



АКЦИОНЕРНОЕ ОБЩЕСТВО
«НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ЦЕНТР ПО ИЗУЧЕНИЮ СВОЙСТВ ПОВЕРХНОСТИ И ВАКУУМА»

СОГЛАСОВАНО
Генеральный директор АО «НИЦПВ»

Д.М. Михайлюк
« 06 » июня 2023 г.

ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

Анализаторы содержания спирта в жидкости AlcoLyzer

Методика поверки
МП ДИ23-12-2023

г. Москва

2023 г.

1 ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы содержания спирта в жидкости AlcoLyzer (далее – анализаторы), и устанавливает методы и средства их первичной и периодической поверок.

1.2 При проведении поверки должна обеспечиваться прослеживаемость анализаторов к государственному первичному эталону единицы плотности ГЭТ 18-2014 в соответствии с ГПС для средств измерений плотности, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 2603 от 01.11.2019 г.

1.3 Метод обеспечивающий реализацию методики поверки – прямое измерение поверяемым средством величины, функционально связанной с величиной, воспроизводимой стандартным образцом.

2 ПЕРЕЧЕНЬ ОПЕРАЦИЙ ПОВЕРКИ

2.1 При проведении первичной и периодической поверки выполняют операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 – Перечень операции поверки

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Необходимость выполнения при	
		первичной поверке	периодической поверке
Внешний осмотр средства измерений	7	Да	Да
Подготовка к поверке и опробование средства измерений	8	Да	Да
Проверка программного обеспечения средства измерений	9	Да	Да
Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия СИ метрологическим требованиям	10	Да	Да

3 ТРЕБОВАНИЯ К УСЛОВИЯМ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

При проведении поверки должны соблюдаться следующие условия влияющих факторов:

- | | |
|---------------------------------------|------------------------|
| - температура окружающего воздуха, °С | от плюс 15 до плюс 25; |
| - относительная влажность воздуха, % | от 30 до 80; |
| - атмосферное давление, кПа | от 84 до 106. |

4 ТРЕБОВАНИЯ К СПЕЦИАЛИСТАМ, ОСУЩЕСТВЛЯЮЩИМ ПОВЕРКУ

К проведению поверки допускаются лица:

- имеющие опыт работы в области измерений физико-химического состава и свойств веществ;
- прошедшие инструктаж по технике безопасности;
- ознакомленные с руководствами по эксплуатации средств поверки и поверяемого анализатора.

Требования к количеству специалистов в целях обеспечения безопасности работ и возможности выполнения процедур поверки отсутствуют.

5 МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ И ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ К СРЕДСТВАМ ПОВЕРКИ

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

Таблица 2 – Средства поверки

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
Раздел 3 Требования к условиям проведения поверки	Средства измерений температуры окружающей среды в диапазоне измерений от 0 до +50 °С, абс. погрешность не более $\pm 1,0$ °С; Средства измерений относительной влажности воздуха в диапазоне от 10 до 95 %, абс. погрешность не более ± 5 %; Средства измерений абсолютного давления в диапазоне от 300 до 1200 гПа, абс. погрешность не более ± 6 гПа.	Приборы комбинированные Testo 608-H1, Testo 608-H2, Testo 610, Testo 622, Testo 623, модификация Testo 622, регистрационный номер ФИФ 53505-13
Раздел 10 Определение метрологических характеристик	Плотномер с диапазоном измерений плотности от 0,65 до 1,80 г/см ³ , с пределами допускаемой абсолютной погрешности измерений плотности не более $\pm 0,00005$ г/см ³ ;	Плотномер DMA, модификации 4501, регистрационный номер ФИФ 85232-22
	Стандартный образец РЭП-13 плотности жидкости с аттестованным значением плотности при температуре $(20,00 \pm 0,01)$ °С, кг/м ³ , в интервале допускаемых аттестованных значений от 990,0 до 992,0 кг/м ³ , с погрешностью $\pm 0,05$ %;	ГСО 8107-2002
	Стандартный образец РЭП-14 плотности жидкости с аттестованным значением плотности при температуре $(20,00 \pm 0,01)$ °С, кг/м ³ , в интервале допускаемых аттестованных значений от 986,8 до 998,8 кг/м ³ , с погрешностью $\pm 0,05$ %;	ГСО 8108-2002
	Стандартный образец РЭП-15 плотности жидкости с аттестованным значением плотности при температуре $(20,00 \pm 0,01)$ °С, кг/м ³ , в интервале допускаемых аттестованных значений от 983,8 до 985,8 кг/м ³ , с погрешностью $\pm 0,05$ %.	ГСО 8109-2002
	цилиндры мерные стеклянные 2-100-2, 2-50-2, 2-10-2 по ГОСТ 1770-74	
	пипетки мерные 1-1-2-2 по ГОСТ 29227-91	
	шприцы медицинские номинальной вместимостью 10 см ³	
	колбы мерные со стеклянными пробками 2-100-2 по ГОСТ 1770-74	
	спирт этиловый по ГОСТ Р 55878-2013	
	вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72	

5.2 Применяемые средства измерений должны быть поверены. Стандартные образцы (далее – СО) должны иметь действующие паспорта.

5.3 Допускается применение аналогичных средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемого СИ с требуемой точностью.

6 ТРЕБОВАНИЯ (УСЛОВИЯ) ПО ОБЕСПЕЧЕНИЮ БЕЗОПАСНОСТИ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

При проведении поверки необходимо соблюдать:

- общие правила техники безопасности в соответствии с требованиями ГОСТ 12.2.003-91 «Система стандартов безопасности труда. Оборудование производственное. Общие требования безопасности»;
- «Правила по охране труда при эксплуатации электроустановок», утвержденные Приказом Министерства труда и социальной защиты Российской Федерации от 15 декабря 2020 года № 903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок»;
- указания по технике безопасности, приведённые в эксплуатационной документации на средства поверки;
- указания по технике безопасности, приведённые в эксплуатационной документации на анализаторы.

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

При проведении поверки должны быть соблюдены «Правила по охране труда при эксплуатации электроустановок», утвержденные Приказом Минтруда России №903н от 15 декабря 2020 г., требования ГОСТ 12.2.007.0–75 «ССБТ. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности».

7 ВНЕШНИЙ ОСМОТР СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

7.1 При внешнем осмотре устанавливают:

- соответствие внешнего вида анализаторов сведениям, приведенным в описании типа;
- отсутствие видимых повреждений;
- чистоту анализаторов, отсутствие следов коррозии;
- соответствие комплектности, указанной в руководстве по эксплуатации (далее – РЭ);
- четкость обозначений и маркировки.

7.2 Если при внешнем осмотре анализаторов выявлены повреждения или дефекты, способные оказать влияние на безопасность проведения поверки или результаты поверки, то поверка может быть продолжена только после устранения этих повреждений или дефектов.

8 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ И ОПРОБОВАНИЕ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

8.1 Анализаторы подготавливают к работе в соответствии с РЭ.

8.2 Опробование.

Проверить работоспособность органов управления и регулировки анализаторов при помощи встроенных систем контроля в соответствии с РЭ.

9 ПРОВЕРКА ПРОГРАММНОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

9.1 Для проверки версии программного обеспечения необходимо в основном рабочем окне программы плотномера DMA, нажать клавишу [Menu], затем выбрать строку «Service» и далее выбрать строку «System Information». В открывшейся таблице в нижней строке отобразится наименование версии ПО для конкретной модификации анализатора, в строке «Firmware version» отобразится версия программного обеспечения. Номер версии ПО и идентификационное наименование ПО должны соответствовать таблице 3.

Таблица 3 - Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационные данные (признаки)	Значение					
	Alcolyzer 1001	Alcolyzer 3001	Alcolyzer 3001 Beer	Alcolyzer 3001 Wine	Alcolyzer 3001 Sake	Alcolyzer 3001 Spirits
Идентификационное наименование ПО	Alcolyzer 1001 Beer	Alcolyzer 3001 Universal	Alcolyzer 3001 Beer	Alcolyzer 3001 Wine	Alcolyzer 3001 Sake	Alcolyzer 3001 Spirits
Номер версии (идентификационный номер) ПО, не ниже	2.0000.000					
Цифровой идентификатор ПО	Недоступно пользователю					

10 ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК СИ И ПОДТВЕРЖДЕНИЕ МЕТРОЛОГИЧЕСКИМ ТРЕБОВАНИЯМ

10.1. Проверка диапазона измерений объемной доли этанола, определение абсолютной погрешности измерений объемной доли этанола

10.1.1 Проверку диапазона измерений объемной доли этанола проводят одновременно с определением абсолютной погрешности измерений объемной доли этанола.

Таблица 4 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение					
	Alcolyzer 1001	Alcolyzer 3001	Alcolyzer 3001 Beer	Alcolyzer 3001 Wine	Alcolyzer 3001 Sake	Alcolyzer 3001 Spirits
Диапазон измерений объемной доли этанола, %	от 0 до 12	от 0 до 65	от 0 до 12	от 0 до 20	от 0 до 20	от 35 до 65
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений объемной доли этанола, %	±0,1					

10.1.2 Определение абсолютной погрешности поверяемого анализатора методом непосредственного сличения показаний анализатора с действительным значением объёмной доли этанола в поверочном растворе при температуре 20 °С. Определение абсолютной погрешности выполняют с применением пяти поверочных жидкостей при температуре измерений (20,00 ± 0,01) °С для модификаций Alcolyzer 3001, для остальных модификаций с применением не менее трех поверочных растворов или ГСО.

10.1.3 При поверке используют поверочные растворы номинальными значениями объёмной доли этанола при температуре 20 °С, X, %:

- 1) X = 0% (чистая дистиллированная вода);
- 2) X = 15%
- 3) X = 30%
- 4) X = 45%
- 5) X = 60%

Для модификаций Alcolyzer 1001 и Alcolyzer 3001 Beer возможно применение СО РЭП-13, РЭП-14 и РЭП-15.

10.1.4 Готовят поверочные растворы с номинальными значениями объёмной доли этанола при температуре 20 °С, указанными в п.10.3.2 настоящей методики.

10.1.4.1 Определяют значение объёмной доли этанола в спирте этиловом по ГОСТ Р 55878-2013 (далее – исходный спирт).

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

Б) По таблице 4 «Плотность водно-спиртового раствора зависимости от температуры и относительного содержания спирта (по объёму) при температуре плюс 20 °С)» из справочника «Таблицы для определения содержания этилового спирта в водно-спиртовых растворах», ИПК Издательство стандартов, 2011, определяют действительное значение объёмной доли этанола в исходном спирте X_d , %. Для этого составляют вспомогательную таблицу в соответствии с приведённым ниже примером:

Таблица 5 – Пример расчета действительного значения объёмной доли этанола в исходном спирте при 20 °С

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

Действительное значение объёмной доли этанола в исходном спирте при 20 °С (X_d) находят по формуле:

$$X_d = (97 - (97 - 96) \cdot \frac{0,80334 - 0,80580}{0,80334 - 0,80748}) = 96,406 \quad (1)$$

10.1.4.2 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 растворённых газов.

10.1.4.3 Рассчитывают объём аликвоты исходного этанола $V_{\text{исх}}$, см³, добавляемого при приготовлении поверочного раствора, по формуле:

$$V_{\text{исх}} = \frac{X \cdot v}{X_d}, \quad (2)$$

где v – номинальное значение объёма поверочного раствора, см^3 ; $v = 100 \text{ см}^3$ при приготовлении раствора в мерной колбе вместимостью 100 см^3 ;

X – номинальное значение объёмной доли этанола в приготавливаемом поверочном растворе (см. 10.3.2 настоящей методики), %.

10.1.4.4 Готовят поверочный раствор:

- колбу мерную вместимостью 100 см^3 наполняют примерно на треть дистиллированной водой;

- мерным цилиндром или пипеткой соответствующей вместимости отбирают рассчитанный объём аликвоты исходного этанола $V_{\text{исх}}$ и переносят в колбу с водой;

- объём 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.

10.1.5 Определяют действительные значения объёмной доли этанола в поверочных растворах X_d , %, аналогично п. 10.2.3.1 настоящей методики с помощью плотномера DMA.

10.1.6 Выполняют измерение объёмной 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 не менее 20 см^3 раствора, не допуская образования пузырьков внутри шприца;

- соединяют шприц с адаптером введения образца (нижний адаптер) анализатора;

- нажимают на поршень шприца медленно и непрерывно, пока образец не начнёт выходить из верхнего адаптера анализатора;

- оставляют шприц в позиции заполнения во время измерения и выполняют измерение объёмной доли этанола в соответствии с РЭ.

- показания анализатора $X_{\text{изм}}$, %, 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.

10.1.7 Повторяют операции п 10.2.5 для поверочных растворов №2, №3, №4 и №5.

По результатам измерений, полученным по 10.2.5 и 10.2.6 рассчитывают значения абсолютной погрешности анализаторов по формуле:

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

где X_d – действительное значение объёмной доли этанола в поверочном растворе при 20°C , определённое по аналогии п. 10.2.3.1 настоящей методики, %.

$X_{\text{изм}}$ – измеренное значение объёмной доли этанола в поверочном растворе при 20°C , %.

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

11 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

11.1 Результаты поверки оформляются протоколом по форме, приведенной в приложении 1.

11.2 Сведения о результатах поверки (как положительные, так и отрицательные) передаются в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений.

11.3 При положительных результатах поверки по заявлению владельца средства измерений или лица, представившего его в поверку, выдаётся свидетельство о поверке средства измерений, оформленное в соответствии с действующими нормативно-правовыми документами. Знак поверки наносится на свидетельство о поверке.

11.4 При отрицательных результатах поверки по заявлению владельца средства измерений или лица, представившего его в поверку, выдаётся извещение о непригодности к применению средства измерений, оформленное в соответствии с действующими нормативно-правовыми документами.

Протокол первичной (периодической) поверки от _____ г.
Наименование СИ: Анализатор содержания спирта в жидкости Alcolyzer
Модификация:
Изготовитель: «Anton Paar GmbH», Австрия.
Общие данные о поверяемом оборудовании:
Серийный номер: _____
Год изготовления: _____
Зарегистрирован в Федеральном информационном фонде в области ОЕИ под № _____
Дата проведения поверки: _____ г.
Условия проведения поверки:
 Температура окружающего воздуха: _____ °С
 Атмосферное давление: _____ кПа
 Влажность воздуха: _____ %
Поверка проведена в соответствии с документом: _____
Средства поверки: _____
Проведение поверки: _____
Результаты внешнего осмотра: _____
Опробование и проверка программного обеспечения: _____
Определение метрологических характеристик:

Результаты определения основной абсолютной погрешности измерений объёмной доли этанола.

Поверочный раствор	Действительное значение объёмной доли этанола в поверочном растворе при 20 °С, Х _д , %	Измеренное значение объёмной доли этанола в поверочном растворе при 20 °С, Х _{изм} , %	Значение абсолютной погрешности, полученное при поверке, ΔХ, %

Вывод: значения абсолютной погрешности измерений объёмной доли этанола находятся в пределах ____ %.

Заключение: По результатам поверки анализатор содержания спирта в жидкости Alcolyzer, серийный номер _____, фирмы «Anton Paar GmbH», Австрия, признан **годным/негодным** (ненужное зачеркнуть) к эксплуатации.

 (Должность, подпись, И.О. Фамилия лица, проводившего поверку)

Дата проведения поверки " ____ " _____ 20__ г.