

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы размеров частиц Analysette 22 Next Nano, Analysette 22 Next Micro (далее – анализаторы), изготавливаемые фирмой «Fritsch GmbH», Германия, 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 операции	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 (далее - ПО)	7.3	да	да
4 Определение относительной погрешности измерений размера частиц в жидкости	7.4	да	да

1.2 Не допускается проведение поверки отдельных измерительных каналов и отдельных автономных блоков.

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
<i>Основные средства поверки</i>	
7.4	Государственный первичный эталон единиц дисперсных параметров аэрозолей взвесей и порошкообразных материалов ГЭТ 163-2020 (далее – первичный эталон) по ГОСТ 8.606-2012, воспроизведение размера частиц от 0,001 до 2000 мкм с расширенной неопределенностью от 2,7 до 3,8 %
<i>Вспомогательные средства поверки</i>	
7.4	Дозатор пипеточный Eppendorf Research Plus, объем дозирования от 2 до 20 мкл
7.4	Ложка или шпатель 1 по ГОСТ 9147-80

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

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.

Примечание – Имеется разрешение Росстандарта (исх. № СГ-15188/04 от 16.09.2020) на использование первичного эталона в качестве средства поверки.

3 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ИСПОЛНИТЕЛЕЙ

3.1 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.

4 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

4.1 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.

5 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

5.1 Поверку проводить в следующих условиях:

- температура окружающего воздуха, °С от 15 до 30;
- относительная влажность окружающего воздуха при 31 °С, %, не более 80;
- атмосферное давление, кПа от 84 до 106,7.

5.2 Перед проведением поверки анализатор выдержать в условиях поверки не менее 8 ч. В случае, если анализатор находился при температуре ниже 0 °С, время выдержки должно быть не менее 24 ч.

6 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

6.1 Подготовить анализатор к работе согласно руководству по его эксплуатации, а именно:

- на персональный компьютер из состава анализатора установить (при необходимости) и запустить ПО MaScontrol;
- установить измерительную ячейку в измерительный блок анализатора;
- осуществить все подсоединения анализатора, в том числе к компьютеру;
- заполнить ванну блока диспергирования в жидкости чистой водой и установить посуду для слива пробы;

Примечание – Использовать воду по ГОСТ Р 52501-2005 без содержания частиц размером от 0,01 мкм и более.

– включить питание. После включения автоматически начнется проверка правильности подключения и настройка лазеров. Выдержать анализатор во включенном состоянии не менее 30 мин для стабилизации режима работы.

7 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

7.1 Внешний осмотр

7.1.1 Проверить комплектность анализатора на соответствие паспорту. В комплекте поставки должно быть ПО MaScontrol для отображения данных.

7.1.2 Провести внешний осмотр анализатора. Проверить:

- наличие, полноту и целостность маркировки;
- отсутствие видимых повреждений и загрязнений, которые могут повлиять на работу анализатора;
- исправность питающего кабеля, разъемов.

7.1.3 Анализатор считать пригодным к проведению поверки, если:

- комплектность достаточна для проведения поверки;

- маркировка четкая и включает все данные, необходимые для идентификации анализатора (тип, заводской номер, год изготовления, данные об изготовителе) и правильного подключения (маркировка разъемов и штуцеров, рабочее напряжение электропитания, потребляемая мощность);
- отсутствуют видимые повреждения и загрязнения;
- питающий кабель и разъемы в исправности.

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

7.2 Опробование

7.2.1 Подготовить анализатор к работе согласно разделу 6 настоящей методики.

7.2.2 Провести пробное измерение анализатором. Для этого запустить процедуру измерения нажатием кнопки «Start Measurement», после чего начинается поэтапный процесс измерения. Этапы процесса измерения:

1 этап – автоматически определяется чистота измерительной ячейки анализатора. Измерительная ячейка считается чистой, если уровень загрязнения, определяемый по шкале диаграммы настройки лазеров, не превышает 200 единиц;

2 этап – появляется программный запрос на добавление образца, после чего следует добавить в ванну блока диспергирования в жидкости, заполненную чистой водой, образцовый материал. Образец добавлять до тех пор, пока не будет достигнуто поглощение лазерного луча, что говорит о достаточности концентрации тестовой пробы для проведения измерения. Далее анализатор автоматически осуществляет подготовку пробы и подачу ее в измерительную ячейку. В качестве образцового материала использовать монодисперсный латекс из состава первичного эталона со средним размером частиц в заявленном диапазоне измерений или на калибровочный порошок Fritsch 500 из комплекта анализаторов. Монодисперсный латекс добавлять с помощью пипеточного дозатора с объемом дозирования от 2 до 20 мкл по капле (примерно, 3 – 4 капли латекса на 100 – 150 мл воды), порошкообразные образцы – с помощью ложки или шпателя по ГОСТ 9147-80 постепенно;

3 этап – непосредственное измерение.

7.2.3 Результаты опробования считать положительными, если анализатор выполняет процедуру измерения в автоматическом режиме, при этом последовательность этапов процедуры правильная, измерительная ячейка чистая, сообщения о сбоях и ошибках в работе анализатора отсутствуют. В противном случае результаты поверки считать отрицательными.

7.3 Идентификация ПО

7.3.1 Провести идентификацию ПО путем сличения отображаемой версии встроенного ПО с нормированным значением. Для этого анализатор подключить к компьютеру с предустановленным ПО MaScontrol, подать питание, запустить приложение «CD_Start», в открывшемся окне выбрать тип поверяемого анализатора. Версия ПО отображается в диалоге о ПО.

7.3.2 Результаты идентификации ПО считать положительными, если версия встроенного ПО не ниже нормированного значения 1.056. В противном случае результаты поверки считать отрицательными.

7.4 Определение относительной погрешности измерений размера частиц в жидкости

7.4.1 Поверку анализатора Analysette 22 Next Nano провести с применением серии образцов из состава первичного эталона с размерами частиц 0,02; 0,1 мкм, далее 1, 10, 50, 90 % от верхней границы заявленного диапазона измерений. Поверку анализатора Analysette 22 Next Micro провести с применением серии образцов из состава первичного эталона с размерами частиц 1; 5; 10; 50; 90 % от верхней границы заявленного диапазона измерений.

Примечание – Допускается использовать образцы, размеры которых отличаются от указанных не более чем на 20 %.

7.4.2 Предварительно подготовить анализаторы к работе согласно разделу 6 настоящей методики.

7.4.3 Порядок выполнения операций:

а) провести на анализаторе процедуру измерения с использованием любого образца из соответствующей серии. На этапе подготовки пробы добавить в ванну с чистой водой блока диспергирования в жидкости необходимое количество образца. Образец добавляется до тех пор, пока не будет достигнуто поглощение лазерного луча. Образцы монодисперсных латексов добавлять с помощью пипеточного дозатора по капле (примерно, 3 – 4 капли латекса на 100 – 150 мл воды), порошкообразные образцы – с помощью лабораторной ложки или шпателя постепенно. Показание ($d_{си i}$) анализатора, полученное по окончании процедуры, занести в протокол поверки. Процедуру измерения данной пробы повторить 5 (пять) раз;

б) определить размер частиц в пробе с помощью первичного эталона. Полученное значение $d_{эт}$ занести в протокол испытаний;

в) определить относительную погрешность измерений размера частиц в жидкости по формуле (1):

$$\delta_{di} = \frac{d_{си i} - d_{эт}}{d_{эт}} \cdot 100 \% \quad . \quad (1)$$

7.4.4 Повторить операцию по п.7.4.3 с каждым образцом серии.

7.4.5 Результаты поверки считать положительными, если значения относительной погрешности измерений размера частиц в жидкости находятся в допускаемых 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, при отрицательных результатах поверки анализатор к дальнейшей эксплуатации не допускается.

8.3 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.

Начальник НИО-6
ФГУП «ВНИИФТРИ»

В.И. Добровольский

Начальник лаборатории 640
ФГУП «ВНИИФТРИ»

Д.М. Балаханов

Ведущий инженер
лаборатории 640
ФГУП «ВНИИФТРИ»

Н.Б. Потапова

**Приложение А
(справочное)**

Форма протокола поверки

ПРОТОКОЛ ПЕРВИЧНОЙ (ПЕРИОДИЧЕСКОЙ) ПОВЕРКИ

от _____
дата

Наименование, тип, модификация поверяемого СИ: _____

Заводской номер и дата изготовления СИ _____

Условия поверки:

температура, °C _____

относительная влажность, % _____

атмосферное давление, кПа _____

Наименование нормативного документа по поверке СИ: _____

Сведения о средствах поверки: _____

наименование и обозначение, заводской номер средства поверки,

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

Результаты поверки:

1 Внешний осмотр, проверка комплектности, маркировки

Вывод: _____

3 Опробование

Вывод: _____

положительные/отрицательные результаты

4 Идентификация ПО

Отображаемый номер версии _____

Вывод: _____

положительные/отрицательные результаты

5 Определение метрологических характеристик

5.1 Определение относительной погрешности измерения размера частиц

Таблица 1 – Результаты выполнения операции

$d_{СИ}$, МКМ	$d_{ЭТ}$, ДМ ³ /МИН	$\delta_{расч}$ %	$\delta_{доп}$ %

Вывод: _____

положительные/отрицательные результаты

Заключение _____

соответствие установленным в описании типа метрологическим требованиям

Поверитель _____

подпись

инициалы, фамилия