

СОГЛАСОВАНО

**Первый заместитель генерального
директора – заместитель по научной
работе ФГУП «ВНИИФТРИ»**


А.Н. Щипунов

« 16 / 06 / 2022 г.
М.и. 2022 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

Анализаторы частиц лазерные Zetasizer

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП-640-006-22

**р.п. Менделеево
2022 г.**

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы частиц лазерные Zetasizer (далее – анализаторы) модификаций Zetasizer Ultra, Zetasizer Pro, Zetasizer Lab, изготавливаемые компанией Malvern Panalytical Ltd, Соединённое Королевство Великобритании и Северной Ирландии, используемые в качестве высокоточных средств измерений, и устанавливает методы и средства их первичной и периодической поверок.

1.2 В результате поверки должны быть подтверждены следующие метрологические требования, приведенные в таблице 1.

Таблица 1 – Метрологические требования

Наименование характеристики	Значение характеристики		
	Zetasizer Ultra	Zetasizer Pro	Zetasizer Lab
Диапазон измерений размеров частиц в жидкости, нм	от 10 до 15000	от 10 до 10000	от 10 до 15000
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений размеров частиц в жидкости, %		±10	
Диапазон измерений дзета-потенциала частиц в жидкости, мВ		от -100 до +100	
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений дзета-потенциала частиц в жидкости, %		±15	

1.3 При определении метрологических характеристик в рамках проводимой поверки обеспечивается прослеживаемость анализаторов в соответствии с государственной поверочной схемой для средств измерения дисперсных параметров аэрозолей, взвесей и порошкообразных материалов, утвержденной приказом Росстандарта от 30.12.2021 № 3105, к Государственному первичному эталону единиц дисперсных параметров аэрозолей, взвесей и порошкообразных материалов.

1.4 Поверка анализаторов может осуществляться только аккредитованным на проведение поверки в соответствии с законодательством Российской Федерации об аккредитации в национальной системе аккредитации лицом в соответствии с его областью аккредитации.

1.5 Передача анализаторам единиц размера и дзета-потенциала частиц в жидкости осуществляется методом прямых измерений.

2 Перечень операций поверки анализатора

2.1 При проведении поверки должны быть выполнены операции, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Перечень операций поверки

Наименование операции поверки	Обязательность выполнения операций поверки при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	первичной поверке	
1 Внешний осмотр анализатора	да	да	7
2 Опробование анализатора	да	да	8
3 Проверка программного обеспечения анализатора	да	да	9

Продолжение таблицы 2

Наименование операции поверки	Обязательность выполнения операций поверки при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	первичной поверке	
4 Определение метрологических характеристик анализатора и подтверждение его соответствия метрологическим требованиям	да	да	10
4.1 Определение диапазона и относительной погрешности измерений размеров и дзета-потенциала частиц в жидкости	да	да	10.1
5 Оформление результатов поверки	да	да	11

2.2 В случае получения отрицательного результата при проведении одной из операций поверку прекращают, а анализатор признают не прошедшим поверку.

2.3 Допускается проведение поверки по отдельным измерительным каналам, которые используются при эксплуатации, по соответствующим пунктам настоящей методики поверки.

3 Требования к условиям проведения поверки

3.1 Проверку проводить в следующих условиях:

- температура окружающего воздуха, °С от +15 до +35;
 - относительная влажность окружающего воздуха, % от 20 до 80.

3.2 Характеристики питающей электрической сети должны быть следующие:

- напряжение переменного тока, В от 198 до 242;
 - частота переменного тока, Гц от 49 до 51.

3.3 Перед проведением поверки выдержать анализатор в условиях, приведенных в п. 3.1, не менее 8 ч. В случае, если он находился при температуре ниже 0 °C, время выдержки должно быть не менее 24 ч.

4 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

4.1 К проведению поверки допускаются лица, имеющие высшее или среднее техническое образование, аттестованные в качестве поверителя, владеющие техникой измерений параметров аэрозолей, взвесей и порошкообразных материалов, изучившие настоящую методику поверки и эксплуатационную документацию на анализатор, прошедшие инструктаж по технике безопасности.

5 Метрологические и технические требования к средствам поверки

5.1 При проведении поверки должны быть применены средства, указанные в таблице 3.

Таблица 3 – Перечень средств поверки

<i>Операции поверки, требующие применение средств поверки</i>	<i>Метрологические и технические требования к средствам поверки</i>	<i>Рекомендуемые средства поверки</i>
п. 8.1 Контроль условий поверки	<p>Средство измерений температуры и влажности воздуха в диапазоне температур от 15 до 35 °С с абсолютной погрешностью в пределах ± 1 °С, относительная влажность от 20 до 80 % с абсолютной погрешностью в пределах ± 2 %.</p> <p>Средство измерений атмосферного давления от 80 до 106 кПа с абсолютной погрешностью измерений в пределах 0,5 кПа.</p> <p>Средство измерений напряжения и частоты переменного тока в питающей сети в диапазоне напряжений от 150 до 260 В с относительной погрешностью в пределах ± 2 %, в диапазоне частот от 45 до 55 Гц с абсолютной погрешностью в пределах $\pm 0,1$ Гц</p>	<p>Измеритель влажности и температуры ИВТМ-7/4 с первичным преобразователем ИПТВ-03-01, рег. № 15500-12</p> <p>Барометр БРС-1М, рег. № 16006-97</p> <p>Мультиметр цифровой Fluke 17B+, рег. № 59778-15</p>
Раздел 10 Определение метрологических характеристик анализатора и подтверждение его соответствия метрологическим требованиям	<p>Средство измерений размеров частиц и дзета-потенциала частиц в жидкости в диапазоне от 0,02 до 12 мкм с относительной погрешностью в пределах ± 4 %.</p> <p>Образцы монодисперсного латекса с размерами частиц из диапазона от 0,01 до 12 мкм</p>	ГЭТ 163-2020 в комплекте с образцами монодисперсных латексов

5.2 Допускается замена средств поверки, указанных в таблице 3, другими средствами поверки, обеспечивающими определение метрологических характеристик анализатора с требуемой точностью.

5.3 Все средства поверки должны быть исправны. Применяемые при поверке средства измерений должны быть поверены, результаты поверки должны быть в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений с не истекшим сроком действия на момент проведения поверки анализатора.

6 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

6.1 При проведении поверки соблюдать правила безопасности, указанные в эксплуатационной документации на поверяемый анализатор и средства поверки, правила безопасности при работе с электрооборудованием, питающимся от сети переменного тока напряжением до 1000 В.

6.2 При проведении поверки на месте эксплуатации анализатора также необходимо соблюдать правила техники безопасности, действующие на данном эксплуатирующем предприятии.

7 Внешний осмотр анализатора

7.1 Проверить комплектность анализатора согласно его эксплуатационной документации.

7.2 Провести внешний осмотр анализатора на предмет:

- наличия, полноты и целостности маркировки;
- отсутствия повреждений, которые могут повлиять на работу анализатора;

7.3 Анализатор считать пригодным для проведения поверки, если:

- его комплектность достаточна для проведения поверки;

- маркировка четкая и включает достаточно сведений для идентификации анализатора (тип, модификация, заводской номер, год изготовления, сведения об изготовителе) и требования к электропитанию;

– отсутствуют видимые повреждения и загрязнения;

В противном случае поверку далее не проводить, результаты поверки считать отрицательными.

8 Опробование анализатора

8.1 Контроль условий поверки

8.1.1 Измерить соответствующими средствами измерений параметры окружающей среды (температуру, влажность, атмосферное давление) и питающей сети. Параметры должны соответствовать требованиям раздела 3 настоящей методики.

8.2 Опробование средства измерений

8.2.1 Соединить анализатор с компьютером. Компьютер должен быть с предустановленным программным обеспечением ZS XPLORER.

8.2.2 Включить анализатор согласно руководству его эксплуатации. При включении анализатора должна автоматически начаться процедура самодиагностики. Анализатор следует выдержать во включенном состоянии не менее 30 мин для стабилизации работы лазера. По окончании процедуры самодиагностики и выдержки индикатор состояния анализатора – пульсирующий янтарный, что говорит о нормальном функционировании анализаторов.

8.2.3 Запустить программное обеспечение в соответствии с руководством по эксплуатации анализатора. В результате должно появиться основное окно программы, индикатор состояния перейдет в статус зеленый, что говорит о готовности анализаторов к работе.

8.2.4 Результаты опробования считать положительными, если анализатор функционирует нормально и готов к работе. В противном случае анализатор к дальнейшей поверке не допускается и результаты поверки считать отрицательными.

9 Проверка программного обеспечения анализатора

9.1 Проверить следующие заявленные идентификационные данные ПО:

- наименование ПО;
- номер версии (идентификационный номер) ПО.

9.2 Проверку проводить сличением данных о ПО в эксплуатационной документации и в соответствующем программном меню анализаторов.

9.3 Результаты идентификации ПО считать положительными, если идентификационное наименование и версия ПО соответствуют указанным в таблице 4.

Таблица 4 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	ZS XPLORER
Номер версии ПО (идентификационный номер ПО)	1.1 и выше
Цифровой идентификатор ПО	-

9.4 В противном случае анализатор к дальнейшему проведению поверки не допускается и результаты поверки считать отрицательными.

10 Определение метрологических характеристик анализатора и подтверждение его соответствия метрологическим требованиям

10.1 Определение диапазона и относительной погрешности измерений размеров и динамика потенциала частиц в жидкости

10.1.1 Для проведения поверки использовать монодисперсные латексы с размерами частиц 20, 1000, 10000, 12000 нм для модификаций Zetasizer Ultra, Zetasizer Lab, с размерами частиц 20, 1000, 10000 нм для модификации Zetasizer Pro, и супрамолекулярные системы со

значениями дзета-потенциала плюс 40, плюс 70, плюс 100, минус 30, минус 50, минус 100 мВ для всех модификаций.

10.1.2 Проверку анализатора в части измерения размеров частиц в жидкости проводить следующим образом:

а) Подготовить эталон и анализатор к проведению измерений размеров и дзета-потенциала частиц в жидкости согласно эксплуатационной документации на них. Измерения на анализаторе проводить согласно главы 5 руководства по эксплуатации. В соответствующие поля программы анализатора ввести информацию об образце, на основе которого приготовлена тестируемая проба.

б) Провести измерение тестовой пробы на эталоне не менее 3 раз. Измеренные значения размера частиц ($d_{\text{эт}}$) занести в протокол поверки.

в) Кювету с той же самой тестовой пробой поместить в отделение для размещения пробы анализатора и провести измерения размера частиц не менее 3 раз. Измеренные значения размера частиц ($d_{\text{чи}}$) занести в протокол поверки.

10.1.3 Повторить операции а)-в) с каждой тестовой пробой.

10.1.4 Определить относительную погрешность измерений размеров частиц в жидкости по формуле (1):

$$\Delta = \frac{d_{\text{чи}} - d_{\text{эт}}}{d_{\text{эт}}} \cdot 100 \%, \quad (1)$$

где $d_{\text{чи}}$ - измеренное значение размеров частиц, полученное на анализаторе, нм;

$d_{\text{эт}}$ - измеренное значение размеров частиц, полученное на эталоне, нм.

10.1.5 Проверку анализатора в части измерения дзета-потенциала частиц проводить следующим образом:

а) Подготовить эталон и анализатор к проведению измерений размеров и дзета-потенциала частиц в жидкости согласно эксплуатационной документации на них. Измерения на анализаторе проводить согласно главы 5 руководства по эксплуатации. В соответствующие поля программы анализатора ввести информацию об образце, на основе которого приготовлена тестируемая проба.

б) Провести измерение той же самой тестовой пробы на эталоне не менее 3 раз. Измеренные значения дзета-потенциала частиц ($\zeta_{\text{эт}}$) занести в протокол поверки.

в) Кювету с тестовой пробой поместить в отделение для размещения пробы анализатора и провести измерения дзета-потенциала частиц не менее 3 раз. Измеренные значения дзета-потенциала частиц ($\zeta_{\text{чи}}$) занести в протокол поверки.

10.1.6 Определить относительную погрешность измерений дзета-потенциала частиц по формуле (2):

$$\Delta = \frac{\zeta_{\text{чи}} - \zeta_{\text{эт}}}{\zeta_{\text{эт}}} \cdot 100 \%, \quad (2)$$

где $\zeta_{\text{чи}}$ - измеренное значение дзета-потенциала частиц, полученное на анализаторе, мВ; $\zeta_{\text{эт}}$ - измеренное значение дзета-потенциала частиц, полученное на эталоне, мВ.

10.2 Результаты поверки считать положительными, если значения относительной погрешности измерений размеров частиц в жидкости находятся в допускаемых пределах $\pm 10 \%$ в диапазоне измерений размеров частиц в жидкости от 10 до 15000 нм для модификаций Zetasizer Ultra, Zetasizer Lab и в диапазоне измерений размеров частиц в жидкости от 10 до 10000 нм для модификации Zetasizer Pro, и значения относительной погрешности измерений дзета-потенциала частиц в жидкости находятся в допускаемых пределах $\pm 15 \%$ в диапазоне измерений дзета-потенциала частиц в жидкости от минус 100 до плюс 100 мВ для всех модификаций анализаторов. В противном случае результаты поверки считать отрицательными.

11 Оформление результатов поверки

11.1 Результаты поверки оформить протоколом произвольной формы.

11.2 При положительных результатах поверки анализатор признается годным, при отрицательных результатах поверки анализатор бракуется и к дальнейшей эксплуатации не допускается.

11.3 Результаты поверки анализатора подтверждаются сведениями о результатах поверки средств измерений, включенными в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений. По заявлению владельца анализатора или лица, представившего его на поверку, на анализатор выдается свидетельство о поверке (при положительных результатах поверки) с нанесенным на него знаком поверки или извещение о непригодности к применению (при отрицательных результатах поверки) с указанием причин забракования.

11.4 В случае, если поверка была проведена по отдельным измерительным каналам, в свидетельстве о поверке делается соответствующая запись.

Начальник НИО-6
ФГУП «ВНИИФТРИ»

В.И. Добровольский

Начальник лаборатории 640
ФГУП «ВНИИФТРИ»

Д.М. Балаханов