

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 14 АПРЕЛЯ 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 $\pm 3$ %; – 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 дм <sup>3</sup> /мин, пределы допускаемой погрешности $\pm 0,5$ дм <sup>3</sup> /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 воздух <sup>1)</sup> 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/см <sup>2</sup> , 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/см <sup>3</sup> ; границы относительной погрешности при $P=0,95$ : $\pm 1$ %. Трубка медицинская из поливинилхлорида (ПВХ), 6x1,5 мм Трубка фторопластовая, 3x0,5 мм Трубка соединительная Т-образная Мундштук квадратный
<sup>1)</sup> 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, °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/м<sup>3</sup> 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:

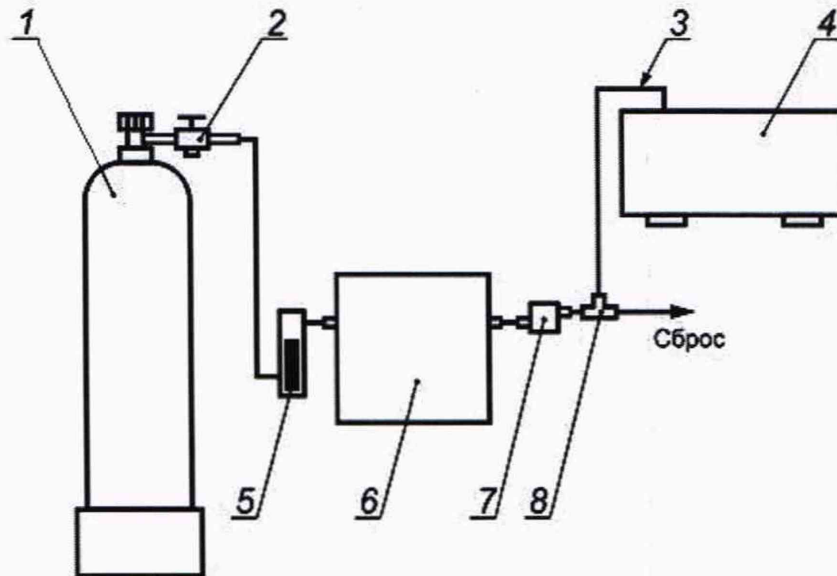
- в емкость для раствора генератора наливают дистиллированную воду и соединяют емкость с контрольным блоком генератора согласно РЭ;
- отверстие подачи воздуха на вход газовой системы генератора закрывают заглушкой;
- к отверстию выхода газовой смеси генератора подсоединяют средство измерений давления 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  $4 \text{ мг/м}^3$ .

### **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  $\pm 1$  л/мин.

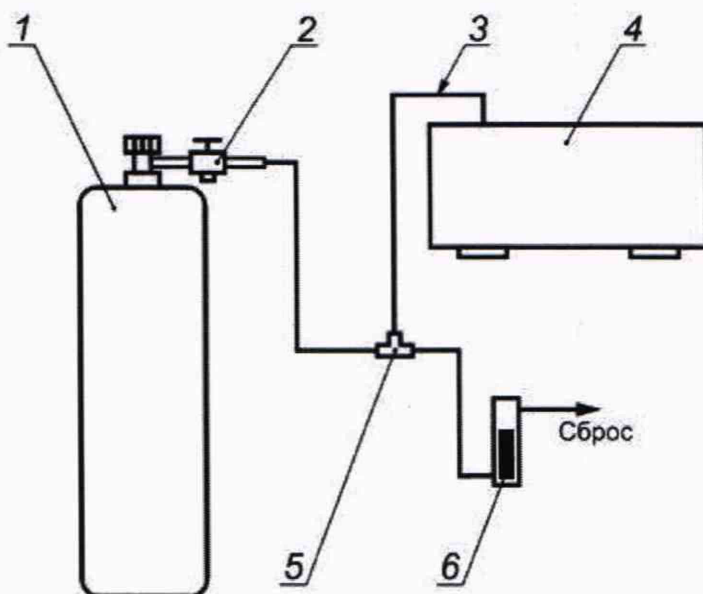
### **6.3 Определение метрологических характеристик**

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/м<sup>3</sup>, 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/см<sup>3</sup>.

7.3 Измеренное значение массовой концентрации этанола в ГС на выходе генератора  $C_{\text{изм}}^{\text{ГС}}$ , мг/м<sup>3</sup>, определяют по формулам

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

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

где  $П^{\text{ГС}}$  – среднее значение показаний газоанализатора-компаратора при подаче ГС от генератора, мг/м<sup>3</sup>;

где  $П^{\text{ЭС}}$  – среднее значение показаний газоанализатора-компаратора при подаче СО состава газовых смесей этанол/азот в баллонах под давлением, мг/м<sup>3</sup>;

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

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  $\delta$ , %, 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 <sup>3</sup>	Пределы допускаемой погрешности воспроизведения массовой концентрации этанола в газовых смесях	
	абсолютной, мг/м <sup>3</sup>	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<sup>3</sup>; 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 <sup>3</sup>	Номинальное значение массовой концентрации этанола в водных растворах этанола <sup>1)</sup> , пределы допускаемого отклонения, мг/см <sup>3</sup>	Номинальное значение молярной доли этанола в ГС в баллонах под давлением <sup>2)</sup> , пределы допускаемого отклонения, млн <sup>-1</sup>
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

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

<sup>2)</sup> 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 <sup>3</sup>	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 <sup>3</sup>	Пределы допускаемой погрешности воспроизведения массовой концентрации этанола в ГС		Расчетное значение массовой концентрации этанола в ГС, мг/м <sup>3</sup>	Измеренное значение массовой концентрации этанола в ГС, мг/м <sup>3</sup>	Значение погрешности, полученное при поверке, %
	абсолютной, мг/м <sup>3</sup>	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