

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

УТВЕРЖДАЮ

Зам. директора ФГУП «УНИИМ»



В.В. Казанцев

" 25 " июля 2013 г.

**ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА
ИЗМЕРЕНИЙ**

**Анализаторы удельной поверхности
СОРБТОМЕТР и СОРБТОМЕТР-М**

**МЕТОДИКА ПОВЕРКИ
МП 60-251-2013**

Екатеринбург

2013

ПРЕДИСЛОВИЕ

- 1 РАЗРАБОТАНА ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии» (ФГУП «УНИИМ»)**
- 2 ИСПОЛНИТЕЛЬ к.х.н., и. о. зав. лаб. 251 Соби́на Е.П.**
- 3 УТВЕРЖДЕНА зам. директора ФГУП «УНИИМ» в 2013 г.**

СОДЕРЖАНИЕ

1	ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ.....	4
2	НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ.....	4
3	ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ	4
4	СРЕДСТВА ПОВЕРКИ.....	5
5	ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ	5
6	УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ.....	5
7	ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ	6
8	ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ	6
	8.1 Внешний осмотр.....	6
	8.2 Опробование	6
9	ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ.....	9
	ПРИЛОЖЕНИЕ А	10

Государственная система обеспечения единства измерений. Анализаторы удельной поверхности СОРБОМЕТР и СОРБОМЕТР-М. Методика поверки	МП 60-251-2013
---	----------------

1 Область применения

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы удельной поверхности СОРБОМЕТР и СОРБОМЕТР-М (далее - анализаторы) 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 нормативные документы:

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

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
<i>1</i>	<i>2</i>	<i>3</i>	<i>4</i>
1 Внешний осмотр	8.1	да	да
2 Опробование	8.2	да	да
3 Проверка метрологических характеристик	8.3	да	да
3.1 Проверка относительного СКО случайной составляющей погрешности измерений удельной поверхности	8.3.1	да	да
3.2 Проверка относительной погрешности измерений удельной поверхности	8.3.2	да	да
3.3 Проверка диапазона измерений удельной поверхности	8.3.3	да	нет

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций, проводится настройка и градуировка анализаторов в соответствии с РЭ. В дальнейшем все операции повторяются вновь, в случае повторного невыполнения требований хотя бы к одной из операций поверка прекращается, анализатор бракуется.

4 Средства поверки

При поверке анализатора необходимо применять следующие средства измерения оборудование и материалы:

- стандартный образец удельной поверхности дисперсных пористых веществ и материалов ГСО 7912-2001 (интервал аттестованных значений от 1 до 200 м²/г, границы относительной погрешности аттестованного значения при доверительной вероятности $P=0,95, \pm 2 \%$) или стандартный образец сорбционных свойств нанопористого модифицированного силикагеля (комплект НМС СО УНИИМ) ГСО 9935-2011 (интервал аттестованных значений удельной поверхности от 400 до 1600 м²/г, границы относительной погрешности аттестованного значения при доверительной вероятности $P=0,95, \pm 2 \%$);
- весы I (специального) класса точности по ГОСТ Р 53228-2008 с наибольшим пределом взвешивания 200 г;
- барометр aneroid (диапазон измерений от 75 до 104 кПа, пределы допускаемой абсолютной погрешности $\pm 0,033$ кПа);
- гелий газообразный марки А или Б по ТУ 51-940-80;
- азот газообразный особой чистоты по ГОСТ 9293-74;
- жидкий азот третьего сорта по ГОСТ 9293-74 (чистотой не хуже 99,5%).

5 Требования безопасности

При проведении поверки должны быть соблюдены «Правила эксплуатации электроустановок потребителем», «Правила технической безопасности при эксплуатации электроустановок потребителем», требования ГОСТ 12.2.007.0, а также требования руководства по эксплуатации анализаторов удельной поверхности СОРБОМЕТР и СОРБОМЕТР-М (далее РЭ).

6 Условия поверки

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С от 15 до 25
- относительная влажность при +25 °С, %, не более 80

- напряжение питания, В	220±22
- частота напряжения, Гц	50±1
- атмосферное давление ,кПа	от 84 до 106

7 Подготовка к поверке

7.1 Анализаторы подготовить к работе в соответствии с руководством по эксплуатации (далее - РЭ).

8 Проведение поверки

8.1 Внешний осмотр

8.1.1. Представленный на поверку анализатор должен быть полностью укомплектован в соответствии с пунктом 1.3 РЭ.

8.1.2. Внешний осмотр анализатора проводится без включения электропитания.

Не допускается к проведению поверки анализатор, у которого обнаружена хотя бы одна из перечисленных ниже неисправностей:

- 1) неудовлетворительное крепление разъемов, следы облуживания изоляции внешних цепей, нарушение целостности кабелей;
- 2) недостаточно точная фиксация сетевого тумблера;
- 3) неудовлетворительное крепление адсорбера;
- 4) наличие механических повреждений анализатора (глубокие вмятины, повреждение сигнальных светодиодов или индикаторного табло на передней панели, повреждение кнопок и т.д.)

8.2 Опробование

8.2.1 Проверить работоспособность органов управления и регулировки анализатора в соответствии с РЭ.

8.2.2 Провести проверку идентификационных данных ПО анализатора. Идентификационное наименование ПО идентифицируется при запуске ПО путем вывода на экран идентификационного наименования ПО. Идентификационное наименование ПО должно соответствовать наименованию, приведенному в таблице 2.

Таблица 2 - Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационные наименования программного обеспечения	Номер версии Программного обеспечения	Цифровой идентификатор программного обеспечения	Другие идентификационные данные	Алгоритм вычисления цифрового идентификатора программного обеспечения
Программа для ЭВМ Сорбтометр для управления и обработки данных анализатора СОРБТОМЕТР-М	V.1.X	62c9cd3444b31 aa8a803dea0880 163f7	Свидетельство о государственной регистрации программы для ЭВМ Сорбтометр №2009611519 от 18.03.2009	Md 5
Программа для ЭВМ Protocol для обработки и хранения данных, полученных на анализаторе СОРБТОМЕТР	V.1.X	e61688e15c203 9ae5405deb1bef 632e3	Свидетельство об официальной регистрации программы для ЭВМ Protocol №2007612324 от 04.06.2007	Md 5

8.3 Проверка метрологических характеристик

8.3.1 Проверка относительного среднеквадратического отклонения случайной составляющей погрешности измерений удельной поверхности

8.3.1.1 Проверку относительного СКО случайной составляющей погрешности измерений удельной поверхности провести с использованием стандартных образцов утвержденных типов ГСО 7912-2001 или ГСО 9935-2011 с использованием в качестве газов адсорбатов азот (модель СОРБТОМЕТР-М) или аргон (модель СОРБТОМЕТР).

8.3.2.2 Для проведения измерений берут навески различных партий и типов ГСО, чтобы обеспечить измерения удельной поверхности во всем диапазоне измерений анализаторов (в точках около 0,1; 500; 1500 м²/г). Если имеется только один экземпляр ГСО, то для обеспечения измерений во всем диапазоне, провести моделирование массы навески, которое заключается в отборе навесок различной массы и вводе различных значений массы в программное обеспечение анализатора.

Номинальные массы навески ГСО, которые необходимо отобрать, рассчитать по формуле

$$m_i = \frac{p_i}{A}, \quad (1)$$

где A – аттестованное значение удельной поверхности ГСО в соответствии с паспортом, $\text{м}^2/\text{г}$;

m_i – i -я масса навески ГСО, г;

Π_i – общая площадь i -й навески в соответствии с таблицей 3, м^2 .

Для каждой соответствующей навески рассчитать номинальную массу пробы, задаваемую в программное обеспечение анализатора СОРБОМЕТР и СОРБОМЕТР-М по формуле

$$M_i = \frac{\Pi_i}{A_{oi}}, \quad (2)$$

где A_{oi} – номинальное аттестованное значение удельной поверхности i -й навески в соответствии с таблицей 3, $\text{м}^2/\text{г}$;

M_i – масса пробы, задаваемая в программное обеспечение анализаторов СОРБОМЕТР или СОРБОМЕТР-М при измерении i -й навески ГСО, г.

Аттестованное значение удельной поверхности для каждой навески вычислить по формуле

$$A_o = A \cdot \frac{m}{M}, \quad (3)$$

где

A – аттестованное значение удельной поверхности ГСО, $\text{м}^2/\text{г}$;

m – масса навески, измеренная на весах I (специального) класса точности, г;

M – масса пробы, задаваемая в программное обеспечение анализатора на анализаторах СОРБОМЕТР или СОРБОМЕТР-М, г (указывается с дискретностью до 0,0001 г).

Таблица 3 Номинальные массы навесок ГСО и их номинальные аттестованные значения удельной поверхности (расчет проведен для номинального значения аттестованного значения ГСО, равного $100 \text{ м}^2/\text{г}$)

Номер навески, i	Общая площадь поверхности, Π , м^2	Номинальная масса навески ГСО, измеренная на весах, m , г	Номинальная масса пробы, задаваемая в программное обеспечение анализатора СОРБОМЕТР и СОРБОМЕТР-М, M , г	Номинальное аттестованное значение удельной поверхности навески A_o , $\text{м}^2/\text{г}$
1	0,5	0,005	5	0,1
2	10	0,1	0,02	500
3	60	0,6	0,04	1500

Для проведения измерений из имеющихся ГСО подготовить не менее 3 навесок, имеющих аттестованные значения удельной поверхности во всем диапазоне измерений анализаторов. В каждой отобранной i -ой навеске ГСО пять раз измерить удельную поверхность одноточечным методом БЭТ в соответствии с РЭ.

Оценить относительное СКО случайной составляющей погрешности измерений в i -ой навеске по формуле

$$S_{oi} = \frac{S_i}{A_{oi}} \cdot 100, \quad (4)$$

где A_{oi} – аттестованное значение удельной поверхности i -й навеске ГСО, $\text{м}^2/\text{г}$
 X_{ij} – j -й результат измерения удельной поверхности в i -й навеске ГСО, $\text{м}^2/\text{г}$;

$$S_i = \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^5 (x_{ij} - \bar{x}_i)^2}{5-1}}, \quad i = \overline{1..5}; \quad j = \overline{1..5}; \quad (5)$$

$$\bar{x}_i = \frac{x_{ij}}{n} \quad (6)$$

n – количество измерений, равное 5.

Полученные значения относительного СКО случайной составляющей погрешности измерений по формуле (4) не должны превышать предела относительного СКО случайной составляющей погрешности, приведенного в таблице 4.

8.3.2 Проверка относительной погрешности измерений удельной поверхности

8.3.2.1 Проверку относительной погрешности измерений удельной поверхности провести на основе результатов, полученных в п.8.3.1.

Оценить относительную погрешность результата измерений удельной поверхности в i -ой навеске по формуле

$$\delta_i = \frac{\Delta_i}{A_{oi}} \cdot 100, \quad (7)$$

$$\Delta_i = k \cdot S_{\Sigma i}, \quad (8)$$

$$S_{\Sigma i} = \sqrt{S_{oi}^2 + S_i^2}, \quad (9)$$

$$S_{\theta j} = \frac{|X_i - A_{oi}| + \delta \cdot A_{io} / 100}{\sqrt{3}}, \quad (10)$$

$$k = \frac{t \cdot S_i + S_{\theta j} \cdot \sqrt{3}}{S_i + S_{\theta j}} \quad (11)$$

t – коэффициент Стьюдента (при $P=0,95$ и $n=5$ $t=2,776$),

S_{oi} – среднее квадратическое отклонение НСП измерений удельной поверхности в i -й навеске ГСО, $\text{м}^2/\text{г}$,

δ_i – границы относительной погрешности аттестованного значения удельной поверхности в i -й навеске, % (процедура отбора навески на весах лабораторных I (специального) класса точности не вносит значимый вклад в погрешность модельного

аттестованного значения удельной поверхности навески и поэтому в качестве погрешности модельного аттестованного значения удельной поверхности принимается относительная погрешность аттестованного значения в соответствии с паспортом на ГСО).

Полученные значения относительных погрешностей по формуле (7) должны находиться в пределах допускаемой относительной погрешности, приведенных в таблице 4 для одноточечного режима БЭТ.

8.3.2.2 Для модификации СОРБОМЕТР-М повторить измерения по п.8.3.2.1, подготовленных навесок ГСО, измерения провести в многоточечном режиме БЭТ. Полученные значения относительных погрешностей по формуле (7) должны находиться в пределах допускаемой относительной погрешности, приведенных в таблице 4 для многоточечного режима БЭТ.

8.3.3 Проверка диапазона измерений удельной поверхности

Проверку диапазона измерений удельной поверхности провести одновременно с проверкой относительной погрешности по 8.3.2 настоящей методики поверки.

За диапазон измерений удельной поверхности анализатора принимают диапазон измерений, приведенный в таблице 4, если полученные значения погрешностей по формуле (4) удовлетворяют требованиям, указанным в таблице 4.

Таблица 4 Метрологические и технические характеристики

№	Наименование характеристики	Значения характеристик	
		СОРБОМЕТР	СОРБОМЕТР-М
1	Диапазон измерений удельной поверхности, $\text{м}^2/\text{г}$	от 0,1 до 2000	
2	Предел допускаемого относительного среднеквадратического отклонения случайной составляющей погрешности измерений удельной поверхности, %	2	
3	Пределы допускаемой относительной погрешности измерения удельной поверхности одноточечным методом БЭТ, %	± 10	

Продолжение таблицы 4

4	Пределы допускаемой относительной погрешности измерения удельной поверхности многоточечным методом БЭТ, %	-	± 6
---	---	---	---------

8 Оформление результатов поверки

9.1 Оформляют протокол проведения поверки по форме Приложения А.

9.2 Положительные результаты поверки оформляют выдачей свидетельства о поверке в соответствии с ПР 50.2.006. Знак поверки наносится на свидетельство о поверке.

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

Разработчик:

К.х.н., и. о. зав. лаб. 251 ФГУП «УНИИМ»

 **Е.П. Собина**

Приложение А

(обязательное)

ФОРМА ПРОТОКОЛА ПОВЕРКИ

ПРОТОКОЛ № _____ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

Анализатор удельной поверхности модель _____, зав № _____

Документ на поверку: МП 60-251-2013 «ГСИ. Анализаторы удельной поверхности СОРБТОМЕТР и СОРБТОМЕТР-М. Методика поверки».

Информация об использованных средствах поверки:

Условия проведения поверки:

- температура окружающего воздуха, °C _____

- относительная влажность воздуха, % _____

Результаты внешнего осмотра _____

Результаты опробования _____

Проверка метрологических характеристик

Результаты проверки относительного СКО случайной составляющей погрешности и относительной погрешности анализатора

Таблица А.1 Проверка относительного СКО случайной составляющей погрешности и относительной погрешности

Номер измерения, j	Масса навески, m_i	X , м ² /г	Относительное СКО случайной составляющей погрешности, %	Относительная погрешность δ_{ij} , %
1	2	3	4	5
1				
2				
3				
4				
5				

продолжение таблицы А.1

<i>1</i>	<i>2</i>	<i>3</i>	<i>4</i>	<i>5</i>
...	...			
...		...		
	...			
...				

Таблица 2 Проверка диапазона измерений удельной поверхности

№	Диапазон измерений удельной поверхности, м ² /г	Соответствует (+/-)
1	От 0,1 до 2000	

Результат проведения поверки: _____

Выдано свидетельство о поверке (извещение о непригодности)

от «__» _____ 20__ г, № _____

Поверитель _____
Подпись (Ф.И.О.)

Организация, проводившая поверку _____