

УТВЕРЖДАЮ

**Первый заместитель генерального
директора—заместитель по научной работе**

ФГУП «ВНИИФТРИ»

А.Н. Щипунов



« 29 » 09 2017 г.

ИНСТРУКЦИЯ

**АНАЛИЗАТОРЫ РАЗМЕРОВ ЧАСТИЦ PHOTOCOR
МОДИФИКАЦИЙ PHOTOCOR COMPLEX,
PHOTOCOR COMPACT, PHOTOCOR COMPACT-Z,
PHOTOCOR MINI**

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП-640-036-17

р.п. Менделеево

2017 г.

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы размеров частиц Photocor модификаций Photocor Complex, Photocor Compact, Photocor Compact-Z, Photocor Mini (далее – анализаторы) и устанавливает методы и средства их первичной и периодической поверок.

Интервал между поверками – 1 год.

1 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

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

Таблица 1 – Объем поверки

Наименование операций	Номер пункта методики	Проведение операции при	
		первичной поверке	периодической поверке
1 Внешний осмотр	7.1	да	да
2 Опробование	7.2	да	да
3 Идентификация программного обеспечения (ПО)	7.3	да	да
4 Определение абсолютной погрешности установки температуры в кюветном отделении анализатора*	7.5	да	нет
5 Определение относительной погрешности измерений размера частиц в жидкости	7.4	да	да

* Данную операцию выполняют при поверке модификаций анализаторов, имеющих функцию терморегулирования

2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1 При поверке должны быть использованы средства, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Средства поверки

Номера пункта методики поверки	Наименование и тип (условное обозначение) основного или вспомогательного средства поверки; обозначение нормативного документа, регламентирующего технические требования, и (или) метрологические и основные технические характеристики средства поверки
7.4, 7.5	Государственный вторичный эталон единиц дисперсных параметров взвесей нанометрового диапазона по поверочной схеме ГОСТ 8.606-2012 «Государственная система обеспечения единства измерений. Государственная поверочная схема для средств измерений дисперсных параметров аэрозолей, взвесей и порошкообразных материалов»
7.4	ГСО 10050-2011 стандартный образец гранулометрического состава (монодисперсный латекс) ОГС-09ЛМ
	<i>Вспомогательные средства поверки</i>
7.4, 7.5	Измеритель температуры многоканальный прецизионный МИТ 8.03 с датчиком температуры ТСПН-5В, диапазон измерений температуры от 0 до 100 °С, пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений температуры $\pm 0,06$ °С
7.4, 7.5	Дозатор пипеточный Eppendorf Research Plus, объем дозирования от 10 до 100 мкл, пределы допускаемого относительного отклонения среднего арифметического значения фактического объема дозы $\pm 8,0$ % от номинального 2 мкл, $\pm 2,5$ % от номинального 10 мкл, $\pm 2,0$ % от номинального 20 мкл
7.4, 7.5	Емкости мерные стеклянные по ГОСТ 1770-74 вместимостью 100 см ³ , ц.д. 2 см ³ , класс точности 1
7.4, 7.5	Вода по ГОСТ Р 52501-2005 температурой (25 \pm 5) °С, удельной электропроводимостью не более 0,01 мСм/м, значением рН от 5,4 до 6,6, степень чистоты не хуже 2
7.5	Масло АМГ-10 по ГОСТ 6794-75

2.2 В случае отсутствия в комплекте поверяемого анализатора персонального компьютера, необходим компьютер с характеристиками: процессор Intel Pentium или AMD с тактовой частотой не менее 1,7 ГГц, объём оперативной памяти не менее 2 ГБ, жёсткий диск объёмом не менее 500 ГБ, не менее двух свободных USB портов, операционная система не ниже Windows XP.

2.3 Все средства поверки должны быть исправны, применяемые при поверке средства измерений должны быть поверены и иметь свидетельства о поверке с не истекшим сроком действия на время проведения поверки или в документации.

2.4 Допускается замена средств поверки, указанных в таблице 2, другими средствами поверки, обеспечивающими определение метрологических характеристик анализатора с требуемой точностью.

3 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЕЙ

3.1 К проведению поверки допускаются лица, аттестованные в качестве поверителя, а также имеющие высшее или среднетехническое образование, опыт работы в радиоизмерительной или физической сфере не менее 1 года, владеющие техникой измерений параметров аэрозолей, взвесей и порошкообразных материалов, изучивших настоящую методику и эксплуатационную документацию на анализатор, прошедшие инструктаж по технике безопасности.

4 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

4.1 При проведении поверки должны выполняться общие правила техники безопасности и производственной санитарии по ГОСТ 12.3.019-80, ГОСТ 12.1.005-88, а также правила безопасности, указанные в эксплуатационной документации на анализатор и средства поверки.

4.2 В случае использования при поверке масла АМГ-10, соответствующего требованиям ГОСТ 6794-75, необходимо соблюдать правила безопасности, указанные в данном стандарте.

5 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

5.1 Испытания проводить в нормальных условиях (если не оговорено иное):

- температура окружающей среды, °С от 15 до 30;
- относительная влажность окружающего воздуха (без конденсата), % от 30 до 80;
- атмосферное давление, кПа от 84 до 106,7.

5.2 Характеристики питающей электрической сети должны соответствовать требованиям:

- напряжение, В (220 ± 22);
- частота переменного тока, Гц (50 ± 1).

6 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

6.1 Перед проведением поверки анализатор должен быть выдержан в климатических условиях, соответствующих условиям поверки, не менее 8 часов. В случае, если анализатор находился при температуре ниже 0 °С, время выдержки должно быть не менее 24 часов.

6.2 Для операции по п.7.5 необходима серия проб – водных взвесей монодисперсных латексов и масляной взвеси диоксида с размерами частиц 10, 20, 100, 500, 1000, 5000, 10000 нм. В качестве масляного разбавителя – масло АМГ–19. Разбавители должны быть чистыми, без содержания загрязняющих частиц размером 10 нм и более. При необходимости провести предварительную очистку разбавителей с применением мембранного фильтра с соответствующей тонкостью фильтрации. Пробы готовить в соответствии с рекомендациями руководства по эксплуатации анализатора, непосредственно перед их анализом.

7 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

7.1 Внешний осмотр

7.1.1 Проверить визуально комплектность и внешний вид анализатора согласно его эксплуатационной документации. При проверке комплектности удостовериться в наличии автономного программного обеспечения, необходимого для работы анализатора. При проверке внешнего вида удостовериться в отсутствии механических повреждений, которые могут повлиять на работу анализатора, чистоте кюветного отделения, четкости и полноте маркировки.

Примечание – Допускается отсутствие флеш-диска ПО в комплекте поставки анализатора, если при поверке используется компьютер уже с предустановленным ПО анализатора.

7.1.2 Анализатор считать пригодными для проведения поверки, если:

- комплектность достаточна для проведения поверки;
- маркировка достаточна для идентификации анализатора и правильного его подключения к сети питания;
- отсутствуют видимые механические повреждения;
- кюветное отделение анализаторов не имеет видимых загрязнений.

В противном случае анализатор к дальнейшей поверке не допускается, результаты поверки считать отрицательными.

7.2 Опробование

7.2.1 При опробовании проверить готовность анализатора к работе и нормальное его функционирование следующим образом:

- а) соединить анализатор с компьютером;
- б) включить анализатор согласно руководству по его эксплуатации, при этом крышка кюветного отделения должна быть закрыта. Выдержать анализатор во включенном состоянии не менее 3 мин для стабилизации работы лазера;
- в) включить компьютер, установить при необходимости ПО и запустить его согласно руководству по эксплуатации анализатора. В результате должно появиться основное окно программы, что говорит о готовности анализатора к работе. Анализатор функционирует нормально, если отсутствуют сообщения о сбоях и ошибках в его работе.

7.2.2 Результаты опробования считать положительными, если анализатор функционирует нормально, сообщения о сбоях и ошибках в работе отсутствуют. В противном случае результаты поверки считать отрицательными.

7.3 Идентификация ПО

7.3.1 Для выполнения данной операции необходимо:

- а) соединить анализатор с компьютером;
- б) включить анализатор и компьютер. автономное ПО должно быть установлено на компьютере. Запустить ПО согласно руководству по эксплуатации анализатора;
- в) сравнить данные о ПО в диалоге о ПО на экране компьютера с паспортными данными анализатора.

7.3.2 Результаты идентификации ПО считать положительными, если идентификационное наименование и версия ПО соответствуют указанным в таблице 3. В противном случае результаты поверки считать отрицательными.

Таблица 3 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	Photocor-FC
Номер версии (идентификационный номер) ПО	не ниже 7.26.6.123

7.4 Определение абсолютной погрешности установки температуры в кюветном отделении анализатора

7.4.1 Операцию выполнить в следующем порядке:

а) подготовить анализатор к работе согласно руководству по его эксплуатации;
 б) подготовить измеритель температуры с датчиком температуры к работе согласно руководству по их эксплуатации, поместить датчик температуры в кюветное отделение анализатора;

в) последовательно задать в кюветном отделении анализатора температуры нагрева 15, 30, 50, 95 °С и при каждом заданном значении после его стабилизации снимать показание измерителя температуры. Показания занести в протокол поверки.

7.4.2 Определить значения абсолютной погрешности установки температуры в кюветном отделении анализатора по формуле (1):

$$\Delta_i = t_{\text{зад}i} - t_{\text{изм}i} \quad (1)$$

где $t_{\text{зад}i}$ – заданное значение температуры, °С;

$t_{\text{изм}i}$ – измеренное значение температуры, °С.

7.4.3 Результаты поверки считать положительными, если значения абсолютной погрешности установки температуры в кюветном отделении анализатора находятся в допустимых пределах $\pm 0,1$ °С. В противном случае результаты поверки считать отрицательными.

7.5 Определение относительной погрешности измерений размеров частиц в жидкости

7.5.1 При выполнении операции использовать эталон, а также серию проб, подготовленных согласно разделу 6 настоящей методики. Операцию выполнять при температурах пробы 5, 30, 50, 95 °С (кроме модификации Photocor Mini). При температурах нагрева 5, 15, 25, 50 °С использовать пробы на основе моодисперсных латексов, при температуре нагрева 95 °С – пробы на основе диоксида кремния. Для анализатора модификации Photocor Mini температура пробы должна быть в температурном диапазоне условий поверки, т.к. данная модификация не имеет функции терморегулирования.

7.5.2 Операцию выполнить с каждой пробой при данной температуре следующим образом:

а) подготовить анализатор к работе согласно руководству по его эксплуатации. Установить на анализаторе режим измерения «Cycle», в соответствующие поля ПО ввести требуемую информацию о частицах и разбавителе пробы;

б) кювету с пробой поместить в кюветное отделение анализатора, задать температуру нагрева пробы, выждать до достижения и стабилизации заданной температуры, после чего провести измерения размера частиц в пробе не менее 10 раз. Результаты измерений ($d_{\text{сн}i}$) занести в протокол поверки;

в) провести измерения той же самой пробы на эталоне не менее 10 раз, при этом температура пробы должна быть такой же, как при измерении на анализаторе. Результаты измерений ($d_{\text{эп}i}$) занести в протокол поверки.

П р и м е ч а н и е – При использовании пробы на основе ГСО пункт в) исключить.

7.5.3 Определить относительную основную погрешность измерений размеров частиц в жидкости согласно ГОСТ Р 8.736-2011:

а) вычислить среднее арифметическое значение ($\bar{d}_{\text{сн}}$) результатов измерений, полученных на анализаторе при анализе данной пробы по формуле (2):

$$\bar{d}_{\text{сн}} = \frac{\sum_{i=1}^n d_{\text{сн}i}}{n}, \quad (2)$$

где n – количество измерений данной пробы, проведенных анализатором;

б) вычислить среднее квадратическое отклонение результатов измерений анализатора по формуле (3) и выразить в процентах:

$$S_{\bar{d}} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (d_{\text{си}i} - \bar{d}_{\text{си}})^2}{n(n-1)}}; \quad (3)$$

в) вычислить случайную составляющую относительной основной погрешности измерений размера частиц в жидкости по формуле (4):

$$\varepsilon = t \cdot S_{\bar{d}}, \quad (4)$$

где t – коэффициент Стьюдента относительно при $P = 0,95$ для n измерений, проведенных анализатором для данной пробы при данной температуре;

г) в случае использования при поверке эталона вычислить систематическую составляющую относительной основной погрешности измерений размеров частиц в жидкости по формуле (5):

$$\Theta = \frac{\bar{d}_{\text{си}} - \bar{d}_{\text{эт}}}{\bar{d}_{\text{эт}}} \cdot 100 \%, \quad (5)$$

где $\bar{d}_{\text{эт}}$ – среднее арифметическое значение результатов измерений данной пробы при данной температуре, проведенных эталоном;

д) в случае использования при поверке ГСО вычислить систематическую составляющую относительной погрешности измерений размеров частиц в жидкости по формуле (6):

$$\Theta = \frac{\bar{d}_{\text{си}} - d_{\text{ном}}}{d_{\text{ном}}} \cdot 100 \%, \quad (6)$$

где $d_{\text{ном}}$ – номинальное значение размера частиц ГСО;

е) вычислить среднее квадратическое отклонение систематической составляющей относительной погрешности измерений размеров частиц в жидкости по формуле (7):

$$S_{\Theta} = \frac{\Theta + \sigma_{\text{эт}}}{\sqrt{3}}, \quad (7)$$

где $\sigma_{\text{эт}}$ – значение погрешности измерений (воспроизведения) размера частиц применяемого эталона (ГСО), %;

ж) вычислить суммарное среднее квадратическое отклонение относительной основной погрешности измерений размера частиц в жидкости по формуле (8):

$$S_{\Sigma} = \sqrt{S_{\Theta}^2 + S_{\bar{d}}^2}; \quad (8)$$

з) вычислить коэффициент соотношения случайной и систематической составляющих относительной основной погрешности измерений размера частиц в жидкости по формуле (9):

$$K = \frac{\varepsilon + \Theta}{S_{\bar{d}} + S_{\Theta}}; \quad (9)$$

и) вычислить относительную основную погрешность измерений размера частиц в жидкости по формуле (10):

$$\delta = K \cdot S_{\Sigma}. \quad (10)$$

7.5.4 Результаты поверки считать положительными, если значения относительной основной погрешности измерений размеров частиц в жидкости находятся в допустимых пределах $\pm 10\%$. В противном случае результаты поверки считать отрицательными.

8 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

8.1 Результаты поверки оформить протоколом. Рекомендованная форма протокола приведена в приложении А.

8.2 При положительных результатах поверки анализатор признается годным и на него выдается свидетельство о поверке установленного образца в соответствии с Приказом №1815 "Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке". На свидетельство наносится знак поверки в виде наклейки или оттиска поверительного клейма.

8.3 При отрицательных результатах поверки анализатор к дальнейшей эксплуатации не допускается и на него выписывается «Извещение о непригодности» установленного образца в соответствии с Приказом №1815 "Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке" с указанием причин непригодности.

Начальник лаборатории 640



Д.М. Балаханов

Ведущий инженер лаб.640



Н.Б. Потапова

Приложение А (справочное)

Форма протокола поверки

Протокол поверки № _____
от _____
анализатора размеров частиц Photocor модификаций _____

- 1 Заводской номер и дата выпуска СИ _____
- 2 Наименование предприятия–изготовителя СИ _____
- 3 СИ принадлежит _____
название организации
- 4 Наименование нормативного документа по поверке СИ _____
- 5 Вид поверки _____
первичная/периодическая
- 6 Условия поверки:
температура окружающего воздуха, °C _____
относительная влажность воздуха, % _____
атмосферное давление, кПа _____
напряжение питания, В _____
- 7 Сведения о средствах поверки _____
наименование, обозначение, заводской номер средства поверки,

сведения о поверке/аттестации применяемых при поверке средств измерений/испытательного оборудования

8 Результаты поверки:

8.1 Результаты внешнего осмотра (достаточность комплектности для поверки, отсутствие видимых повреждений и загрязнений, четкость и полнота маркировки для идентификации СИ и правильного его подключения к сети питания)

8.2 Результаты опробования

8.3 Результаты идентификации ПО СИ

8.4 Результаты определения метрологических характеристик:

а) Определение абсолютной погрешности установки температуры в кюветном отделении анализатора

Таблица 1 – Результаты расчета абсолютной погрешности установки температуры в кюветном отделении анализатора

$t_{сн}, °C$	$t_{эт}, °C$	$\Delta t, °C$	$\Delta t_{н}, °C$
5			±0,1
15			
25			
50			
95			

Примечание –

$t_{\text{СИ}}$ – заданное значение температуры в кюветном отделении анализатора;

$t_{\text{ЭТ}}$ – значение температуры, измеренное эталонным измерителем температуры;

Δt – расчетное значение абсолютной погрешности установки температуры в кюветном отделении анализатора;

$\Delta_{\text{Н}}$ – пределы допускаемой абсолютной погрешности установки температуры в кюветном отделении анализатора

Вывод: _____

положительны/отрицательные результаты

б) Определение относительной основной погрешности измерений размеров частиц в жидкости

Таблица 1- Результаты измерений размеров частиц в жидкости, полученных СИ

t, °C	d _{ном} , нм	Измеренное значение размера частиц (d _{СИ}), нм									
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
5	10										
	20										
	100										
	500										
	1000										
	5000										
	10000										
25	10										
	20										
	100										
	500										
	1000										
	5000										
	10000										
50	10										
	20										
	100										
	500										
	1000										
	5000										
	10000										
95	10										
	20										
	100										
	500										
	1000										
	5000										
	10000										

Примечание –

1 d_{ном} – номинальный размер частиц образца, на основе которого приготовлена проба;

t – температура анализируемой пробы

2 Результаты измерений для модификации Photocor Mini указываются только при температуре пробы, соответствующей условиям поверки, т.к. данная модификация не имеет функции терморегулирования

Таблица 2- Результаты измерений размеров частиц в жидкости, полученных эталоном

5000										
10000										
при температуре пробы 50 °С										
10										±10
20										
100										
500										
1000										
5000										
10000										
при температуре пробы 95 °С										
10										±10
20										
100										
500										
1000										
5000										
10000										

П р и м е ч а н и е –

$\bar{d}_{сн}$ – среднее арифметическое значение показаний анализатора при анализе данной пробы;

$S_{\bar{d}}$ – среднее квадратическое отклонение показаний анализатора;

ϵ – случайная составляющая основной погрешности измерений размера частиц;

Θ – систематическая составляющая основной погрешности измерений размеров частиц;

S_{Θ} – среднее квадратическое отклонение систематической составляющей основной погрешности измерений размеров частиц;

S_{Σ} – суммарное среднее квадратическое отклонение основной погрешности измерений размера частиц;

K – коэффициент соотношения случайной и систематической составляющих основной погрешности измерений размера частиц;

δ – расчетное значение относительной основной погрешности измерений размера частиц для анализатора;

δ_n – пределы допускаемой относительной основной погрешности измерений размера частиц для анализатора.

Вывод _____

положительные/отрицательные результаты

Заключение _____

соответствие установленным в описании типа метрологическим требованиям,

годен/не годен к применению в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений

Поверитель _____

подпись

инициалы, фамилия

Дата _____