



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

«10» ноября 2023 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

ФОТОМЕТРЫ ПЛАМЕННЫЕ ФПА-178

Методика поверки

РТ-МП-4715-06-2023

г. Москва
2023 г.

1 Общие положения

Настоящая методика поверки распространяется на фотометры пламенные ФПА-178 (далее – фотометры) и устанавливает методы и средства их первичной и периодической поверок.

Выполнение всех требований настоящей методики обеспечивает прослеживаемость поверяемого средства измерений к следующим государственным первичным эталонам:

- ГЭТ 3-2020 - государственный первичный эталон единицы массы - килограмма в соответствии с государственной поверочной схемой для средств измерений массы, утвержденной приказом Росстандарта от 04 июля 2022 г. № 1622;

- ГЭТ 176-2019 - государственный первичный эталон единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии в соответствии с государственной поверочной схемой для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах, утвержденной приказом Росстандарта от 19 февраля 2021 г. № 148;

- ГЭТ 196-2023 - государственный первичный эталон единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе спектральных методов в соответствии с государственной поверочной схемой для средств измерений массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов, а также флуоресценции в жидких и твердых веществах и материалах на основе спектральных методов, утвержденной приказом Росстандарта от 07 августа 2023 г. № 1569;

- ГЭТ 217-2018 - государственный первичный эталон единиц массовой доли и массовой (молярной) концентрации неорганических компонентов в водных растворах на основе гравиметрического и спектрального методов в соответствии с государственной поверочной схемой для средств измерений содержания неорганических компонентов в водных растворах, утвержденной приказом Росстандарта от 01 ноября 2019 г. № 2605.

При определении метрологических характеристик средства измерений используется метод прямых измерений.

2 Перечень операций поверки средства измерений

При проведении поверки проводят 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 |
| Проверка программного обеспечения средства измерений | Да | Да | 9 |
| Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям | Да | Да | 10 |

3 Требования к условиям проведения поверки

При проведении поверки должны соблюдаться следующие условия:

| | |
|--|----------------|
| – температура окружающего воздуха, °С | от 15 до 25; |
| – относительная влажность воздуха, % | от 30 до 80; |
| – атмосферное давление, кПа | от 96 до 104; |
| – напряжение переменного тока питающей сети, В | от 198 до 242; |
| – частота переменного тока питающей сети, Гц | от 49 до 51. |

4 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

К поверке фотометров допускаются лица, имеющие необходимую квалификацию, опыт поверки средств измерений, изучившие эксплуатационные документы на поверяемые средства измерений, основные средства поверки и настоящую методику поверки.

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

5 Метрологические и технические требования к средствам поверки

При проведении поверки применяются средства поверки (основные и вспомогательные), перечисленные 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 Контроль условий поверки (при подготовке к поверке и опробовании средства измерений) | Средства измерений температуры окружающей среды в диапазоне измерений от плюс 15 °С до плюс 25 °С с абсолютной погрешностью не более 1 °С Средства измерений относительной влажности воздуха в диапазоне от 20 % до 90 % с абсолютной погрешностью не более 3 % Средства измерений атмосферного давления в диапазоне от 94 до 106 кПа, с абсолютной погрешностью не более 0,5 кПа | Прибор комбинированный Testo 622, рег. № 53505-13 |
| | Средства измерений напряжения питающей сети в диапазоне от 145 до 250 В, с относительной погрешностью не более 1 % Средства измерений частоты питающей сети в диапазоне от 45 до 55 Гц, с абсолютной погрешностью не более 0,1 Гц | Мультиметр цифровой Fluke 87V MAX, рег. № 80953-21 |
| п. 10 Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям | Стандартные образцы массовой концентрации ионов натрия и калия с аттестованным значением от 0,95 до 1,05 г/дм ³ , границами допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения стандартного образца при P=0,95 не более 1 % | Стандартный образец состава раствора ионов натрия, рег. № ГСО 7775-2000 Стандартный образец состава раствора ионов калия, рег. № ГСО 7771-2000 |
| | Мера вместимости стеклянная вместимостью 100 мл с абсолютной погрешностью не более 0,2 мл | Вспомогательное оборудование Колба 2-го класса точности вместимостью 100 мл, рег. № 4783-04 |

| Операции поверки, требующие применение средств поверки | Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки | Перечень рекомендуемых средств поверки |
|---|--|---|
| | Средство измерений объема дозы от 1 до 10 мл с абсолютной погрешностью не более 0,1 мл | Пипетка 2-го класса точности вместимостью 10 мл, рег. № 7577-02 |
| <p>Примечание – Допускается использовать при поверке аналогичные стандартные образцы, обеспечивающие соотношение погрешности аттестованного значения содержания компонента в стандартном образце к погрешности поверяемого средства измерений не более 0,5.</p> <p>При выборе средств поверки предпочтительным является использование стандартного образца утвержденного типа с установленной прослеживаемостью к государственному первичному эталону единицы величины того же рода из следующих:</p> <ul style="list-style-type: none"> - ГПЭ единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии ГЭТ 176; - ГПЭ единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе спектральных методов ГЭТ 196; - ГПЭ единиц массовой доли и массовой (молярной) концентрации неорганических компонентов в водных растворах на основе гравиметрического и спектрального методов ГЭТ 217. <p>Допускается использовать при поверке другие утвержденные средства измерений утвержденного типа и поверенные, удовлетворяющие метрологическим требованиям, указанным в таблице.</p> | | |

6 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

6.1 Помещение для проведения поверки должно соответствовать правилам техники безопасности и производственной санитарии.

6.2 При проведении поверки фотометров необходимо соблюдать правила техники безопасности при эксплуатации электроустановок и требования безопасности, определенные в эксплуатационных документах на оборудование, применяемое при поверке.

6.3 К работе на оборудовании допускаются лица, прошедшие инструктаж по технике безопасности и имеющие удостоверение о проверке знаний.

7 Внешний осмотр средства измерений

При внешнем осмотре фотометров проверяется:

– соответствие внешнего вида и маркировки описанию типа и эксплуатационной документации на фотометры;

– отсутствие видимых повреждений фотометров, которые могут повлиять на работу средства измерений и его органов управления;

– наличие пломб от несанкционированного доступа, установленных в местах согласно описанию типа на данное средство измерений.

Результаты проверки считаются удовлетворительными, если выполняются вышеуказанные требования.

Установленный факт отсутствия пломб от несанкционированного доступа при периодической поверке не является критерием неисправности средства измерений и носит информативный характер для производителя средства измерений.

Факт отсутствия пломб от несанкционированного доступа при периодической поверке фиксируется в протоколе поверки в соответствующем разделе.

При получении отрицательных результатов по данной операции, процедуру поверки необходимо прекратить, результаты поверки оформить в соответствии с п. 11 данной методики поверки.

8 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

Фотометры должны предварительно выдерживаться в нерабочем состоянии при температуре окружающего воздуха, указанной в пункте 3, не менее одного часа. Средства поверки и поверяемые фотометры должны быть подготовлены к работе согласно их эксплуатационным документам. Подготовку фотометров к работе должны осуществлять лица их эксплуатирующие.

Приготовить поверочные растворы в соответствии с процедурой приготовления растворов, изложенной в приложении А.

8.1 Контроль условий поверки

8.1.1 Перед проведением операций поверки выполнить контроль условий поверки.

8.1.2 Контроль осуществлять измерением влияющих факторов, указанных в п. 3, с помощью приборов контроля условий поверки (или иных средств измерений указанных параметров). Измерения влияющих факторов проводить в комнате, где проводятся операции поверки.

8.1.3 Результат измерений влияющих факторов должен находиться в пределах, указанных в п. 3. В противном случае поверку не проводят до приведения условий поверки в соответствии с п. 3.

8.2 Опробование

Для опробования взять любой поверочный раствор и провести пробное измерение. При опробовании должны быть установлены:

- работоспособность систем подачи раствора;
- отображение результатов измерения.

При получении отрицательных результатов по данной операции, процедуру поверки необходимо прекратить, результаты поверки оформить в соответствии с п. 11 данной методики поверки.

9 Проверка программного обеспечения средства измерений

Проверить номер версии программного обеспечения фотометра, отображаемый на экране при включении фотометра.

Результат проверки считают положительным, если номер версии программного обеспечения не ниже 1.10.

При получении отрицательных результатов по данной операции, процедуру поверки необходимо прекратить, результаты поверки оформить в соответствии с п. 11 данной методики поверки.

10 Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

Определение относительной погрешности и относительного среднего квадратического отклонения измерений массовой концентрации натрия и калия провести методом прямых измерений в следующем порядке.

Для каждого поверочного раствора с концентрацией элемента, указанной в таблице А.1, сделать по 10 измерений C_i , выполнив перед измерениями одно не фиксируемое измерение для промывки смесителя и после этого - операцию коррекции градуировки фотометра той же концентрацией элемента в соответствии с руководством по эксплуатации.

Для каждого раствора рассчитать результат измерения концентрации как среднее арифметическое результатов измерений по формуле

$$\bar{C} = \frac{\sum_{i=1}^n C_i}{n} \quad (1)$$

где C_i – результат измерения массовой концентрации элемента, мг/дм³;
 n – количество измерений, равное 10.

Рассчитать относительную погрешность измерений массовой концентрации по формуле

$$\delta = \frac{\bar{C} - C_0}{C_0} \cdot 100 \quad (2)$$

где C_0 – действительное значение массовой концентрации элемента в измеряемом растворе по таблице А.1, мг/дм³.

Рассчитать относительное среднее квадратическое отклонение (СКО) для каждого раствора по формуле

$$СКО = \frac{\sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (C_i - \bar{C})^2}}{\bar{C}} \cdot 100 \quad (3)$$

Результаты поверки считать положительными, если значение допускаемой относительной погрешности измерений массовой концентрации натрия и калия не превышает ± 5 %, а относительного среднего квадратического отклонения измерений массовой концентрации натрия и калия не превышает 5 %.

11 Оформление результатов поверки

11.1 Сведения о результатах поверки передаются в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в соответствии с Порядком создания и ведения Федерального информационного фонда по обеспечению единства измерений.

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

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

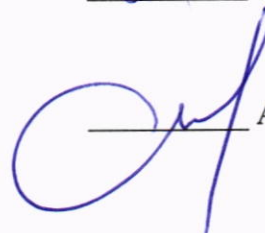
11.4 Требования к оформлению протокола поверки не предъявляются.

Заместитель директора
Сергиево-Посадского филиала ФБУ «Ростест-Москва»



А.В. Маслова

Ведущий инженер по метрологии
Сергиево-Посадского филиала ФБУ «Ростест-Москва»



А.В. Морозов

Процедура приготовления поверочных растворов.

1. Подготовка мерной посуды.

Мерные колбы, используемые для приготовления растворов, заполнить на 0,5 объема бидистиллированной водой, внести 5 см³ концентрированной азотной кислоты и тщательно перемешать, промывая колбы. Слив раствор кислоты, колбы промыть бидистиллированной водой и высушить.

2. Приготовление поверочных растворов.

В мерную колбу, заполненную на 0,5 объема бидистиллированной водой, вносят аликвоту исходного раствора с помощью пипетки, объем в колбе заполняют до метки бидистиллированной водой и тщательно перемешивают.

Приготовление растворов проводят в соответствии с таблицей А.1.

Таблица А.1 - Концентрации элементов в растворах

| № п/п | Номинальная концентрация элемента в исходном растворе $C_{исх}$, мг/дм ³ | Аликвота исходного раствора, см ³ | Вместимость колбы, см ³ | Номинальная концентрация элемента в полученном растворе $C_{пол}$, мг/дм ³ | Относительная погрешность, % |
|-------|---|--|------------------------------------|--|------------------------------|
| 1 | 1000 | 1 | 100 | 10 | 1,5 |
| 2 | 1000 | 10 | 100 | 100 | |
| 3 | 10 | 5 | 100 | 0,5 | 1,8 |

Действительное значение массовой концентрации элемента в измеряемом растворе C_0 , мг/дм³, определяется по формуле

$$C_0 = C_{атт} \cdot C_{пол} / C_{исх} \quad (4)$$

где $C_{атт}$ – аттестованное значение массовой концентрации элемента в исходном растворе, мг/дм³.

3. Относительная погрешность приготовления растворов.

Относительная погрешность приготовления растворов определяется по формуле

$$\theta = \sqrt{\theta_0^2 + \theta_{ип}^2 + \theta_{ик}^2 + 2\theta_t^2} \quad (5)$$

где θ_0 - относительная погрешность аттестованного значения стандартного образца, %;
 $\theta_{ип}$ - относительная погрешность мерной пипетки на i-м этапе разбавления, %;
 $\theta_{ик}$ - относительная погрешность мерной колбы на i-м этапе разбавления, %;
 θ_t - относительная погрешность, вызванная отклонением температуры от 20 °С на 5 °С. Множитель 2 показывает, что при приготовлении раствора температура может изменяться дважды - в мерной пипетке и в мерной колбе ($\theta_t = 0,103$ %).

Относительная погрешность приготовления растворов не должна превышать 2,5 %.