Заместитель директора по инновациям ФГУП «ВНИИОФИ»

ПАРС. Филимонов 2020 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

ПРИБОРЫ ИНТЕРФЕРОМЕТРИЧЕСКИЕ ДЛЯ ОЦЕНКИ ТОЛЩИНЫ ОТЛОЖЕНИЙ НА НАГРЕВАТЕЛЬНЫХ ТРУБКАХ DR 10

Методика поверки МП 054.М44-19

Главный метролог ФГУП «ВНИИОФИ»

С.Н. Негода

27» /медъта 2020 г.

Главный научный сотрудник ФГУП «ВНИИОФИ»

_ В.Н. Крутиков

27 / марта 2020 г.

г. Москва

2020

СОДЕРЖАНИЕ

ВВЕДЕНИЕ	3
1 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ	3
2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ	3
3 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЕЙ И ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ	[.4
4 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ	4
5 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ	5
6 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ	5
6.1 Внешний осмотр	5
6.2 Опробование и идентификация программного обеспечения	5
6.3 Определение метрологических характеристик	6
7 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ	9
ПРИЛОЖЕНИЕ А	10

ВВЕДЕНИЕ

Настоящая методика распространяется на приборы интерферометрические для оценки толщины отложений на нагревательных трубках DR 10 (далее по тексту – приборы), изготовленные «AD Systems S.A.S.» Франция, предназначенные для бесконтактных автоматизированных измерений толщины оптических покрытий, образующихся на нагревательных трубках в виде отложений, возникающих в процессе взаимодействия жидкого топлива с нагретой до определенной температуры поверхностью трубок, и устанавливает методы и средства проведения первичной и периодических поверок.

Интервал между поверками 1 год.

1 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

1.1 Поверку средств измерений осуществляют аккредитованные в установленном порядке в области обеспечения единства измерений юридические лица и индивидуальные предприниматели.

1.2 При проведении поверки должны производиться операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 – Операции поверки

	Номер пунк-	Проведение операций при		
Наименование операций	та методики поверки	первичной поверке	периодической поверке	
1	2	3	4	
Внешний осмотр	6.1	Да	Да	
Опробование и идентификация программного обеспечения	6.2	Да	Да	
Определение метрологических характеристик	6.3			
Проверка диапазона измерений толщины по- крытий и определение абсолютной погреш- ности измерений толщины покрытий	6.3.1	Да	Да	

1.3 При получении отрицательных результатов при проведении хотя бы одной операции поверка прекращается.

2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1 При проведении поверки применяются средства измерений, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Основные и вспомогательные средства поверки

Номер	Наименование и тип (условное обозначение) основного или вспомогательного				
пункта	средства поверки; обозначение нормативного документа, регламентирующего				
методики	технические требования, и (или) метрологические и основные технические				
поверки	характеристики средства поверки				
6.3.1	Основные: Меры толщины покрытий цилиндрические (Комплект №2), входящие в состав Рабочего эталона единицы длины в области измерений толщины оптических покрытий в диапазоне значений от 10 до 1000 нм 3.1.ZZA.0123.2019 Номинальные значения толщины покрытий различных участков мер, нм: DR10 Deposit Rater AK210-001: 1				

Номер	Наименование и тип (условное обозначение) основного или вспомогательного
пункта	средства поверки; обозначение нормативного документа, регламентирующего
методики	технические требования, и (или) метрологические и основные технические
поверки	характеристики средства поверки
	DR10 Deposit Rater AK210-002:
	09/028 374,4 нм;
	13/028 1007,8 нм.
	Расширенная неопределенность измерений толщины покрытий на всех участках
	составляет 1,2 нм при P=0,95, k = 2.
	Вспомогательные:
6.3.1	Термогигрометр ИВА-6Н-Д; рег. № 46434-11; диапазон измерений температуры
	от минус 20 до плюс 60 °C;
	предел допускаемой основной абсолютной погрешности измерения температуры
	± 0,3 °C;
	диапазон измерений относительной влажности от 0 до 98 %;
	предел допускаемого значения основной абсолютной погрешности измерения
	относительной влажности ± 3 %;
	диапазон измерения атмосферного давления от 300 до 1100 гПа;
	предел допускаемого значения основной абсолютной погрешности измерения
	давления $\pm 2,5$ гПа.

- 2.2 Допускается применение других средств, не приведенных в таблице 2, но обеспечивающих определение (контроль) метрологических характеристик поверяемого средства измерений с требуемой точностью.
 - 2.3 Средства поверки должны быть аттестованы (поверены) в установленном порядке.
- 3 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЕЙ И ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ
 - 3.1 К проведению поверки допускаются лица:
 - изучившие настоящую методику и эксплуатационную документацию на приборы;
 - прошедшие обучение на право поверки по требуемому виду измерений;
- имеющие квалификационную группу не ниже III в соответствии с Правилами по охране труда при эксплуатации электроустановок, указанных в приложении к приказу Министерства труда и социальной защиты РФ от 24.07.13 № 328H;
- 3.2 При проведении поверки должны быть соблюдены требования безопасности, приведенные в эксплуатационной документации приборов.
- 3.3 Оборудование, применяемое при поверке, должно соответствовать требованиям ГОСТ 12.2.003-91. Воздух рабочей зоны должен соответствовать требованиям ГОСТ 12.1.005-88 при температуре помещения, соответствующей условиям испытаний для легких физических работ. Помещение, в котором проводится поверка, должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004-91 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009-83.

4 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

- 4.1 При проведении поверки должны соблюдаться следующие условия:
- температура окружающей среды, °C

 $(20 \pm 5);$

- относительная влажность воздуха, %

от 30 до 80;

– атмосферное давление, кПа

 (100 ± 4)

4.2 Помещение, где проводится поверка, должно быть чистым и сухим.

5 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

- 5.1 Установить прибор на горизонтальную поверхность (стол) недалеко от розеток электрической сети. Прибор не должен подвергаться вибрациям. Вокруг прибора должно быть достаточно свободного места для удобного управления и для доступа к задней панели. Расположить прибор вдали от отопительных устройств и осветительной аппаратуры.
 - 5.2 Проверить выполнение требований, указанных в п.4.
- 5.3 Выдержать прибор и оборудование, используемое при поверке, в условиях, указанных в п.4, не менее 2 часов.
 - 5.4 Провести измерения параметров окружающей среды.
 - 5.5 Включить прибор в сеть.
 - 5.6 Включить прибор переводом кнопки питания на задней панели в положение «I».

6 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1 Внешний осмотр

- 6.1.1 При внешнем осмотре должно быть установлено соответствие поверяемого прибора следующим требованиям:
- соответствие комплектности прибора с руководством по эксплуатации «Приборы интерферометрические для оценки толщины отложений на нагревательных трубках DR 10»;
- наличие маркировки на приборе (наименование или товарный знак заводаизготовителя, условное обозначение и заводской номер прибора);
 - отсутствие механических повреждений.
 - 6.1.2 Прибор считается прошедшим операцию поверки, если:
 - комплектность прибора соответствует руководству по эксплуатации;
- отсутствуют механические повреждения корпуса прибора, дисплея, элементов управления;
- на шильдике прибора указаны наименование или товарный знак завода-изготовителя, тип и заводской номер.

6.2 Опробование и идентификация программного обеспечения

6.2.1 Идентификация программного обеспечения

Перейти к экрану настроек, нажав на экране иконку ... Затем на экране отобразится окно с информацией о текущей системе прибора. В графе «Software version» указана версия программного обеспечения, установленного на прибор. Для перехода к основному меню, необходимо нажать иконку

Идентификационные данные (признаки) метрологически значимой части программного обеспечения прибора приведены в таблице 3.

Таблица 3 - Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	Deposit Rater-DR 10
Номер версии (идентификационный номер) ПО, не ниже	1.2.8.6
Цифровой идентификатор ПО	-

- 6.2.2 При опробовании прибора должно быть установлено соответствие следующим требованиям:
 - подвижные части прибора должны двигаться плавно, без заеданий;
- кнопки управления должны быть исправны и иметь соответствующие надписи, указывающие их назначение.

Прибор считают прошедшим операцию поверки, если:

- номер версии программного обеспечения соответствует таблице 3;

- подвижные части прибора двигаются плавно, без заеданий;
- кнопки управления исправны и имеют соответствующие надписи, указывающие их назначение.

6.3 Определение метрологических характеристик

- 6.3.1 Проверка диапазона измерений толщины покрытий и определение абсолютной погрешности измерений толщины покрытий.
- 6.3.1.1 Определение диапазона измерений и абсолютной погрешности измерений толщины покрытий осуществляется с помощью мер толщины покрытий цилиндрических DR10 Deposit Rater AK210-001 и DR10 Deposit Rater AK210-002 из состава Рабочего эталона единицы длины в области измерений толщины оптических покрытий в диапазоне значений от 10 до 1000 нм. Меры состоят из 2-х участков, имеющих различную номинальную толщину покрытия из двуокиси кремния (см. Таблицу 2).
- 6.3.1.2 Проведение поверки осуществляется в специальном меню «Verification» (рисунок 1).



Рисунок 1 — Окно программы с детальной информацией о последней проведенной проверке

- 6.3.1.3 Для запуска процесса поверки необходимо нажать кнопку «Perform Verification».
- 6.3.1.4 Открыть крышку тестового отделения и установить на опоры калибровочную меру таким образом, чтобы ее серийный номер оказался справа (см. рисунок 2).



Рисунок 2 - Установка меры на опоры в тестовом отделении

- 6.3.1.5 Закрыть крышку тестового отделения и нажать кнопку «ОК». Крышка тестового отделения должна быть закрыта на протяжении всего процесса измерений.
- 6.3.1.6 Дождаться появления окна идентификации меры и ввести свое имя, а затем серийный номер проверяемой трубки с помощью виртуальной клавиатуры, изображенной на экране прибора. Убедитесь, что введенный Вами номер меры полностью совпадает с номером, указанным на трубке, так как эти данные будут автоматически сохранены и приложены к отчету об измерении.
- 6.3.1.7 Провести измерения нажав кнопку «Enter». По окончании измерений появится окно с результатами (см. Рисунок 3). В ячейке «Reference ID» приведен идентификационный номер меры DR10 Deposit Rater AK210-001. Так как у меры имеются две площадки с разной толщиной покрытия, то измеренные значения толщин этих площадок в нм приведены в ячейках «Thickness Ref 1» и «Thickness Ref 2». Занести эти значения в протокол (Приложение A).

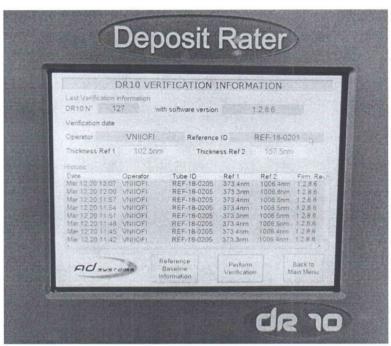


Рисунок 3 - Окно с результатами измерений

- 6.3.1.8 Повторить измерения согласно п.6.3.1.3 6.3.1.7 еще 4-е раза.
- 6.3.1.9 Открыть крышку тестового отделения, удалить меру.
- 6.3.1.10 Провести обработку результатов измерений в соответствии с ГОСТ Р 8.736-2011.
- 6.3.1.10.1 Для каждого участка меры определить среднее арифметическое значение результатов измерений толщины покрытий по формуле (1):

$$\bar{x} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^{n} x_i \tag{1}$$

где x_i – результат измерения толщины покрытий меры, нм, по п.6.3.1.7;

i=1, 2, ... - номер измерения;

n=5 — количество измерений.

6.3.1.10.2 Вычислить среднее квадратическое отклонение результата измерения по формуле (2):

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n} (x_i - \bar{x})^2}{n-1}}$$
 (2)

6.3.1.10.3 Вычислить среднее квадратическое отклонение среднего арифметического по формуле (3):

$$S_{\bar{x}} = \frac{S}{\sqrt{n}}$$

(3)

6.3.1.10.4 Вычислить доверительные границы случайной погрешности по формуле (4):

$$\varepsilon = t \cdot S_{\bar{x}},\tag{4}$$

где t — коэффициент Стьюдента, зависящий от числа измерений и доверительной вероятности, при n = 5, P = 0.95, t = 2.571 по ГОСТ Р 8.736-2011.

6.3.1.10.5 Вычислить значение границы неисключенной систематической погрешности результата измерения толщины меры по формуле (5):

$$\theta_{\Sigma} = |\theta| + |d - \overline{x}|,\tag{5}$$

где d - номинальная толщина покрытий меры, указанная в действующем сертификате калибровки или свидетельстве о поверке, нм;

 θ – неисключенная систематическая погрешность меры, нм.

Неисключенная систематиеская погрешность меры θ вычисляется по формуле (6):

$$\theta = \frac{u_B}{\sqrt{3}} \tag{6}$$

где u_B — стандартная неопределенность по типу B, указанная в действующем сертификате калибровки меры.

6.3.1.10.6 Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений толщины покрытий меры определяются по формуле (7):

$$\delta = \pm KS_{\Sigma},\tag{7}$$

где S_{Σ} — суммарное среднее квадратическое отклонение оценки измеряемой величины, рассчитываемое по формуле (8):

$$S_{\Sigma} = \sqrt{S_{\theta}^2 + S_{\bar{x}}^2} \,, \tag{8}$$

Среднее квадратическое отклонение неисключенной систематической погрешности определяется по формуле (9):

$$S_{\theta} = \frac{\theta_{\Sigma}}{\sqrt{3}} \tag{9}$$

Коэффициент К рассчитывается по формуле (10):

$$K = \frac{\theta_{\Sigma} + \varepsilon}{S_{\bar{X}} + S_{\Sigma}}$$

(10)

6.3.1.11 Повторить операции п.п. 6.3.1.3 - 6.3.1.10 для оставшихся мер.

Примечание: Для выключения прибора необходимо выполнить следующее:

- выйти в Главное Меню, нажав кнопку «Back to Main Menu»;
- нажать кнопку «EXIT»;
- дождаться пока потухнет экран;

- перевести основной выключатель на задней панели в положение 0.
- 6.3.1.12 Прибор считается прошедшим операцию поверки, если диапазон измерения толщины покрытий составляет от 50 до 1020 нм, а абсолютная погрешность измерения толщины покрытий не превышает \pm 5 нм в диапазоне от 50 до 400 нм включ., и не превышает \pm 3 нм в диапазоне св. 400 до 1020 нм.

7 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

- 7.1 Результаты поверки оформляются протоколом поверки (форма протокола приведена в Приложении А настоящей методики поверки).
- 7.2 При положительных результатах поверки прибор признается годным и допускается к применению.
- 7.2.1 Результаты поверки оформляются свидетельством о поверке; наносится знак поверки в соответствии с требованиями Приказа Минпромторга России от 02.07.2015 № 1815 «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке».
 - 7.2.2 Знак поверки наносится на корпус прибора.
- 7.3 Прибор, прошедший поверку с отрицательным результатом, признается непригодным, не допускаются к применению. На него выписывают «Извещение о непригодности» с указанием причин в соответствии с требованиями Приказа Министерства промышленности и торговли Российской Федерации №1815 от 02.07.2015 «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке».

Allewy

Начальник отдела ФГУП «ВНИИОФИ»

Начальник лаборатории ФГУП «ВНИИОФИ»

В.Л. Минаев

Г.Н. Вишняков

к Методике поверки МП 054.М44-19

«ГСИ. Приборы интерферометрические для оценки толщины отложений на нагревательных трубках DR 10. Методика поверки»

протокол

первично	й/	периодической	поверки
от «	>>	20	года

Средство измерений: «При	боры интерфеј 1		ские для оц ьных трубк			кении на
	И, тип (если в сост	ав СИ входят	несколько авто	номных блок	ЮВ	
Заводской №	Nº/Nº					
No/No	Заводские номера блоков					
Принадлежащее						
	На	именование н	оридического ли	ица, ИНН, КГ	ΙП	
Поверено в соответствии с	MΠ 054.M44	4-19 «ГСІ	 Приборь 	интерфе	ерометриче	ские для
методикой поверки оценки толщины отложений на нагревательных трубках I						
1	Методика по	верки», ут	верждённой	і ФГУП «І	внииофи	I»
Наименован	ие документа на по					
С применением эталонов:						
	(наименован	ие, заводской	і №, разряд, кла	сс точности и	или погрешнос	ть)
При следующих значениях вли	ияющих факто	ров:				
Температура, °С						
Влажность, %						
Давление, кПа						
(приводят перечень и	значения влияющи	іх факторов, н	пормированных	в методике п	оверки)	
Внешний осмотр:						
Опробование:						
Версия ПО:						
Получены результаты поверки						
Проверка диапазона измерени	й толщины по	крытий, н	M			
Результаты поверки:						
Наименование меры						
Обозначение участка						
Номинальные значения тол	I-					
щины покрытия, нм						
Измеренные значения толщи-						
ны покрытия, нм						
ны покрытия, нм				_		
Среднее измеренное значение	e					
СКО среднего, $S_{\bar{x}}$, нм						
Среднее измеренное значение толщины покрытия, \bar{x} , нм СКО среднего, $S_{\bar{x}}$, нм	e					

Наименование меры					
Обозначение участка					
Доверительная граница случайной погрешности измерений, ε , нм					
Граница неисключенной систематической погрешности измерений, θ_{Σ} , нм					
Допускаемая абсолютная погрешность измерений толщины покрытия, δ , нм					
Рекомендации: Средство измерений признать пригодным (или непригодным) для применения					
Исполнители			Подписи, Ф.И.О., должность		