

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель директора по инновациям
ФГУП «ВНИИОФИ»


И.С. Филимонов
« 27 » марта 2020 г.



Государственная система обеспечения единства измерений

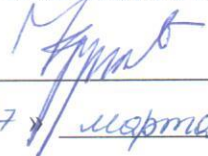
ПРИБОРЫ ИНТЕРФЕРОМЕТРИЧЕСКИЕ ДЛЯ ОЦЕНКИ
ТОЛЩИНЫ ОТЛОЖЕНИЙ НА НАГРЕВАТЕЛЬНЫХ ТРУБКАХ DR 10

Методика поверки
МП 054.М44-19

Главный метролог
ФГУП «ВНИИОФИ»


С.Н. Негода
« 27 » марта 2020 г.

Главный научный сотрудник
ФГУП «ВНИИОФИ»


В.Н. Крутиков
« 27 » марта 2020 г.

г. Москва

2020

СОДЕРЖАНИЕ

ВВЕДЕНИЕ	3
1 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ	3
2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ	3
3 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЕЙ И ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ.	4
4 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ.....	4
5 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ	5
6 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ	5
6.1 Внешний осмотр.....	5
6.2 Опробование и идентификация программного обеспечения.....	5
6.3 Определение метрологических характеристик	6
7 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ	9
ПРИЛОЖЕНИЕ А.....	10

ВВЕДЕНИЕ

Настоящая методика распространяется на приборы интерферометрические для оценки толщины отложений на нагревательных трубках DR 10 (далее по тексту – приборы), изготовленные «AD Systems S.A.S.» Франция, предназначенные для бесконтактных автоматизированных измерений толщины оптических покрытий, образующихся на нагревательных трубках в виде отложений, возникающих в процессе взаимодействия жидкого топлива с нагретой до определенной температуры поверхностью трубок, и устанавливает методы и средства проведения первичной и периодических поверок.

Интервал между поверками 1 год.

1 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

1.1 Поверку средств измерений осуществляют аккредитованные в установленном порядке в области обеспечения единства измерений юридические лица и индивидуальные предприниматели.

1.2 При проведении поверки должны производиться операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 – Операции поверки

Наименование операций	Номер пункта методики поверки	Проведение операций при	
		первичной поверке	периодической поверке
1	2	3	4
Внешний осмотр	6.1	Да	Да
Опробование и идентификация программного обеспечения	6.2	Да	Да
Определение метрологических характеристик	6.3		
Проверка диапазона измерений толщины покрытий и определение абсолютной погрешности измерений толщины покрытий	6.3.1	Да	Да

1.3 При получении отрицательных результатов при проведении хотя бы одной операции поверка прекращается.

2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1 При проведении поверки применяются средства измерений, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Основные и вспомогательные средства поверки

Номер 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
6.3.1	Основные: Меры толщины покрытий цилиндрические (Комплект №2), входящие в состав Рабочего эталона единицы длины в области измерений толщины оптических покрытий в диапазоне значений от 10 до 1000 нм 3.1.ZZA.0123.2019 Номинальные значения толщины покрытий различных участков мер, нм: DR10 Deposit Rater AK210-001: 1..... 72,2 нм; 2..... 165,2 нм; DR10 Deposit Rater AK210-001: 01/064..... 104,5 нм; 05/064..... 160,4 нм;

Номер 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
6.3.1	DR10 Deposit Rater AK210-002: 09/028..... 374,4 нм; 13/028..... 1007,8 нм. Расширенная неопределенность измерений толщины покрытий на всех участках составляет 1,2 нм при P=0,95, k = 2. Вспомогательные: Термогигрометр ИВА-6Н-Д; рег. № 46434-11; диапазон измерений температуры от минус 20 до плюс 60 °С; предел допускаемой основной абсолютной погрешности измерения температуры ± 0,3 °С; диапазон измерений относительной влажности от 0 до 98 %; предел допускаемого значения основной абсолютной погрешности измерения относительной влажности ± 3 %; диапазон измерения атмосферного давления от 300 до 1100 гПа; предел допускаемого значения основной абсолютной погрешности измерения давления ± 2,5 гПа.

2.2 Допускается применение других средств, не приведенных в таблице 2, но обеспечивающих определение (контроль) метрологических характеристик поверяемого средства измерений с требуемой точностью.

2.3 Средства поверки должны быть аттестованы (поверены) в установленном порядке.

3 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЕЙ И ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

3.1 К проведению поверки допускаются лица:

- изучившие настоящую методику и эксплуатационную документацию на приборы;
- прошедшие обучение на право поверки по требуемому виду измерений;
- имеющие квалификационную группу не ниже III в соответствии с Правилами по охране труда при эксплуатации электроустановок, указанных в приложении к приказу Министерства труда и социальной защиты РФ от 24.07.13 № 328Н;

3.2 При проведении поверки должны быть соблюдены требования безопасности, приведенные в эксплуатационной документации приборов.

3.3 Оборудование, применяемое при поверке, должно соответствовать требованиям ГОСТ 12.2.003-91. Воздух рабочей зоны должен соответствовать требованиям ГОСТ 12.1.005-88 при температуре помещения, соответствующей условиям испытаний для легких физических работ. Помещение, в котором проводится поверка, должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004-91 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009-83.

4 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

4.1 При проведении поверки должны соблюдаться следующие условия:

- температура окружающей среды, °С (20 ± 5);
- относительная влажность воздуха, % от 30 до 80;
- атмосферное давление, кПа (100 ± 4)

4.2 Помещение, где проводится поверка, должно быть чистым и сухим.

5 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

5.1 Установить прибор на горизонтальную поверхность (стол) недалеко от розеток электрической сети. Прибор не должен подвергаться вибрациям. Вокруг прибора должно быть достаточно свободного места для удобного управления и для доступа к задней панели. Расположить прибор вдали от отопительных устройств и осветительной аппаратуры.

5.2 Проверить выполнение требований, указанных в п.4.

5.3 Выдержать прибор и оборудование, используемое при поверке, в условиях, указанных в п.4, не менее 2 часов.

5.4 Провести измерения параметров окружающей среды.

5.5 Включить прибор в сеть.

5.6 Включить прибор переводом кнопки питания на задней панели в положение «I».

6 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1 Внешний осмотр

6.1.1 При внешнем осмотре должно быть установлено соответствие поверяемого прибора следующим требованиям:



- соответствие комплектности прибора с руководством по эксплуатации «Приборы интерферометрические для оценки толщины отложений на нагревательных трубках DR 10»;
- наличие маркировки на приборе (наименование или товарный знак завода-изготовителя, условное обозначение и заводской номер прибора);
- отсутствие механических повреждений.

6.1.2 Прибор считается прошедшим операцию поверки, если:

- комплектность прибора соответствует руководству по эксплуатации;
- отсутствуют механические повреждения корпуса прибора, дисплея, элементов управления;
- на шильдике прибора указаны наименование или товарный знак завода-изготовителя, тип и заводской номер.

6.2 Опробование и идентификация программного обеспечения

6.2.1 Идентификация программного обеспечения

Перейти к экрану настроек, нажав на экране иконку . Затем на экране отобразится окно с информацией о текущей системе прибора. В графе «Software version» указана версия программного обеспечения, установленного на прибор. Для перехода к основному меню, необходимо нажать иконку .

Идентификационные данные (признаки) метрологически значимой части программного обеспечения прибора приведены в таблице 3.

Таблица 3 - Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	Deposit Rater-DR 10
Номер версии (идентификационный номер) ПО, не ниже	1.2.8.6
Цифровой идентификатор ПО	-

6.2.2 При опробовании прибора должно быть установлено соответствие следующим требованиям:

- подвижные части прибора должны двигаться плавно, без заеданий;
- кнопки управления должны быть исправны и иметь соответствующие надписи, указывающие их назначение.

Прибор считают прошедшим операцию поверки, если:

- номер версии программного обеспечения соответствует таблице 3;

- подвижные части прибора двигаются плавно, без заеданий;
- кнопки управления исправны и имеют соответствующие надписи, указывающие их назначение.

6.3 Определение метрологических характеристик

6.3.1 Проверка диапазона измерений толщины покрытий и определение абсолютной погрешности измерений толщины покрытий.

6.3.1.1 Определение диапазона измерений и абсолютной погрешности измерений толщины покрытий осуществляется с помощью мер толщины покрытий цилиндрических DR10 Deposit Rater AK210-001 и DR10 Deposit Rater AK210-002 из состава Рабочего эталона единицы длины в области измерений толщины оптических покрытий в диапазоне значений от 10 до 1000 нм. Меры состоят из 2-х участков, имеющих различную номинальную толщину покрытия из двуокиси кремния (см. Таблицу 2).

6.3.1.2 Проведение поверки осуществляется в специальном меню «Verification» (рисунок 1).

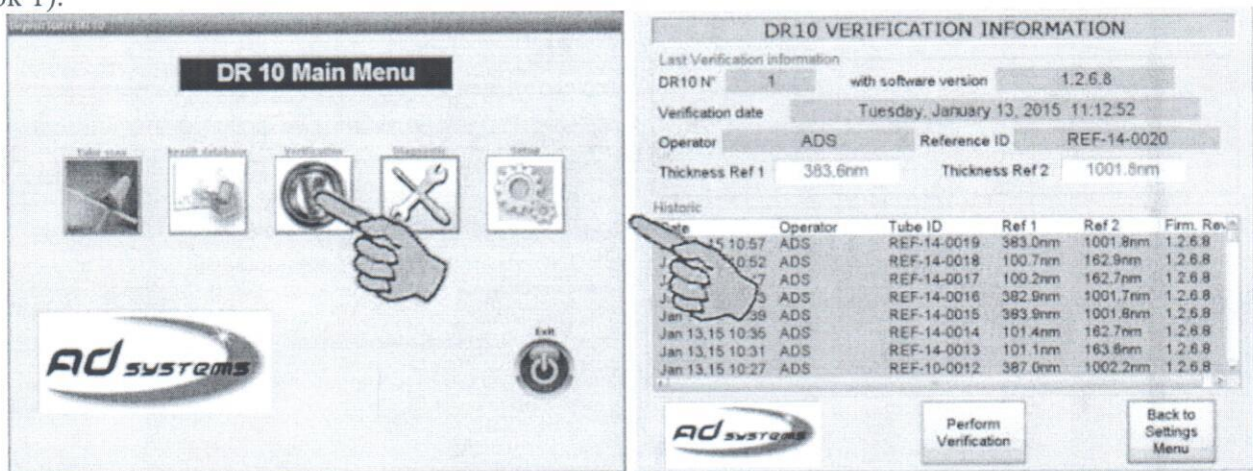


Рисунок 1 – Окно программы с детальной информацией о последней проведенной проверке

6.3.1.3 Для запуска процесса поверки необходимо нажать кнопку «Perform Verification».

6.3.1.4 Открыть крышку тестового отделения и установить на опоры калибровочную меру таким образом, чтобы ее серийный номер оказался справа (см. рисунок 2).



Рисунок 2 - Установка меры на опоры в тестовом отделении

6.3.1.5 Закрывать крышку тестового отделения и нажать кнопку «ОК». Крышка тестового отделения должна быть закрыта на протяжении всего процесса измерений.

6.3.1.6 Дождаться появления окна идентификации меры и ввести свое имя, а затем - серийный номер проверяемой трубки с помощью виртуальной клавиатуры, изображенной на экране прибора. Убедитесь, что введенный Вами номер меры полностью совпадает с номером, указанным на трубке, так как эти данные будут автоматически сохранены и приложены к отчету об измерении.

6.3.1.7 Провести измерения нажав кнопку «Enter». По окончании измерений появится окно с результатами (см. Рисунок 3). В ячейке «Reference ID» приведен идентификационный номер меры DR10 Deposit Rater AK210-001. Так как у меры имеются две площадки с разной толщиной покрытия, то измеренные значения толщин этих площадок в нем приведены в ячейках «Thickness Ref 1» и «Thickness Ref 2». Занести эти значения в протокол (Приложение А).

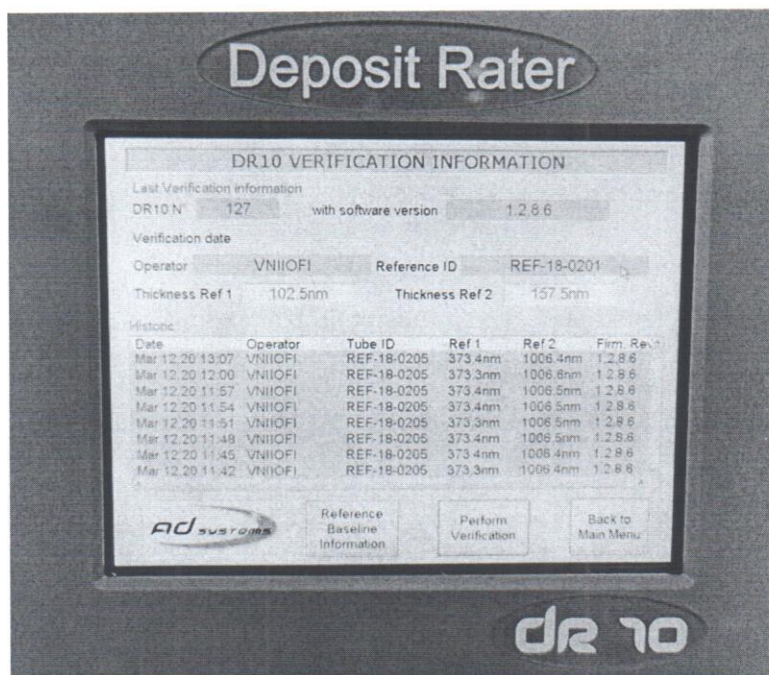


Рисунок 3 - Окно с результатами измерений

6.3.1.8 Повторить измерения согласно п.6.3.1.3 – 6.3.1.7 еще 4-е раза.

6.3.1.9 Открыть крышку тестового отделения, удалить меру.

6.3.1.10 Провести обработку результатов измерений в соответствии с ГОСТ Р 8.736-2011.

6.3.1.10.1 Для каждого участка меры определить среднее арифметическое значение результатов измерений толщины покрытий по формуле (1):

$$\bar{x} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i \quad (1)$$

где x_i – результат измерения толщины покрытий меры, нм, по п.6.3.1.7;

$i=1, 2, \dots$ - номер измерения;

$n=5$ – количество измерений.

6.3.1.10.2 Вычислить среднее квадратическое отклонение результата измерения по формуле (2):

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n - 1}} \quad (2)$$

6.3.1.10.3 Вычислить среднее квадратическое отклонение среднего арифметического по формуле (3):

$$S_{\bar{x}} = \frac{S}{\sqrt{n}} \quad (3)$$

(4): 6.3.1.10.4 Вычислить доверительные границы случайной погрешности по формуле

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

где t – коэффициент Стьюдента, зависящий от числа измерений и доверительной вероятности, при $n = 5$, $P = 0,95$, $t = 2,571$ по ГОСТ Р 8.736-2011.

6.3.1.10.5 Вычислить значение границы неисключенной систематической погрешности результата измерения толщины меры по формуле (5):

$$\theta_{\Sigma} = |\theta| + |d - \bar{x}|, \quad (5)$$

где d – номинальная толщина покрытий меры, указанная в действующем сертификате калибровки или свидетельстве о поверке, нм;

θ – неисключенная систематическая погрешность меры, нм.

Неисключенная систематическая погрешность меры θ вычисляется по формуле (6):

$$\theta = \frac{u_B}{\sqrt{3}}, \quad (6)$$

где u_B – стандартная неопределенность по типу В, указанная в действующем сертификате калибровки меры.

6.3.1.10.6 Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений толщины покрытий меры определяются по формуле (7):

$$\delta = \pm K S_{\Sigma}, \quad (7)$$

где S_{Σ} – суммарное среднее квадратическое отклонение оценки измеряемой величины, рассчитываемое по формуле (8):

$$S_{\Sigma} = \sqrt{S_{\theta}^2 + S_{\bar{x}}^2}, \quad (8)$$

Среднее квадратическое отклонение неисключенной систематической погрешности определяется по формуле (9):

$$S_{\theta} = \frac{\theta_{\Sigma}}{\sqrt{3}} \quad (9)$$

Коэффициент K рассчитывается по формуле (10):

$$K = \frac{\theta_{\Sigma} + \varepsilon}{S_{\bar{x}} + S_{\Sigma}} \quad (10)$$

6.3.1.11 Повторить операции п.п. 6.3.1.3 - 6.3.1.10 для оставшихся мер.

Примечание: Для выключения прибора необходимо выполнить следующее:

- выйти в Главное Меню, нажав кнопку «Back to Main Menu»;
- нажать кнопку «EXIT»;
- дождаться пока потухнет экран;

- перевести основной выключатель на задней панели в положение 0.

6.3.1.12 Прибор считается прошедшим операцию поверки, если диапазон измерения толщины покрытий составляет от 50 до 1020 нм, а абсолютная погрешность измерения толщины покрытий не превышает ± 5 нм в диапазоне от 50 до 400 нм включ., и не превышает ± 3 нм в диапазоне св. 400 до 1020 нм.

7 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1 Результаты поверки оформляются протоколом поверки (форма протокола приведена в Приложении А настоящей методики поверки).

7.2 При положительных результатах поверки прибор признается годным и допускается к применению.

7.2.1 Результаты поверки оформляются свидетельством о поверке; наносится знак поверки в соответствии с требованиями Приказа Минпромторга России от 02.07.2015 № 1815 «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке».

7.2.2 Знак поверки наносится на корпус прибора.

7.3 Прибор, прошедший поверку с отрицательным результатом, признается непригодным, не допускаются к применению. На него выписывают «Извещение о непригодности» с указанием причин в соответствии с требованиями Приказа Министерства промышленности и торговли Российской Федерации №1815 от 02.07.2015 «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке».

Начальник отдела
ФГУП «ВНИИОФИ»



В.Л. Минаев

Начальник лаборатории
ФГУП «ВНИИОФИ»



Г.Н. Вишняков

ПРОТОКОЛ
первичной / периодической поверки
от « ____ » _____ 20__ года

Средство измерений: «Приборы интерферометрические для оценки толщины отложений на нагревательных трубках DR 10»

Наименование СИ, тип (если в состав СИ входят несколько автономных блоков)
Заводской № _____ №/№ _____ Заводские номера блоков

№/№ _____

Принадлежащее _____
Наименование юридического лица, ИНН, КПП

Поверено в соответствии с методикой поверки МП 054.М44-19 «ГСИ. Приборы интерферометрические для оценки толщины отложений на нагревательных трубках DR 10. Методика поверки», утверждённой ФГУП «ВНИИОФИ»

Наименование документа на поверку, кем утвержден (согласован), дата

С применением эталонов: _____
(наименование, заводской №, разряд, класс точности или погрешность)

При следующих значениях влияющих факторов:

Температура, °С _____

Влажность, % _____

Давление, кПа _____

(приводят перечень и значения влияющих факторов, нормированных в методике поверки)

Внешний осмотр: _____

Опробование: _____

Версия ПО: _____

Получены результаты поверки метрологических характеристик:

Проверка диапазона измерений толщины покрытий, нм _____

Результаты поверки:

Наименование меры					
Обозначение участка					
Номинальные значения толщины покрытия, нм					
Измеренные значения толщины покрытия, нм					
Среднее измеренное значение толщины покрытия, \bar{x} , нм					
СКО среднего, $S_{\bar{x}}$, нм					

Наименование меры						
Обозначение участка						
Доверительная граница случайной погрешности измерений, ϵ , нм						
Граница неисключенной систематической погрешности измерений, θ_{Σ} , нм						
Допускаемая абсолютная погрешность измерений толщины покрытия, δ , нм						

Рекомендации:

Средство измерений признать пригодным (или непригодным) для применения

Исполнители _____

Подписи, Ф.И.О.,
должность