УТВЕРЖДАЮ

Первый заместитель генерального

директора–заместитель по научной работе

ФГУП «ВНИИФТРИ»



_____ А.Н. Щипунов

М.п.

«22» 03 2016 г.

ИНСТРУКЦИЯ

СПЕКТРОМЕТРЫ ДИФФУЗИОННЫЕ АЭРОЗОЛЬНЫЕ ДАС 2702-М

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП-640-030-16

р.р. 65151-16

р.п. Менделеево

2016 г.

Настоящая методика поверки распространяется на спектрометры аэрозольные диффузионные ДАС 2702-М, (далее – спектрометры) 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 операций поверки

Наименование операций	*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 (ПО)	7.3	да	да
4 Определение относительной погрешности установки номинального объемного расхода аэрозольной пробы	7.4	да	нет
5 Определение относительной погрешности измерений размеров аэрозольных частиц	7.5	да	да
6 Определение приведенной* погрешности измерений счетной концентрации аэрозольных частиц	7.6	да	да
Примечание – *Погрешность измерений счетной концентрации аэрозольных частиц нормирована как приведенная к нормированному максимальному измеряемому значению счетной концентрации спектрометра			

2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1 При проведении поверки 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*
7.5	Государственный вторичный эталон единиц дисперсных параметров взвесей нанометрового диапазона ВЭТ 163-1-2010, диапазон измерений размеров частиц от 0,01 до 5 мкм, пределы допускаемой относительной погрешности измерений размеров частиц ±5,5 %, в комплекте с образцами монодисперсных латексов с размерами частиц от 0,02 до 5 мкм
7.5; 7.6	Государственный рабочий эталон единицы счетной концентрации аэрозольных частиц РЭ-001-05-07, диапазон измерений счетной концентрации от 100 до 10^7 $дм^{-3}$, пределы допускаемой относительной погрешности измерений счетной концентрации аэрозольных частиц ±6,8 %, в комплекте с образцами монодисперсных латексов с размерами частиц от 0,1 до 10 мкм
7.5	Мера размера и счетной концентрации монодисперсных частиц ММР-10, воспроизводимый размер монодисперсных частиц 10 мкм, пределы допускаемой относительной погрешности воспроизведения размера монодисперсных частиц ±10 %

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*
7.4	Расходомер-счетчик газа РГС-1, диапазон измерений объемного расхода газа от 0,2 до 2 дм^3/мин, пределы допускаемой относительной погрешности измерений объемного расхода газа ±1 %
7.2	Секундомер механический СОСпр 2б, емкость минутной шкалы 60 мин, ц.д. 1 мин, емкость секундной шкалы 60 с, ц.д. 0,2 с, класс точности 2
7.2	Фильтры ULPA не хуже U15 класса по ГОСТ Р ЕН 1822-1-2010, размер улавливаемых частиц от 0,1 мкм и более, эффективность очистки более 99,9995 %
7.5; 7.6	Вода по ГОСТ Р 52501-2005, удельное сопротивление не менее 16 МОм·см, температура (20 ± 5) °С, pH от 5,4 до 6,6, количество частиц размером от 50 нм и выше не более 0,5 %
7.2; 7.3; 7.4; 7.5; 7.6	Персональный компьютер IBM-совместимый, процессор выше, чем Pentium 2, операционная система на базе Windows XP Professional, Windows Server 2003, Windows 7, оперативная память не менее 1 Гб, свободное пространство жесткого диска не менее 50 Гб

2.2 Персональный компьютер используется в случае предоставления на поверку спектрометра в исполнении 2 (без сенсорного экрана).

2.3 Все средства поверки должны быть исправны, применяемые при поверке средства измерений должны быть поверены и иметь свидетельства о поверке с неистекшим сроком действия на время проведения поверки или в документации.

2.4 Допускается замена средств поверки, указанных в таблице 2, другими средствами поверки с равным или более высоким классом точности.

3 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЕЙ

3.1 К проведению поверки допускаются лица, имеющие высшее или среднетехническое образование, опыт работы в радиоизмерительной или физической сфере не менее 1 года, владеющих техникой измерений параметров аэрозолей, взвесей и порошкообразных материалов, изучивших настоящую методику и эксплуатационную документацию на спектрометр, аттестованных в качестве поверителя.

4 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

4.1 При проведении поверки необходимо соблюдать 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 спектрометра и средств поверки.

5 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

5.1 Поверку счетчика проводить в нормальных условиях (если не оговорено иное):

- температура окружающего воздуха, °С — от 15 до 30;
- относительная влажность воздуха, % — от 45 до 80;
- атмосферное давление, кПа — от 84 до 106,7.

5.2 Характеристики питающей электрической сети должны соответствовать требованиям:

- напряжение, В — 220 ± 22;
- частота переменного тока, Гц — 50 ± 1.

6 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

6.1 Перед проведением поверки спектрометр должен быть выдержан в климатических условиях, соответствующих условиям поверки, не менее 8 часов. В случае если спектрометр находился при температуре ниже 0 °С, время выдержки должно быть не менее 24 часов.

6.2 На персональном компьютере, используемом при поверке спектрометра, должна быть установлена программа для отображения результатов измерений, при необходимости ее установить.

7 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

7.1 Внешний осмотр

7.1.1 Внешний осмотр, проверку комплектности и маркировки спектрометра проводить в соответствии с его эксплуатационной документацией изготовителя. Проверить:

– комплектность и маркировку спектрометра;

– отсутствие видимых механических повреждений, которые могут повлиять на работу спектрометра.

7.1.2 Спектрометр считать пригодным для проведения поверки, если:

– комплектность, внешний вид и маркировка соответствуют эксплуатационной документации изготовителя;

– отсутствуют видимые повреждения.

В противном случае спектрометр к дальнейшей поверке не допускается.

7.2 Опробование

7.2.1 При опробовании проверить герметичность пробоотборной системы, время прогрева в режимах CPC и DAS, собственный фон спектрометра.

7.2.2 Проверку времени прогрева спектрометров проводить следующим образом:

а) подготовить спектрометр к работе согласно руководству его эксплуатации (РЭ);

б) запустить ПО;

в) в основном меню выбрать режим работы и задать максимально температуру нагрева рабочей жидкости. Начать отсчет времени прогрева с момента задания температуры. Окончание отсчета времени – в момент запуска измерений, которые начинаются автоматически после прогрева спектрометра. Время прогрева должно быть не более 25 мин.

Примечание – Спектрометр между проверками в разных режимах следует выдержать в течение времени достаточном для охлаждения нагревательного элемента до комнатной температуры.

7.2.3 Проверку герметичности пробоотборной системы спектрометра проводить следующим образом:

а) подготовить спектрометр к работе в соответствии с РЭ, включить кнопку электропитания, запустить ПО;

б) заглушить пробоотборный вход и после прогрева спектрометра запустить процедуру измерений в режиме CPC. Измерение проводить в течение 1 мин, после чего зафиксировать показание спектрометра. При герметичной пробоотборной системе оно должно быть не более заявленного значения собственного фона.

7.2.4 Собственный фон определять в соответствии с РЭ спектрометра с использованием фильтра очистки воздуха высокой эффективности. Для этого фильтр установить на аэрозольном входе спектрометров.

7.2.5 Результаты опробования считать положительными, если пробоотборная система спектрометра герметична, собственный фон и время прогрева в режимах CPC и DAS не превышают нормированных значений. В противном случае спектрометр к дальнейшей поверке не допускается.

7.3 Идентификация ПО

7.3.1 Для идентификации ПО спектрометр необходимо включить и запустить ПО. Спектрометр в исполнении 2 следует подсоединить к компьютеру. Идентификационные данные (название и версия ПО) отображаются верхней строке окна ПО.

7.3.2 Результаты поверки считать положительными, если идентификационное наименование и версия ПО соответствуют данным в таблице 3. В противном случае спектрометр к дальнейшему проведению поверки не допускается.

Таблица 3 – Идентификационные данные

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	DAS
Номер версии (идентификационный номер) ПО	не ниже v1.01

7.4 Определение относительной погрешности установки номинального объемного расхода аэрозольной пробы

7.4.1 При поверке в качестве аэрозольной пробы использовать воздух окружающей среды.

7.4.2 Операцию проводвыполнить в следующем порядке:

а) подсоединить эталонный расходомер к аэрозольному входу спектрометра;

б) подать питание на спектрометр;

в) запустить ПО;

г) выбрать режим измерения СРС в основном меню спектрометра и провести измерения в течение 5 минут, зафиксировав уровень объемного расхода по эталонному расходомеру. Показания эталонного расходомера занести в протокол поверки.

7.4.3 Вычислить значение относительной погрешности установки номинального объемного расхода по формуле (1):

$$\delta = \frac{Q_н - Q}{Q} \cdot 100\% \quad , \qquad (1)$$

где $Q_н$ – нормированное номинальное значение объемного расхода спектрометра, дм^3/мин;

Q – значение объемного расхода, измеренное эталонным расходомером, дм^3/мин.

7.4.4 Результаты поверки считать положительными, если значение относительной погрешности установки номинального объемного расхода спектрометра находится в допускаемых пределах ±5 %. В противном случае результаты поверки считать отрицательными.

7.5 Определение относительной погрешности измерений размеров аэрозольных частиц

7.5.1 При поверке использовать образцы монодисперсных латексов с размерами частиц 0,02; 0,05; 0,1; 0,5; 1; 5 мкм, образец наносфер золота с размером частиц 0,01 мкм и меру размера и счетной концентрации монодисперсных частиц ММР-10.

7.5.2 Выполнить операцию с каждым образцом частиц в диапазоне размеров от 0,01 до 5 мкм в следующем порядке:

а) подготовить водный раствор образца в соответствии с эксплуатационной документацией на эталон и инструкцией по применению образцов. Концентрация раствора должна быть достаточной для проведения измерений спектрометром и эталоном;

б) заполнить измерительную кювету 1 – 1,5 мл подготовленным раствором. Для измерения использовать стандартные одноразовые полистирольные кюветы.

в) провести измерение размеров частиц образца эталоном. Результаты измерений занести в протокол поверки.

г) заполнить резервуар эталонного генератора аэрозоля подготовленным раствором;

д) подать аэрозоль на спектрометр и провести измерение спектрометром. Результат измерения занести в протокол поверки.

7.5.3 Выполнить операцию с использованием ММР-10. Для этого заполнить резервуар эталонного генератора аэрозоля водным раствором ММР-10, подать аэрозоль на спектрометр и провести им измерение. Концентрация раствора ММР–10 должна быть достаточной для проведения измерений спектрометром.

Примечание – Измерения аэрозольных частиц размером от 0,01 до 0,2 мкм проводить спектрометром в режиме DAS, размером от 0,2 до 10 мкм – в режиме Submicron.

7.5.4 Рассчитать значения относительной погрешности измерений размеров аэрозольных частиц каждого используемого образца и ММР-10 формуле (2):

$$\delta_d = \frac{d_{си} - d_{эт}}{d_{эт}} \cdot 100\ \%\ , \qquad (2)$$

$d_{си}$ –– значение размера аэрозольных частиц, измеренное эталоном, мкм

$d_{эт}$ – значение размера аэрозольных частиц, измеренное эталоном, мкм.

7.5.5 Результаты поверки считать положительными, если значения относительной погрешности измерений размеров аэрозольных частиц находятся в допускаемых пределах ±15 %. В противном случае результаты поверки считать отрицательными.

7.6 Определение приведенной погрешности измерений счетной концентрации аэрозольных частиц

7.6.1 При поверке использовать образцы монодисперсных латексов с размерами частиц 0,1; 0,5; 1,0; 5,0; 10,0 мкм.

7.6.2 Провести операцию с каждым образцом монодисперсных латексов в следующем порядке:

а) подготовить раствор образца монодисперсного латекса в соответствии с эксплуатационной документацией на эталон и инструкцией по применению образцов. Концентрация раствора должна быть достаточной для проведения измерений спектрометром и эталоном;

б) заполнить резервуар эталонного генератора аэрозоля подготовленным раствором;

д) подать на эталон и спектрометр одновременно аэрозоль с концентрацией 10, 50, 90 % от заявленного значения максимальной концентрации. Концентрации задавать последовательно регулированием эталонного генератора, контролируя уровень концентрации эталоном. Снять показание спектрометра в режиме СРС при каждой заданной концентрации. Результаты измерений занести в протокол поверки.

7.6.3 Рассчитать значения приведенной погрешности измерений счетной концентрации аэрозольных частиц при использовании каждого образца частиц по формуле (3):

$$\gamma_N = \frac{N_{си} - N_{эт}}{N_{max}} \cdot 100\ \%\ , \qquad (3)$$

где $N_{си}$ – значение счетной концентрации аэрозольных частиц, измеренное спектрометром, $см^{-3}$;

$N_{эт}$ – заданное значение счетной концентрации аэрозольных частиц, $см^{-3}$;

N_{max} – значение максимальной измеряемой счетной концентрации аэрозольных частиц, нормированное для спектрометра, $см^{-3}$.

7.6.4 Результаты поверки считать положительными, если значения приведенной погрешности измерений счетной концентрации аэрозольных частиц находятся в допускаемых пределах ±20 %. В противном случае результаты поверки считать отрицательными.

8 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

8.1.1 Результаты поверки оформить протоколом произвольного образца.

8.1.2 При положительных результатах поверки спектрометр признается годным и на него выдается свидетельство утвержденного образца и протокол поверки.

8.1.3 При отрицательных результатах поверки спектрометр к дальнейшей эксплуатации не допускается и на него выписывается «Извещение о непригодности» (в соответствии с формой, приведенной в Приложении 2 Приказа Минпромторга № 1815 от 02.07.2015 г.) с указанием причин непригодности.

Начальник лаб. 640
ФГУП «ВНИИФТРИ» Д.М. Балаханов

Ведущий инженер лаб. 640
ФГУП «ВНИИФТРИ» Н.Б. Потапова