



УТВЕРЖДАЮ

Директор

ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева»

К.В.Гоголинский
22 апреля 2016 г.

АНАЛИЗАТОРЫ ХЛОРА CLORA, CLORA 2XP

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 242-1958-2016

и.р. 65146-16

Руководитель отдела

ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева»

Л.А.Конопелько

Старший научный сотрудник

ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева»

А.Б.Копыльцова

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы хлора CLORA, CLORA 2XP производства фирмы «X-Ray Optical Systems, Inc.» (США) (далее анализаторы) и устанавливает методы и средства их первичной поверки после ввода в эксплуатацию и после ремонта и периодической поверки в процессе эксплуатации. Интервал между поверками – 1 год.

1. ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

2.1. При проведении поверки должны быть выполнены операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1

№ п/п	Наименование операции	Номер пункта методики	Обязательность проведения при	
			первичной поверке	периодической поверке
1.	Внешний осмотр	7.1	Да	Да
2.	Опробование	7.2	Да	Да
3.	Проверка соответствия ПО	7.3	Да	Да
4.	Проверка относительной погрешности измерений массовой доли хлора	7.4	Да	Да

2. СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1. При проведении поверки используют СО массовой доли хлорорганических соединений, указанные в таблице 2.

Таблица 2

№ п/п	Тип СО	Номер СО	Наименование СО	Аттестованное значение СО	Границы допускаемых значений относительной погрешности, при P = 0,95, %
1	Массовой доли хлорорганических соединений в нефти	10150-2012	ХОН-ПА(0)	<1	-
2			ХОН-ПА(2)	2-4	± 13
3			ХОН-ПА(5)	5-7	± 13
4			ХОН-ПА(10)	8-10	± 13
5			ХОН-ПА (30)	27-33	± 13
6			ХОН-ПА (50)	45-55	± 13
7	Содержания хлорорганических соединений	8860-2007	ХО-0,4-ЭК	0,3-0,5 мкг/г	± 20
8		8861-2007	ХО-13-ЭК	12-14 мкг/г	± 6
9		8862-2007	ХО-130-ЭК	120-140 мкг/г	± 1,5
10	Массовой доли хлорорганических соединений в нефти	10741-2016	ХН-ПА(0)	<1	-
11			ХН-ПА(0,5)	0,3-0,5	± 1
12			ХН-ПА(1)	0,8-1,2	± 1
13			ХН-ПА(2)	1,5-2,5	± 1
14			ХН-ПА (5)	4-6	± 1
15			ХН-ПА (10)	8-14	± 1
16			ХН-ПА (20)	14-22	± 1
17			ХН-ПА (25)	22-28	± 1
18			ХН-ПА (50)	45-55	± 1
19			ХН-ПА (100)	80-140	± 1
20			ХН-ПА (200)	170-200	± 1

21	Государственные стандартные образцы состава хлорбензола	7142-95		Массовая доля основного вещества (хлорбензола), %, 99,30-99,99	± 0,2
----	---	---------	--	--	-------

2.2. Изооктан эталонный по ГОСТ 12433-83 или Изооктан без хлора и серы (БХС) «химически чистый», ТУ 2631-082-44493179-02 с изм. 1;

2.3. Средства измерений условий окружающей среды.

2.4. Допускается применение других средств поверки, не приведенных в таблице, но допущенных к применению в РФ в установленном порядке, метрологические характеристики которых не хуже указанных.

2.5. Все средства поверки должны иметь действующие знаки поверки, а стандартные образцы – действующие паспорта.

3. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

3.1. Требования безопасности должны соответствовать рекомендациям, изложенным в Руководстве по эксплуатации на анализаторы.

3.2. К проведению измерений при поверке допускаются лица, изучившие методику поверки прибора.

3.3. Для получения данных, необходимых для поверки, допускается участие операторов, обслуживающих прибор (под контролем поверителя).

4. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

4.1. При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С от 15 до 25

- относительная влажность воздуха, (при $t = 20$ °С), % от 30 до 80

4.2. Анализаторы устанавливаются вдали от источников магнитных и электрических полей.

5. ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

5.1. Установка и подготовка анализатора к работе осуществляется в соответствии с эксплуатационной документацией (ЭД).

5.2. Перед проведением поверки анализатор следует прогреть не менее 2-х часов.

5.3. Контрольные растворы хлоридов на основе СО состава хлорбензола (ГСО 7142-95) готовят в соответствии с Приложением 2.

5.4. В соответствии с ЭД производителя проводится проверка стабильности хранящейся в памяти анализатора градуировочной зависимости с помощью градуировочных смесей. Если градуировочная зависимость не обеспечивает заданной ЭД точности определения массовой доли хлора, проводят новую градуировку согласно рекомендациям ЭД (рисунок 1).

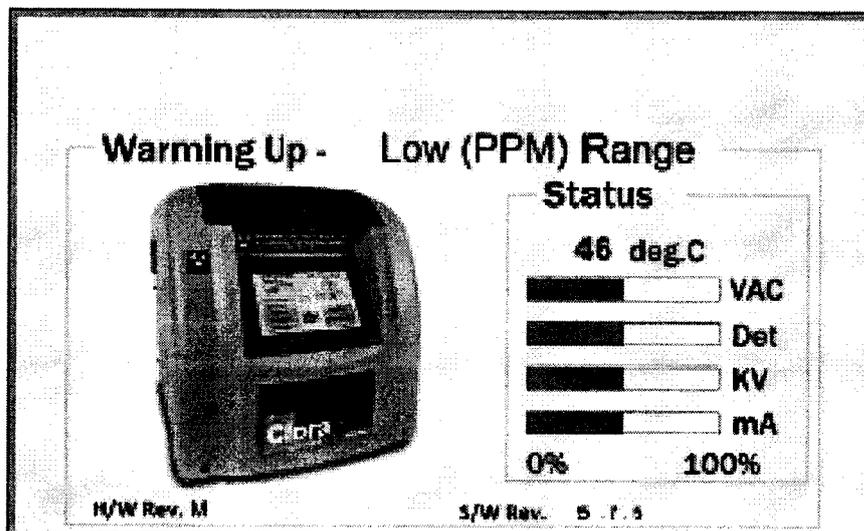


Рис 1. Экран «Warming Up» (прогрев)

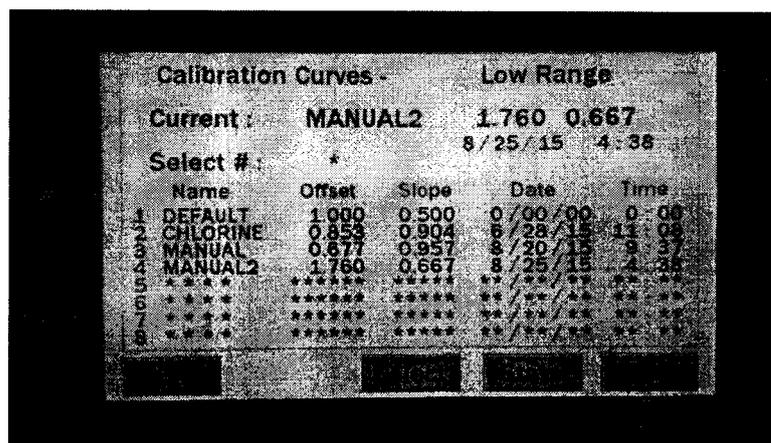


Рисунок 2. Вид экрана дисплея после завершения градуировки.

6. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1. Внешний осмотр.

При внешнем осмотре установить:

- отсутствие видимых повреждений анализаторов;
- чистоту анализаторов, отсутствие следов коррозии, подтеков химических реактивов;
- соответствие комплектности указанной в ЭД;
- четкость обозначений и маркировки.

6.2. Опробование.

- включить кнопку питания анализатора и проверить, что анализатор проходит режим самодиагностики;

6.3. Проверка соответствия ПО заключается в определении номера версии (идентификационного номера) программного обеспечения.

Вывод номера версии на экран прибора осуществляется путем включения анализатора. Копия экрана «Warming Up» с указанием версии ПО (S/W Rev. 5.7.5) для модели CLORA 2XP показана на рисунке 2. Результат проверки считается положительным, если номер версии на экране соответствует номеру версии, указанному в разделе «Программное обеспечение» описания типа средства измерений или выше.

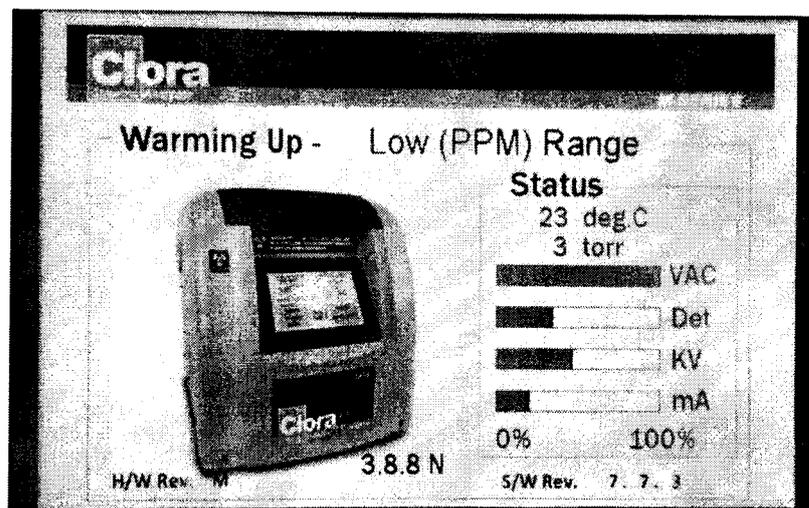


Рисунок 2. Внешний вид экрана «Warming Up» после включения на стадии прогрева анализатора

6.4. Проверка относительной погрешности измерений массовой доли хлора.

Определение относительной погрешности анализатора проводится с помощью стандартных образцов, указанных в таблице 2 и/или контрольных растворов, указанных в Приложении 2. Для поверки используют не менее одного СО или КР в каждом поддиапазоне измерений анализатора (например, для поверки модели CLORA 2XP используют ГСО №№7,2,6,9 из таблицы 1 и/или КР 1С1 из таблицы 1 приложения 2; для поверки модели CLORA используют ГСО №№ 2,6,9 из таблицы 1 и/или КР 1С1, 5 С1 из таблицы 1 приложения 2). Допустимо проводить поверку в рабочем диапазоне измерений анализатора, если анализатор используется в более узком диапазоне измерений, чем указано в технической документации¹, при этом используют не менее 3 СО из таблицы 1 или КР из таблицы 1 приложения 2, значение массовой доли которых находится в начале, середине и конце рабочего диапазона.

6.4.1. Порядок проведения поверки

- прогреть анализатор, после прогрева на сенсорной панели будет отображаться «READY TO MEASURE»;

- нажать кнопку «More» для отображения экрана «Measurement Options» и установить количество циклов измерений «n», время измерения контрольного раствора (КС) 300 секунд;

- в соответствии с ЭД за результат единичного измерения в диапазоне от 1 до 5 мг/дм³ (млн⁻¹) принимают среднее по n=5 циклам измерения; в диапазоне свыше 5 до 100 мг/дм³ (млн⁻¹) – по n=2 циклам измерения, в диапазоне свыше 100 мг/дм³ по n=1 циклу измерения;

- нажать кнопку «LOAD MEASURE» и на сенсорном табло будет отображаться «PLEASE LOAD SAMPLE» (загрузите пробу);

- поместить в измерительную камеру анализатора кювету с ГСО или контрольный раствор (Приложение 2) и нажать кнопку «MEASURE». После выполнения измерения на сенсорном экране анализатора будет отображаться результат измерения массовой доли хлора X_n в мг/дм³ (млн⁻¹);

- нажать клавишу «REMEASURE» для проведения следующего цикла измерений.

- повторить данные операции для остальных СО или контрольных растворов.

6.4.2. Проводят по два единичных измерения для каждого СО или КР и вычисляют относительную погрешность анализатора для каждого единичного измерения по формуле (1):

¹ Должно быть утверждено Руководителем предприятия, на котором эксплуатируется анализатор.

$$\delta_i = \frac{|C_{амм} - C_i|}{C_{амм}} \times 100\% \quad (1)$$

где: C_i - i -ый результат измерения массовой доли хлора;

$C_{амм}$ - действительное значение массовой доля хлора, рассчитанное по

Приложению 2 или указанное в паспорте на СО.

6.4.3. За значение относительной погрешности принимается максимальное значение, полученное в п.7.4.2.-7.4.3. Анализатор считается выдержавшим поверку, если относительная погрешность для результата каждого единичного измерения каждого ГСО или КР не превышает значений, указанных в Таблице 3.

Таблица 3

Диапазон измерений массовой доли компонента, %	Пределы допускаемой относительной погрешности, %
От 1 до 2 мг/кг (млн ⁻¹)	±40
Свыше 2 до 5 мг/кг (млн ⁻¹)	±30
Свыше 5 до 100 мг/кг (млн ⁻¹)	±10
Свыше 100 мг/кг (млн ⁻¹)	± 5

8. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

8.1. Результаты поверки оформляются протоколом, рекомендуемая форма которого приведена в приложении А.

8.2. При положительном результате первичной/периодической поверки выдается свидетельство о поверке в соответствии с формой, указанной в документе ПР 50.2.006-94 «Правила по метрологии. ГСИ. Порядок проведения поверки средств измерений»

8.3. При отрицательных результатах поверки анализатор к эксплуатации не допускается, свидетельство о предыдущей поверке аннулируется и выдается извещение о непригодности с указанием причин в соответствии с ПР 50.2.006.

**ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ
анализатор хлора CLORA**

Модель _____
Зав.№ _____
Принадлежит _____
ИНН владельца _____
Дата выпуска _____
Дата поверки _____

Условия поверки:
температура окружающего воздуха _____ °С;
относительная влажность _____ %.

Наименование документа, по которому проводилась
поверка _____

Наименование стандартных образцов, использованных при поверке и срок
их годности _____

РЕЗУЛЬТАТЫ ПОВЕРКИ

1. Результаты внешнего осмотра _____
2. Результаты определения относительной погрешности анализатора _____

№ ГСО/КР	Аттестованное значение массовой доли хлора, млн ⁻¹	Результаты измерений массовой доли хлора, млн ⁻¹	Относительная погрешность измерений массовой доли хлора, %	Соответствие требованиям Да (+) / Нет (-)

3. Проверка диапазона измерений массовой доли хлора

Диапазон измерений от 1 до 3000 млн¹ _____ (Соответствие требованиям Да (+) / Нет (-))

Результат проведения поверки: _____

Поверитель: _____

(подпись)

Дата _____

Методика приготовления контрольных растворов хлора

Для приготовления контрольных растворов хлорбензола в изооктане применяют оборудование и реактивы, указанные в п.2 методики поверки. Используют следующие оборудование, посуду и материалы:

-Весы аналитические, специального класса точности, с пределом взвешивания 210 г, погрешность взвешивания ± 0.0001 г.

-Колбы мерные вместимостью 2-100-2, 2-20-2, 2-500-2 по ГОСТ 1770-74.

-Пипетки 2-ого класса точности по ГОСТ 29228-91, ГОСТ 29169-91.

-Термометр ртутный по ГОСТ 28298-90.

Приготовление контрольных растворов проводят при температуре от 15 до 25 °С.

Приготовление раствора 0Cl с массовой долей хлоридов 1,000 %: навеску ГСО ($m_{\text{ГСО}}$) $3,8 \pm 0,01$ г растворяют в колбе с притертой пробкой примерно в 50 см^3 изооктана и доводят массу раствора до 200,00 г. Колбу закрывают пробкой и тщательно перемешивают.

Для приготовления контрольных растворов 1Cl - 7Cl этот раствор разбавляют изооктаном в соответствии с Таблицей 1.

Таблица 1

Количество реагента или ГСО	Конечный объем контрольного раствора, см^3	Значение массовой доли хлора, %	Индекс контрольного раствора
Контрольные растворы общего хлорбензола в изооктане			
Навеска хлорбензола $3,8 \pm 0,01$ г		1,000	0Cl
Аликвота раствора 0Cl 125 см^3	500	0,250	1Cl
Аликвота раствора 0Cl 50 см^3	500	0,100	2Cl
Аликвота раствора 0Cl 25 см^3	500	0,050	3Cl
Аликвота раствора 1Cl 50 см^3	500	0,025	4Cl
Аликвота раствора 2Cl 50 см^3	500	0,010	5Cl
Аликвота раствора 3Cl 50 см^3	500	0,005	6Cl
Аликвота раствора 5Cl 50 см^3	500	0,0010	7Cl

При использовании средств измерения, ГСО и реактивов, указанных в п.1 настоящего приложения, относительная погрешность контрольных растворов, приготовленных по данной методике, не превышает 3%.