

УТВЕРЖДАЮ

Директор ФГУП «УНИИМ»

С.В. Медведевских

2015 г.



Изменение № 2

МП 114-241-2009 ГСИ. Анализаторы удельной поверхности и пористости адсорбционные TriStar. Методика поверки» с изменением №1

1. Раздел 8. Дополнить пунктом 8.2.3:

Провести проверку идентификационных данных программного обеспечения (далее – ПО) анализатора. Наименование ПО и номер версии идентифицируются при включении анализатора. Номер версии ПО должен быть не ниже, указанного в таблице.

Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные	Значение
Идентификационное наименование ПО	Tristar
Номер версии ПО	3.01*
Цифровой идентификатор ПО	-
Другие идентификационные данные	-

*Примечание: цифры в версии программного обеспечения должны быть не ниже указанных.

2. Раздел 8. Дополнить пунктом 8.5:

Если анализатор используется не в полном диапазоне измерений, допускается проверку относительной погрешности результатов измерений диаметра пор, удельного объема пор и удельной площади поверхности при периодической поверке проводить для конкретно используемого диапазона измерений с указанием используемого диапазона измерений в свидетельстве о поверке.

Зав. лаб.241 ФГУП «УНИИМ»

М.Ю. Медведевских



2012 г.

Изменение № 1

ГСИ. Анализаторы удельной поверхности

и пористости адсорбционные TriStar.

Методика поверки. МП 114-241-2009

1 Пункт 4.1. Дополнить перечисление следующим подпунктом:

Государственный стандартный образец сорбционных характеристик наноструктурированного оксида алюминия ГСО 9735-2010.

2 Пункт 8.3.1 изложить в следующей редакции:

Проверка относительной погрешности результатов измерений диаметра пор, удельного объема пор и удельной площади поверхности производится с использованием государственных стандартных образцов ГСО 9446-2009, ГСО 9445-2009 и ГСО 9735-2010 (далее – ГСО) с характеристиками, приведенными в таблицах 2 и 3.

Таблица 2 – Аттестованные характеристики ГСО 9446-2009 (CRM BAM PM-104) и ГСО 9445-2009 (ERM-FD 107 / BAM-P107)

Индекс ГСО	Показатель	Аттестованное значение	Размерность	Абсолютная погрешность аттестованного значения
ГСО 9446-2009 (CRM BAM PM-104)	Удельная площадь поверхности (по методу BET)	79,8	м ² /г	0,8
	Удельный объем пор	0,210	см ³ /г	0,004
	Средний радиус пор	3,23	нм	0,10
ГСО 9445-2009 (ERM-FD 107 / BAM-P107)	Удельная площадь поверхности (по методу Лэнгмюра)	610,6	м ² /г	13,8
	Удельный объем пор	0,217	см ³ /г	0,002

Таблица 3 – Аттестованные характеристики ГСО 9735-2010 (комплект НМС)

Аттестованная характеристика	Размерность	Индекс СО	Интервал значений аттестуемой характеристики СО	Допускаемая относительная погрешность аттестованного значения СО, %
Удельная площадь поверхности (БЭТ)	м ² /г	HMC-1	от 400 до 600	2,0
		HMC-2	от 700 до 900	2,0
		HMC-3	от 900 до 1100	2,0
		HMC-4	от 1000 до 1600	2,0

Продолжение таблицы 3

Аттестованная характеристика	Размерность	Индекс СО	Интервал значений аттестуемой характеристики СО	Допускаемая относительная погрешность аттестованного значения СО, %
Удельный объем пор	см ³ /г	HMC-1	от 0,2 до 0,4	4,0
		HMC-2	от 0,7 до 0,9	4,0
		HMC-3	от 0,8 до 1,0	4,0
		HMC-4	от 0,9 до 2,0	4,0
Средний диаметр пор	нм	HMC-1	от 2 до 10	3,0
		HMC-2	от 2 до 10	3,0
		HMC-3	от 2 до 10	3,0
		HMC-4	от 2 до 10	3,0

3 Пункт 8.3.3 изложить в следующей редакции:

При проверке относительной погрешности результатов измерения удельной площади поверхности, удельного объема и диаметра пор провести не менее пяти измерений каждой из характеристик на анализаторе в соответствии с РЭ на анализатор и документацией на ГСО.

4 Пункт 8.4.1 изложить в следующей редакции:

Проверку диапазонов измерений удельной площади поверхности и объема пор стандартных образцов зарубежного производства по Таблицам 2 и 3, провести, варьируя массы навесок, взятых для проведения измерений по Таблицам 5, 6. При использовании других стандартных образцов утвержденного типа, проверку диапазонов измерений удельной площади поверхности и объема пор проводят аналогично, варьируя массы навесок. Масса навески, задаваемая при этом анализатору для расчета, сохраняется равной 1,0000 г.

Допускается использовать результаты измерений, полученные по пункту 8.3.3.

Таблица 5 – Варьирование массой навески при проверке диапазонов измерений удельной площади поверхности при использовании стандартных образцов зарубежного производства

Номер ГСО	Масса СО для анализа, г	Моделируемое значение удельной площади поверхности, м ² /г
ГСО 9446-2009 (CRM BAM PM-104)	0,001	0,0798
	0,01	0,798
	1,0	79,8
ГСО 9445-2009 (ERM-FD 107 / BAM-P107)	2,0	1221,20
	5,0	2747,70

Таблица 6 – Варьирование массой навески при проверке диапазонов измерений объема пор

Номер ГСО	Масса СО для анализа, г	Моделируемое значение удельного объема пор, м ³ /г
ГСО 9446-2009 (CRM BAM PM-104)	0,01	0,0021
	1,0	0,21
	7,5	1,575

5 Пункт 9.1. Исключить предложение «Форма протокола приведена в Приложении А».

6 Исключить Приложение А.

Зав. лаб.241 ФГУП «УНИИМ»

М.Ю. Медведевских

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ УНИТАРНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ
УРАЛЬСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ
(ФГУП «УНИИМ»)
ФЕДЕРАЛЬНОГО АГЕНТСТВА ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

УТВЕРЖДАЮ

Зам. директора ФГУП «УНИИМ»

В.В. Казанцев

2010 г.



ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ
Анализаторы удельной поверхности и пористости адсорбционные TriStar

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ
114-241-2009

л.п 44405-10

Екатеринбург

2010

ПРЕДИСЛОВИЕ

**1 РАЗРАБОТАНА ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии»
ФГУП «УНИИМ»**

2 ОФОРМЛЕНА ФГУП «УНИИМ»

3 ИСПОЛНИТЕЛЬ Медведевских М.Ю.

4 ПРИНЯТА И ВВЕДЕНА В ДЕЙСТВИЕ

Утверждена ФГУП «УНИИМ» «10» марта 2010 г.

СОДЕРЖАНИЕ

1	ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ.....	4
2	НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ.....	4
3	ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ	4
4	СРЕДСТВА ПОВЕРКИ.....	5
5	ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ	5
6	УСЛОВИЯ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ.....	6
7	ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ.....	6
8	ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ	6
8.1	ВНЕШНИЙ ОСМОТР	6
8.2	ОПРОБОВАНИЕ	6
8.3	ПРОВЕРКА ТЕХНИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК	6
8.4	ПРОВЕРКА МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК	7
9	ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ.....	9
	ПРИЛОЖЕНИЕ А ФОРМА ПРОТОКОЛА ПОВЕРКИ.....	10

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

Государственная система обеспечения единства измерений

Анализаторы удельной поверхности и пористости адсорбционные TriStar

Методика поверки

114-241-2009

Дата введения в действие: март 2010 г.

1 Область применения

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы удельной поверхности и пористости адсорбционные TriStar модификаций Tristar 3000 и Tristar 3020 (далее – анализаторы), производства фирмы «MICROMERITICS» (США) и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок.

Поверка анализатора должна производиться в соответствии с требованием настоящей методики. Интервал между поверками – один год.

2 Нормативные ссылки

В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие нормативные документы:

ПР 50.2.006–94 Государственная система обеспечения единства измерений. Порядок проведения поверки средств измерений

ГОСТ 8.207–76 Государственная система обеспечения единства измерений. Прямые измерения с многократными наблюдениями. Методы обработки результатов наблюдений. Основные положения

ГОСТ 12.0.004–91 Система стандартов безопасности труда. Организация обучения безопасности труда. Общие положения

ГОСТ Р 53228–2008 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

3 Операции поверки

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

Таблица 1 – Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта НД по поверке	Обязательность проведения операций при поверке	
		первой	периодической
1	2	3	4
1 Внешний осмотр	8.1	да	да
2 Опробование	8.2	да	да
3 Проверка метрологических характеристик:	8.4	да	да
3.1 Проверка относительной погрешности измерений удельной площади поверхности	8.4	да	да

1	2	3	4
3.2 Проверка относительной погрешности измерений диаметра пор	8.4	да	да
3.3 Проверка относительной погрешности измерений удельного объема пор	8.4	да	да
3.4 Проверка диапазонов измерений	8.5	да	нет

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

4 Средства поверки

4.1 При проведении поверки должны применяться следующие средства:

- Государственные стандартные образцы зарубежного выпуска с аттестованными значениями характеристик сорбционной емкости – объема, диаметра пор и удельной площади поверхности:

- ГСО 9446-2009 (CRM BAM PM-104),
- ГСО 9445-2009 (ERM-FD 107 (BAM-P107)).
- Азот, чистота не менее 99,99 %.
- Весы лабораторные электронные I (специального) класса точности по ГОСТ Р 53228.

4.2 Весы должны быть поверены в соответствии с ПР 50.2.006 и иметь действующее клеймо или свидетельство о поверке.

4.3 Стандартные образцы зарубежного производства должны иметь действующий Паспорт.

4.4 Допускается применять средства поверки, не приведенные в перечне 4.1, обеспечивающие определение метрологических характеристик с требуемой точностью.

5 Требования к квалификации оператора и безопасности

5.1 Выполнение измерений должен проводить инженер-химик, техник или лаборант не ниже 4-го разряда, обученный по ГОСТ 12.0.004, имеющий высшее или специальное образование, изучивший техническую документацию на анализатор и имеющий опыт работы на нем.

5.2 Процесс проведения поверки относится к вредным условиям труда.

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

При работе с газовыми смесями в баллонах под давлением должны соблюдаться "Правила устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением", утвержденные Гостехнадзором.

6 Условия проведения поверки

6.1 При проведении поверки должны выполняться следующие условия:

- температура окружающего воздуха, $^{\circ}\text{C}$ 20 ± 5 ;
 - относительная влажность воздуха (при $t = 20 \text{ } ^{\circ}\text{C}$), % от 20 до 80.

7 Подготовка к поверке

Стандартные образцы подготавливают к измерениям в соответствии с инструкциями по применению.

Анализатор подготавливают к выполнению измерений в соответствии с Руководством по эксплуатации (далее – РЭ) на анализатор.

8 Проведение поверки

8.1 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;
 - четкость обозначений и маркировки.

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

8.2 Опробование

8.2.1 Проверяют плавность работы регуляторов давления.

8.2.2 Включают в соответствии с РЭ программное обеспечение и ожидают завершения самотестирования анализатора.

8.3 Проверка метрологических характеристик

8.3.1 Проверка относительной погрешности результатов измерений диаметра пор, удельного объема пор и удельной площади поверхности производится с использованием государственных стандартных образцов зарубежного выпуска ГСО 9446-2009 и ГСО 9445-2009 (далее – ГСО) с attestованными значениями характеристик сорбционной емкости, приведенными в таблицах 2 и 3.

Таблица 2 – Аттестованные характеристики ГСО 9446-2009 (CRM BAM PM-104)

Показатель	Аттестованное значение	Размерность	Абсолютная погрешность аттестованного значения
Удельная площадь поверхности (по методу BET)	79,8	м ² /г	0,8
Удельный объем пор	0,210	см ³ /г	0,004
Средний радиус пор	3,23	нм	0,10

Таблица 3 – Аттестованные характеристики ГСО 9445-2009 (ERM-FD 107 (ВАМ-Р107))

Показатель	Аттестованное значение	Размерность	Абсолютная погрешность аттестованного значения
Удельная площадь поверхности (по методу Лэнгмюра)	610,6	м ² /г	13,8
Удельный объем пор	0,217	см ³ /г	0,002

8.3.2 Для ГСО 9446-2009 из радиуса пор вычислить диаметр (A_d) и погрешность аттестованного значения (ΔA_d), нм, по следующим уравнениям:

$$A_d = 2 \cdot A_r, \quad (1)$$

$$\Delta A_d = 2 \cdot \Delta A_r. \quad (2)$$

8.3.3 При проверке относительной погрешности результатов измерения удельной площади поверхности, удельного объема и диаметра пор провести не менее пяти измерений каждой из характеристик по 8.3.1 на анализаторе в соответствии с РЭ на анализатор и документацией на ГСО, каждого из ГСО по 8.3.1.

8.3.4 Оценка доверительных границ относительной погрешности результатов измерений каждой из характеристик анализатора для каждого ГСО, δ_0 , %, в соответствии с ГОСТ 8.207

$$\delta_0 = \frac{\frac{tS}{\sqrt{n}} + 1.1 \cdot \sqrt{(\bar{X} - A)^2 + \Delta A^2}}{\left[\frac{S}{\sqrt{n}} + \sqrt{\frac{(\bar{X} - A)^2 + \Delta A^2}{3}} \right] A} \cdot \sqrt{\frac{\Delta A^2 + (\bar{X} - A)^2}{3} + \frac{S^2}{n}} \cdot 100 \quad (3)$$

где $\bar{X} = \frac{\sum_{i=1}^n X_i}{n}$ - среднее значение характеристики;

t - коэффициент Стьюдента, который зависит от доверительной вероятности P и числа результатов наблюдений n , равен 2,78 для $n=5 P=0,95$;

A и ΔA - аттестованные значения характеристики ГСО и их погрешности соответственно, для ГСО 9446-2009 с учетом уравнений (1) и (2), для ГСО 9445-2009 – по документации;

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X})^2}{n-1}} \quad \text{- СКО единичного результата измерения характеристики;}$$

n - количество измерений.

Анализатор считать прошедшим поверку, если полученное значение доверительной границы относительной погрешности измерений удельной площади поверхности, удельного объема и диаметра пор не превышает значений, указанных в таблице 4.

Таблица 4 – Контролируемые метрологические характеристики анализатора

в процентах

1 Предел допускаемой относительной погрешности измерения удельной площади поверхности	$\pm 5,0$
2 Предел допускаемой относительной погрешности измерений удельного объема пор	$\pm 7,0$
3 Предел допускаемой относительной погрешности измерений диаметра пор	$\pm 7,0$

8.4 Проверка диапазонов измерений удельной площади поверхности и удельного объема пор.

8.4.1 Проверку диапазонов измерений удельной площади поверхности и объема пор стандартных образцов зарубежного производства по Таблицам 2 и 3, провести, варьируя массы навесок, взятых для проведения измерений по Таблицам 5, 6, не изменяя при этом задаваемую анализатором массу навески – 1,0000 г.

Таблица 5 – Варьирование массы навески при проверке диапазонов измерений удельной площади поверхности

Номер ГСО	Масса СО для анализа, г	Моделируемое значение удельной площади поверхности, $\text{м}^2/\text{г}$
ГСО 9446-2009 (CRM BAM PM-104)	0,001	0,0798
	0,01	0,798
	1,0	79,80
	5,0	399,0
ГСО 9445-2009 (ERM-FD 107 / BAM-P107)	1,0	610,60
	2,0	1221,20
	5,0	2747,70

Таблица 6 – Варьирование массы навески при проверке диапазонов измерений объема пор

Номер ГСО	Масса СО для анализа, г	Моделируемое значение удельного объема пор, $\text{м}^3/\text{г}$
ГСО 9446-2009 (CRM BAM PM-104)	0,01	0,0021
	0,1	0,021
	1,0	0,21
	5,0	1,05
	7,5	1,575

8.4.2 Полученные результаты измерений записать в протокол.

8.4.3 Анализатор считать прошедшим поверку, если относительные отклонения полученных значений удельной площади поверхности и удельного объема пор не превышает значений, указанных в таблице 4.

9 Оформление результатов поверки

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

9.2 Положительные результаты поверки оформляют выдачей свидетельства о поверке в соответствии с ПР 50.2.006.

9.3 При отрицательных результатах поверки анализатор признают негодным к дальнейшей эксплуатации, аннулируют свидетельство и выдают извещение о непригодности с указанием причин в соответствии с ПР 50.2.006.

ПРИЛОЖЕНИЕ А

(обязательное)

ФОРМА ПРОТОКОЛА ПОВЕРКИ

Анализатор удельной поверхности и пористости адсорбционный TriStar _____, зав № _____

Документ на поверку: ГСИ Анализатор удельной поверхности и пористости адсорбционный TriStar.
Методика поверки. МП 114-241-2009

Информация об использованных средствах поверки _____

Условия проведения поверки:

- температура окружающего воздуха, °С _____
- относительная влажность воздуха, % _____

Результаты внешнего осмотра и опробования _____

Результаты проверки метрологических характеристик

Таблица А.1 – Результаты проверки относительной погрешности результатов измерений удельной площади поверхности

Проверка по ГСО 9446-2009 (CRM BAM PM-104)

Аттестованное значение стандартного образца	№	Результаты измерения удельной поверхности на анализаторе, м ² /г	Среднее измеренное значение на анализаторе, м ² /г	Значение относительной погрешности результатов на анализаторе, δ_0 , %	Соответствие требованиям Да (+) / Нет (-)
	1				
	2				
	3				
	4				
	5				

Проверка по ГСО 9445-2009 (ERM-FD 107 / BAM-P107))

	1			
	2			
	3			
	4			
	5			

Таблица А.2 – Результаты проверки относительной погрешности результатов измерений объема пор

Проверка по ГСО 9446-2009 (CRM BAM PM-104)

Аттестованное значение стандартного образца	№	Результаты измерения объема пор на анализаторе, см ³ /г	Среднее измеренное значение на анализаторе, см ³ /г	Значение относительной погрешности результатов на анализаторе, δ_0 , %	Соответствие требованиям Да (+) / Нет (-)
	1				
	2				
	3				
	4				
	5				

Проверка по ГСО 9445-2009 (ERM-FD 107 / BAM-P107))

	1			
	2			
	3			
	4			
	5			

Таблица А.3 – Результаты проверки относительной погрешности результатов измерений диаметра пор
Проверка по ГСО 9446-2009 (CRM BAM PM-104)

Аттестованное значение стандартного образца	№	Результаты измерения диаметра пор на анализаторе, нм	Среднее измеренное значение на анализаторе, нм	Значение относительной погрешности результатов на анализаторе, δ_0 , %	Соответствие требованиям Да (+) / Нет (-)
	1				
	2				
	3				
	4				
	5				

Таблица А.4 – Результаты проверки диапазона относительной погрешности результатов измерений удельной площади поверхности

Номер ГСО	Масса ГСО для анализа, г	Моделируемое значение удельной площади поверхности, $\text{м}^2/\text{г}$	Показание анализатора, $\text{м}^2/\text{г}$	Значение отн. погрешности результатов на анализаторе, δ_0 , %	Соответствие требованиям Да (+) / Нет (-)
ГСО 9446-2009 (CRM BAM PM-104)	0,001	0,0798			
	0,01	0,798			
	1,0	79,80			
	5,0	399,0			
ГСО 9445-2009 (ERM-FD 107 / BAM-P107)	1,0	610,60			
	2,0	1221,20			
	5,0	2747,70			

Таблица А.5 – Результаты проверки диапазона относительной погрешности результатов измерений объема пор

Номер ГСО	Масса ГСО для анализа, г	Моделируемое значение удельного объема пор, $\text{м}^2/\text{г}$	Показание анализатора, $\text{м}^2/\text{г}$	Значение отн. погрешности результатов на анализаторе, δ_0 , %	Соответствие требованиям Да (+) / Нет (-)
ГСО 9446-2009 (CRM BAM PM-104)	0,01	0,0021			
	0,1	0,021			
	1,0	0,21			
	5,0	1,05			
	7,5	1,575			

Результат проведения поверки: _____

Организация, проводившая поверку _____

Поверитель _____
(Ф.И.О.) подпись

Дата _____