

ОПИСАНИЕ ТИПА СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

Анализаторы газоадсорбционные SURFER

Назначение средства измерений

Анализаторы газоадсорбционные SURFER (далее - анализаторы) предназначены для измерений удельной поверхности, удельного объема и диаметра пор дисперсных и пористых материалов по аттестованным методикам измерений.

Описание средства измерений

Принцип действия анализатора основан на адсорбции и десорбции газов (адсорбатов) на внешней и внутренней поверхности (в порах) исследуемых дисперсных и пористых материалов, таких как адсорбенты, катализаторы, носители катализаторов, высокодисперсные металлические и керамические порошки и другие материалы.

Анализатор представляет собой автоматический прибор, состоящий из измерительного блока, включающего сосуд Дьюара для хранения жидкого азота, порт для подключения пробирки с анализируемым образцом; системы измерения давления и температуры газа; блока электроники со встроенным микропроцессором. Для подготовки образцов к измерениям используется станция подготовки образцов (дегазации), включающая три порта подключения образцов, вакуумный насос, нагревательные жакеты, датчик температуры и блок электроники со встроенным микропроцессором для управления станцией. Станция может подключаться непосредственно к измерительному блоку либо работать независимо от него на усмотрение пользователя.

Анализируемый образец перед проведением измерений помещают в порт предварительной подготовки и дегазируют при высокой температуре в вакууме. Конкретные значения условий дегазации приводятся в методиках измерений. В случае анализа стандартных образцов рекомендации по условиям дегазации приведены в паспорте на стандартный образец. После дегазации пробирку с образцом устанавливают на измерительный порт. В зависимости от заданной пользователем программы процесс измерения может протекать по-разному. Наиболее часто первоначально в пробирке с образцом создается глубокий вакуум, после чего с применением гелия происходит измерение свободных объемов («теплого» и «холодного»). Для измерения «холодного» объема пробирка с образцом погружается в сосуд Дьюара с теплоносителем. В качестве теплоносителя часто применяется жидкий азот с температурой кипения 77,35 К. Затем гелий полностью откачивается из измерительной системы. В пробирку с образцом из калиброванного объема системы начинают поэтапно подавать адсорбат (в качестве адсорбата могут быть использованы N_2 , Кг, Ar, CO_2). Криптон рекомендуется для измерений удельной поверхности около $1 \text{ м}^2/\text{г}$ и менее. Молекулы газа адсорбируются на поверхности анализируемого вещества и, соответственно, давление газа снижается. По изменению давления с момента заполнения и после наступления равновесия (при фиксированной температуре) определяется объем поглощенного (адсорбированного) газа. Затем давление увеличивают согласно заданной программе эксперимента и фиксируют следующее равновесное давление. На основании полученных значений строят изотерму адсорбции, которая представляет собой зависимость удельной адсорбции газа от относительного давления. На основании математической обработки данных изотерм адсорбции с применением различных теорий и моделей рассчитываются значения удельной поверхности (по методу БЭТ - Брунауэра-Эммета-Теллера); удельный объем пор (рассчитывается по правилу Гурвича), средний диаметр пор, а также преобладающие диаметры пор из адсорбционной и десорбционной ветвей изотермы (метод ВЖН Баррета, Джойнера, Халенда). Помимо представленных характеристик программное обеспечение позволяет рассчитать:

объем микропор по методу Дубинина-Радушкевича, проанализировать изотермы сравнительными методами, построить распределения пор по диаметрам и др.

Анализатор имеет возможность работы в режиме хемосорбции и определять количество газов, которые поглощаются образцом в результате протекания специфических химических реакций. В качестве газов могут быть использованы H_2 , O_2 , CO , CH_4 . В частности, режим хемосорбции используется для определения площади и концентрации доступных активных центров катализаторов.

Фотография внешнего вида анализатора представлена на рисунке 1. Место нанесения знака поверки



Рисунок 1 Внешний вид анализатора

Программное обеспечение

Анализаторы оснащены программным обеспечением, позволяющим проводить контроль процесса измерений, осуществлять сбор экспериментальных данных, обрабатывать и сохранять полученные результаты, передавать результаты измерений на персональный компьютер или на принтер.

Идентификационные данные программного обеспечения представлены в таблице 1.

Таблица 1 - Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационное наименование программного обеспечения	Номер версии (идентификационный номер) программного обеспечения	Цифровой идентификатор программного обеспечения	Другие идентификационные данные	Алгоритм вычисления цифрового идентификатора программного обеспечения
Surfer Acquisition	1.X	309F3208C83FD780 81B623FC070938C7	-	Md5

Уровень защиты программного обеспечения от непреднамеренных и преднамеренных изменений соответствует уровню «С» по МИ 3286-2010.

Метрологические и технические характеристики

Метрологические характеристики анализаторов нормированы с учетом программного обеспечения и представлены в таблице 2.

Таблица 2 - Метрологические и технические характеристики

Наименование характеристики	Значения характеристик
Диапазоны измерений: - удельной поверхности, м ² /г - удельного объема пор, см ³ /г - диаметра пор, нм	от 0,1 до 2000 от 0,1 до 2,0 от 0,5 до 100
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений, %: - удельной поверхности - удельного объема пор - диаметра пор	± 5 ± 10 ± 10
Диапазон показаний давления, Па	от 0 до 133000
Пределы создания вакуума, Па: - с использованием двухступенчатого центробежного насоса с двумя отдельными входами - с использованием турбомолекулярного насоса	0,66 1,3·10 ⁻⁴
Объем пробирки для образца, см³: - с краном - без крана	10 15
Объем сосуда Дьюара, дм³	3
Количество колбонагревателей, шт	2
Количество преобразователей давления, шт	4
Параметры станции дегазации: - диапазон показаний температуры предварительной подготовки образцов, °С - время достижения максимальной температуры, мин - скорость изменения температуры, °С/мин	от 20 до 450 60 от 0,1 до 5
Электрическое питание: - напряжение, В - частота, Гц	230 ± 10 % 50/60
Габаритные размеры, мм, не более: Глубина × ширина × высота	716×505×1086
Масса, кг, не более	112
Условия эксплуатации: - температура, °С - относительная влажность воздуха, %	от 15 до 30 от 30 до 85
Средний срок службы, лет, не менее	5

Знак утверждения типа

наносится на титульный лист руководства по эксплуатации типографским способом и на анализатор в виде наклейки.

Комплектность средства измерений

Комплектность средства измерений приведена в таблице 3.

Таблица 3

Наименование	Количество, шт.
Анализатор газоадсорбционный SURFER	1
Программное обеспечение для сбора и обработки данных	1
Сосуд Дьюара, 3 дм ³	1
Пробирки для образцов	по заказу
LAN кабель для соединения с компьютером	1
Руководство по эксплуатации	1
Методика поверки МП 27-251-2014	1

Поверка

осуществляется по документу МП 27-251-2014 «ГСИ. Анализаторы газоадсорбционные SURFER. Методика поверки», утвержденному ГЦИ СИ ФГУП «УНИИМ» 08 мая 2014 г.

Основные средства поверки:

- стандартный образец сорбционных свойств нанопористого модифицированного силикагеля (комплект НМС СО УНИИМ) ГСО 9935-2011 со следующими метрологическими характеристиками:

- интервал аттестованных значений удельной поверхности от 400 до 1600 м²/г, границы относительной погрешности аттестованного значения при доверительной вероятности $P=0,95, \pm 2 \%$;

- интервал аттестованных значений удельного объема пор от 0,2 до 2,0 см³/г, границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения $\pm 4,0 \%$;

- интервал аттестованных значений среднего диаметра пор от 2 до 10 нм, границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения $\pm 3,0 \%$;

- интервал аттестованных значений преобладающего диаметра пор (рассчитанного по адсорбционной ветви изотермы) от 2 до 10 нм, границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения $\pm 3,0 \%$;

- интервал аттестованных значений преобладающего диаметра пор (рассчитанного по десорбционной ветви изотермы) от 2 до 10 нм, границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения $\pm 3,0 \%$;

- интервал аттестованных значений сорбционной емкости по азоту при минус 196°С и равновесном давлении азота $P/P_0=0,05; 0,40; 0,99$ от 100 до 1800 см³(н.у.)/г, границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованных значений сорбционных емкостей $\pm 4,0 \%$);

- весы I (специального) класса точности по ГОСТ Р 53228-2008 с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Сведения о методиках (методах) измерений

Методика измерений представлена в руководстве по эксплуатации.

Нормативные и технические документы, распространяющиеся на анализаторы газоадсорбционные SURFER

Техническая документация изготовителя «Thermo Fisher Scientific S.p.A», Италия.

Рекомендации по областям применения в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений

- осуществление торговли и товарообменных операций, выполнение работ по расфасовке товаров,

- выполнение работ по оценке соответствия промышленной продукции и продукции других видов, а также иных объектов установленным законодательством Российской Федерации обязательным требованиям.

Изготовитель

«Thermo Fisher Scientific S.p.A», Италия
Strada Rivoltana, 20090 Rodgano (Mi) Italy
Tel./fax +(39) 02 95059303; 95059388
e-mail: www.thermofisher.com

Заявитель

Общество с ограниченной ответственностью «Промэнерголаб»,
107258, г. Москва, 1-я Бухвостова 12/11,
Тел./факс: +7(495) 22-11-208
e-mail: info@czi.ru, www.czi.ru

Испытательный центр

Государственный центр испытаний средств измерений ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии» (ГЦИ СИ ФГУП «УНИИМ»)
620000, г. Екатеринбург, ул. Красноармейская, 4, тел. (343) 350-26-18,
факс: (343) 350-20-39.

E-mail: uniim@uniim.ru

Аттестат аккредитации ГЦИ СИ ФГУП «УНИИМ» по проведению испытаний средств измерений в целях утверждения типа № 30005-11 от 03.08.2011 г.

Заместитель

Руководителя Федерального
агентства по техническому
регулированию и метрологии

Ф.В. Булыгин

М.п. «__» _____ 2014 г.