

УТВЕРЖДАЮ

Руководитель

ГЦИ СИ ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева»



Н. И. Ханов

«22» февраля 2013 г.

АНАЛИЗАТОРЫ РАЗМЕРОВ ЧАСТИЦ ЛАЗЕРНЫЕ SALD

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП-242-1477-2013

Руководитель научно-исследовательского отдела
государственных эталонов в области
физико-химических измерений

Л. А. Конопелько

« _____ » _____ 2013 г.

Руководитель лаборатории государственных эталонов
и научных исследований в области
измерения параметров дисперсных сред

Ю. А. Кустиков

Ведущий научный сотрудник

Д. Н. Козлов

Санкт-Петербург
2013

Настоящий документ устанавливает методику первичной и периодической поверок анализаторов размеров частиц лазерных SALD моделей SALD-201V, SALD-301V, SALD-2201, SALD-3101, SALD-7101, SALD-2300, SALD-7500nano (далее – анализаторы SALD) и распространяется на ранее введенные в эксплуатацию анализаторы.

Разработан взамен документа МП 39-223-08 «Анализаторы размеров частиц лазерные дифракционные SALD фирмы Shimadzu (Япония). Методика поверки», утвержденного в октябре 2009 г. ГЦИ СИ ФГУП «УНИИМ», и распространяется на ранее введенные в эксплуатацию анализаторы.

Интервал между поверками - 1 год.

1. ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

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

Таблица 1

№ п/п	Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Обязательность операции при проведении поверки	
			Первичной	Периодической
1	Внешний осмотр	п. 6.1	Да	Да
2	Подтверждение соответствия программного обеспечения	п. 6.2	Да	Да
3	Опробование	п. 6.3	Да	Да
4	Определение метрологических характеристик	п. 6.4	Да	Да

Если при проведении той или иной операции поверки получен отрицательный результат, дальнейшая поверка прекращается.

2. СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

При проведении поверки должны быть применены средства, указанные в таблице 2.

Таблица 2

Номер пункта методики поверки	Наименование средства измерений или вспомогательного средства поверки, номер документа, регламентирующего технические требования к СИ, основные технические и (или) метрологические характеристики
4.1	Измеритель параметров микроклимата «Метеоскоп», диапазон измерений относительной влажности от 3 % до 98 %, относительная погрешность ± 3 %, диапазон измерений температуры от минус 10 °С до плюс 50 °С, относительная погрешность $\pm 0,2$ °С, диапазон измерений давления в воздухе от 80 кПа до 110 кПа
6.3	Государственные стандартные образцы гранулометрического состава порошкообразных материалов ГСО 9363-2009 (КМК 024), ГСО 9369-2009 (КМК 180), границы допускаемой относительной погрешности D_{10}^* , $D_{90}^* \pm 7$ % и $D_{50}^* \pm 5$ %; ГСО 10207-2013 (СМС-650); государственный стандартный образец гранулометрического состава (монодисперсный полистирольный латекс) ГСО 7968-2001 (Д050); границы допускаемой относительной погрешности $D_{50}^* \pm 5$ %
6.2, 6.3	Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72

* D_{10} – размер, определяющий границу, ниже которой находится 10 % частиц, мкм;
 D_{50} – размер, определяющий границу, ниже которой находится 50 % частиц (медианный диаметр), мкм;
 D_{90} – размер, определяющий границу, ниже которой находится 90 % частиц, мкм.

2.2. Средства измерений, указанные в таблице 2, должны быть поверены в установленном порядке и иметь действующие свидетельства о поверке.

2.3. Государственные стандартные образцы (ГСО), указанные в таблице 2, должны иметь паспорта установленного образца. Запрещается использовать стандартные образцы с истекшим сроком годности.

2.4. Допускается применение других средств измерений и ГСО, характеристики которых не хуже указанных.

3. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

При проведении поверки должны соблюдаться требования безопасности, изложенные в эксплуатационной документации (ЭД) на средства измерений и вспомогательные средства поверки, а также требования правил техники безопасности при работе с напряжением до 250 В.

4. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды, °С (20 ± 5);
- атмосферное давление, кПа от 90,6 до 104,8;
- относительная влажность воздуха, % от 30 до 70;
- пары кислот и щелочей, вибрация и тряска – отсутствуют.

5. ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

Перед проведением поверки должны быть выполнены следующие подготовительные работы:

- поверяемый анализатор должен быть выдержан в помещении при температуре, соответствующей условиям поверки, не менее 8 часов; в случае, если анализатор находился при температуре ниже 0 °С, время выдержки должно быть не менее 24 часов;
 - поверяемый анализатор должен быть подготовлен к работе в соответствии с ЭД.
- Произвести кратковременное включение всех средств поверки и убедиться в их работоспособности.

6. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1. Внешний осмотр

6.1.1. При внешнем осмотре должно быть установлено отсутствие внешних повреждений, влияющих на работоспособность анализатора.

6.1.2. Анализатор должен иметь комплектность и маркировку в соответствии с требованиями ЭД.

6.1.3. Анализатор должен иметь исправные органы управления и настройки.

Результаты внешнего осмотра считаются положительными, если анализатор соответствует перечисленным выше требованиям.

6.2. Подтверждение соответствия программного обеспечения (ПО)

6.2.1. Включить питание анализатора. Запустить автономное программное обеспечение анализатора на компьютере.

Наименование ПО и номер версии должны отображаться в верхнем левом углу открывшегося окна программы.

Результаты подтверждения соответствия программного обеспечения считаются положительными, если индицируемая в открывшемся окне программы версия программного обеспечения соответствует требованиям описания типа.

6.3. Опробование

6.3.1. В соответствии с ЭД провести контроль уровня фонового сигнала, характеризующего степень чистоты измерительной ячейки.

Результаты опробования считаются положительными, если отсутствуют сообщения о превышении уровня фонового сигнала.

6.4. Определение метрологических характеристик

6.4.1. Загрузить в блок пробоподготовки или в непроточную кювету анализируемый ГСО в объёме, соответствующем требованиям ЭД. Перечень применяемых ГСО для анализаторов с блоками пробоподготовки приведён в таблице 3. Перечень применяемых ГСО для анализаторов с непроточными кюветами приведён в таблице 4.

Таблица 3. Перечень применяемых ГСО для анализаторов с блоками пробоподготовки

Модель	Вид диспергирования образца	Блок подачи пробы	Диапазон измерений, мкм	Применяемые ГСО
SALD-201V	В жидкости	SALD-PS2	0,25-350	ГСО 7968-2001 (Д 050)
SALD-301V	В жидкости	SALD-PS2	0,1-350	ГСО 9363-2009 (КМК 024) ГСО 9369-2009 (КМК 180)
SALD-2201	Сухое	SALD-DS21	10-1000	ГСО 9363-2009 (КМК 024)
	Сухое	SALD-DS5	10-1000	ГСО 9369-2009 (КМК 180) ГСО 10207-2013 (СМС-650)
	В жидкости	SALD-MS22	0,1-1000	ГСО 7968-2001 (Д 050) ГСО 9363-2009 (КМК 024) ГСО 9369-2009 (КМК 180) ГСО 10207-2013 (СМС-650)
SALD-3101	Сухое	SALD-DS21	10-1000	ГСО 9363-2009 (КМК 024)
	Сухое	SALD-DS5	10-1000	ГСО 9369-2009 (КМК 180)
	Сухое	SALD-DS3	10-1000	ГСО 10207-2013 (СМС-650)
	В жидкости	SALD-MS30	0,1-1000	ГСО 7968-2001 (Д 050) ГСО 9363-2009 (КМК 024) ГСО 9369-2009 (КМК 180) ГСО 10207-2013 (СМС-650)
SALD-7101	В жидкости	SALD-MS71	0,1-300	ГСО 7968-2001 (Д 050) ГСО 9363-2009 (КМК 024) ГСО 9369-2009 (КМК 180)
SALD-2300	Сухое	SALD-DS5	10-1000	ГСО 9363-2009 (КМК 024) ГСО 9369-2009 (КМК 180) ГСО 10207-2013 (СМС-650)
	В жидкости	SALD-MS23	0,1-1000	ГСО 7968-2001 (Д 050)
SALD-7500nano	В жидкости	SALD-MS75	0,1-800	ГСО 9363-2009 (КМК 024) ГСО 9369-2009 (КМК 180) ГСО 10207-2013 (СМС-650)

Таблица 4. Перечень применяемых ГСО для анализаторов с непроточными кюветами

Модель	Диапазон измерений, мкм	Применяемые ГСО
SALD-201V	0,25-350	ГСО 7968-2001 (Д 050) ГСО 9363-2009 (КМК 024) ГСО 9369-2009 (КМК 180)
SALD-301V	0,1-350	
SALD-2201	0,1-400	
SALD-3101	0,1-400	
SALD-7101	0,1-300	
SALD-2300	0,1-400	
SALD-7500nano	0,1-400	

6.4.2. Провести в соответствии с ЭД измерение дисперсных параметров частиц (D_{10} , D_{50} , D_{90}).

6.4.3. Записать полученные значения в протокол поверки, форма которого приведена в приложении А.

6.4.4. Для полученных значений вычислить относительную погрешность измерения поверяемого анализатора, δ , %, для D_{10} , D_{50} , D_{90} по формуле:

$$\delta = \frac{(D_{изм} - D_{гсо})}{D_{гсо}} \cdot 100, \quad (1)$$

где $D_{изм}$ - измеренное значение, мкм; $D_{гсо}$ - значение, указанное в паспорте на ГСО, мкм.

Относительные погрешности поверяемого анализатора с проточной кюветой не должны превышать следующих допускаемых пределов, %:

$$\begin{array}{ll} D_{10} & \pm 20; \\ D_{50} & \pm 10; \\ D_{90} & \pm 20. \end{array}$$

Относительные погрешности поверяемого анализатора с непроточной кюветой не должны превышать следующих допускаемых пределов, %:

$$\begin{array}{ll} D_{10} & \pm 25; \\ D_{50} & \pm 20; \\ D_{90} & \pm 25. \end{array}$$

7. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1. Анализатор, удовлетворяющий требованиям настоящей методики, признается годным и на него выдается свидетельство о поверке установленной формы.

7.2. Анализатор, не удовлетворяющий требованиям настоящей методики, к дальнейшей эксплуатации не допускается и на него выдается извещение о непригодности к применению.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(рекомендуемое)

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ
№ _____ от _____

Наименование прибора, тип блока диспергирования	
Заводской номер и дата выпуска	
Заказчик	
Информация о предыдущей поверке	

Методика поверки: МП-242-1477-2013

Сведения о средствах поверки: _____

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

Результаты поверки:

1. Результаты внешнего осмотра: _____
2. Результаты опробования: _____
3. Результаты определения метрологических характеристик представлены в таблице 1.

Таблица 1

Индекс ГСО		Полученное значение, мкм	Паспортное значение ГСО, мкм	Относительная погрешность, %
	D_{10}			
	D_{50}			
	D_{90}			

Заключение: _____

Поверку произвел: _____

Дата: _____