

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

СОГЛАСОВАНО

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

А.Н. Пронин

07 » июля 2021 г.



Государственная система обеспечения единства измерений

Генераторы газовых смесей паров этанола в воздухе GUTH модель 12V500

Методика поверки

МП 242-2441-2021

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

А.В. Колобова

Ведущий инженер
О.В. Фатина

Санкт-Петербург
2021

1 Общие положения

Настоящая методика поверки распространяется на генераторы газовых смесей паров этанола в воздухе GUTH модель 12V500 (далее – генераторы) 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 разряда в соответствии с Государственной поверочной схемой для средств измерений содержания этанола в газовых средах, утвержденной приказом Росстандарта от 30.12.2019 г. № 3452 (далее – ГПС).

Методика поверки должна обеспечивать прослеживаемость к Государственному первичному эталону единиц молярной доли, массовой доли и массовой концентрации компонентов в газовых и газоконденсатных средах ГЭТ 154-2019 (далее – ГЭТ 154).

Поверка генераторов проводится с использованием ГЭТ 154, поскольку ГПС допускает передачу единиц от ГЭТ 154 напрямую рабочим эталонам 1 разряда: в схеме предусмотрена прямая линия передачи.

Метод, обеспечивающий реализацию методики поверки – метод прямых измерений.

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.

2 Перечень операций поверки

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

Таблица 1 – Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта документа по поверке	Проведение операций при	
		первичной поверке	периодической поверке
1 Внешний осмотр средства измерений	7	Да	Да
2 Подготовка к поверке и опробование средства измерений	8	Да	Да
3 Проверка программного обеспечения средства измерений	9	Да	Да
4 Определение метрологических характеристик средства измерений	10	Да	Да

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

3 Требования к условиям проведения поверки

3.1 При проведении поверки соблюдают следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С 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 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

4.1 К проведению поверки допускаются лица, ознакомленные с документацией на ГЭТ 154, ГПС, утвержденной приказом Росстандарта от 30.12.2019 г. № 3452, настоящей методикой поверки и руководством по эксплуатации (далее – РЭ) генераторов, допущенные к проведению работ на 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.

5 Метрологические и технические требования к средствам поверки

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

Таблица 2 – Средства поверки

Номер пункта документа по поверке	Наименование и тип основного или вспомогательного средства поверки; обозначение нормативного документа, регламентирующего технические требования и (или) метрологические (МХ) и основные технические характеристики средства поверки
8 – 10	<p>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:</p> <ul style="list-style-type: none"> – 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.
8	<p>Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144-2018.</p> <p>Манометр водяной U-образный. Диапазон измерений от 0 до 400 мм вод. ст.</p> <p>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.</p> <p>Шприц инъекционный, номинальная вместимость 100 или 200 мл.</p>
8, 10	<p>Государственный первичный эталон единиц молярной доли, массовой доли и массовой концентрации компонентов в газовых и газоконденсатных средах ГЭТ 154-2019.</p> <p>Стандартные образцы состава газовых смесей этанол/азот в баллонах под давлением ГСО 10769–2016. Границы относительной погрешности при $P=0,95$: $\pm(0,6-0,5)$ %.</p> <p>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 %.</p> <p>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.</p> <p>Поверочный нулевой газ воздух 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.</p> <p>Вентиль точной регулировки ВТР-1 или ВТР-1-М160. Диапазон рабочего давления от 0 до 150 кгс/см², диаметр условного прохода 3 мм.</p> <p>Ротаметр РМ-А-0,16 ГУЗ по ГОСТ 13045-81. Верхний предел измерений объемного расхода 0,16 м³/ч, пределы допускаемой относительной погрешности $\pm 2,5$ % верхнего предела измерений.</p> <p>Трубка медицинская из поливинилхлорида (ПВХ), 6х1,5 мм</p> <p>Трубка фторопластовая, 3х0,5 мм</p> <p>Трубка соединительная Т-образная</p> <p>Мундштук квадратный</p>

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

5.3 Все средства поверки, отмеченные знаком «*», должны быть поверены, газовые смеси (далее – ГС) в баллонах под давлением и стандартные образцы (далее – СО) состава водных растворов этанола должны иметь действующие паспорта.

6 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

При проведении поверки соблюдают следующие требования безопасности:

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

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

6.3 Требования техники безопасности при эксплуатации ГС в баллонах под давлением должны соответствовать Федеральным нормам и правилам в области промышленной безопасности «Правила промышленной безопасности при использовании оборудования, работающего под избыточным давлением», утвержденным приказом Федеральной службы по экологическому, технологическому и атомному надзору от 15.12.2020 г. № 536.

6.4 При проведении поверки соблюдают следующие условия применения стандартных образцов состава водных растворов этанола:

- бутыл 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 СО;
- после использования раствор хранению и повторному использованию не подлежит.

7 Внешний осмотр средства измерений

При внешнем осмотре устанавливают соответствие генератора следующим требованиям:

- отсутствуют внешние повреждения, влияющие на работоспособность и безопасность, в том числе сколы и трещины на емкости для раствора;
- органы управления, разъемы, штуцера, соединительные провода и кабели исправны;
- надписи и маркировка на корпусе генератора четкие, соответствующие РЭ;
- наличие, целостность и расположение пломб, защищающих доступ к механическим узлам регулировки и элементам конструкции генераторов, согласно описанию типа генераторов;
- контрольный порт приборного модуля генератора плотно завинчен;
- наличие и целостность резиновой кольцевой прокладки на нижней поверхности приборного модуля генератора.

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

8 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

8.1 Перед проведением поверки выполняют следующие подготовительные работы:

- подготавливают генератор к работе в соответствии с требованиями РЭ;
- подготавливают к работе средства поверки в соответствии с требованиями их эксплуатационной документации;
- проверяют наличие паспортов и сроков годности ГС в баллонах под давлением и стандартных образцов состава водных растворов этанола. Проверяют наличие и целостность защитных этикеток на бутылках со стандартными образцами состава водных растворов этанола;
- баллоны с ГС выдерживают в помещении, в котором проводят поверку, не менее 24 ч, поверяемый генератор – не менее 12 ч.

8.2 Проверку герметичности газовой системы генераторов выполняют в следующей последовательности:

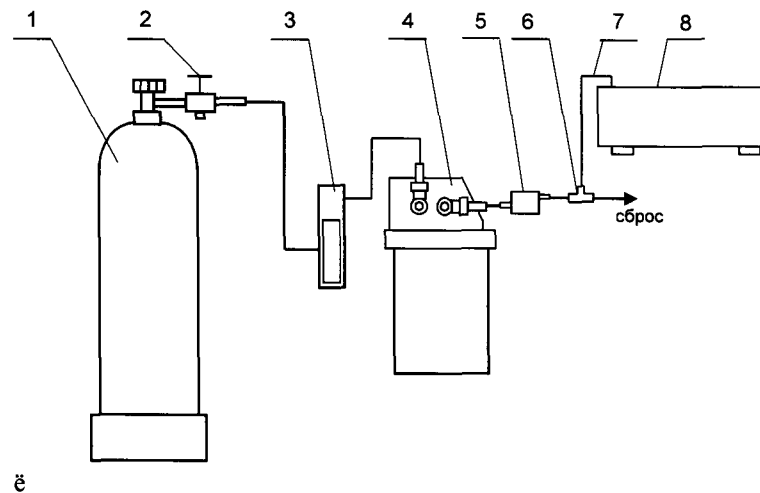
- в емкость для раствора генератора наливают дистиллированную воду и соединяют емкость с приборным модулем генератора согласно РЭ;
- штуцер подачи воздуха генератора закрывают заглушкой;

- к штуцеру выхода газовой смеси генератора подсоединяют манометр водяной U-образный;
- в линию соединения между генератором и манометром через тройник подсоединяют шприц инъекционный;
- с помощью шприца инъекционного создают избыточное давление в линии (200 ± 40) мм вод. ст. и пережимают зажимом трубку, подводящую воздух к шприцу;
- регистрируют показания манометра;
- через 5 мин регистрируют показания манометра повторно.

Результаты проверки герметичности газовой системы генератора считают положительными, если падение давления за 5 мин не превышает 50 мм вод. ст.

8.3 Проверку работоспособности генератора выполняют в следующей последовательности:

- 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 – расходомер; 4 – генератор;
 5 – квадратный мундштук; 6 – трубка соединительная T – образная;
 7 – трубка фторопластовая; 8 – газоанализатор-компаратор.

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.

- в емкость для раствора генератора наливают дистиллированную воду, соединяют емкость с приборным модулем генератора, и включают генератор согласно РЭ.

– после прогрева генератора не менее 10 минут и выхода на рабочий режим согласно РЭ, подают ГС с выхода генератора на газоанализатор-компаратор и регистрируют показание газоанализатора-компаратора. При подаче ГС на газоанализатор-компаратор значение расхода ГС на выходе генератора устанавливают равным 10 л/мин. Расход ГС контролируют с помощью расходомера.

- проводят пять циклов измерений.

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 .

9 Проверка программного обеспечения средства измерений

Подтверждение соответствия программного обеспечения проводят визуально путем идентификации наименования 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 наименование программного обеспечения 12V500.

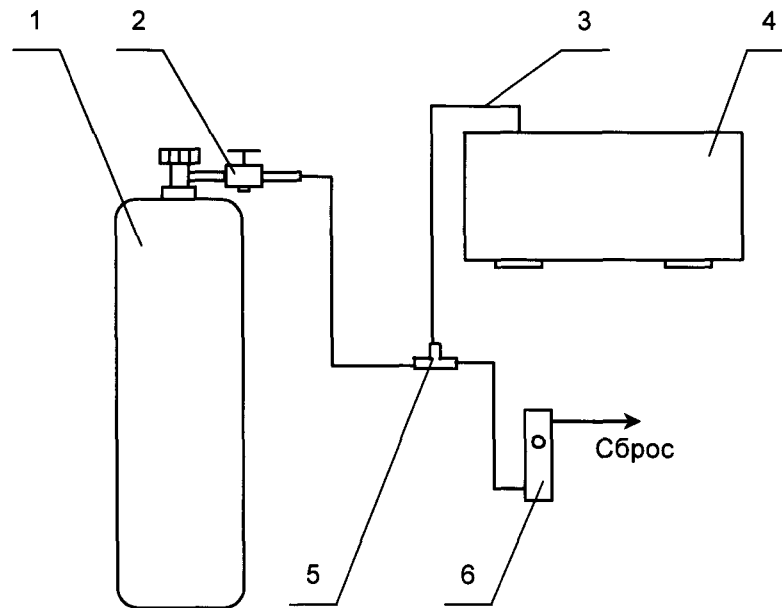
10 Определение метрологических характеристик средства измерений

10.1 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:

10.2 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.



- 1 - баллон с ГС; 2 - вентиль; 3 - трубка фторопластовая; 4 - газоанализатор-компаратор;
5 - трубка соединительная Т-образная; 6 - ротаметр РМ-А-0,16 ГУЗ

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 n циклов измерений (n от 5 до 10 согласно эксплуатационной документации на конкретный газоанализатор-компаратор, входящий в состав ГЭТ 154). При подаче ГС на газоанализатор-компаратор расход ГС в линии сброса устанавливают не менее 0,20 л/мин. Расход ГС контролируют с помощью ротаметра РМ-А-0,16 ГУЗ.

- 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 приборным модулем генератора, и включают генератор согласно РЭ.

- д) После прогрева генератора не менее 10 минут и выхода на рабочий режим согласно РЭ, подают ГС с выхода генератора на газоанализатор-компаратор и проводят n циклов измерений

(и от 5 до 10 согласно эксплуатационной документации на конкретный газоанализатор-компаратор, входящий в состав ГЭТ 154). При подаче ГС на газоанализатор-компаратор значение расхода ГС на выходе генератора устанавливают равным 10 л/мин. Расход ГС контролируют с помощью расходомера.

11 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

11.1 По результатам измерений, полученным по 10.2 настоящей методики, в каждой точке поверки рассчитывают значение относительной погрешности генераторов.

11.2 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.

11.3 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.

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

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

11.5 Результаты подтверждения соответствия средства измерений метрологическим требованиям, установленным при утверждении типа и обязательным требованиям к эталону считают положительными, если полученные значения погрешности (по модулю) в каждой точке поверки не превышают пределов допускаемой погрешности, указанных в описании типа генераторов (приложение А).

12 Оформление результатов поверки

12.1 При проведении поверки оформляют протокол поверки генератора, форма протокола поверки приведена в приложении В.

12.2 При положительных результатах поверки генератор признают пригодным к применению, сведения о результатах поверки, включая протокол поверки, передают в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений. По заявлению владельца генератора или лица, представившего его на поверку, выдают свидетельство о поверке установленной формы.

Знак поверки наносится на свидетельство о поверке (при оформлении).

12.3 При отрицательных результатах поверки генератор признают непригодным к применению, сведения о результатах поверки, включая протокол поверки, передают в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений. По заявлению владельца генератора или лица, представившего его на поверку, выдают извещение о непригодности к применению средства измерений установленной формы.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(обязательное)

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/см³; 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 растворах 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 _____

Наименование средства измерения (эталона), тип	
Регистрационный номер в Федеральном информационном фонде	
Заводской (серийный) номер	
Изготовитель	
Год выпуска	
Владелец СИ	
Серия и номер знака предыдущей поверки (при наличии)	
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 _____

3 Проверка программного обеспечения _____

4 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.	±4	-			
св. 80 до 2000	-	±5			

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, %			

5 Дополнительная информация _____

Заключение: средство измерений (эталон) соответствует (не соответствует) предъявляемым требованиям и признано пригодным (непригодным) к применению в качестве рабочего эталона 1 разряда в соответствии с Государственной поверочной схемой для средств измерений содержания этанола в газовых средах, утвержденной приказом Росстандарта от 30.12.2019 г. № 3452.

На основании результатов поверки выдано (по заявлению владельца генератора или лица, представившего его на поверку):

Свидетельство о поверке.

Извещение о непригодности.

Причина непригодности _____

Поверку произвел _____

ФИО

Подпись

Дата