

СОГЛАСОВАНО

**Первый заместитель генерального
директора-заместитель по научной работе**

ФГУП «ВНИИФТРИ»

А.Н. Щипунов



« 11 » 12 2023 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

Анализаторы частиц лазерные Nanolink

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП-640-004-23

**р.п. Менделеево
2023 г.**

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы частиц лазерные Nanolink (далее – анализатор) модификаций S901, Z901, SZ901, S902, S902C, SZ902, SZ902M, изготавливаемые компанией «Linkoptik Instruments Co., Ltd», Китай, 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
Диапазон измерений размеров частиц в жидкости модификаций S901, SZ901, S902, S902C, SZ902, SZ902M, нм	от 10 до 15000
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений размеров частиц в жидкости, %	± 10
Диапазон измерений дзета-потенциала частиц в жидкости модификаций Z901, SZ901, SZ902, SZ902M, мВ	от -100,0 до -0,1 включ. св. +0,1 до +100,0 включ.
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений дзета-потенциала частиц в жидкости, %	± 15

1.3 При определении метрологических характеристик в рамках поверки, проводимой по данной методике, обеспечивается передача единиц размера и дзета-потенциала частиц в жидкости в соответствии с государственной поверочной схемой, утвержденной приказом Росстандарта от 30.12.2021 № 3105, подтверждающая прослеживаемость к государственному первичному эталону единиц дисперсных параметров аэрозолей, взвесей и порошкообразных материалов ГЭТ 163-2020 (далее – ГЭТ 163-2020).

1.4 При определении метрологических характеристик используются методы непосредственного сравнения результата измерений поверяемого анализатора со значением размера (дзета-потенциала) частиц, определенного эталоном.

1.5 Допускается поверка на месте эксплуатации анализатора с применением тестовых образцов, метрологические характеристики которых определены на ГЭТ 163-2020.

2 Перечень операций поверки

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

Таблица 2 – Объем поверки

Наименование операций поверки	Номер раздела (пункта) методики, в соответствии с которой выполняется операция поверки	Обязательность выполнения операции при	
		первичной поверке	периодической поверке
1 Внешний осмотр	7	Да	Да
2 Подготовка к поверке и опробование средства измерений	8	Да	Да
2.1 Контроль условий поверки	8.1	Да	Да
2.2 Подготовка к проведению поверки	8.2	Да	Да
2.3. Опробование средства измерений	8.3	Да	Да
3 Проверка программного обеспечения	9	Да	Да

Продолжение таблицы 2

Наименование операций поверки	Номер раздела (пункта) методики, в соответствии с которой выполняется операция поверки	Обязательность выполнения операции при	
		первичной поверке	периодической поверке
4 Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	10	Да	Да
4.1 Проверка диапазона и определение относительной погрешности измерений размера частиц в жидкости	10.1	Да	Да
4. Проверка диапазона и определение относительной погрешности измерений дзета-потенциала частиц в жидкости	10.2	Да	Да

2.2 Для анализатора модификации Z901, предназначенного для измерений только дзета потенциала, поверка по п.10.1 не проводится. Для анализаторов модификаций S901, S902 и S902С, предназначенных для измерений только размера частиц в жидкости, поверка по п. 10.2 не проводится.

3 Требования к условиям проведения поверки

3.1 Поверку проводить в следующих условиях:

- температура окружающего воздуха, °С от +15 до +35;
- относительная влажность окружающего воздуха, %, не более 80;
- атмосферное давление, кПа от 84 до 106,7.

3.2 Характеристики питающей электрической сети должны быть следующие:

- напряжение переменного тока, В от 207 до 253;
- частота переменного тока, Гц от 49 до 51.

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 порошкособразных 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 поверке должны быть использованы средства, указанные в таблице 3.

Таблица 3 – Средства поверки

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Рекомендуемые средства поверки
п. 8.1 (контроль условий поверки)	Средство измерений температуры окружающего воздуха в диапазоне от плюс 15 °С до плюс 35 °С с абсолютной погрешностью в пределах ± 1 °С. Средство измерений относительной влажности воздуха до 80 % с абсолютной погрешностью в пределах ± 2 %.	Измеритель влажности и температуры ИВТМ-7/4 с первичным преобразователем ИПТВ-03-01, рег. № 15500-12. Барометр рабочий сетевой БРС-1М-3, рег. № 16006-97. Мультиметр цифровой Fluke 17В+, рег. № 59778-15

Продолжение таблицы 3

<i>Операции поверки, требующие применения средств поверки</i>	<i>Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки</i>	<i>Рекомендуемые средства поверки</i>
	<p>Средство измерений атмосферного давления от 80 до 106,7 кПа с абсолютной погрешностью в пределах $\pm 0,5$ кПа.</p> <p>Средство измерений напряжения переменного тока питающей сети в диапазоне от 150 до 260 В с относительной погрешностью в пределах ± 2 %.</p> <p>Средство измерений частоты переменного тока в диапазоне от 45 до 55 Гц с абсолютной погрешностью в пределах $\pm 0,1$ Гц</p>	
Раздел 10 (определение метрологических характеристик)	<p>Средство измерений размеров частиц в жидкости в диапазоне от 10 до 15000 нм с относительной погрешностью в пределах ± 4 %.</p> <p>Образцы материалов с размерами частиц от 10 до 15000 нм и дзета-потенциалом от минус 100 до плюс 100 мВ</p>	ГЭТ 163-2020 в комплекте с монодисперсными латексами с размерами частиц от 10 до 15000 нм и супрамолекулярными образцами серебра, обеспечивающими дзета-потенциал от минус 100 до плюс 100 мВ

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 неистекшим сроком действия на время 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

7.1 Проверить комплектность анализатора на соответствие паспорту.

7.2 Провести внешний осмотр анализатора на предмет:

- наличия, полноты и целостности маркировки;
- отсутствия видимых повреждений и загрязнений, которые могут повлиять на работу анализатора;
- исправности разъемов и кабелей.

7.3 Анализатор считать пригодным к проведению поверки, если:

- комплектность достаточна для проведения поверки;

- на измерительном блоке имеется четкая маркировка. В маркировку включены идентификационные данные анализатора (тип, модификация, заводской номер, дата изготовления, сведения об изготовителе);

- отсутствуют видимые повреждения и загрязнения;

- разъемы и кабели в исправности.

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

8 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

8.1 Контроль условий поверки

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

8.2 Подготовка к проведению поверки

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

8.2.2 Разместить анализатор на рабочей поверхности, подсоединить к компьютеру и к сети электропитания, включить, выдержать во включенном состоянии 10 мин и загрузить программное обеспечение NanoSizer (при необходимости), открыть основной программный интерфейс.

8.2.3 Для определения метрологических характеристик приготовить пробы в виде водных растворов монодисперсных латексов с различными размерами латексных сфер (для измерений размеров частиц в жидкости) и супрамолекулярных образцов серебра с различными значениями дзета-потенциала (для измерений дзета-потенциала частиц в жидкости). Необходимые для поверки размеры латексных сфер и значения дзета-потенциала указаны в соответствующих пунктах настоящей методики. Пробы готовить непосредственно перед измерениями в соответствии с рекомендациями руководства по эксплуатации анализатора. Используемая для растворов вода должна быть по ГОСТ Р 52501-2005 со степенью чистоты 1.

8.2.4 Для проведения измерений кювету с пробой поместить в кюветное отделение анализатора, установить необходимые режимы и параметры измерения (информацию об образце, на основе которого приготовлена проба), выбрать тип измерения (размер или дзета-потенциал частиц). После установки данных перейти к интерфейсу измерения.

8.3 Опробование средства измерений

8.3.1 При опробовании проверить нормальное функционирование анализатора и готовность его к работе. Для этого подготовить анализатор к работе согласно п.8.2.1. Во время подготовки наблюдать свечение индикатора состояния, расположенного на корпусе рядом с кюветным отделением. При включении и во время выдержки анализатора автоматически осуществляется процедура самодиагностики, которая должна сопровождаться постоянным красным свечением индикатора состояния при нормальном функционировании всех узлов. При правильной установке программного обеспечения (далее – ПО) свечение индикатора должно быть зеленым, на экране компьютера должно отобразиться основное окно программного интерфейса, в строке состояния которого должна быть надпись синим шрифтом «Подключен», что подтверждает правильность подсоединения анализатора к компьютеру и готовность его к работе.

8.3.2 Результаты опробования положительные, если анализатор функционирует нормально, ПО загружено, соединение с компьютером программно подтверждено. В противном случае поверку далее не проводить, результаты поверки считать отрицательными.

9 Проверка программного обеспечения

9.1 Для проверки ПО анализатор должен быть подключен к компьютеру, ПО NanoSizer загружено в анализатор.

9.2 Сличить данные ПО (наименование и версию) с нормированными значениями. Наименование и версия ПО отображаются в меню «Help»-«About» («Справка»-«О программе»), пункт «SoftVersion».

9.3 Результаты проверки считать положительными, если идентификационные данные ПО соответствуют таблице 4. В противном случае результаты поверки считать отрицательными.

Таблица 4 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	NanoSizer
Номер версии (идентификационный номер) ПО	не ниже 2.0.0.0

10 Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

10.1 Проверка диапазона и определение относительной погрешности измерений размеров частиц в жидкости

10.1.1 Данную операцию провести с применением тестовых образцов – водных растворов монодисперсных латексов с номинальными размерами частиц (20±10), (200±50), (500±100), (1000±200), (5000±1000), (10000±1000), (14000±1000) нм.

10.1.2 Порядок выполнения операции:

а) подготовить анализатор и ГЭТ 163-2020 к измерениям размера частиц в жидкой пробе. Подготовку анализатора осуществлять в соответствии с п. 8.2 настоящей методики поверки;

б) измерить размер частиц в пробе монодисперсного латекса на ГЭТ 163-2020. Полученное значение ($d_{эТ}$) занести в протокол поверки;

в) провести процедуру измерений размера частиц в той же самой пробе на анализаторе. Измерения провести не менее 3 раз. Полученные значения ($d_{сч i}$) занести в протокол поверки;

г) рассчитать относительную погрешность измерений размера частиц по формуле (1):

$$\delta_{di} = \frac{d_{сч i} - d_{эТ}}{d_{эТ}} \cdot 100 \% \quad (1)$$

д) повторить пункты а)–г) с каждым раствором монодисперсных латексов.

10.1.3 Результаты операции поверки считать положительными, если значения относительной погрешности измерений размеров частиц в жидкости находятся в допустимых пределах ±10 % в нормированном диапазоне от 10 до 15000 нм. В противном случае результаты поверки считать отрицательными.

10.2 Проверка диапазона и определение относительной погрешности измерений дзета-потенциала частиц в жидкости

10.2.1 Данную операцию выполнить с применением тестовых образцов – водных растворов супрамолекулярных образцов серебра с номинальными значениями дзета-потенциала плюс (30±10), плюс (60±10), плюс (90±10), минус (30±10), минус (60±10), минус (90±10) мВ.

10.2.2 Порядок выполнения операции:

а) подготовить анализатор и ГЭТ 163-2020 к измерениям дзета-потенциала частиц в жидкой пробе. Подготовку анализатора осуществлять в соответствии с п. 8.2 настоящей методики поверки.

б) измерить дзета-потенциал частиц в пробе на ГЭТ 163-2020. Полученное значение ($\zeta_{ЭТ}$) занести в протокол поверки;

в) провести процедуру измерений дзета-потенциала частиц в той же самой пробе на анализаторе. Измерения провести не менее 3 раз. Полученные значения ($\zeta_{си i}$) занести в протокол поверки;

г) рассчитать относительную погрешность измерений дзета-потенциала частиц в жидкости по формуле (2):

$$\delta_{\zeta i} = \frac{\zeta_{си i} - \zeta_{ЭТ}}{\zeta_{ЭТ}} \cdot 100 \% \quad (2)$$

д) повторить пункты а)–г) с каждым раствором серебра.

10.2.3 Результаты операции поверки считать положительными, если значения относительной погрешности измерений дзета-потенциала частиц в жидкости находятся в допустимых пределах $\pm 15\%$ в нормированных диапазонах от минус 100,0 до минус 0,1 мВ включ. и св. плюс 0,1 до плюс 100,0 мВ включ. 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.

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