

**ОБЩЕСТВО С ОГРАНИЧЕННОЙ ОТВЕТСТВЕННОСТЬЮ
«ЦЕНТР МЕТРОЛОГИИ СЕРТИФИКАЦИИ КАРТЕСТ»
(ООО «ЦМС КАРТЕСТ»)**

СОГЛАСОВАНО

Генеральный директор

ООО «ЦМС КАРТЕСТ»

А.А. Клоков



ГСИ. Анализаторы фтора и хлора 5Е

Методика поверки

МП КРТ-05-2026

Москва

2026 г.

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы фтора и хлора 5E (далее – анализаторы) и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок. Поверка анализаторов должна осуществляться в соответствии с требованиями настоящей методики поверки.

1.2 При проведении поверки должна обеспечиваться прослеживаемость анализаторов к государственному первичному эталону единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии ГЭТ 176-2019 согласно государственной поверочной схемы для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 19.02.2021 года № 148, с изменениями в приложение А к государственной поверочной схеме, утвержденными приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 17.05.2021 года № 761.

Настоящей методикой поверки предусмотрена поверка методом прямых измерений.

1.3 Настоящая методика поверки применяется для поверки анализаторов, используемых в качестве рабочих средств измерений. В результате поверки должны быть подтверждены метрологические требования, приведенные в таблице 1.

Таблица 1 – Метрологические требования к анализаторам

Наименование характеристики	Значение
Диапазон измерений массовой доли фтора*, млн ⁻¹ (мкг/г) для моделей 5E-FT2301, 5E-FL2350, 5E-FT2300, 5E-FL2351	от 20 до 2000
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений массовой доли фтора, млн ⁻¹ (мкг/г), в поддиапазоне измерений: от 20 до 150 млн ⁻¹ (мкг/г) включ.	±15
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой доли фтора, %, в поддиапазонах измерений: св. 150 до 500 млн ⁻¹ (мкг/г) включ. св. 500 до 2000 млн ⁻¹ (мкг/г) включ.	±10 ±7
Диапазон измерений массовой доли хлора*, % для моделей 5E-CLT2311, 5E-FL2350, 5E-CLT2310, 5E-FL2351	от 0,015 до 0,4000
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений массовой доли хлора, %	±0,010
* Диапазон измерений массовой доли фтора и хлора приведен для массы навески 500 мг	

2 Нормативные ссылки

2.1 В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

Приказ Минтруда России от 15.12.2020 г. № 903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок»;

Приказ Росстандарта от 19.02.2021 г. № 148 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах»;

Приказ Росстандарта от 17.05.2021 г. № 761 «О внесении изменений в приложение А к Государственной поверочной схеме для средств измерений содержания неорганических

компонентов в жидких и твердых веществах и материалах, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 19 февраля 2021 г. № 148»;

ГОСТ 12.2.007.0–75 Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности;

ГОСТ OIML R 76-1-2011 ГСИ. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания.

3 Перечень операций поверки

3.1 При поверке должны быть выполнены операции, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Операции поверки

Наименование операции поверки	Обязательность проведения операции при		Номер пункта методики поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
1 Внешний осмотр средства измерений	да	да	8
2 Подготовка к поверке и опробование средства измерений	да	да	9
3 Проверка программного обеспечения средства измерений	да	да	10
4 Определение метрологических характеристик средства измерений: Определение абсолютной и относительной погрешности измерений массовой доли элементов	да	да	11
5 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	да	да	12

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций поверка прекращается, анализатор бракуется и выполняются операции по п. 13.4.

3.3 На основании письменного заявления владельца анализатора или лица, представившего анализатор на поверку, оформленного в произвольной форме, допускается проведение периодической поверки на меньшем числе поддиапазонов измерений или для меньшего числа элементов (поверка в сокращенном объеме) с указанием в сведениях о поверке информации об объеме проведенной поверки.

4 Требования к условиям проведения поверки

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С от +15 до +30;
- относительная влажность воздуха (без конденсации), %, не более 85.

5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

К проведению работ по поверке анализатора допускаются лица, прошедшие специальное обучение в качестве поверителя, инструктаж и обученные работе с анализатором.

6 Метрологические и технические требования к средствам поверки

6.1 При проведении поверки применяют средства поверки, приведенные в таблице 3.

Таблица 3 – Средства поверки

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
Раздел 9 Подготовка к поверке и опробование	Диапазоны измерений: относительной влажности от 10 % до 95 %, температуры от +15 °С до +30 °С, абсолютная погрешность по каналу относительной влажности ±3,0 %, по каналу температуры ±0,4 °С	Прибор комбинированный Testo 622, рег. № 53505-13
Раздел 11 Определение метрологических характеристик	Весы неавтоматического действия I (специального) класса точности по ГОСТ OIML R 76-1, цена деления 0,1 мг, максимум – 220 г	Весы неавтоматического действия SECURA 224-10RU, рег. № 55629-13
характеристик средства измерений	Интервал аттестованных значений массовой концентрации хлорид-ионов от 9,5 до 10,5 г/дм ³ , доверительные границы относительной погрешности аттестованного значения ±1,0 %, при P=0,95	Стандартный образец состава раствора хлорид-ионов ГСО 7478-98
	Интервал аттестованных значений массовой концентрации фторид-ионов от 0,95 до 1,05 г/дм ³ , доверительные границы относительной погрешности аттестованного значения ±1,0 %, при P=0,95	Стандартный образец состава раствора фторид-ионов ГСО 7789-2000
	Интервал аттестованных значений массовых долей фтора от 25 до 200 млн ⁻¹ (мкг/г), доверительные границы абсолютной погрешности ±6 млн ⁻¹ (мкг/г), при P=0,95	Стандартный образец массовой доли фтора в угле каменном Кузнецкого бассейна (УК-1 СО МИСиС) ГСО 11484-2020
	Интервал аттестованных значений массовых долей фтора от 50 до 400 млн ⁻¹ (мкг/г), доверительные границы абсолютной погрешности от ±6 до ±10 млн ⁻¹ (мкг/г), при P=0,95	Стандартный образец массовой доли фтора в угле каменном Южно-Якутского бассейна (УК-4 СО МИСиС) ГСО 13055-2025
	Аттестованное значение массовой доли фтора 158 млн ⁻¹ ; массовой доли хлора 0,051 %, границы абсолютной погрешности аттестованного значения массовой доли фтора ±30 млн ⁻¹ ; массовой доли хлора ±0,005 %, при P=0,95	Стандартный образец массовых долей хлора и фтора в каменном угле (GBW(E)110109) ГСО 13161-2026
	Аттестованное значение массовой доли хлора 0,011 %, границы абсолютной погрешности аттестованного значения массовой доли хлора ±0,002 %, при P=0,95	Стандартный образец массовой доли хлора в каменном угле (GBW11118a) ГСО 13163-2026
	Аттестованное значение массовой доли хлора 0,111 %, границы абсолютной погрешности аттестованного значения массовой доли хлора ±0,006 %, при P=0,95	Стандартный образец массовой доли хлора в каменном угле (GBW111120a) ГСО 13164-2026

6.2 Средства измерений, применяемые при поверке, должны быть поверены, стандартные образцы должны иметь действующий паспорт.

6.3 Допускается использовать при поверке другие средства измерений утвержденного типа и поверенные, другие стандартные образцы утвержденного типа в пределах срока годности, удовлетворяющие метрологическим требованиям, указанным в таблице 3.

7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

При проведении поверки должны быть соблюдены «Правила по охране труда при эксплуатации электроустановок», утвержденные Приказом Минтруда России № 903н от 15 декабря 2020 г., требования ГОСТ 12.2.007.0.

8 Внешний осмотр средства измерений

8.1 При внешнем осмотре установить:

- соответствие внешнего вида анализатора сведениям, приведенным в описании типа;
- отсутствие видимых повреждений анализатора;
- соответствие комплектности, указанной в РЭ;
- четкость обозначений и маркировки.

8.2 В случае, если при внешнем осмотре анализатора выявлены повреждения или дефекты, способные оказать влияние на безопасность проведения поверки или результаты поверки, то поверка может быть продолжена только после устранения этих повреждений или дефектов.

9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

9.1 Анализатор подготовить к работе, провести тестирование в соответствии с РЭ.

9.2 Подготовить стандартные образцы утвержденных типов (далее – ГСО), предусмотренные в качестве средств поверки в соответствии с инструкциями по применению.

Провести градуировку анализатора с помощью контрольных растворов фторид-(хлорид-) ионов с учетом диапазона измерений и определяемых элементов (фтора, хлора) в соответствии с РЭ анализатора, процедура приготовления контрольных растворов – по Приложению А.

9.3 Опробование

Провести контроль условий поверки с помощью прибора комбинированного в соответствии с таблицей 3.

Провести пробную процедуру измерения. Убедиться, что анализатор функционирует и результаты измерения выводятся на экран персонального компьютера с использованием программного обеспечения (далее – ПО) анализатора.

10 Проверка программного обеспечения средства измерений

Провести проверку идентификационных данных метрологически значимой части ПО анализатора. Идентификационные данные метрологически значимой части ПО выводятся при обращении к подпункту меню ПО «О программе». Идентификационные данные ПО должны соответствовать указанным в таблице 4.

Таблица 4 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные	Значение
Идентификационное наименование ПО	-
Номер версии ПО	не ниже V 1.0.11.005_1000
Примечание – В номере версии неизменяемая часть 1.0 – отвечает за метрологически значимую часть ПО	

11 Определение метрологических характеристик средства измерений

Определение погрешности измерений массовой доли элементов провести с использованием стандартных образцов, указанных в таблице 3. Рекомендуемые навески стандартных образцов для поддиапазонов измерений от 20 до 150 млн⁻¹ включ. и св. 150 до 500 млн⁻¹ включ. указаны в Приложении Б. Для поддиапазона измерений св. 500 до 2000 млн⁻¹ включ. рекомендуется использовать контрольные растворы, приготовленные из стандартных образцов растворов ионов по Приложению А.

Примечания

1. При выборе концентрации раствора следует исходить из массы раствора, используемого для одного измерения – 1 г.

2. Допускается комбинировать применение при поверке ГСО состава углей и ГСО растворов ионов.

Рассчитать навески ГСО (по Приложению Б) или концентрации растворов (по Приложению А) таким образом, чтобы обеспечить наличие хотя бы двух точек в каждом проверяемом поддиапазоне измерений.

В соответствии с РЭ проводят по два измерения для выбранных точек диапазона.

12 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

Результат измерений рассчитать как среднее арифметическое. Абсолютную и относительную погрешности измерений массовой доли элементов рассчитать по формулам:

$$\Delta = \bar{X}_i - X_{izm}, \quad (1)$$

$$\delta = \frac{\bar{X}_i - X_{izm}}{X_{izm}} \cdot 100\%, \quad (2)$$

где \bar{X}_i - среднее арифметическое значение массовой доли i -го элемента, млн⁻¹ и % для фтора и хлора соответственно, где i – фтор, хлор (в зависимости от модели анализатора);

X_{izm} - значение массовой доли i -го элемента в навеске ГСО по приложению Б или установленное по расчетам приложения А, млн⁻¹ и % для фтора и хлора соответственно.

Полученные значения абсолютной и относительной погрешности измерений массовой доли элементов должны удовлетворять требованиям, приведенным в таблице 1.

13 Оформление результатов поверки

13.1 Оформляют протокол проведения поверки в произвольной форме.

13.2 Положительные результаты с учетом объема проведенной поверки (при проведении поверки в сокращенном объеме на основании письменного заявления владельца) оформляют в соответствии с Приказом Минпромторга России от 31.07.2020 г. № 2510.

13.3 Нанесение знака поверки на анализатор и пломбирование не предусмотрено.

13.4 При отрицательных результатах поверки анализатор признают непригодным к дальнейшей эксплуатации и оформляют результаты в соответствии с Приказом Минпромторга России от 31.07.2020 г. № 2510.

13.5 Сведения о проведенной поверке передают в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в соответствии с Приказом Минпромторга России от 31.07.2020 г. № 2510.

13.6 По заявлению владельца анализатора или лица, представившего анализатор на поверку, при положительных результатах поверки оформляется свидетельство о поверке в соответствии с Приказом Минпромторга России от 31.07.2020 г. № 2510, при отрицательных – извещение о непригодности к применению анализатора.

ПРИЛОЖЕНИЕ А

(обязательное)

Процедура приготовления контрольных растворов на основе метода последовательного разбавления ГСО растворов ионов

А.1 Последовательность приготовления растворов на основе разбавления ГСО с известными значениями массовой концентрации компонентов.

Растворы готовятся путем последовательного разбавления стандартного образца.

А.1.1 В чистую, сухую мерную колбу отобрать аликвотную часть исходного ГСО объемом, вычисляемым по формуле

$$V = \frac{A_i V_z}{A_1}, \quad (\text{A.1})$$

где A_1 - значение массовой концентрации компонента в исходном ГСО (приведено в паспорте), мг/дм³;

A_i - значение концентрации, которое необходимо приготовить, мг/дм³;

V_z - заданный объем мерной колбы, необходимый для проведения поверки анализатора, дм³.

А.1.2 Затем колбу заполнить дистиллированной водой, закрыть и тщательно перемешать.

А.1.3 Абсолютную погрешность полученного значения приготовленных растворов $\Delta A_{к1}$, при $P=0,95$, рассчитать по формуле

$$\Delta A_{к1} = A_i \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta A_1}{A_1}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V}{V}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V_z}{V_z}\right)^2}, \quad (\text{A.2})$$

где ΔA_1 - абсолютная погрешность массовой концентрации компонента в исходном ГСО (приведено в паспорте), мг/дм³;

$\Delta V, \Delta V_z$ - погрешность используемой мерной посуды, дм³.

А.1.4 Растворы на основе разбавления ГСО применяют для поверки анализатора только в день приготовления.

Приложение Б
(обязательное)

Процедура приготовления навесок ГСО состава углей

Б.1 Приготовление навесок ГСО с известными значениями массовой доли элемента провести путем отбора навесок в предварительно взвешенный тигель с помощью весов неавтоматического действия I (специального) класса точности по ГОСТ OIML R 76-1-2011.

Б.2 При необходимости, рассчитать моделируемое значение (A') массовой доли элемента в подготовленной навеске по формуле:

$$A' = A \cdot \frac{m_1}{m_2} \quad (\text{Б.1})$$

где A – аттестованное значение массовой доли элемента в ГСО, %;

m_1 – масса навески ГСО, измеренная на весах, г;

m_2 – масса навески, установленная с использованием ПО анализатора, г.

Таблица Б.1 – Примеры расчета моделируемых значений массовой доли элементов в ГСО путем изменения массы навески

ГСО	Элемент	Аттестованное значение массовой доли элемента в ГСО	Масса навески ГСО m_1 , г	Масса навески ГСО m_2 , г	Моделируемое значение массовой доли элемента, %
ГСО 13055-2025	фтор	0,0105	0,5	0,5	0,0105
ГСО 13055-2025	фтор	0,0105	0,5	1	0,0053
ГСО 13055-2025	фтор	0,0105	0,5	2	0,0026
ГСО 13055-2025	фтор	0,0105	0,5	0,1	0,0525
ГСО 11484-2020	фтор	0,0131	0,5	0,5	0,0131
ГСО 13163-2026	хлор	0,011	0,5	0,3	0,0183
ГСО 13163-2026	хлор	0,011	0,5	2	0,0028
ГСО 13161-2026	хлор	0,051	0,5	0,5	0,0510
ГСО 13164-2026	хлор	0,111	0,5	0,15	0,3700

Примечания:

1. Расчеты приведены в качестве примера.
2. Значения навесок ГСО следует выбирать исходя из аттестованного значения ГСО и требуемого моделируемого значения массовой доли элемента.
3. Выбор ГСО осуществляется исходя из модели анализатора и определяемых элементов