

Акционерное общество
«Научно-исследовательский центр по изучению свойств поверхности и вакуума»
АО «НИЦПВ»

УТВЕРЖДАЮ
Генеральный директор
АО «НИЦПВ»



Г.А.Кузнецов

12 февраля 2018 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

Анализаторы размеров частиц Litesizer

Методика поверки


Инженер-метролог
АО «НИЦПВ»
Е.С. Косьяненко

Москва
2018 г.

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы размеров частиц Litesizer модификаций 100 и 500 (далее - анализаторы), изготовленные фирмой «Anton Paar GmbH», Австрия, и устанавливает методику их первичной и периодической поверки.

Интервал между поверками – 1 год.

1. Операции поверки

Таблица 1- Операции поверки

Наименование операций	Номер пункта методики	Проведение операции при	
		первичной поверке	периодической поверке
Внешний осмотр Проверка комплектности	6.1	да	да
Опробование	6.2	да	да
Подтверждение соответствия ПО	6.3	да	да
Определение метрологических характеристик	6.4	да	да

При отрицательных результатах поверки по какому-либо пункту настоящей методики дальнейшая поверка анализатора прекращается, и он признается не прошедшим поверку.

2. Средства поверки

2.1. При проведении поверки используют государственные стандартные образцы (ГСО) и/или аттестованные смеси, содержащие монодисперсные взвеси или аэрозоли частиц известных размеров.

Таблица 2- ГСО для поверки

№ п/п	Наименование стандартного образца	Средний диаметр частиц	Границы основной погрешности (P=0.95)	Производитель
1	ГСО № 10042-2011	0,3-0,4 мкм	±5%	ФГУП «ВНИИМ»
2	ГСО № 10573-2015	1,5-3,2 мкм	±5%	ФГУП «ВНИИМ»
3	ГСО № 10573-2015	6-10 мкм	±6%	ФГУП «ВНИИМ»

Дополнительный лабораторный инвентарь:

- колба мерная К 1-10-2 (исполнение 1, класс 2), ГОСТ 1770;
- пипетка градуированная 2-1-2-1 (на полный слив) мерная, ГОСТ 29227;
- вода дистиллированная, ГОСТ 6709;
- синтетическое моющее средство (СМС) для мытья лабораторной посуды (2г СМС растворяется в 1 дм³ воды)

2.2. 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.

2.3. Допускается замена средств поверки, указанных в таблице, другими средствами поверки, обеспечивающими определение характеристик поверяемых анализаторов с требуемой точностью.

2.4. К проведению поверки допускаются лица, имеющие высшее или среднетехническое образование, опыт работы в радиоизмерительной или физической сфере не менее 1 года, владеющий техникой измерений параметров аэрозолей, взвесей и порошкообразных материалов, изучивших настоящую методику и аттестованные в качестве поверителя.

3. Требования безопасности

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 указания соответствующих разделов эксплуатационной документации поверяемого анализатора и средств поверки.

4. Условия поверки

3.1. При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С	20 ± 5;
- атмосферное давление, кПа	от 84 до 107;
- относительная влажность воздуха, %	до 80
- напряжение питания переменного тока, В	220±10;
- частота переменного тока, Гц	50/60

3.2. Перед проведением поверки прибор следует подготовить в соответствии с требованиями производителя, описанными в руководстве по эксплуатации.

5. Подготовка к поверке

5.1. 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 следует увеличить до 24 часов.

5.2. Для проведения поверки выбирают образец из указанных выше видов стандартных образцов и (или) аттестованных смесей, попадающих в диапазон размеров, указываемый в документации на поверяемый прибор. Изготавливаются рабочие растворы в соответствии с указаниями документации на стандартный образец или аттестованную смесь.

5.3. На персональном компьютере, к которому подключается аттестуемый прибор, должно быть установлено программное обеспечение Kalliope, обновленное до актуальной версии.

5.4. Оптическая схема прибора должна быть свободна от транспортных зажимов, доступ к которым находится на тыльной стороне прибора. Включение прибора в режиме блокировки может привести к выходу из строя оборудования.

6. Проведение поверки

6.1. Внешний осмотр.

6.1.1. При внешнем осмотре анализатора проверяют отсутствие видимых повреждений; наличие заземления; подключение прибора к электрической сети и компьютеру с помощью соответствующих кабелей; наличие маркировки с ясным указанием типа и серийного номера прибора; комплектность прибора (без запасных частей и расходных материалов). При осмотре рабочего места проверяют отсутствие вблизи прибора источников существенных вибраций; соответствие климатических условий на рабочем месте (температуры и влажности) условиям поверки; отсутствие прямого солнечного света, падающего на прибор.

6.1.2. Анализатор считают годным для применения, если корпус, внешние элементы, органы управления и индикации не повреждены, комплектность руководству по эксплуатации, тип и серийный номер четко видны на маркировке.

6.2. Подтверждение соответствия программного обеспечения.

Для идентификации ПО необходимо:

Соединить анализатор с компьютером, на котором установлено специальное программное обеспечение Kalliope.

Включить анализатор согласно его руководству по эксплуатации.

Запустить программное обеспечение согласно руководству по его эксплуатации, проверить наименование и номер версии ПО (в окне программы Kalliope → About).

Результат проверки считать положительным, если версия ПО не ниже 1.8.4.

6.3. Опробование.

6.3.1. При опробовании проверяется нормальное функционирование анализатора. Следует произвести подключение и запуск прибора согласно инструкции по эксплуатации. Показателями стабильной работы прибора служат индикаторы POWER и STATUS, которые одновременно должны отображать зеленый сигнал, а также индикатор готовности к работе в программном обеспечении.

6.3.2. Для опробования выбирают рабочий раствор с наибольшим значением концентрации частиц из стандартных образцов или аттестованных смесей, выбранных для проведения поверки.

6.3.3. С помощью анализатора три раза измеряют размер частиц в выбранном растворе. Результаты опробования считаются положительными, если во всех трех измерениях полученные значения среднего диаметра отличаются не более чем на 20 % значений, указанных в документации на стандартный образец или аттестованную смесь.

Анализатор не допускается для дальнейшей поверки при несоответствии условиям опробования.

6.4. Определение метрологических характеристик

Измерения состоят из следующих этапов:

6.4.1. Рабочий раствор наливают в кювету и ее помещают в измерительную ячейку. Стабилизируют тепловое равновесие между раствором и измерительной ячейкой. Колебания равновесной температуры должны быть в пределах $\pm 1^\circ\text{C}$.

6.4.2. Вводят данные, необходимые для измерений:

- обозначение раствора;
- длительность измерений;
- температура, показатель преломления и коэффициент динамической вязкости растворителя;
- длина волны лазерного излучения и угла рассеяния.

6.4.3. Средний гидродинамический диаметр измеряют для каждого из стандартных образцов или для каждой аттестованной смеси, отобранных для проведения поверки. Рекомендуется проводить пять измерений для каждого образца.

6.4.4. За значение диаметра d_k принимают значение диаметра, определяемое анализатором при каждом измерении. Для каждой серии измерений вычисляют среднее значение по формуле:

$$\bar{d} = \frac{\sum_{k=1}^N d_k}{N}$$

где k — номер измерения;

N — число измерений (в данном случае $N = 5$).

6.4.5. Относительную систематическую составляющую погрешности измерений анализатора при анализе тестовой пробы моодисперсного латекса вычисляют по формуле:

$$\theta = \frac{|\bar{d} - d_{\text{ном}}|}{d_{\text{ном}}}$$

где $d_{\text{ном}}$ — номинальное значение диаметра (аттестованное значение ГСО или аттестованной смеси).

6.4.6. Среднее квадратичное отклонение систематической погрешности вычисляют по формуле:

$$s_\theta = \frac{\theta + \sigma_{\text{ном}}}{\sqrt{3}}$$

где $\sigma_{\text{ном}}$ - погрешность номинального значения диаметра эталона.

6.4.7. Относительное СКО случайной составляющей погрешности при измерении среднего диаметра вычисляют по формуле:

$$s_d = \frac{1}{\sqrt{N}} \sqrt{\frac{\sum_{k=1}^N (d_i - \bar{d})^2}{(N - 1)}}$$

6.4.8. Полная относительная погрешность измерений определяется формулой:

$$\delta = K * \sqrt{S_{\theta}^2 + S_d^2}$$

K – коэффициент соотношения случайной и систематической составляющих относительной погрешности измерений анализатора, который определяется по формуле:

$$K = \frac{t * S_d + \theta}{S_d + S_{\theta}}$$

Где t – коэффициент Стьюдента при количестве измерений N и доверительной вероятности P (определяется по ГОСТ Р 8.736-2011, таблице Д1).

Результаты поверки считают положительными, если значение полной относительной погрешности измерений размеров частиц находятся в пределах 10%.

7.Оформление результатов поверки

7.1. Данные, полученные при поверке, регистрируются в форме протокола.

7.2. Анализатор, удовлетворяющий требованиям настоящей методики поверки, признается годными и на него оформляется свидетельство о поверке в соответствии с приказом №1815 от 02.07.2015г.

7.3. Анализаторы, не удовлетворяющие требованиям настоящей методики, к дальнейшей эксплуатации не допускается и на них выдается извещение о непригодности в соответствии с приказом №1815 от 02.07.2015г. с указанием причин непригодности.

7.4. Знак поверки наносится на свидетельство о поверке.