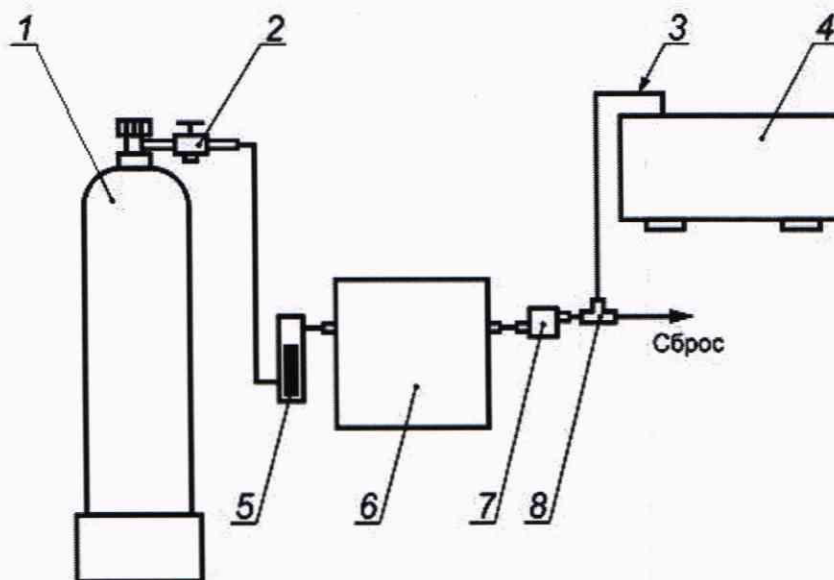
- в емкость для раствора генератора наливают дистиллированную воду и соединяют емкость с контрольным блоком генератора согласно РЭ;
- отверстие подачи воздуха на вход газовой системы генератора закрывают заглушкой;
- к отверстию выхода газовой смеси генератора подсоединяют средство измерений давления газов;
- в линию соединения между генератором и средством измерений давления газов через тройник подсоединяют шприц инъекционный;
- с помощью шприца инъекционного создают избыточное давление в линии ($2,0 \pm 0,4$) кПа и пережимают зажимом трубку, подводящую воздух к шприцу;
- регистрируют показания средства измерений давления газов;
- через 5 мин регистрируют показания средства измерений давления газов повторно.

6.2.1.2 Результаты проверки герметичности газовой системы генератора считают положительными, если падение давления за 5 мин не превышает 0,5 кПа.

6.2.2 Проверка работоспособности

6.2.2.1 Проверку работоспособности генератора выполняют в следующей последовательности:

а) Собирают газовую схему для подачи ГС с выхода генератора на газоанализатор-компаратор входящий в состав ГЭТ 154 (далее – газоанализатор-компаратор) согласно рисунку 1.



- 1 – баллон с воздухом (азотом); 2 – вентиль; 3 – трубка фторопластовая;
 4 – газоанализатор – компаратор; 5 – расходомер из таблицы 2 или ротаметр генератора (при комплектации); 6 – генератор; 7 – квадратный мундштук;
 8 – трубка соединительная Т – образная

Рисунок 1 – Газовая схема для подачи ГС от генератора на газоанализатор-компаратор.

Генератор располагают так, чтобы на него не падали прямые солнечные лучи и вблизи отсутствовали источники охлаждения или нагрева. Сборку схемы ведут ПВХ трубкой. Длина соединительной трубки на выходе генератора - не более 5 см. Перед заливкой раствора в генератор проверяют отсутствие влаги и конденсата на внутренней поверхности емкости для раствора генератора, соединительных трубок и мундштуков, при наличии влаги или конденсата необходимо просушить все элементы генератора.

б) В емкость для раствора генератора наливают дистиллированную воду, соединяют емкость с контрольным блоком генератора, и включают генератор согласно РЭ.

в) После прогрева генератора не менее 15 минут и выхода на рабочий режим согласно РЭ, подают ГС с выхода генератора на газоанализатор-компаратор и регистрируют показание газоанализатора-компаратора.

г) Проводят пять циклов измерений.

6.2.2.2 Результаты проверки работоспособности генератора считают положительными, если все тесты автоматической диагностики генератора завершены успешно, генератор вышел на рабочий режим согласно РЭ, показания газоанализатора-компаратора по каждому циклу измерений не превышают 4 мг/м^3 .

6.2.3 Подтверждение соответствия программного обеспечения

Подтверждение соответствия программного обеспечения проводят визуально путем идентификации номера встроенного программного обеспечения:

- включают генератор согласно РЭ;
- идентификационное наименование программного обеспечения выводится на дисплей при включении генератора.

Результаты проверки соответствия программного обеспечения считают положительными, если на дисплей генератора выводится номер версии программного обеспечения не ниже V1.1.1.

6.2.4 Проверка объемного расхода ГС (при комплектации генератора ротаметром)

6.2.4.1 Проверку объемного расхода газовой смеси выполняют в следующей последовательности:

- в емкость для раствора генератора наливают дистиллированную воду и соединяют емкость с контрольным блоком генератора согласно РЭ;
- подают на вход ротаметра генератора азот/воздух, последовательно задают с помощью вентиля регулировки ротаметра значения расхода 6, 8, 10 л/мин, и измеряют расход на выходе генератора средством измерений объемного расхода газа.

6.2.4.2 Результаты проверки объемного расхода ГС считают положительными, если отклонение заданного значения расхода от измеренного значения составляет не более $\pm 1 \text{ л/мин}$.

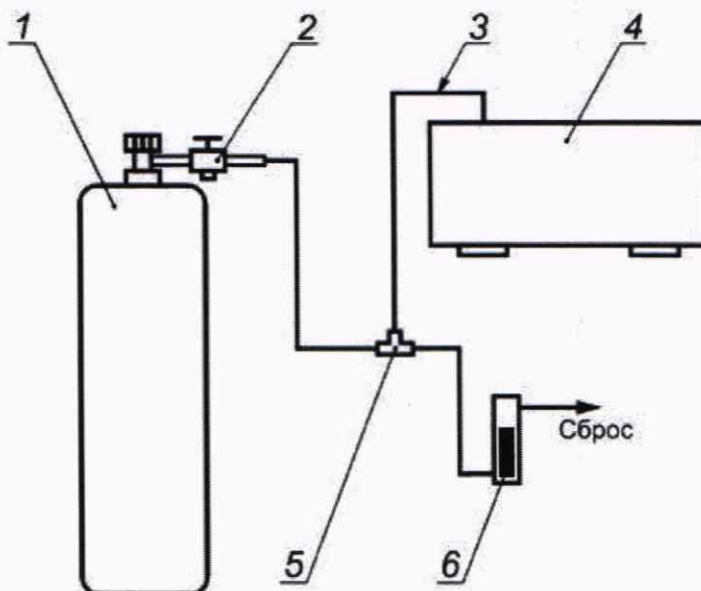
6.3 Определение метрологических характеристик

6.3.1 Погрешность воспроизведения массовой концентрации этанола в газовых смесях на выходе генератора определяют в трех точках диапазона (далее - точки поверки) путем приготовления на генераторе ГС и сличением рассчитанного значения массовой концентрации этанола в ГС с измеренным значением.

Для поверки генераторов используют ГС согласно таблице Б.1 приложения Б:

6.3.2 В каждой точке поверки измерения выполняют в следующей последовательности:

- а) Собирают газовую схему для подачи СО состава газовых смесей этанол/азот в баллонах под давлением (таблица Б.1 приложения Б) на газоанализатор-компаратор согласно рисунку 2. Расход ГС в линии сброса устанавливают не менее $0,20 \text{ дм}^3/\text{мин}$.



1 - баллон с ГС; 2 - вентиль; 3 - трубка фторопластовая; 4 - газоанализатор-компаратор;
5 - трубка соединительная Т-образная; 6 - расходомер

Рисунок 2. Газовая схема для подачи ГС в баллоне под давлением на газоанализатор-компаратор

б) Подают ГС из баллона под давлением на газоанализатор-компаратор и проводят 10 циклов измерений.

в) Собирают газовую схему для подачи ГС с выхода генератора на газоанализатор-компаратор согласно рисунку 1.

г) В емкость для раствора генератора наливают СО состава водного раствора этанола (таблица Б.1 приложения Б), соединяют емкость с контрольным блоком генератора, и включают генератор согласно РЭ.

д) После прогрева генератора не менее 15 минут и выхода на рабочий режим согласно РЭ, подают ГС с выхода генератора на газоанализатор-компаратор и проводят 10 циклов измерений. Значение расхода ГС на выходе генератора устанавливают равным 10 л/мин. Расход ГС контролируют с помощью расходомера из таблицы 2 или ротаметра генератора (при комплектации).

7 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

7.1 По результатам измерений, полученным по 6.3 настоящей методики, в каждой точке поверки рассчитывают значение относительной погрешности генераторов.

7.2 Массовую концентрацию этанола в ГС на выходе генератора, $C_{\text{расч}}^{\text{ГС}}$, мг/м³, рассчитывают по формуле

$$C_{\text{расч}}^{\text{ГС}} = C_{\text{р}}^{\text{д}} \cdot 388,66, \quad (1)$$

где $C_{\text{р}}^{\text{д}}$ – аттестованное значение массовой концентрации этанола в используемом СО состава водного раствора этанола, указанное в паспорте, мг/см³.

7.3 Измеренное значение массовой концентрации этанола в ГС на выходе генератора $C_{\text{изм}}^{\text{ГС}}$, мг/м³, определяют по формулам

$$C_{\text{изм}}^{\text{ГС}} = C_{\text{д}}^{\text{ЭС}} \cdot \frac{P^{\text{ГС}}}{P^{\text{ЭС}}}, \quad (2)$$

$$C_{\text{д}}^{\text{ЭС}} = C_{\text{а}}^{\text{ЭС}} \cdot 1,828, \quad (3)$$

где $P^{\text{ГС}}$ – среднее значение показаний газоанализатора-компаратора при подаче ГС от генератора, мг/м³;

где $P^{\text{ЭС}}$ – среднее значение показаний газоанализатора-компаратора при подаче СО состава газовых смесей этанол/азот в баллонах под давлением, мг/м³;

где $C_{\text{а}}^{\text{ЭС}}$ – аттестованное значение молярной доли этанола в ГС состава этанол/азот в баллоне под давлением, указанное в паспорте, млн⁻¹.

Примечание - Показания газоанализатора-компаратора должны быть приведены для температуры 34°C и давления 101,3 кПа.

7.4 Относительную погрешность генератора в каждой точке поверки δ , %, рассчитывают по формуле

$$\delta = \frac{C_{\text{расч}}^{\text{ГС}} - C_{\text{изм}}^{\text{ГС}}}{C_{\text{изм}}^{\text{ГС}}} \cdot 100 \quad (4)$$

7.5 Результаты определения погрешности генератора считают положительными, если полученные значения погрешности (по модулю) в каждой точке поверки не превышают пределов допускаемой погрешности, указанных в описании типа и РЭ генераторов (см. приложение А).

8 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

8.1 При проведении поверки составляют протокол поверки генератора. Рекомендуемая форма протокола поверки генераторов приведена в приложении В.

8.2 При положительных результатах поверки генератор признают пригодным к применению и выписывают на него свидетельство о поверке установленной формы согласно действующим нормативным правовым актам РФ.

Знак поверки наносится на свидетельство о поверке.

8.3 При отрицательных результатах поверки генератор признают непригодным к применению и выдают извещение о непригодности установленной формы согласно действующим нормативным правовым актам РФ с указанием причин непригодности.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(обязательное)

Основные метрологические характеристики генераторов

Таблица А.1 – Метрологические характеристики

Диапазон воспроизведения массовой концентрации этанола в газовых смесях, мг/м ³	Пределы допускаемой погрешности воспроизведения массовой концентрации этанола в газовых смесях	
	абсолютной, мг/м ³	относительной, %
от 40 до 80 включ.	±4	—
св. 80 до 2000	—	±5
Примечание – Генераторы применяются в комплекте со стандартными образцами состава водного раствора этанола ВРЭ-2 (ГСО 8789–2006) или аналогичными; диапазон массовой концентрации этанола от 0,10 до 6,0 мг/см ³ ; границы относительной погрешности при P=0,95: ±1 %.		

ПРИЛОЖЕНИЕ Б
(обязательное)

**Метрологические характеристики газовых смесей,
используемых при поверке генераторов**

Таблица Б.1 – Метрологические характеристики газовых смесей, используемых при поверке генераторов

Номер ГС	Номинальное значение массовой концентрации этанола в ГС, приготавливаемых на генераторе, пределы допускаемого отклонения, мг/м ³	Номинальное значение массовой концентрации этанола в водных раство- рах этанола ¹⁾ , пределы допускаемого отклонения, мг/см ³	Номинальное значение молярной доли этанола в ГС в баллонах под давлением ²⁾ , пределы допускаемого отклонения, млн ⁻¹
ГС № 1	150±8	0,386±0,019	82±8
ГС № 2	475±24	1,22±0,06	260±26
ГС № 3	1500±75	3,86±0,19	820±82

¹⁾ Стандартные образцы состава водного раствора этанола ВРЭ-2 ГСО 8789–2006 или аналогичные. Границы относительной погрешности при P=0,95: ±1 %.

²⁾ Стандартные образцы состава газовых смесей этанол/азот в баллонах под давлением ГСО 10769–2016. Границы относительной погрешности при P=0,95: ±(0,6–0,5) %.

ПРИЛОЖЕНИЕ В
(рекомендуемое)

Форма протокола поверки генераторов

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ

№ _____ от _____ к свидетельству о поверке
№ _____ от _____

Наименование средства измерения (эталоны), тип	
Регистрационный номер в Федеральном информационном фонде	
Заводской, серийный, инвентарный или номенклатурный номер	
Изготовитель	
Год выпуска	
Заказчик	
Серия и номер знака предыдущей поверки	
Дата предыдущей поверки	

Вид поверки _____

Методика поверки _____

Средства поверки:

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

Условия поверки:

Параметры	Требования НД	Измеренные значения
Температура окружающего воздуха, °С	от 20 до 25	
Относительная влажность воздуха, %	от 30 до 80	
Атмосферное давление, кПа	от 84,0 до 106,7	
Массовая концентрация этанола, мг/м ³	не более 2,0	

Результаты поверки:

1 Внешний осмотр _____

2 Опробование

2.1 Проверка герметичности газовой системы _____

2.2 Проверка работоспособности _____

2.3 Подтверждение соответствия программного обеспечения, версия ПО _____

2.4 Проверка объемного расхода ГС _____, ротаметр Dwyer VFA-25-BV зав. № _____

3 Определение метрологических характеристик

Диапазон воспроизведения массовой концентрации этанола в приготавливаемых ГС, мг/м ³	Пределы допускаемой погрешности воспроизведения массовой концентрации этанола в ГС		Расчетное значение массовой концентрации этанола в ГС, мг/м ³	Измеренное значение массовой концентрации этанола в ГС, мг/м ³	Значение погрешности, полученное при поверке, %
	абсолютной, мг/м ³	относительной, %			
от 40 до 80 включ. св. 80 до 2000	±4	-			
	-	±5			

4 Дополнительная информация _____

Заключение: средство измерений соответствует (не соответствует) предъявляемым требованиям и признано годным (не годным) к применению

На основании результатов поверки выдано:

Свидетельство о поверке № _____ от _____

Извещение о непригодности № _____ от _____

Причина непригодности _____

Поверку произвел _____

ФИО

Подпись

Дата