

**Федеральное государственное унитарное предприятие
«Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии
им. Д.И. Менделеева»
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»**

УТВЕРЖДАЮ

И. о. директора
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»


А. Н. Пронин

М. п. «29» марта 2018 г.


Государственная система обеспечения единства измерений

**Счётчики частиц в жидкости
НІАС 9703**

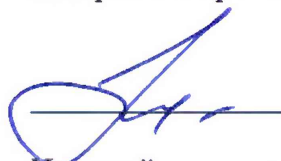
Методика поверки

МП 242-2221-2018

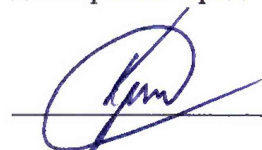
Руководитель научно-исследовательского
отдела государственных эталонов в области
физико-химических измерений


Ю. А. Кустиков

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


Д. Н. Козлов

Научный сотрудник лаборатории
государственных эталонов и научных
исследований в области измерений параметров
дисперсных сред


Ю. А. Крамаренко

Настоящий документ устанавливает методику первичной и периодической поверки счётчиков частиц в жидкости НИАС 9703 (далее –веряемый счётчик).

Интервал между поверками – 1 год.

При пользовании настоящей методикой поверки целесообразно проверить действие ссылочных документов по соответствующему указателю стандартов, составленному по состоянию на «01» января текущего года и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный документ заменён (изменён), то при пользовании настоящей методикой следует руководствоваться заменяющим (изменённым) документом. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

1. ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

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

Таблица 1

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Обязательность операции при проведении поверки	
		Первичной	Периодической
Внешний осмотр	6.1	Да	Да
Подтверждение соответствия программного обеспечения	6.2	Да	Да
Опробование	6.3	Да	Да
Определение метрологических характеристик	6.4	Да	Да

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

2. СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1. 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, основные технические и (или) метрологические характеристики
4.1	Прибор комбинированный Testo 622, рег. номер 53505-13, диапазон измерений температуры от минус 10 до плюс 60 °С, абсолютная погрешность $\pm 0,4$ °С; диапазон измерений относительной влажности от 10 до 95 %, относительная погрешность ± 3 %; диапазон измерений абсолютного давления от 300 до 1200 гПа, абсолютная погрешность ± 5 гПа.
6.4	Рабочий эталон единицы счётной концентрации частиц в жидкости с относительной погрешностью не более ± 10 % в соответствии с ГОСТ Р 8.606-2012 «ГСИ. Государственная поверочная схема для средств измерений дисперсных параметров аэрозолей, взвесей и порошкообразных материалов»

2.2. Средства поверки, указанные в таблице 2, должны быть поверены (аттестованы) в установленном порядке и иметь действующие свидетельства о поверке (свидетельства об аттестации). Допускается применение аналогичных средств поверки, обеспечивающих

определение метрологических характеристик поверяемого счётчика с требуемой точностью.

2.3. Допускается проведение периодической поверки счётчика в отдельных поддиапазонах измерений по письменному заявлению владельца с обязательным указанием об этом в свидетельстве о поверке согласно приказу Минпромторга России от «02» июля 2015 г. № 1815 «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке».

2.4. Для проведения поверки необходимо осуществить приготовление контрольных образцов (далее – КО) согласно приложению Б к настоящей методике поверки. Материалы и оборудование, применяемые при приготовлении КО, приведены в таблице Б.1.

3. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

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

3.2. К проведению поверки допускаются поверители, имеющие квалификацию не ниже инженера и прошедшие инструктаж по технике безопасности.

4. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

4.1. При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- | | |
|--|------------------|
| – температура окружающего воздуха, °С | (20 ± 5) |
| – относительная влажность окружающего воздуха, %, не более | 80 |
| – атмосферное давление, кПа | от 90,6 до 104,8 |
| – напряжение сети переменного тока частотой (50 ± 1) Гц, В | (230 ± 23) |

5. ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

5.1. Выдержать поверяемый счётчик в помещении при температуре, соответствующей условиям поверки, не менее 8 часов. В случае, если поверяемый счётчик находился при температуре ниже 0 °С, время выдержки должно быть не менее 24 часов.

5.2. Подготовить средства поверки и поверяемый счётчик к работе в соответствии с их ЭД.

5.3. При необходимости осуществить установку и настройку автономного программного обеспечения «PharmSpec» (далее – ПО) на персональном компьютере. Технические требования к персональному компьютеру, а также процедура установки приведены в ЭД на автономное ПО. В окне «Hardware Settings» меню «Setup» автономного ПО необходимо внести информацию о сенсоре и системе пробоотбора из состава поверяемого счётчика. Необходимая информация приводится в документе, выдаваемом изготовителем или авторизованным сервисным центром по результатам градуировки и/или настройки счётчика согласно ISO 21501-3:2007 «Определение гранулометрического состава. Методы, основанные на взаимодействии света и отдельных частиц. Часть 3. Счётчик частиц в жидкости в затухающем свете».

6. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1. Внешний осмотр

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

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

6.1.3. Поверяемый счётчик должен иметь исправные органы управления и настройки.

Результаты внешнего осмотра считаются положительными, если поверяемый счётчик соответствует требованиям пп. 6.1.1 – 6.1.3.

6.2. Подтверждение соответствия программного обеспечения

6.2.1. Запустить исполняемый файл автономного ПО. Перейти в раздел меню «Помощь» («Help») → «О программе PharmSpec» («About PharmSpec»). Номер версии автономного ПО отображается в открывшемся диалоговом окне.

Результаты подтверждения соответствия ПО считаются положительными, если номер версии ПО соответствует требованиям описания типа.

6.3. Опробование

6.3.1. Осуществить настройку параметров измерений поверяемого счётчика согласно рекомендациям п. Б.1.2 приложения Б.

6.3.2. Приготовить КО № 1 согласно приложению Б. Провести поверяемым счётчиком измерение счётной концентрации частиц в КО № 1.

Результаты опробования считаются положительными, если по окончании измерений получены значения счётной концентрации частиц в воде и отсутствуют сообщения об ошибках или иные неисправности, влияющие на работоспособность поверяемого счётчика и препятствующие дальнейшему проведению поверки.

6.4. Определение метрологических характеристик

6.4.1. Осуществить настройку параметров измерений рабочего эталона согласно рекомендациям п. Б.1.2 приложения Б.

6.4.2. Приготовить КО № 2 - № 4 согласно приложению Б. Провести поверяемым счётчиком и рабочим эталоном измерения счётной концентрации частиц в КО.

6.4.3. Записать полученные значения в протокол поверки, где:

- C_u (частиц/см³) – измеренное значение счётной концентрации частиц в воде, полученное поверяемым счётчиком;
- C_d (частиц/см³) – действительное значение счётной концентрации частиц в воде, полученное на рабочем эталоне.

6.4.4. Относительную погрешность поверяемого счётчика δ (%) вычислить по формуле (1):

$$\delta = \frac{C_u - C_d}{C_d} \cdot 100 \quad (1)$$

Относительная погрешность не должна превышать ± 30 %.

7. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1. Результаты поверки вносят в протокол, форма которого приведена в приложении А.

7.2. Счётчик, удовлетворяющий требованиям настоящей методики поверки, признается годным, и на него выдаётся свидетельство о поверке по форме, установленной приказом Минпромторга России от «02» июля 2015 г. № 1815. Знак поверки наносится на корпус сенсора и (или) на свидетельство о поверке.

7.3. Счётчик, не удовлетворяющий требованиям настоящей методики поверки, к дальнейшей эксплуатации не допускается, и на него выдаётся извещение о непригодности к применению по форме, установленной приказом Минпромторга России от «02» июля 2015 г. № 1815.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(рекомендуемое)

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ

№ _____

Наименование прибора, тип:

Заводской номер:

Дата выпуска:

Рег. номер в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений:

Владелец:

Серия и номер знака предыдущей поверки:

Дата предыдущей поверки:

Вид текущей поверки:

Наименование нормативного документа при поверке:

Основные средства поверки:

Условия поверки:

- температура окружающего воздуха, °С
- относительная влажность окружающего воздуха, %
- атмосферное давление, кПа

Результаты поверки:

1. Результаты внешнего осмотра
2. Результаты подтверждения соответствия программного обеспечения
3. Результаты опробования
4. Результаты определения метрологических характеристик

Таблица А.1

D (мкм)	C_u (частиц/см ³)	C_d (частиц/см ³)	δ (%)

В таблице А.1:

- D (мкм) – канал регистрации размеров частиц;
- C_u (частиц/см³) – измеренное значение счётной концентрации частиц в воде, полученное поверяемым счётчиком;
- C_d (частиц/см³) – действительное значение счётной концентрации частиц в воде, полученное на рабочем эталоне;
- δ (%) – относительная погрешность поверяемого счётчика.

Поверитель:

Дата:

ПРИЛОЖЕНИЕ Б

(обязательное)

Методика приготовления контрольных образцов при проведении поверки счётчиков частиц в жидкости ИАС 9703

Б.1.1. Настоящая методика описывает процедуру приготовления контрольных образцов (далее – КО) при проведении поверки счётчиков частиц в жидкости ИАС 9703.

Б.1.2. При проведении измерений счётной концентрации частиц в воде настройки каналов регистрации размеров частиц у поверяемого счётчика и рабочего эталона должны быть идентичны. Значение канала, выбранного для считывания показаний, не должно превышать средний диаметр частиц стандартного образца, применяемого для приготовления КО.

Б.1.3. Рекомендуемые настройки для поверяемого счётчика и рабочего эталона:

- канал регистрации размеров частиц, индицирующий показания – «более 2 мкм»;
- объём предварительной прокачки пробы – не менее 5 см³;
- объём анализируемой пробы – не менее 5 см³;
- количество измерений (без учёта предварительной прокачки пробы) – не менее 3.

Б.1.4. Материалы и оборудование, применяемые при приготовлении КО, а также требования к ним приведены в таблице Б.1. Допускается применение других материалов и оборудования с аналогичными характеристиками.

Таблица Б.1

№	Наименование материала или оборудования, номер документа, регламентирующего технические требования	Требования, предъявляемые к материалу или оборудованию, основные технические и (или) метрологические характеристики
1	Стандартный образец гранулометрического состава (монодисперсный полистирольный латекс) ОГС-10ЛМ (ГСО 10051-2011), интервал допускаемых аттестованных значений среднего диаметра частиц от 10 до 14 мкм, границы относительной погрешности аттестованного значения $\pm 5\%$	1. Допускается применение стандартных образцов со средним диаметром частиц в диапазоне от 5 до 25 мкм. 2. Допускается применение стандартных образцов предприятия (СОП) монодисперсного полистирольного латекса. 3. Стандартный образец должен иметь паспорт (сертификат) с указанным в нём аттестованным значением среднего диаметра частиц.
2	Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72	Допускается применение воды, счётная концентрация частиц в которой не превышает 1000 частиц/см ³ по каналу регистрации размеров частиц «более 2 мкм». Контроль осуществляется рабочим эталоном.
3	Стаканы лабораторные термостойкие по ГОСТ 25336-82	Объём не менее 50 см ³ .
4	Цилиндры по ГОСТ 1770-74	Класс точности не хуже 2.
5	Ванна ультразвуковая ВУ-09-«Я-ФП»-03	-
6	Мешалка электромагнитная US-1500	-

Б.1.5. При приготовлении КО перемешивание осуществлять магнитной мешалкой. Дегазацию КО проводить с помощью ванны ультразвуковой. Допускается проводить дегазацию с помощью устройств вакуумирования аналитических проб. Подготовку КО к

применению проводить согласно рекомендациям ГОСТ 31247-2004 «Чистота промышленная. Определение загрязнения пробы жидкости с помощью автоматических счётчиков частиц».

Б.1.6. КО № 1 готовится на основе воды дистиллированной без добавления стандартного образца ОГС-10ЛМ и предназначен для проведения опробования поверяемого счётчика.

Б.1.7. КО № 2 готовится добавлением стандартного образца ОГС-10ЛМ в воду дистиллированную. Аликвоты стандартного образца и воды подбираются в таком соотношении, чтобы счётная концентрация частиц в приготовленном КО по выбранному каналу регистрации размеров частиц составляла $(90 \pm 5) \%$ от верхнего предела диапазона измерений поверяемого счётчика. Оценку КО № 2 осуществлять поверяемым счётчиком.

Б.1.8. КО № 3 готовится кратным разбавлением КО № 2 с таким условием, чтобы счётная концентрация частиц в разбавленном КО по выбранному каналу регистрации размеров частиц составляла $(50 \pm 5) \%$ от верхнего предела диапазона измерений поверяемого счётчика.

Б.1.9. КО № 4 готовится кратным разбавлением КО № 3 с таким условием, чтобы счётная концентрация частиц в разбавленном КО по выбранному каналу регистрации размеров частиц составляла $(10 \pm 5) \%$ от верхнего предела диапазона измерений поверяемого счётчика.

Б.1.10. В случае, если верхний предел измерений поверяемого счётчика выше, чем у используемого рабочего эталона, для выполнения измерений на рабочем эталоне необходимо выполнить кратное разбавление КО дистиллированной водой с таким условием, чтобы счётная концентрация частиц в разбавленном КО по выбранному каналу регистрации размеров частиц находилась в пределах $(20 - 80) \%$ диапазона измерений рабочего эталона.