



ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

**ФЕДЕРАЛЬНОЕ БЮДЖЕТНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ
«НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ЦЕНТР ПРИКЛАДНОЙ МЕТРОЛОГИИ – РОСТЕСТ»
(ФБУ «НИЦ ПМ – РОСТЕСТ»)**

СОГЛАСОВАНО

Заместитель генерального директора

С.А. Денисенко

М.п.

« 30 » мая 2025 г.



Государственная система обеспечения единства измерений

Анализаторы хлорорганических соединений в нефти «ХОС»

Методика поверки

РТ-МП-14-205-2025

2025 г

1 ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

Настоящая методика распространяется на анализаторы хлорорганических соединений в нефти «ХОС» (далее – анализаторы) и устанавливает методы и средства их первичной и периодической поверки.

Прослеживаемость поверяемого СИ обеспечивается применением ГСО:

- к единицам величины массы и объема в соответствии с Государственной поверочной схемой для средств измерений массы, утвержденной приказом Росстандарта от 04.07.2022 № 1622, подтверждающей прослеживаемость к государственному первичному эталону ГЭТ 3-2020, и Государственной поверочной схемой для средств измерений массы и объема жидкости в потоке, объема жидкости и вместимости при статических измерениях, массового и объемного расходов жидкости, утвержденной приказом Росстандарта от 26.09.2022 № 2356, подтверждающей прослеживаемость к государственному первичному эталону ГЭТ 216-2018.

При определении метрологических характеристик поверяемого средства измерений используется метод прямых измерений.

2 ПЕРЕЧЕНЬ ОПЕРАЦИЙ ПОВЕРКИ

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

Таблица 1

Наименование операции	Номер пункта методики	Обязательность проведения операции при	
		первой поверке	периодической поверке
Внешний осмотр средства измерений	7	Да	Да
Подготовка к поверке и опробование средства измерений	8	Да	Да
Проверка программного обеспечения средства измерений	9	Да	Да
Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	10	Да	Да
Оформление результатов поверки	11	Да	Да

2.2 Если при проведении той или иной операции поверки получен отрицательный результат, дальнейшее выполнение поверки прекращают.

3 ТРЕБОВАНИЯ К УСЛОВИЯМ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

3.1 При проведении поверки соблюдают следующие условия:

- температура окружающей среды, °С от 10 до 40;
 - относительная влажность, %; от 30 до 80;
 - атмосферное давление, кПа от 84,0 до 106,4;

4 ТРЕБОВАНИЯ К СПЕЦИАЛИСТАМ, ОСУЩЕСТВЛЯЮЩИМ ПОВЕРКУ

4.1 К проведению поверки допускаются поверители средств измерений в соответствии с областью аккредитации организации, аккредитованной в национальной системе аккредитации на проведение поверки средств измерений согласно законодательству Российской Федерации об аккредитации, прошедшие инструктаж по технике безопасности, ознакомленные с эксплуатационными документами на анализатор и средства поверки и настоящей методикой поверки.

4.2 При выполнении операций поверки допускается участие сервис-инженера изгото-вителя, его авторизированного представителя или оператора, обслуживающего анализатор (под контролем поверителя).

5 МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ И ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ К СРЕДСТВАМ ПОВЕРКИ

5.1 При проведении поверки применяют средства поверки, указанные в таблице 2.

Таблица 2 - Средства поверки

Номер пункта методики поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
3, 7-10	Диапазоны измерений: – температуры от плюс 10 °C до плюс 40 °C, абс. погрешность не более ±1 °C; – относительной влажности от 30 до 80 %, абс. погрешность не более ±3 %; – атмосферного давления от 84,0 до 106,4 кПа, абс. погрешность не более ±3 кПа.	Прибор комбинированный TESTO мод. 608-H1, рег. № 53505-13 Барометр-анероид метеорологический БАММ-1, рег. № 5738-76
10	Контрольные растворы тетрахлорэтилена, приготовленные по методике, приведенной в приложении А.	Стандартный образец состава тетрахлорэтилена ГСО 7423-97
	Вспомогательные средства поверки: – весы лабораторные, ГОСТ OIML R 76-1-2011, класс точности I (специальный), поверочный интервал 1 мг; – колбы мерные наливные 2-50-1, 2-1000-2, ГОСТ 1770-74; – пипетки 2-1-2-0,5, 2-1-2-2, 2-1-2-5, ГОСТ 29227-91 или дозатор пипеточный одноканальный с диапазоном объёмов дозирования от 2 до 20 мкл; пределы систематической составляющей основной относительной погрешности, не более ±8 %; – изооктан эталонный, ГОСТ 12433-83.	

Примечание - Допускается использовать при поверке другие утвержденные и поверенные средства измерений, стандартные образцы с действующими паспортами, удовлетворяющие метрологическим требованиям, указанным в таблице, и обеспечивающие определение метрологических характеристик поверяемых СИ с требуемой точностью.

6 ТРЕБОВАНИЯ ПО ОБЕСПЕЧЕНИЮ БЕЗОПАСНОСТИ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

6.1 Поверку анализаторов проводят с соблюдением условий безопасной работы в соответствии с требованиями эксплуатационной документации и следующих документов:

- ГОСТ 31610.17-2012. Электрооборудование для взрывоопасных газовых сред. Часть 17. Проверка и техническое обслуживание электроустановок во взрывоопасных зонах (кроме подземных выработок);
 - правила промышленной безопасности при использовании оборудования, работающего под избыточным давлением, утвержденные приказом Федеральной службы по экологическому, технологическому и атомному надзору от 15 декабря 2020 г. N 536.
 - правила техники безопасности при эксплуатации взрывозащищенного электрооборудования.
- 6.2 Все составные части анализатора, имеющие силовые цепи, должны быть заземлены.

7 ВНЕШНИЙ ОСМОТР СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

7.1 При внешнем осмотре устанавливают:

- соответствие комплектности анализаторов требованиям эксплуатационной документации;
- соответствие серийного номера анализатора, однозначно идентифицирующего экземпляр СИ;
- соответствие маркировки требованиям эксплуатационной документации;
- отсутствие повреждений, влияющих на работоспособность анализатора;
- соответствие внешнего вида анализатора описанию и изображению, приведенным в описании типа.

7.2 Анализатор считается выдержавшим внешний осмотр, если он соответствует перечисленным выше требованиям.

8 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ И ОПРОБОВАНИЕ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

8.1 Перед проведением поверки выполняют следующие подготовительные работы:

- поверяемый анализатор подготавливают к работе в соответствии с руководством по его эксплуатации;
- средства измерений и вспомогательные средства, применяемые при поверке, подготавливают в соответствии с их РЭ или инструкциями по их применению;
- проверяют наличие сведений о поверке и паспортов на средства поверки;
- проводят контроль условий поверки;
- перед началом поверки выполняют мероприятия по обеспечению безопасного проведения работ;
- готовят контрольные растворы в соответствии с приложением А.

8.2 При проведении опробования проверяют общее функционирование анализатора. Включают поверяемое средство измерений в соответствии с руководством по эксплуатации. Сообщения о неисправности анализатора должны отсутствовать.

9 ПРОВЕРКА ПРОГРАММНОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

Проверку идентификационных данных выполняют, проверяя соответствие идентификационных данных ПО анализатора приведенным в описании типа. В главном меню необходимо нажать кнопку «Инфо», после чего откроется диалоговое окно «Информация о ПО», где будут приведены номер текущей версии программы, перечень контролируемых динамических библиотек и их контрольные суммы (хеш-коды). В первой строке нижней таблицы диалогового окна указана контрольная сумма метрологически значимой части ПО, ниже указан полный набор хеш-кодов, подтверждающих постоянство суммы расчетного модуля.

Идентификационные данные ПО должны соответствовать значениям, приведенным в таблице 3.

Таблица 3 - Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	Анализатор
Номер версии (идентификационный номер ПО), не ниже	02.03
Цифровой идентификатор программного обеспечения	0x1BFEB1EF

10 ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК И ПОДТВЕРЖДЕНИЕ СООТВЕТСТВИЯ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ МЕТРОЛОГИЧЕСКИМ ТРЕБОВАНИЯМ

Определение метрологических характеристик анализатора проводят по трем контрольным растворам тетрахлорэтилена в нефти (или нефтепродуктах). Порядок приготовления контрольных растворов и расчета их концентрации приведен в приложении А.

Готовят три контрольных раствора в соответствии с таблицей 4.

Таблица 4 – Значения суммарной массовой доли (массовой концентрации) хлороганических соединений в нефти в пересчете на органически связанный хлор в контрольных растворах (КР)

	КР 1	КР 2	КР 3
Суммарная массовая доля хлороганических соединений (органических хлоридов) в нефти в пересчете на органически связанный хлор, мг/кг (млн ⁻¹)	от 0,3 до 1,0	от 3 до 7	от 8 до 12
Суммарная массовая концентрация хлороганических соединений (органических хлоридов) в нефти в пересчете на органически связанный хлор, мг/дм ³	от 0,3 до 1,0	от 3 до 7	от 8 до 12

Загрузку контрольных растворов осуществляют в ручном режиме отбора пробы в соответствии с разделом 7.3 Руководства по эксплуатации.

Анализируют каждый из трех приготовленных растворов и определяют значение относительной погрешности анализатора (δ) в точке проверки по формуле:

$$\delta = \frac{C_i - C_o}{C_o} \cdot 100, \quad (1)$$

где C_i – измеренное значение суммарной массовой доли (или массовой концентрации) хлороганических соединений в нефти в пересчете на органически связанный хлор в контролльном растворе, мг/кг (или мг/дм³);

C_o – расчетное значение суммарной массовой доли (или массовой концентрации) хлороганических соединений в нефти в пересчете на органически связанный хлор в контролльном растворе, мг/кг (или мг/дм³).

Полученные значения относительной погрешности не должны превышать $\pm 35\%$.

11 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

11.1 Результаты поверки анализатора заносят в протокол произвольной формы.

11.2 Положительные результаты поверки вносят в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений (по запросу владельца или лица, представившего СИ на поверку, выдают свидетельство о поверке) в соответствии с Порядком проведения поверки средств измерений, утвержденным приказом Минпромторга России от 31.07.2020 г. № 2510.

11.3 Отрицательные результаты поверки с указанием причин непригодности вносят в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений (по запросу владельца или лица, представившего СИ на поверку, выдают извещение о непригодности) в соответствии с Порядком проведения поверки средств измерений, утвержденным приказом Минпромторга России от 31.07.2020 г. № 2510.

11.4 Знак поверки наносят на свидетельство о поверке (при его оформлении). Нанесение знака поверки на СИ не предусмотрено.

Начальник отдела 205
ФБУ «НИЦ ПМ – Ростест»

С.В. Вихрова

Ведущий инженер отдела 205
ФБУ «НИЦ ПМ – Ростест»

Т.О. Никифоров

ПРИЛОЖЕНИЕ А (обязательное)

МЕТОДИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ КОНТРОЛЬНЫХ РАСТВОРОВ

Средства измерений, посуда, реактивы

- стандартные образцы в соответствии с таблицей 2.
- весы лабораторные, ГОСТ OIML R 76-1, класс точности I (специальный), поверочный интервал 1 мг.
- колбы мерные наливные 2-50-1, 2-1000-2, ГОСТ 1770.
- пипетки 2-1-2-0,5, 2-1-2-2, 2-1-2-5, ГОСТ 29227 или дозатор пипеточный одноканальный с диапазоном объемов дозирования от 2 до 20 мкл; пределы систематической составляющей основной относительной погрешности, не более $\pm 8\%$.
- изооктан эталонный, ГОСТ 12433-83

Примечание - Допускается использование иных средств измерений и оборудования с метрологическими и техническими характеристиками не хуже указанных.

Подготовка к приготовлению контрольных растворов

Исходную товарную нефть, ГОСТ Р 51858-2020 (или нефтепродукт), отобранныю для приготовления контрольного раствора, проверяют анализатором на отсутствие ХОС с использованием устройства ручной загрузки пробы. Наличие значимого количества хлороганических соединений в нефти в пересчете на органически связанный хлор (более 0,1 мг/кг) в исходной нефти или нефтепродукте не допускается.

Приготовление контрольного раствора производится в 2 этапа:

- приготовление концентрированного базового раствора;
- приготовление контрольного раствора кратным разведением базового раствора нефтью или нефтепродуктами.

Приготовление базового раствора

В колбу с пришлифованной пробкой вместимостью 50 см³ наливают 25 см³ изооктана эталонного, фиксируют массу колбы с растворителем (m1, мг). С помощью пипетки или дозатора пипеточного добавляют 31 мм³ стандартного образца тетрахлорэтилена и снова фиксируют массу колбы (m2, мг). Доводят объем раствора до метки изооктаном.

Вычисляют значение массовой концентрации тетрахлорэтилена в базовом растворе (C_{tx3} , мг/дм³) по формуле:

$$C_{tx3} = (m2 - m1) \cdot \omega / V_1, \quad (A1)$$

где V_1 – вместимость колбы для приготовления базового раствора, дм³

ω – массовая доля тетрахлорэтилена в стандартном образце, мг/мг (в соответствии с приложением к паспорту стандартного образца массовая доля тетрахлорэтилена принимается равной значению молярной доли тетрахлорэтилена (x, %) по паспорту, где $\omega = x / 100\%$, с округлением до третьего знака после запятой)

Приготовление контрольных растворов

В 3 колбы с пришлифованной пробкой вместимостью по 1000 см³ наливают по 500 см³ товарной нефти (или нефтепродукта). Зная плотность используемой товарной нефти (или нефтепродукта), подбирают такие значения объема базовых растворов, чтобы расчетная концентрация находилась в диапазоне, указанном в таблице 4 данной методики. Добавляют необходимый объем базового раствора с помощью пипетки или дозатора пипеточного в каждую колбу. Объемы растворов в колбах доводят до метки товарной нефтью (или нефтепродуктом), энергично встряхивают и отстаивают в течение двух часов, периодически перемешивая. Суммарные массовую долю (C_d , мг/кг) и массовую концентрацию (C_k , мг/дм³) хло-

органических соединений в нефти в пересчете на органически связанный хлор рассчитывают по формулам:

$$C_d = V_{bp} \cdot C_{txz} \cdot k_1 / V_2 \cdot \rho_n \quad (A2)$$

$$C_k = V_{bp} \cdot C_{txz} \cdot k_1 / V_2, \quad (A3)$$

где V_{bp} – объем базового раствора, дм³;

V_2 – вместимость колбы для приготовления контрольного раствора, дм³;

ρ_n – плотность товарной нефти (или нефтепродукта), кг/дм³;

k_1 – массовая доля хлора в контролльном веществе (для тетрахлорэтилена $k_1 = 0,855$).