



ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

**ФЕДЕРАЛЬНОЕ БЮДЖЕТНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ
«ГОСУДАРСТВЕННЫЙ РЕГИОНАЛЬНЫЙ ЦЕНТР СТАНДАРТИЗАЦИИ,
МЕТРОЛОГИИ И ИСПЫТАНИЙ В Г. МОСКВЕ И МОСКОВСКОЙ ОБЛАСТИ»
(ФБУ «РОСТЕСТ-МОСКВА»)**

СОГЛАСОВАНО

Заместитель генерального директора
ФБУ «Ростест-Москва»


А.Д. Меньшиков

М.п.

«24» апреля 2023 г.



Государственная система обеспечения единства измерений

**АНАЛИЗАТОРЫ ХЛОРА
РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНЫЕ ВОЛНОДИСПЕРСИОННЫЕ
AVRORA-DUBNE 1710**

Методика поверки

РТ-МП-377-448-2023

г. Москва
2023 г.

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы хлора рентгенофлуоресцентные волнодисперсионные AVRORA-DUBNE 1710 (далее анализаторы) и устанавливает методы и средства их первичной и периодической поверок.

1.2 В целях обеспечения прослеживаемости поверяемого анализатора к государственному первичному эталону единиц величин необходимо соблюдать требования настоящей методики поверки.

Выполнение всех требований настоящей методики обеспечивает прослеживаемость поверяемого средства измерений в соответствии:

- с государственной поверочной схемой для средств измерений массы, утвержденной приказом Росстандарта от 04.07.2022 № 1622 к первичному эталону ГПЭ единицы массы (килограмма) ГЭТ 3-2020;

- с государственной поверочной схемой для средств измерений содержания органических и элементарноорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах, утвержденной приказом Росстандарта от 10.06.2021 № 988 к ГПЭ единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации органических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе жидкостной и газовой хромато-масс-спектрометрии с изотопным разбавлением и гравиметрии ГЭТ 208-2019;

- с государственной поверочной схемой для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах, утвержденной приказом Росстандарта от 19.02.2021 № 148 к ГПЭ единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии ГЭТ 176-2019.

1.3 При определении метрологических характеристик поверяемого анализатора используется метод прямого измерения поверяемым средством измерений величины, воспроизводимой стандартным образцом.

1.4 Допускается по заявлению владельца средства измерений проведение периодической поверки на меньшем числе поддиапазонов измерений (в поддиапазоне измерений, соответствующем поддиапазону эксплуатации (градуировки) средства измерений), с обязательным отражением в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений информации об объеме проведенной поверки.

2 Перечень операций поверки

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

Таблица 1 – Операции поверки

Наименование операции поверки	Обязательность выполнения операций поверки при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Внешний осмотр	Да	Да	7
Контроль условий поверки (при подготовке к поверке и опробовании средства измерений)	Да	Да	8.1
Опробование (при подготовке к поверке и опробовании средства измерений)	Да	Да	8.2

Наименование операции поверки	Обязательность выполнения операций поверки при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Определение метрологических характеристик средства измерений	Да	Да	9
Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	Да	Да	10

3 Требования к условиям проведения поверки

При проведении поверки должны соблюдаться следующие условия влияющих факторов:

- температура окружающего воздуха, °С от 15 до 25;
- относительная влажность воздуха, % от 30 до 75.

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
п. 8.1.1 Контроль условий проведения поверки (при подготовке к поверке и опробовании средства измерений)	Средства измерений температуры окружающей среды в диапазоне измерений от 15 °С до 25 °С с абсолютной погрешностью $\pm 1,0$ °С; Средства измерений относительной влажности воздуха в диапазоне от 20 % до 80 %, с абсолютной погрешностью ± 3 %	Приборы комбинированные Testo 608-N1, Testo 608-N2, Testo 610, Testo 622, Testo 623, модификации Testo-608-N1(пер. № 53505-13)

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
п. 9 Определение метрологических характеристик	Стандартный образец состава хлорбензола с аттестованным значением массовой доли хлорбензола от 99,3 % до 99,98 % с погрешностью $\pm 0,02$ %	СО состава хлорбензола (ХлБ-ВНИИМ), ГСО 11533-2020
	Стандартный образец содержания хлорорганических соединений в нефти с аттестованным значением от 0,3 до 0,5 млн ⁻¹ (мкг/г) с погрешностью ± 20 %	СО содержания хлорорганических соединений в нефти (ХО-0,4-ЭК), ГСО 8860-2007
	Стандартный образец содержания хлорорганических соединений в нефти с аттестованным значением от 1,5 до 2,5 млн ⁻¹ (мкг/г) с погрешностью ± 6 %	СО содержания хлорорганических соединений в нефти (ХОН-2-ЭК), ГСО 8852-2007
<i>Примечание – Допускается использовать при поверке другие утвержденные и аттестованные эталоны единиц величин, средства измерений и стандартные образцы утвержденного типа и поверенные, удовлетворяющие метрологическим требованиям, указанным в таблице.</i>		

Таблица 3–Вспомогательные средства поверки

Операции поверки, требующие применение вспомогательных средств поверки	Требования к вспомогательным средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых вспомогательных средств поверки
п. 9 Определение метрологических характеристик	<p>Изооктан эталонный или химически чистый</p> <p>Весы аналитические с наибольшим пределом взвешивания 12000 г, погрешностью не более 0,5 г</p> <p>Колбы мерные 2-го класса точности вместимостью 100 и 500 см³</p> <p>Пипетки 2-го класса точности вместимостью 5,10,25 см³</p>	<p>Изооктан эталонный по ГОСТ 12433-83 или изооктан «химически чистый» по ТУ 2631-082-44493179-02 изм.1</p> <p>Весы аналитические, специального класса точности по ГОСТ OIML R76-1-2011</p> <p>Колбы мерные 2-го класса точности вместимостью 100 и 500 см³ по ГОСТ 1770-74</p> <p>Пипетки 2-го класса точности вместимостью 5,10,25 см³ по ГОСТ 29228-91</p>
<i>Примечание – Допускается использовать при поверке другие вспомогательные средства поверки, удовлетворяющие требованиям, указанным в таблице.</i>		

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.

7 Внешний осмотр

При внешнем осмотре должно быть установлено:

- соответствие внешнего вида и маркировки описанию типа средства измерений и эксплуатационной документации на анализаторы;

- отсутствие повреждений, препятствующих применению анализатора.

Анализаторы, не отвечающие перечисленным выше требованиям, дальнейшей поверке не подлежат.

8 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

8.1 Перед проведением поверки должны быть выполнены следующие подготовительные работы:

8.1.1 Провести контроль условий поверки: произвести измерение температуры окружающего воздуха и относительной влажности воздуха средствами измерений, указанными в таблице 2. Результаты зафиксировать в протоколе поверки.

8.1.2 Анализатор должен быть выдержан в помещении, в котором проводят поверку, в течение 2 часов.

8.2 Опробование

При проведении опробования выполняется проверка общего функционирования при включении анализатора.

Включить кнопку питания анализатора и проверить, что анализатор проходит режим самодиагностики.

Результаты проверки считают положительными, если:

- режим самодиагностики выполнен положительно;

- анализатор выходит в режим измерений.

9 Определение метрологических характеристик средства измерений

9.1. Определение диапазона измерений, определение относительной погрешности измерений массовой доли хлора

9.1.1 Проверка диапазона измерений массовой доли хлора проводят одновременно с проверкой относительной погрешности измерений массовой доли хлора. Анализатор предоставляется на поверку с предварительно проведенной градуировкой.

9.1.2 Первичную поверку анализатора проводят во всем диапазоне измерений массовой доли хлора (от 0,00002 % до 5,00000 %) на заводских градуировках от 0 до 500 мг/кг, от 0,5 % до 5 % массовой доли хлора с применением не менее двух стандартных образцов и/или контрольных растворов со значениями массовой доли хлора для каждого поддиапазона

измерений. Рекомендуемые контрольные точки, стандартные образцы и приготовленные контрольные растворы для проведения первичной поверки приведены в таблице 4.

Таблица 4

Поддиапазоны измерений массовой доли хлора	Регистрационный номер СО, массовая доля хлора
0,00002 % до 0,00010 % включ. (от 0,2 до 1,0 мг/кг включ.)	Контрольный раствор ГСО 11533-2020, (0,2–0,3) мг/кг Контрольный раствор ГСО 11533-2020, (0,8–1) мг/кг
св. 0,0001 % до 0,0010 % включ. (св. 1 до 10 мг/кг включ.)	ГСО 8852-2007, (1,5 – 2,5) мг/кг Контрольный раствор ГСО 11533-2020, (8–10) мг/кг
св. 0,001 % до 0,010 % включ. (св. 10 до 100 мг/кг включ.)	Контрольный раствор ГСО 11533-2020, (10–20) мг/кг Контрольный раствор ГСО 11533-2020, (80–100) мг/кг
св. 0,01 % до 0,10 % включ. (св. 100 до 1000 мг/кг включ.)	Контрольный раствор ГСО 11533-2020, (100–120) мг/кг Контрольный раствор ГСО 11533-2020, (800–1000) мг/кг
св. 0,1 % до 5,0 % включ. (св. 1000 до 50000 мг/кг включ.)	Контрольный раствор ГСО 11533-2020, 0,1 % – 0,2 % Контрольный раствор ГСО 11533-2020, 4 % – 5 %

9.1.3 Контрольные растворы приготовить в соответствии с приложением А.

9.1.4 Приготовленные контрольные растворы могут храниться в закрытой таре при комнатной температуре в течение не более 10 дней в темном месте.

9.1.5 Периодическую поверку при градуировке средства измерений, отличающейся от заводских градуировок, проводят с применением не менее двух стандартных образцов и/или контрольных растворов со значениями массовой доли хлора, лежащими в диапазоне градуировки средства измерений. Если градуировка средства измерений совпадает с заводской градуировкой, рекомендуемые стандартные образцы и/или контрольные растворы для проведения поверки приведены в таблице 4.

9.1.6 Заполняют чистую, сухую кювету стандартным образцом и/или контрольным раствором примерно до 75 % вместимости. Перед заполнением кюветы может возникнуть необходимость подогрева вязких образцов (с массовой долей хлора выше 1 %) до 28-30 °С для облегчения наливания их в кювету. Между окошком кюветы и образцом не должно быть воздушных пузырьков.

9.1.7 Проводят по два измерения массовой доли хлора (C_{ij}), мг/кг (%) для каждого стандартного образца и/или контрольного раствора, каждый раз используя свежеприготовленную кювету и свежую порцию образца.

9.1.8 Рассчитывают среднее арифметическое значение массовой доли хлора (\bar{C}_i), мг/кг (%) по формуле (1):

$$\bar{C}_i = \frac{\sum C_{ij}}{2} \quad (1)$$

10 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

10.1 Оценка соответствия средства измерений метрологическим требованиям, указанным в описании типа.

10.1.1 По результатам измерений для каждого стандартного образца и/или контрольного раствора рассчитывают относительную погрешность измерений массовой доли хлора (δ), %, по формуле (2):

$$\delta = \frac{\bar{C}_i - C_{ати}}{C_{ати}} \cdot 100, \quad (2)$$

где $C_{ати}$ - действительное значение массовой доли хлора, указанное в паспорте стандартного образца или полученное при приготовлении контрольного раствора, мг/кг (%).

Результат поверки анализатора считать положительным, если:

- диапазон измерений и относительная погрешность измерений массовой доли хлора, полученные при поверке, не превышают значений, указанных в описании типа анализаторов и в Приложении В к настоящей методике поверки.

10.1.2 В случае несоответствия анализатора критериям, изложенным в п. 10.1.1, результат поверки анализатора считать отрицательным.

11 Оформление результатов поверки

11.1 Результаты поверки оформляются протоколом произвольной формы.

11.2 Сведения о результатах поверки средств измерений передаются в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений.

11.3 Свидетельство о поверке или извещение о непригодности к применению средства измерений выдаётся по заявлению владельцев средства измерений или лиц, представивших его в поверку. Свидетельство о поверке или извещение о непригодности к применению средства измерений должны быть оформлены в соответствии с требованиями действующих правовых нормативных документов. Знак поверки наносится на свидетельство о поверке.

Начальник лаборатории № 448



А.Г. Дубинчик

Методика приготовления контрольных растворов

Для приготовления контрольных растворов используется стандартный образец состава хлорбензола (ХЛБ-ВНИИМ) ГСО 11533-2020 и растворитель изооктан эталонный по ГОСТ 12433-83 или изооктан «химически чистый» по ТУ 2631-082-44493179-02 изм.1, а также вспомогательные средства поверки (Таблица 3).

Для приготовления раствора 0Cl с массовой долей Cl 20 % или 40 % необходимо взять навеску стандартного образца в соответствии с таблицей А1 и растворить в колбе с притертой пробкой в небольшом количестве изооктана, довести массу раствора до 50 г. Навеску СО фиксируют с точностью до 0,0001 г, массу получившегося раствора – с точностью до 0,001 г. Колбу закрывают и тщательно перемешивают.

Таблица А1

Наименование и химическая формула хлорорганического соединения	Молекулярная масса основного вещества, $M_{\text{ов}}$, а.е.м	Примерная масса навески стандартного вещества, $m_{\text{ов}}$, г	
		для раствора 40 %	для раствора 20 %
Хлорбензол, C_6H_5Cl	112,56	6,82	3,41

Точное значение массовой доли хлора в приготовленном растворе рассчитывают по формуле:

$$C(0Cl) = \frac{C(\text{ов}) \times 35,45 \times 10 \times m(\text{ов})}{m(\text{р-ра}) \times M(\text{ов})} \quad (2),$$

где $C(0Cl)$ – массовая доля хлора в нулевом растворе, %;

$C(\text{ов})$ – массовая доля основного вещества в стандартном образце по паспорту, %;

$m(\text{ов})$ – масса навески, г;

$m(\text{р-ра})$ – масса раствора, г.

Контрольные растворы с массовой долей хлора 10 %, 5 %, 2,5 %, 1 %, 0,5 % готовят из контрольного раствора с концентрацией 20 % (обозначен в таблице А2 как 0Cl), доводя массу раствора приблизительно до 100 г. Примерные массы навесок контрольного раствора 0Cl приведены в таблице А2.

Таблица А2

Примерная навеска КР, г	Примерное значение массовой доли хлора, %	Индекс приготовленного контрольного раствора
50,0 г контрольного раствора 0Cl	10	1Cl
25,0 г контрольного раствора 0Cl	5	2Cl
50,0 г контрольного раствора 2Cl	2,5	3Cl
10,0 г контрольного раствора 1Cl	1,0	4Cl
5,0 г контрольного раствора 1Cl	0,5	5Cl

Точное значение массовой доли хлора в приготовленных растворах рассчитывают по формуле:

$$C(XCl) = \frac{C(исрCl) \times m(исрCl)}{M(p-ра)} \quad (3)$$

где $C(XCl)$ – массовая доля хлора в X-ом контрольном растворе, %;
 $C(исрCl)$ – массовая доля хлора в исходном контрольном растворе, %;
 $m(исрCl)$ – масса навески исходного контрольного раствора, г;
 $M(p-ра)$ – масса раствора, г.

Контрольные растворы с массовой долей хлора менее 1% могут быть приготовлены из контрольного раствора 4Cl разбавлением изооктаном по объёму.

При использовании СО, средств измерений и реактивов, указанных в таблицах 2 и 3 настоящей методики поверки, относительная погрешность контрольных растворов с массовой долей хлора 10,0 %, 5,0 %, 2,5 %, 1,0%, приготовленных по данному приложению, не превышает 2,5 %, контрольных растворов с массовой долей хлора менее 1,0 % - 4 %.

Метрологические характеристики анализаторов
хлора рентгенофлуоресцентных волнодисперсионных AVRORA-DUBNE 1710

Таблица 2 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение
Диапазон измерений массовой доли хлора, % (мг/кг*)	от 0,00002 до 5,00000 (от 0,2 до 50000.0)
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой доли хлора, %, в поддиапазонах измерений: - от 0,00002 % до 0,00010 % включ. (от 0,2 до 1.0 мг/кг включ.) - св. 0,0001 % до 0,0010 % включ. (св. 1 до 10 мг/кг включ.) - св. 0,001 % до 0,010 % включ. (св. 10 до 100 мг/кг включ.) - св. 0,01 до 0,10 включ. (св. 100 до 1000 мг/кг включ.) - св. 0,1 до 5.0 включ. (св. 1000 до 50000 мг/кг включ.)	±30 ±20 ±15 ±10 ±5
* На дисплее анализатора отображаются ppm	