

УТВЕРЖДАЮ

Зам. руководителя ГЦИ СИ ФГУП
«ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

Е.П. Кривцов

2012 г.



Анализаторы жидкостей Alcolyzer

Фирмы «ANTON PAAR GmbH», Австрия

Методика поверки

МП № 2302-0063-2012

Руководитель лаборатории
вязкости и плотности

В.С. Снегов

«22 » сентября 2012 г.

Санкт-Петербург
2012

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы жидкостей Alcolyzer, производства фирмы «Anton Paar GmbH», Австрия, предназначенные для измерений объемной доли этанола в алкогольной продукции в условиях лабораторий и устанавливает методику их первичной и периодической поверок.

Интервал между поверками 1 год.

1 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

При проведении поверки выполняют следующие операции:

- внешний осмотр (п. 6.1);
- опробование (п. 6.2);
- определение метрологических характеристик (п. 6.3).

2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1 При проведении поверки применяют средства поверки:

2.1.1 Анализатор плотности жидкостей серии DMA 5000, номер в Госреестре СИ 39787-08, пределы допускаемой абсолютной погрешности измерения плотности $\pm 4,0 \cdot 10^{-5}$ г/см³;

2.1.2 Цилиндры мерные стеклянные 2-100-2, 2-50-2, 2-10-2 по ГОСТ 1770–74;

2.1.3 Пипетки мерные 1-1-2-2 по ГОСТ 29227–91;

2.1.4 Колбы мерные со стеклянными пробками 2-100-2 по ГОСТ 1770–74;

2.1.5 Термометр жидкостной стеклянный частичного погружения типа А, Б I-го класса, с диапазоном измерений от 0 °С до 100 °С с ценой деления 0,1 °С по ГОСТ 28498–90. Допускается применение электронных термометров с характеристиками не хуже;

2.1.6 Барометр-анероид метеорологический БАММ-1 по ТУ 25-11.1513-79. Цена деления: 0,1 кПа.

2.1.7 Психрометр аспирационный М-34-М по ГРПИ 405132.001 ТУ. Диапазон измерений от 10 % до 100 %.

2.1.8 Термометр лабораторный ТЛ4 по ГОСТ 28498–81. Диапазон измерений от 0 °С до 50 °С. Цена деления: 0,1 °С.

2.1.9 Шприцы медицинские номинальной вместимостью 5 см³;

2.1.10 Реактивы:

– спирт этиловый ректификованный марки «Экстра» по ГОСТ 18300–87;

– вода дистиллированная по ГОСТ 6709–72.

2.2 Допускается применять другие средства поверки с аналогичными характеристиками, удовлетворяющие требованиям настоящей методики.

2.3 Все средства поверки должны иметь действующие свидетельства о поверке, реактивы – действующие паспорта.

3 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

При проведении поверки соблюдают следующие требования безопасности:

3.1 Правил безопасности, изложенных в Руководстве по эксплуатации на анализаторы.

3.2 «Правил техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителем», утвержденных Госэнергонадзором 31.03.92 г.

3.3 Правил безопасности по РД-39-0147103-354-89 при работе в аналитической лаборатории.

4 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

При проведении поверки соблюдают следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °C 20±5;
- относительная влажность воздуха, % от 30 до 80;
- атмосферное давление, кПа 101,3±4;
- напряжение питания, В 220 +10/-15;
- частота питающей сети, Гц 50 ± 1.

5 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

Перед проведением поверки выполняют следующие работы:

5.1 Включают вентиляцию помещения, где проводят поверку анализаторов AlcoLyzer.

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

5.3 При поверке анализаторов AlcoLyzer, модификаций AlcoLyzer Beer ME, AlcoLyzer Spirits ME, AlcoLyzer Wine ME выполняют подключения модулей к анализатору плотности серии DMA в соответствии с Руководствами по эксплуатации.

5.4 Промывают измерительную ячейку чистой дистиллированной водой, просушивают и подготавливают поверяемый анализатор к проведению измерений согласно требований Руководства по эксплуатации на поверяемую модификацию анализатора AlcoLyzer.

5.5 Выполняют проверку чистоты измерительной с использованием свежеприготовленной дистиллированной воды. Для этого заполняют измерительную ячейку свежеприготовленной дистиллированной водой и выполняют измерения объемной доли этанола в соответствии с требованиями Руководства по эксплуатации на поверяемую модификацию анализатора AlcoLyzer. Показания объемной доли этанола должны находиться в пределах (0,00 - 0,03) % об. Промывку и просушку измерительной ячейки повторяют до тех пор, пока показания анализатора не станут находиться в указанных пределах. В случае, если промывкой ячейки не удастся привести в соответствие показания анализатора, то анализатор направляют на перекалибровку.

6 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1 Внешний осмотр

При проведении внешнего осмотра устанавливают:

- отсутствуют внешние повреждения, влияющие на работоспособность и безопасность;
- органы управления, разъемы, штуцера, соединительные провода и кабели исправны;
- надписи и маркировка на корпусе анализатора четкие, соответствующие РЭ.

6.2 Опробование

6.2.1 При опробовании проверяют исправность и общее функционирование анализаторов AlcoLyzer в соответствии с РЭ, а также соответствие номера версии встроенного программного обеспечения.

6.2.2 Соответствие номера версии встроенного программного обеспечения анализаторов AlcoLyzer проверяется:

- для модификаций AlcoLyzer Beer M, AlcoLyzer Spirits M и AlcoLyzer Wine M при включении питания прибора номер версии встроенного ПО появляется на жидкокристаллическом мониторе на время до 5-ти секунд;

- для модификаций Alcolyzer Beer ME, Alcolyzer Spirits ME и Alcolyzer Wine ME номер версии встроенного ПО отображается на жидкокристаллическом мониторе подключенного анализатора серии DMA. При загрузке системы (анализатор DMA + Alcolyzer ME) при включении питания, последовательно отображаются сначала данные встроенного ПО анализатора DMA, затем информация о подключенном модуле Alcolyzer ME и номер версии его встроенного ПО.

Номер версий встроенного программного обеспечения приведен в таблице 1.

Таблица 1

Модификация анализатора Alcolyzer	Наименование программного обеспечения	Номер версии (идентификационный номер) программного обеспечения
Alcolyzer Beer M	Встроенное ПО	V2.20 или выше
Alcolyzer Spirits M		
Alcolyzer Wine M		
Alcolyzer Beer ME Alcolyzer Spirits ME Alcolyzer Wine ME	Встроенное ПО	V2.000.031 или выше

6.2.2 Результаты опробования анализатора считают положительные, если все тесты автоматической диагностики работоспособности анализатора завершены успешно согласно РЭ, номер версии встроенного программного обеспечения соответствует приведенному в таблице 1.

6.3 Определение метрологических характеристик

6.3.1 Определение абсолютной погрешности поверяемого анализатора Alcolyzer выполняют методом непосредственного сличения показаний анализатора с действительным значением объемной доли этанола в поверочном растворе при температуре 20 °С. Определение абсолютной погрешности выполняют с применением трёх/четырёх поверочных жидкостей при температуре измерений $(20,00 \pm 0,01)$ °С.

6.3.2 При проверке используют поверочные растворы с номинальными значениями объемной доли этанола при температуре 20 °С, φ , %:

– для модификаций Alcolyzer Beer M и Alcolyzer Beer ME

- 1) $\varphi = 0$ % (чистая дистиллированная вода);
- 2) $\varphi = 1$ %;
- 3) $\varphi = 6$ %;
- 4) $\varphi = 11$ %.

– для модификаций Alcolyzer Wine M и Alcolyzer Wine ME

- 1) $\varphi = 0$ % (чистая дистиллированная вода);
- 2) $\varphi = 1$ %;
- 3) $\varphi = 10$ %;
- 4) $\varphi = 18$ %.

– для модификаций Alcolyzer Spirits M и Alcolyzer Spirits ME

- 1) $\varphi = 40$ %;
- 2) $\varphi = 50$ %;
- 3) $\varphi = 60$ %.

6.3.3 Изготавливают поверочные растворы с номинальными значениями объемной доли этанола при температуре 20 °С, указанными в 6.3.2 настоящей методики.

6.3.2.1 Определяют значение объемной доли этанола в спирте этиловом ректифицированном марки "Экстра" по ГОСТ 18300–87 (далее – исходный спирт).

А) Измеряют плотность исходного спирта $\rho_{20\text{исх}}$, г/см³, с помощью анализатора плотности жидкости DMA 5000 при температуре 20,00 °С согласно его РЭ.

Б) По таблице 2 «Плотность водно-спиртового раствора в зависимости от температуры и относительного содержания спирта (по объему) при температуре плюс 20 °С)» из справочника «Таблицы для определения содержания этилового спирта в водно-спиртовых растворах», ИПК Издательство стандартов, 2004, определяют значение объемной доли этанола в исходном спирте $X_{исх}$, %. Для этого составляют вспомогательную таблицу в соответствии с приведенным ниже примером:

Таблица 2

Температура в °С	Содержание этанола при 20 °С, % (по объему)		
	97	$X_{исх}$	96
20	Плотность исходного спирта, г/см ³		
	0,80334	0,80580 ($\rho_{20исх}$)	0,80748

Значение объемной доли этанола в исходном спирте при 20 °С находят по формуле

$$X_{исх} = \left(96 + (97 - 96) \cdot \frac{0,80334 - 0,80580}{0,80334 - 0,80748} \right) = 96,406 \quad (1)$$

6.3.2.2 Перед приготовлением поверочных растворов проверяют, что исходный спирт и дистиллированная вода имеют температуру (20±2) °С. Дистиллированная вода должна быть свежеприготовленной или предварительно прокипяченной для удаления растворенных газов.

6.3.2.3 Рассчитывают объем аликвоты исходного этанола $V_{исх}$, см³, добавляемого при приготовлении поверочного раствора, по формуле

$$V_{исх} = \frac{X_{пв}}{X_{исх}} \quad (2)$$

где $V_{пв}$ - номинальное значение объема поверочного раствора, см³; $V_{пв} = 100$ см³ при приготовлении раствора в мерной колбе вместимостью 100 см³;

$X_{пв}$ - номинальное значение объемной доли этанола в приготавливаемом поверочном растворе (см. 6.3.2 настоящей методики), %.

6.3.2.4 Изготавливают поверочный раствор:

- колбу мерную вместимостью 100 см³ наполняют примерно на треть дистиллированной водой;
- мерным цилиндром или пипеткой соответствующей вместимости отбирают рассчитанный объем аликвоты исходного этанола $V_{исх}$ и переносят в колбу с водой;
- объем раствора доводят до метки на колбе дистиллированной водой, колбу закрывают стеклянной пробкой;
- приготовленный раствор тщательно перемешивают и выдерживают в помещении от 20 до 24 часов.

6.3.3 Определяют действительное значение объемной доли этанола в поверочных растворах X_p , %, согласно 6.3.2.1 настоящей методики с помощью анализатора плотности жидкости DMA 5000.

6.3.4 Выполняют измерение объемной доли этанола в поверочном растворе № 1 с помощью поверяемого анализатора.

Измерения выполняют по схеме:

- встряхивают колбу с поверочным раствором круговыми движениями;
- открывают колбу и отбирают в шприц 5 см³ раствора, не допуская образования пузырьков внутри шприца;
- соединяют шприц с адаптером введения образца (нижний адаптер) анализатора;

– нажимают на поршень шприца медленно и непрерывно, пока капля выйдет из розетки адаптера образца (верхний адаптер) анализатора;

– оставляют шприц в позиции заполнения во время измерения и выполняют измерения объемной доли этанола в соответствии с РЭ на поверяемую модификацию анализатора AlcoLyzer. Показания анализатора $X_{изм}$, %, заносят в протокол поверки.

Примечание – Если поверяемый анализатор укомплектован системой автоматической подачи раствора в измерительную ячейку, заполнение ячейки поверочным раствором выполняют в соответствии с РЭ на систему.

6.3.5 Повторяют операции по 6.3.4 для поверочных растворов № 2, № 3 и № 4.

7 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

По результатам измерений, полученным по 6.3.4 и 6.3.5 рассчитывают значение абсолютной погрешности анализаторов по формуле:

$$\Delta X = X_{изм} - X_o, \quad (3)$$

где X_o – действительное значение объемной доли этанола в поверочном растворе при 20 °С, определенное по 6.3.2.5 настоящей методики, %.

$X_{изм}$ – измеренное значение объемной доли этанола в поверочном растворе при 20 °С, %.

Рассчитанное для всех поверочных растворов значение ΔX не должно превышать $\pm 0,1$ %.

8 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

8.1 Результаты поверки оформляют протоколом по форме, приведенной в Приложении А.

8.2 При положительных результатах поверки оформляют свидетельство о поверке по форме, приведенной в ПР 50.2.006–94.

8.3 При отрицательных результатах поверки анализатор к эксплуатации не допускают, пломбу и свидетельство о поверке аннулируют и выдают извещение о непригодности с указанием причин по форме, приведенной в ПР 50.2.006–94.

Приложение А
(рекомендуемое)

Форма протокола поверки анализаторов

П Р О Т О К О Л № _____

Поверки анализатора жидкостей AlcoLyzer

Модификация _____

Зав.№ _____

Год выпуска _____

Предоставлен _____

Место проведения поверки _____

Средства поверки _____

Условия поверки:

температура окружающего воздуха _____

относительная влажность _____

атмосферное давление _____

10) Результаты проведения поверки

Внешний осмотр _____

Опробование _____

Определение метрологических характеристик

Поверочный раствор	Действительное значение объемной доли этанола в поверочном растворе при 20 °С, %	Измеренное значение объемной доли этанола в поверочном растворе при 20 °С, %	Значение абсолютной погрешности, полученное при поверке, %
1			
2			
3			
4			

Выводы: абсолютная погрешность не превышает _____%.

Должность, подпись, И. О. Фамилия лица,
проводившего поверку _____

Дата проведения поверки «__» _____ 201_ г.