

УТВЕРЖДАЮ
Исполнительный директор
АО «НИЦПВ»



В.Д. Войтко

«04» сентября 2017 г.

Анализаторы Alcoolyzer ME

Методика поверки

Москва
2017

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы AlcoLyzer ME производства фирмы «Anton Paar GmbH», Австрия (далее - анализаторы), предназначенные для измерения содержания 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:

- 1.1 Внешний осмотр (п.6.1);
- 1.2 Опробование, проверка программного обеспечения (п. 6.2);
- 1.3 Определение метрологических характеристик (п. 6.3).

2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1 При проведении поверки применяют следующие основные и вспомогательные средства поверки:

- анализатор плотности жидкости серии DMA 4500M, номер в Госреестре СИ 39787-08, пределы допускаемой абсолютной погрешности измерения плотности $\pm 5,0 \cdot 10^{-5}$ г/см³;
- 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;
- колбы мерные со стеклянными пробками 2-100-2 по ГОСТ 1770-74;
- термометр жидкостный 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 указанных;
- барометр-анероид метеорологический БАММ-1 по ТУ 25-11.1513-79. Цена деления: 0,1 кПа;
- психрометр аспирационный М-34-М по ГРПИ 405132.001 ТУ. Диапазон измерений от 10% до 100%;
- термометр лабораторный ТЛ4 по ГОСТ 28498-81. Диапазон измерений от 0 °С до 50 °С. Цена деления: 0,1 °С;
- шприцы медицинские номинальной вместимостью 10 см³.
- Реактивы:
 - спирт этиловый по ГОСТ Р 55878-2013;
 - вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

2.2 Допускается применение 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 должны соблюдаться следующие требования безопасности:

- 1) Правила безопасности, изложенные в Руководстве по эксплуатации анализатора.
- 2) Правила техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителем, утверждённые Госэнергонадзором 31.03.92 г.
- 3) Правила безопасности по РД-39-0147103-354-89 при работе в аналитической лаборатории.

4 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

При проведении поверки должны соблюдаться следующие условия:

- | | |
|--------------------------------------|--------------|
| - температура окружающей среды, °С | 20±5; |
| - относительная влажность воздуха, % | от 30 до 80; |
| - атмосферное давление, кПа | 101,3±4; |
| - напряжение питания, В | 220 ± 10; |
| - частота питающей сети, Гц | 50±1. |

5 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

Перед проведением поверки выполнить следующие работы:

- 1) Включить вентиляцию помещения, где проводится поверка анализаторов.
- 2) Подготовить средства поверки в соответствии с требованиями эксплуатационной документации.
- 3) Подключить анализатор к анализатору плотности серии DMA M.
- 4) Промыть измерительную ячейку и подготовить поверяемый анализатор к проведению измерений согласно требованиям Руководства по эксплуатации на него.
- 5) Выполнить проверку чистоты измерительной ячейки с использованием свежеприготовленной дистиллированной воды. Для этого заполнить измерительную ячейку свежеприготовленной дистиллированной водой и выполнить измерения объёмной доли этанола в соответствии с требованиями руководства по эксплуатации анализатора. Показания объёмной доли этанола должны находиться в пределах ($\pm 0,03$) % 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, необходимо провести процедуру калибровки в соответствии с руководством по эксплуатации.

6 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1 Внешний осмотр.

При проведении внешнего осмотра установить:

- соответствие комплектности и маркировки анализатора требованиям технической документации;

- отсутствие на анализаторе механических повреждений и дефектов покрытий, ухудшающих его внешний вид и мешающих работе;

6.2 Опробование.

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

6.2.2 Для проверки версии программного обеспечения необходимо в основном рабочем окне программы анализатора DMA M, нажать клавишу [Menu], затем выбрать строку «Service» и далее выбрать строку «System Information». В открывшейся таблице в строке «Alcolyzer Universal», столбце «Version» должна отобразиться версия программного обеспечения. Версия ПО должна быть не ниже 2.000.075.

6.2.3 Результаты опробования анализатора считают положительными, если все тесты автоматической диагностики работоспособности анализатора завершены успешно согласно РЭ, номер версии встроенного ПО соответствует п.6.2.2 настоящей методики.

6.3 Определение метрологических характеристик.

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

6.3.2 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%

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

6.3.3.1 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 анализатора плотности жидкости DMA 4500М при температуре 20,00 °С согласно его РЭ.

Б) По таблице 2 «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, 2004, определяют действительное значение объёмной доли этанола в исходном спирте X_d , % Для этого составляют вспомогательную таблицу в соответствии с приведённым ниже примером:

Таблица 2

Температура в °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:

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

6.3.3.2 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.

6.3.3.3 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, см³; $v = 100$ см³ при приготовлении раствора в мерной колбе вместимостью 100 см³;

X – номинальное значение объёмной доли этанола в приготавливаемом поверочном растворе (см. 6.3.2 настоящей методики), %.

6.3.3.4 Изготавливают поверочный раствор:

- колбу мерную вместимостью 100 см³ наполняют примерно на треть дистиллированной водой;
- мерным цилиндром, или пипеткой соответствующей вместимости отбирают рассчитанный объём аликвоты исходного этанола $V_{исх}$ 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.

6.3.4 Определяют действительные значения объёмной доли этанола в поверочных растворах X_d , %, аналогично п. 6.3.3.1 настоящей методики с помощью анализатора плотности жидкости DMA 4500M.

6.3.5 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 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 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 $X_{изм}$, %, 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.

6.3.6 Повторяют операции п. 6.3.5 для поверочных растворов №2, №3, №4 и №5.

7 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

По результатам измерений, полученным по 6.3.5 и 6.3.6 рассчитывают значения абсолютной погрешности анализаторов по формуле:

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

где X_d – действительное значение объёмной доли этанола в поверочном растворе при 20 °С, определённое по аналогии п. 6.3.3.1 настоящей методики, % об.

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

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

8 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

8.1 Результаты поверки оформляются протоколом (форма протокола приведена в Приложении), который хранится в организации, проводившей поверку.

8.2. Анализатор, удовлетворяющий требованиям настоящей методики поверки, признается годными и на него оформляется свидетельство о поверке в соответствии с приказом №1815 от 02.07.2015г.

8.3. Анализаторы, не удовлетворяющие требованиям настоящей методики, к дальнейшей эксплуатации не допускаются и на них выдается извещение о непригодности в соответствии с приказом №1815 от 02.07.2015г. с указанием причин непригодности.

8.4. Знак поверки наносится на свидетельство о поверке.

Главный научный сотрудник АО «НИЦПВ»,
доктор физ.-мат. наук, профессор



М.Н.Филиппов

Протокол первичной (периодической) поверки от _____ г.

Наименование (модель) СИ: анализатор Alcoalyzer ME

Изготовитель: «Anton Paar GmbH», Австрия.

Общие данные о поверяемом оборудовании:

Заводской 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, об.%	Измеренное значение объёмной доли, этанола в поверочном растворе при 20 °С, об.%	Значение абсолютной погрешности, полученное при поверке, об.%

Вывод: значения абсолютной погрешности измерений объёмной доли этанола находятся в пределах ____ об.%.
 Заключение: По результатам поверки анализатор Alcoalyzer ME, заводской номер _____, фирмы «Anton Paar GmbH», Австрия, признан **годным** ~~негодным~~ (не нужно зачеркнуть) к эксплуатации.

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

Дата проведения поверки " ____ " _____ 201_ г.