

УТВЕРЖДАЮ

Директор
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»



Н. И. Ханов

2015 г.

Счётчики частиц в жидкости

PAMAS

моделей S 40, S 4031, S 50, SBSS, SVSS

Методика поверки

МП-242-1966-2015

к.р. 63839-16

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

Л. А. Конопелько

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 PAMAS моделей S 40, S 4031, S 50, SBSS, SVSS (далее – поверяемый счётчик) и распространяется на ранее введённые в эксплуатацию счётчики.

Интервал между поверками – 1 год.

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, зав. № 39504708/307, диапазон измерений температуры от минус 10 до плюс 60 °С, абсолютная погрешность ±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	Государственный рабочий эталон единицы счётной концентрации частиц в масле в диапазоне от $1 \cdot 10^2$ до $2,4 \cdot 10^4$ частиц/см ³ с размерами от 1 до 400 мкм (рег. номер 3.1.ZZB.0099.2015), относительная погрешность ±8 %.
6.4	Государственный рабочий эталон единицы счётной концентрации частиц в воде в диапазоне от $1 \cdot 10^2$ до $2,4 \cdot 10^4$ частиц/см ³ с размерами от 1 до 200 мкм (рег. номер 3.1.ZZB.0100.2015), относительная погрешность ±8 %.

2.2. Материалы и оборудование, применяемые при приготовлении контрольных образцов, приведены в таблицах Б.1 и Б.2 приложения Б к настоящей методике поверки.

2.3. Средства поверки, указанные в таблице 2, должны быть поверены (аттестованы) в установленном порядке и иметь действующие свидетельства о поверке (свидетельства об аттестации).

2.4. Допускается для проведения поверки применять рабочие эталоны единицы счётной концентрации частиц в жидкости в соответствии с ГОСТ Р 8.606-2012 «ГСИ. Государственная

поверочная схема для средств измерений дисперсных параметров аэрозолей, взвесей и порошкообразных материалов» с относительной погрешностью не более $\pm 10\%$.

3. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

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

4. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

4.1. При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды $(20\pm 5)^\circ\text{C}$
- атмосферное давление от 90,6 до 104,8 кПа
- относительная влажность воздуха от 30 до 70 %

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°C , 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. В случае необходимости осуществить установку автономного программного обеспечения на персональный компьютер. Технические требования к персональному компьютеру приведены в ЭД на автономное ПО.

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.

6.1.4. Результаты внешнего осмотра считаются положительными, если поверяемый счётчик соответствует требованиям пп. 6.1.2 – 6.1.4. В случае, если в комплектность поверяемого счётчика входит персональный компьютер (планшет) с предустановленным автономным программным обеспечением (ПО) для управления поверяемым счётчиком, то требования пп. 6.1.2 – 6.1.4 также распространяются на ПК.

6.2. Подтверждение соответствия программного обеспечения

6.2.1. Для подтверждения встроенного ПО перейти в пункт меню «Настройка системы» («Setup»). Номер версии встроенного ПО отображается в нижней части экрана поверяемого счётчика.

6.2.2. Для проверки автономного ПО запустить исполняемый файл автономного ПО. Перейти в раздел меню «О программет» («About»). Номер версии автономного ПО отображается в открывшемся диалоговом окне автономного ПО.

6.2.3. Результаты подтверждения соответствия ПО считаются положительными, если номера версий ПО соответствуют требованиям описания типа.

6.3. Опробование

6.3.1. В зависимости от модели поверяемого счётчика приготовить контрольный образец (далее – КО) № 1 согласно приложению Б настоящей методики поверки.

6.3.2. В зависимости от модели поверяемого счётчика осуществить настройку его параметров измерений согласно рекомендациям п. Б.1.1 или п. Б.2.2 приложения Б настоящей методики поверки.

6.3.3. Провести поверяемым счётчиком измерение счётной концентрации частиц в КО № 1.

6.3.4. Результаты опробования считаются положительными, если по окончании измерений получены показания поверяемого счётчика и отсутствуют сообщения об ошибках, влияющих на работоспособность поверяемого счётчика.

6.4. Определение метрологических характеристик

6.4.1. В зависимости от модели поверяемого счётчика приготовить КО № 2 (КО № 3 при необходимости, см. пп. Б.1.4 и Б.2.6) согласно приложению Б настоящей методики поверки.

6.4.2. В зависимости от модели поверяемого счётчика осуществить настройку параметров измерений рабочего эталона согласно п. Б.1.1 или п. Б.2.2 приложения Б настоящей методики поверки.

6.4.3. Провести поверяемым счётчиком и рабочим эталоном измерения счётной концентрации частиц в КО № 2. В случае выполнения п. Б.1.4 или п. Б.2.6 рабочим эталоном проводить измерение счётной концентрации частиц только в КО № 3.

6.4.4. Записать полученные значения счётной концентрации частиц в протокол поверки, где: $C_{и}$ (частиц/см³) – значение счётной концентрации частиц в жидкости, полученное поверяемым счётчиком; $C_{д}$ (частиц/см³) – значение счётной концентрации частиц в жидкости, полученное на рабочем эталоне; k – коэффициент кратного разбавления КО № 2, определяется при приготовлении КО № 3 (в случае отсутствия необходимости в приготовлении КО № 3 коэффициент разбавления k принять равным 1).

При считывании показаний приборов следует руководствоваться рекомендациями пп. Б.1.1, Б.2.2 приложения Б настоящей методики поверки.

6.4.5. Относительную погрешность поверяемого счётчика δ (%) рассчитать по формуле (1):

$$\delta = \frac{C_{и} - k \cdot C_{д}}{k \cdot C_{д}} \cdot 100 \quad (1)$$

Относительная погрешность поверяемого счётчика не должна превышать ± 30 %.

7. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

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

7.2. Поверяемый счётчик, удовлетворяющий требованиям настоящей методики поверки, признается годным, и на него выдаётся свидетельство о поверке установленной формы.

7.3. Поверяемый счётчик, не удовлетворяющий требованиям настоящей методики поверки, к дальнейшей эксплуатации не допускается, и на него выдаётся извещение о непригодности к применению.

7.4. Знак поверки наносится на свидетельство о поверке.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(рекомендуемое)

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ

№ _____

Наименование прибора, тип:

Заводской номер:

Дата выпуска:

Рег. номер в ФИФ по обеспечению единства измерений:

Владелец:

Серия и номер клейма предыдущей поверки:

Методика поверки:

Основные средства поверки:

Условия поверки:

- температура окружающей среды
- относительная влажность воздуха
- атмосферное давление

Результаты поверки:

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

Результаты определения относительной погрешности измерений счётной концентрации частиц в жидкости приведены в таблице 1.

Таблица 1

D	C_u	C_d	k	δ

где D (мкм) – канал регистрации размеров частиц; C_u (частиц/см³) – значение счётной концентрации частиц в жидкости, полученное поверяемым счётчиком; C_d (частиц/см³) – значение счётной концентрации частиц в жидкости, полученное на рабочем эталоне; k – коэффициент кратного разбавления; δ (%) – относительная погрешность поверяемого счётчика.

Заключение:

Поверитель:

Дата поверки:

ПРИЛОЖЕНИЕ Б

(обязательное)

Методика приготовления контрольных образцов при проведении поверки счётчиков частиц в жидкости PAMAS

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

В зависимости от модели поверяемого счётчика приготовить КО:

- для моделей S 4031, SVSS приготовить КО согласно п. Б.2;
- для моделей S 40, S 50, SBSS приготовить КО согласно п. Б.3.

Б.1. Процедура приготовления КО для моделей S 4031, SVSS

Б.1.1. Рекомендуемые настройки проведения измерений для поверяемого счётчика и рабочего эталона:

- канал регистрации размеров частиц, индицирующий показания после проведения измерений «более 2 мкм»
- объём анализируемой жидкости 10 см³

Дополнительные настройки пробоотбора устанавливаются в зависимости от модели поверяемого счётчика, типа установленного сенсора, длины пробоотборных трубок и т.д.

Б.1.2. Материалы и оборудование, применяемые при приготовлении КО, а также требования к ним приведены в таблице Б.1.

Таблица Б.1

№	Наименование материала или оборудования, номер документа, регламентирующего технические требования, основные технические и (или) метрологические характеристики	Требования, предъявляемые к материалу или оборудованию
	1	2
1	Стандартный образец гранулометрического состава (монодисперсный полистирольный латекс) ОГС-10ЛМ (ГСО 10051-2011), интервал допускаемых аттестованных значений среднего диаметра частиц (10 – 14) мкм, границы относительной погрешности $\pm 5\%$ (при $P = 0,95$)	Допускается применение стандартных образцов предприятия (СОП) монодисперсного полистирольного. Стандартный образец должен иметь паспорт (сертификат) с указанным в нём аттестованным значением. Средний диаметр частиц должен находиться в диапазоне (5 – 20) мкм.
2	Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72	Допускается применение воды, счётная концентрация частиц к которой не должна превышать 200 частиц/см ³ по каналу регистрации размеров частиц «более 2 мкм». Контроль осуществляется государственным рабочим эталоном (рег. номер 3.1.ZZB.0100.2015)
4	Стаканы лабораторные термостойкие по ГОСТ 25336-82	-
5	Цилиндры по ГОСТ 1770-74	-

Таблица Б.1 (продолжение)

	1	2
6	Ванна ультразвуковая ВУ-09-«Я-ФП»-03, рабочая частота ультразвукового преобразователя (40±2) кГц	-
7	Мешалка электромагнитная US-1500, диапазон задания скоростей вращения (0 – 1500) об./мин.: диапазон задания температур нагрева (20 – 340) °С	-

Б.1.3. КО № 1 готовится на основе воды дистиллированной без добавления латекса полистирольного и предназначен для проведения опробования поверяемого счётчика. Требования к воде дистиллированной приведены в таблице Б.1.

Б.1.4. КО № 2 готовится добавлением латекса полистирольного в воду дистиллированную. Аликвоты компонентов выбираются с таким условием, что счётная концентрация частиц в приготовленной КО по каналу регистрации размеров частиц «более 2 мкм» должна составлять (60 – 90) % от верхнего предела диапазона измерений поверяемого счётчика. Оценку КО № 2 осуществлять поверяемым счётчиком.

Б.1.5. В случае, если верхний предел измерений поверяемого счётчика выше, чем у используемого рабочего эталона, следует приготовить КО № 3. Для приготовления КО № 3 следует осуществить кратное разбавление КО № 2 с таким условием, что счётная концентрация частиц в приготовленной КО по каналу регистрации размеров частиц «более 2 мкм» должна составлять (60 – 90) % от верхнего предела диапазона измерений используемого рабочего эталона. Оценку КО № 3 осуществлять рабочим эталоном.

Б.1.6. При приготовлении КО перемешивание осуществлять магнитной мешалкой на средней скорости вращения якоря. Непосредственно перед проведением измерений необходимо провести дегазирование КО с помощью ванны ультразвуковой. Допускается проводить дегазацию с помощью устройств вакуумирования аналитических проб.

Б.2. Процедура приготовления КО для моделей S 40, S 50, SBSS

Б.2.1. Каналы регистрации размеров частиц для моделей S 40, S 50, SBSS настраиваются изготовителем при выпуске из производства в соответствии с международными документами ISO 4402:1991 и ISO 11171:1999. В случае настройки по ISO 4402:1991 под регистрируемым размером частицы следует понимать максимальный линейный диаметр, в случае ISO 11171:1999 – эквивалентный сферический диаметр. При проведении измерений настройки каналов регистрации у поверяемого счётчика и рабочего эталона должны быть идентичны. В данной методике следует считывать показания с каналов «более 4 мкм» (настройка по ISO 11171:1999) и/или «более 5 мкм» (настройка по ISO 4402:1991).

Б.2.2. Рекомендуемые настройки проведения измерений для поверяемого счётчика и рабочего эталона:

- канал регистрации размеров частиц, индицирующий показания после проведения измерений
 - настройка по ISO 11171:1999 «более 4 мкм»
 - настройка по ISO 4402:1991 «более 5 мкм»
- объём анализируемой жидкости 30 см³

Дополнительные настройки пробоотбора устанавливаются в зависимости от модели поверяемого счётчика, типа установленного сенсора, длины пробоотборных трубок и т.д.

Б.2.3. Материалы и оборудование, применяемые при приготовлении КО, а также требования к ним приведены в таблице Б.2.

Таблица Б.2

№	Наименование материала или оборудования, номер документа, регламентирующего технические требования, основные технические и (или) метрологические характеристики	Требования, предъявляемые к материалу или оборудованию
1	Доломит молотый марки ДМ-20-0,10 по ГОСТ 23672-79	-
2	Масло индустриальное И-20А по ГОСТ 20799-88	Допускается применение масла, счётная концентрация частиц к которой не должна превышать 1000 частиц/см ³ по каналам регистрации размеров частиц «более 4 мкм» или «более 5 мкм». Контроль осуществляется государственным рабочим эталоном (рег. номер 3.1.ZZB.0099.2015)
3	Оборудование из пп. 4 – 7 таблицы Б.1.	-

Б.2.4. КО № 1 готовится на основе масла индустриального без добавления доломита молотого и предназначен для проведения опробования поверяемого счётчика. Требования к маслу индустриальному приведены в таблице Б.2.

Б.2.5. КО № 2 готовится добавлением доломита молотого в масло индустриальное. Аликвоты компонентов выбираются с таким условием, что счётная концентрация частиц в приготовленной КО по каналам регистрации размеров частиц «более 4 мкм» или «более 5 мкм» должна составлять (60 – 90) % от верхнего предела диапазона измерений поверяемого счётчика. Оценку КО №1 осуществлять поверяемым счётчиком.

Б.2.6. В случае, если верхний предел измерений поверяемого счётчика выше, чем у используемого рабочего эталона, следует приготовить КО № 3. Для приготовления КО № 3 следует осуществить кратное разбавление КО № 2 с таким условием, что счётная концентрация частиц в приготовленной КО по каналам регистрации размеров частиц «более 4 мкм» или «более 5 мкм» должна составлять (60 – 90) % от верхнего предела диапазона измерений используемого рабочего эталона. Оценку КО № 3 осуществлять рабочим эталоном.

Б.2.7. При приготовлении КО перемешивание осуществлять магнитной мешалкой на средней скорости вращения якоря. Непосредственно перед проведением измерений необходимо провести дегазирование КО с помощью ванны ультразвуковой. Допускается проводить дегазацию с помощью устройств вакуумирования аналитических проб.