

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ УНИТАРНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ
«УРАЛЬСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ»
(ФГУП «УНИИМ»)



ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

Анализаторы удельной поверхности и пористости

адсорбционные Gemini

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 103-251-2017

Екатеринбург

2017

ПРЕДИСЛОВИЕ

- 1 РАЗРАБОТАНА** ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии» (ФГУП «УНИИМ»)
- 2 ИСПОЛНИТЕЛЬ** и. о. зав. лаб. 251, к.х.н. Собина Е.П.
- 3 УТВЕРЖДЕНА** директором ФГУП «УНИИМ» в 2017 г.

СОДЕРЖАНИЕ

1	ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ.....	4
2	НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ	4
3	ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ.....	4
4	КОНТРОЛИРУЕМЫЕ ТЕХНИЧЕСКИЕ И МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ.....	5
5	СРЕДСТВА ПОВЕРКИ.....	5
6	ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ	5
7	УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ.....	6
8	ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ	6
9	ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ	6
	9.1 Внешний осмотр	6
	9.2 Опробование.....	6
	9.3 Проверка метрологических характеристик	6
10	ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ.....	7
	ПРИЛОЖЕНИЕ А (ОБЯЗАТЕЛЬНОЕ) РАСЧЁТ ПОГРЕШНОСТИ МОДЕЛИРУЕМЫХ ЗНАЧЕНИЙ УДЕЛЬНОЙ ПОВЕРХНОСТИ И УДЕЛЬНОГО ОБЪЁМА ПОР.....	8
	ПРИЛОЖЕНИЕ Б (РЕКОМЕНДУЕМОЕ) ФОРМА ПРОТОКОЛА ПОВЕРКИ.....	9

Дата введения в действие: 2017 г

1 Область применения

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы удельной поверхности и пористости адсорбционные Gemini (модификации Gemini 2390a, Gemini 2390p, Gemini 2390t) (далее – анализаторы), выпускаемые фирмой «Micromeritics Instrument Corporation», США, и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок.

Поверка анализатора должна производиться в соответствии с требованиями настоящей методики.

Интервал между поверками – 1 год.

2 Нормативные ссылки

В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

Приказ Минтруда России от 24.07.2013 № 328н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок»;

Приказ Минпромторга России от 02.07.2015 № 1815 «Об утверждении порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельств о поверке»;

ГОСТ OIML R 76-1–2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания;

ГОСТ 12.2.007.0–75 Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности;

ГОСТ 9293–74 Азот газообразный и жидкий. Технические условия;

ГОСТ Р 12.1.019–2009 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты.

3 Операции поверки

3.1 При поверке должны быть выполнены операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 – Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Обязательность проведения операций при	
		первичной поверке	периодической поверке
1 Внешний осмотр	9.1	да	да
2 Опробование	9.2	да	да
3 Проверка метрологических характеристик	9.3		
3.1 Проверка относительной погрешности измерений удельной поверхности, удельного объема и диаметра пор	9.3.1	да	да
3.2 Проверка диапазона измерений удельной поверхности, удельного объема и диаметра пор	9.3.2	да	да

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы одной из операций поверка прекращается, анализатор бракуется.

3.3 По требованию заказчика поверка может проводиться в ограниченном диапазоне измерений и только по требуемым измеряемым величинам.

4 Контролируемые метрологические характеристики

Контролируемые метрологические характеристики анализаторов приведены в таблице 2.

Таблица 2 – Метрологические характеристики анализаторов

Наименование характеристики	Значение
Диапазон измерений удельной поверхности, м ² /г	от 0,01 до 4000
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений удельной поверхности, %, для поддиапазонов: от 0,01 до 0,1 м ² /г включ. св. 0,1 до 4000 м ² /г включ.	±40 ±5,0
Диапазон измерений диаметра пор, нм	от 2 до 100
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений диаметра пор, %	±7,0
Диапазон измерений удельного объема пор, см ³ /г	от 4·10 ⁻⁴ до 2,00
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений удельного объема пор, %, для поддиапазонов: от 4·10 ⁻⁴ до 2·10 ⁻³ см ³ /г включ. св. 2·10 ⁻³ до 2,00 см ³ /г включ.	±10 ±5,0

5 Средства поверки

5.1 При проведении поверки применяют следующие средства поверки:

5.1.1 Стандартный образец сорбционных свойств нанопористого оксида алюминия (Al₂O₃ СО УНИИМ) ГСО 10449-2014 со следующими метрологическими характеристиками:

- интервал аттестованных значений удельной поверхности от 100 до 300 м²/г, границы относительной погрешности аттестованного значения ±2,0 %;

- интервал аттестованных значений удельного объема пор от 0,2 до 1,0 см³/г, границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения ± 3,0 %;

- интервал аттестованных значений среднего диаметра пор от 5 до 20 нм, границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения ± 3,0 %;

5.1.2 Стандартный образец удельной поверхности кварцевого песка (QSiO₂ СО УНИИМ) ГСО 10900-2017 со следующими метрологическими характеристиками:

- интервал аттестованных значений удельной поверхности от 0,2 до 1,0 м²/г, границы относительной погрешности аттестованного значения ±3,0 %.

5.1.3 Весы I (специального) класса точности (НПВ = 200 г, Δ = ± 0,001 г) по ГОСТ OIML R 76-1;

5.1.4 Термогигрометр CENTER, (10 – 100) %; Δ = ± 3 %; (минус 20 – 60) °С; Δ = ± 0,5 °С;

5.1.5 Гелий газообразный особой чистоты по ТУ 51-940-80 (чистотой не менее 99,995 %);

5.1.6 Азот газообразный особой чистоты по ГОСТ 9293 (чистотой не менее 99,995 %);

5.1.7 Азот жидкий третьего сорта по ГОСТ 9293 (чистотой не хуже 99,5 %).

5.2 Допускается применение других стандартных образцов и средств измерений с метрологическими характеристиками не хуже приведенных в 5.1.

6 Требования безопасности

6.1 Процесс проведения поверки относится к вредным условиям труда.

6.2 Помещение, в котором проводится поверка, должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией.

6.3 При проведении поверки должны быть соблюдены требования Приказа Минтруда России от 24.07.2013 № 328н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электротехнических устройств и оборудования».

троустановок», требования ГОСТ 12.2.007.0, ГОСТ Р 12.1.019 и эксплуатационной документации на анализатор.

7 Условия поверки

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды, °С 20 ± 4;
- относительная влажность (при $t = 20$ °С), % от 20 до 80.

8 Подготовка к поверке

8.1 Стандартные образцы и средства измерений, используемые при поверке, подготовить в соответствии с их эксплуатационной документацией.

8.2 Анализатор подготовить к работе в соответствии с Руководством по эксплуатации (далее – РЭ) на анализатор.

9 Проведение поверки

9.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре должны быть установлены:

- соответствие комплектности анализатора (за исключением запасных и других частей, не влияющих на метрологические характеристики);
- отсутствие каких-либо внешних дефектов, препятствующих его нормальной работе;
- чёткость обозначений и маркировки.

При установлении дефектности, препятствующей нормальному использованию анализатора, его бракуют и дальнейшую поверку не проводят.

9.2 Опробование

9.2.1 Включить в соответствии с РЭ программное обеспечение (далее – ПО) и выждать завершения самотестирования анализатора.

9.2.2 Провести проверку идентификационных данных ПО анализатора. Номер версии ПО идентифицируется при включении анализаторов путём вывода на экран номера версии. Номер версии ПО должен соответствовать требованиям, приведённым в таблице 3.

Таблица 3 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	Gemini
Номер версии (идентификационный номер) ПО	не ниже V1.xx
Цифровой идентификатор ПО	-

9.3 Проверка метрологических характеристик

9.3.1 Проверка относительной погрешности измерений удельной поверхности, удельного объёма и диаметра пор

Провести не менее 5 измерений каждой из характеристик анализатора, указанных в разделе 4, для ГСО 10449-2014 в соответствии с РЭ, а также с применением метода варьирования навески для проверки удельного объёма пор в первом поддиапазоне измерений в соответствии с таблицей 4. Определение погрешности измерений удельной поверхности в нижнем поддиапазоне измерений провести методом варьирования навески с использованием ГСО 10900-2017.

Таблица 4 – Пример расчётов при моделировании навесок исходного стандартного образца и эталона сравнения

Наименование ГСО/ эталона сравнения	Аттестованная характеристика	Аттестованное значение СО	Границы относительной погрешности аттестованного значения при P=0,95, %	Масса, задаваемая в анализатор, г	Масса, помещаемая в пробырку для измерений, г	Моделируемое значение	Границы относительной погрешности моделируемого значения при P=0,95, %
ГСО 10449-2014	Удельный объём пор V , см ³ /г	0,6367	2,9	10	0,01	0,000636	± 5,8
Cu ЭС 251-04	Удельная поверхность (БЭТ) S , м ² /г	0,24	± 1,7	1,0000	1,0000	0,24	± 1,7
Cu ЭС 251-05	Удельная поверхность (БЭТ) S , м ² /г	0,24	± 1,7	1,0000	0,1000	0,024	± 1,8

Алгоритмы для расчёта моделируемых значений удельной поверхности и удельного объёма пор и их погрешностей приведены в приложении А.

Рассчитать относительную погрешность $\delta_{0,ij}$, %, для каждого результата измерений каждой из характеристик анализатора по формуле

$$\delta_{0,ij} = \frac{|X_{ij} - A_j|}{A_j} \cdot 100 \quad (1)$$

где X_{ij} – i -й результат измерений j -й характеристики ГСО;

A – аттестованное значение характеристики ГСО или моделируемое значение характеристики по таблице 4;

i – номер результата измерения, $i = 1..5$;

j – номер измеряемой характеристики.

Полученные значения относительной погрешности каждой характеристики должны находиться в интервалах, указанных в таблице 2.

9.3.2 Проверка диапазонов измерений удельной поверхности, удельного объёма и диаметра пор

Проверку диапазонов измерений удельной поверхности, удельного объёма и диаметра пор провести одновременно с определением погрешности по 9.3.1 настоящей методики. Диапазоны измерений должны соответствовать диапазонам, указанным в таблице 2.

10 Оформление результатов поверки

10.1 При проведении поверки составляется протокол результатов измерений, в котором указывается соответствие анализатора предъявляемым к нему требованиям. Форма протокола приведена в Приложении Б.

10.2 Положительные результаты поверки оформляют выдачей свидетельства о поверке в соответствии с Приказом Минпромторга России от 02.07.2015 № 1815. Знак поверки наносится на свидетельство о поверке и на анализатор в соответствии с рисунком общего вида, приведённым в описании типа.

10.3 При отрицательных результатах поверки анализатор признают непригодным к дальнейшей эксплуатации, аннулируют свидетельство о поверке, гасят клеймо и выдают извещение о непригодности с указанием причин в соответствии с Приказом Минпромторга России от 02.07.2015 № 1815.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(обязательное)

**Расчёт погрешности моделируемых значений удельной поверхности
и удельного объёма пор**

Относительную погрешность моделируемого значения удельной поверхности или удельного объёма пор, %, рассчитать по формуле

$$\delta_0 = 100 \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta m}{m}\right)^2 + \left(\frac{\Delta A}{A}\right)^2}, \quad (\text{A.1})$$

где Δm – абсолютная погрешность измерения массы с помощью весов, г;

m – масса навески, г;

ΔA – абсолютная погрешность аттестованного значения удельной поверхности ($\text{м}^2/\text{г}$) или удельного объёма пор ($\text{см}^3/\text{г}$) в ГСО;

A – аттестованное значение удельной поверхности ($\text{м}^2/\text{г}$) или удельного объёма пор ($\text{см}^3/\text{г}$) в ГСО.

Полученные значения относительной погрешности моделируемого значения удельной поверхности и удельного объёма пор приведены в таблице 4.

ПРИЛОЖЕНИЕ Б
(рекомендуемое)

Форма протокола поверки

ПРОТОКОЛ № _____ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

Анализатор удельной поверхности и пористости адсорбционный Gemini, модификация _____, зав. № _____

Документ на поверку: МП 103-251-2017 «ГСИ. Анализаторы удельной поверхности и пористости адсорбционные Gemini. Методика поверки».

Информация об использованных средствах поверки:

Условия проведения поверки:

- температура окружающей среды, °С _____

- относительная влажность, % _____

Результаты внешнего осмотра _____

Результаты опробования _____

Проверка метрологических характеристик

Таблица Б.1 – Проверка относительной погрешности измерений удельной поверхности

Индекс ГСО и аттестованное значение удельной поверхности, м ² /г	№	Результаты измерения удельной поверхности на анализаторе, м ² /г	Значение относительной погрешности измерений удельной поверхности, %	Соответствие требованиям Да (+) / Нет (-)
	1			
	2			
	3			
	4			
	5			

Таблица Б.2 – Результаты проверки относительной погрешности измерений удельного объема пор

Индекс ГСО и аттестованное значение удельного объема пор, см ³ /г	№	Результаты измерения удельного объема пор на анализаторе, см ³ /г	Значение относительной погрешности измерений удельного объема пор, %	Соответствие требованиям Да (+) / Нет (-)
	1			
	2			
	3			
	4			
	5			

Таблица Б.3 – Результаты проверки относительной погрешности измерений диаметра пор

Индекс ГСО и аттестованное значение диаметра пор, нм	№	Результаты измерения диаметра пор на анализаторе, нм	Значение относительной погрешности измерений диаметра пор, %	Соответствие требованиям Да (+) / Нет (-)
	1			
	2			
	3			
	4			
	5			

Результат проведения поверки: _____

Выдано свидетельство о поверке (извещение о непригодности)

от «__» _____ 20__ г, № _____

Поверитель _____
 Подпись (Ф.И.О.)

Организация, проводившая поверку _____