

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

УТВЕРЖДАЮ



ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

Анализаторы удельной поверхности Quantachrome

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 43-251-2016

Екатеринбург

2016

ПРЕДИСЛОВИЕ

- 1 РАЗРАБОТАНА** ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии» (ФГУП «УНИИМ»)
- 2 ИСПОЛНИТЕЛЬ** зав. лаб. 251, к.х.н., Соби́на Е.П.
- 3 УТВЕРЖДЕНА** директором ФГУП «УНИИМ» в 2016 г.

СОДЕРЖАНИЕ

1	ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ	4
2	НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ	4
3	ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ.....	4
4	СРЕДСТВА ПОВЕРКИ	4
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
	8.3 Проверка метрологических характеристик.....	6
9	ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ	8
	ПРИЛОЖЕНИЕ А.....	9
	(ОБЯЗАТЕЛЬНО).....	9
	ФОРМА ПРОТОКОЛА ПОВЕРКИ.....	9

Государственная система обеспечения единства измерений. Анализаторы удельной поверхности Quantachrome Методика поверки	МП 43-251-2016
--	----------------

Дата введения в действие: _____ 2016 г

1 Область применения

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы удельной поверхности Quantachrome, которые выпускаются следующих моделей: NOVA (1000e, 2000e, 1200e, 2200e, 3000e, 3200e, 4000e, 4200e), NOVAtouch (NT1, NT1LX-1, NT2-1, NT2LX-1, NT3-1, NT3LX-1, NT4-1, NT4LX-1); Autosorb iQ (iQ MP, iQ C, iQ C-XR, iQ MP-XR, iQ AG, iQ2 MP, iQ2 C, iQ2 C-XR, iQ2 MP-XR, iQ2 AG, iQ3 MP, iQ3 C, iQ3 C-XR, iQ3 MP-XR, iQ3 AG), Autosorb biSA, Quadrasorb evo (QDS-30, 3QDS-30, 2QDS-30, QDS-30-P, QDS-MP-30, 3QDS-MP-30, 2QDS-MP-30, QDS-MP-30-P) (далее-анализаторы), выпускаемые фирмой «Quantachrome Instruments», 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:

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

Приказ Минтруда России от 24.07.2013 N 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».

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 относительных погрешностей измерений удельной поверхности, удельного объема и диаметра пор	8.3.1	да	да
3.2 Проверка диапазонов измерений удельной поверхности, удельного объема и диаметра пор	8.3.2	да	да

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций, проводится настройка и градуировка анализаторов в соответствии с руководством по эксплуатации (далее – 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

4.1 При проведении поверки применяют следующие средства поверки:

4.1.1 ГЭТ 210-2014 Государственный первичный эталон единиц удельной адсорбции газов, удельной поверхности, удельного объема и размера пор твердых веществ и материалов;

4.1.2 стандартный образец сорбционных свойств нанопористого оксида алюминия (Al_2O_3 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 $\pm 3,0$ %;

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

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

- интервал аттестованных значений удельной адсорбции азота при минус 196 °С и равновесном давлении азота $P/P_0=0,10; 0,20; 0,30; 0,99$ в интервале от 1,5 до 25 моль/кг, границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованных значений удельной адсорбции $\pm 3,0$ %;

4.1.3 стандартный образец сорбционных свойств нанопористого цеолита (Zeolite СО УНИИМ) ГСО 10734-2015 со следующими метрологическими характеристиками:

- интервал аттестованных значений удельной поверхности от 500 до 1200 м²/г, границы относительной погрешности аттестованного значения $\pm 3,0$ %;

- интервал аттестованных значений удельного объема пор от 0,1 до 0,5 см³/г, границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения $\pm 3,0$ %;

- интервал аттестованных значений преобладающего диаметра пор от 0,4 до 0,9 нм, границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения $\pm 3,0$ %;

- интервал аттестованных значений удельной адсорбции азота при минус 196 °С и равновесном давлении азота в диапазоне относительных давлений P/P_0 от $1,0 \cdot 10^{-6}$ до $1,0 \cdot 10^{-1}$ в интервале от 0,001 до 20 моль/кг, границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованных значений удельной адсорбции азота ± 30 % при $P/P_0 (1,0 \cdot 10^{-6} - 1,7 \cdot 10^{-4})$; ± 4 % при $P/P_0 (1,7 \cdot 10^{-4} - 1,0 \cdot 10^{-1})$ %;

4.1.4 весы I (специального) класса точности (НПВ= 200 г, $\Delta = \pm 0,001$ г);

4.1.5 термогигрометр CENTER, (0 - 99,9) %; $\Delta = \pm 3$ %; (минус 30 - 80) °С; $\Delta = \pm 0,5$ °С);

4.1.6 гелий газообразный особой чистоты по ТУ 51-940-80 (чистотой не менее 99,99 %);

4.1.7 азот газообразный особой чистоты по ГОСТ 9293-74 (чистотой не менее 99,99 %);

4.1.8 криптон газообразный особой чистоты по ГОСТ 10218-77 (чистотой не менее 99,99 %);

4.1.9 аргон газообразный особой чистоты по ТУ 2114-005-53373468-2006 (чистотой не менее 99,99 %);

4.1.10 жидкий азот третьего сорта по ГОСТ 9293-74 (чистотой не хуже 99,5 %);

4.1.11 термогигрометр (диапазон измерений относительной влажности воздуха (20 - 95) %; пределы допускаемой абсолютной погрешности $\Delta = \pm 3$ %; диапазон измерений температуры (10 - 30) °С; пределы допускаемой абсолютной погрешности $\Delta = \pm 0,5$ °С).

4.2 Допускается применение других стандартных образцов и средств измерений с метрологическими характеристиками не хуже приведенных в 4.1.

5 Требования безопасности

При проведении поверки должны быть соблюдены требования Приказа Минтруда России от 24.07.2013 N 328н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок», требования ГОСТ 12.2.007.0.

6 Условия поверки

6.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- | | |
|---|-------------|
| - температура окружающего воздуха, °С | 20 \pm 5 |
| - относительная влажность воздуха, (при $t = 20$ °С), % | не более 80 |

6.2 Анализатор устанавливается вдали от источников магнитных и электрических полей. Анализатор должен находиться на ровной и устойчивой поверхности, без возможности тряски; необходимо соблюдать дистанцию между задней панелью анализатора и стеной в соответствии с РЭ. Анализатор не должен находиться в комнате химического анализа.

7 Подготовка к поверке

7.1 Анализатор подготовить к работе в соответствии с РЭ.

7.2 Стандартные образцы, используемые при поверке, подготовить в соответствии с их инструкцией по применению.

8 Проведение поверки

8.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре установить:

- отсутствие видимых повреждений анализатора;
- соответствие комплектности указанной в РЭ;
- четкость обозначений и маркировки.

8.2 Опробование

8.2.1 Проверить работоспособность органов управления и регулировки анализатора при помощи встроенных систем контроля в соответствии с РЭ.

8.2.2 Провести проверку идентификационных данных ПО анализатора.

Идентификационное наименование ПО, номер версии ПО идентифицируется при включении анализатора путем вывода на экран номера версии во вкладке о программе. Наименование ПО анализатора в зависимости от модели должно соответствовать приведенным в таблице 2 идентификационным данным.

Таблица 2 - Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	NovaWin (для моделей NOVA) TouchWin (для моделей NOVAtouch) ASiQWin (для моделей Autosorb) QuadraWin (для моделей Quadrasorb)
Номер версии ПО (идентификационный номер ПО)	версии, не ниже V.11.0 (для моделей NOVA) V.1.1 (для моделей NOVAtouch) V.4.0 (для моделей Autosorb) V.6.0 (для моделей Quadrasorb)
Цифровой идентификатор ПО	9803BCFB (для моделей NOVA) 2B884570 (для моделей NOVAtouch) 83FBBEDE (для моделей Autosorb) 78A68B7D (для моделей Quadrasorb)
Другие идентификационные данные (алгоритм вычисления цифрового идентификатора ПО)	CRC32

8.3 Проверка метрологических характеристик

8.3.1 Проверка относительных погрешностей измерений удельной поверхности, удельного объема и диаметра пор

8.3.1.1 Проверку относительных погрешностей измерений удельной поверхности, удельного объема и диаметра пор провести с использованием стандартных образцов утвержденных типов ГСО 10449-2014. Измерения характеристик пористости ГСО 10734-2015

выполняются с использованием в качестве адсорбата аргона или азота и он используется при поверке только моделей Autosorb-iQ (iQ MP, iQ C, iQ C-XR, iQ MP-XR, iQ2 MP, iQ2 C, iQ2 C-XR, iQ2 MP-XR, iQ3 MP, iQ3 C, iQ3 C-XR, iQ3 MP-XR).

8.3.1.2 Для проведения измерений берут по две навески от нескольких ГСО. Далее провести не менее двух измерений удельной поверхности, удельного объема пор и диаметра пор на анализаторе, соблюдая требования инструкции по применению ГСО (необходимо соблюдать рекомендуемые условия термотренировки и параметры выполнения измерений ГСО). Рассчитать относительные погрешности каждого результата измерений удельной поверхности, удельного объема и диаметра пор в каждой i -ой навеске по формуле

$$\delta_{ij} = \left| \frac{X_{ij} - A_i}{A_i} \right| \cdot 100, \quad (1)$$

где X_{ij} - j -й результат удельной поверхности/удельного объема пор/диаметра пор i -й навески ГСО;

A_i - аттестованное значение удельной поверхности/удельного объема пор/диаметра пор i -й навески ГСО.

8.3.1.3 Погрешность измерений удельной поверхности с использованием криптона для моделей Autosorb-iQ (iQ MP, iQ C, iQ C-XR, iQ MP-XR, iQ2 MP, iQ2 C, iQ2 C-XR, iQ2 MP-XR, iQ3 MP, iQ3 C, iQ3 C-XR, iQ3 MP-XR), Quadrasorb evo (QDS-MP-30, 3QDS-MP-30, 2QDS-MP-30, QDS-MP-30-P) провести методом непосредственного сличения результатов измерений на анализаторе и ГЭТ 210-2014 с применением эталона сравнения в виде порошка меди (Cu ЭС 251-04)¹ с действительным значением удельной поверхности (0,2406±0,0041) м²/г. Относительную погрешность рассчитать по формуле (1), где вместо аттестованного значения ГСО используется действительное значение удельной поверхности, воспроизводимое ГЭТ 210-2014.

Полученные значения относительных погрешностей по формуле (1) для всех результатов измерений должны находиться в пределах допускаемых значений относительных погрешностей измерений удельной поверхности, удельного объема и диаметра пор, приведенных в таблице 3.

8.3.2 Определение диапазонов измерений удельной поверхности, удельного объема и диаметра пор

За диапазоны измерений принимают данные по таблице 3, если для всех результатов измерений удельной поверхности и удельного объема и диаметра пор значения относительных погрешностей не превышают пределов, указанных в таблице 3.

¹ Допускается применять стандартный образец утвержденного типа в диапазоне от 0,1 до 10 м²/г с относительной погрешностью аттестованного значения не более ± 3 % при P=0,95

Таблица 3 – Метрологические характеристики

Характеристика	Модель анализатора		
	NOVA NOVA touch Quadratorb evo (QDS-30, 3QDS-30, 2QDS-30, QDS-30-P), Autosorb-iQ (iQ AG, iQ2 AG, iQ3 AG) Autosorb-6iSA	Autosorb-iQ (iQ MP, iQ C, iQ C-XR, iQ MP-XR, iQ2 MP, iQ2 C, iQ2 C-XR, iQ2 MP-XR, iQ3 MP, iQ3 C, iQ3 C-XR, iQ3 MP-XR)	Quadratorb evo (QDS-MP-30, 3QDS-MP-30, 2QDS-MP-30, QDS-MP-30-P)
Диапазон измерений удельной поверхности, м ² /г	0,1-2000 (N ₂)	0,1-2000 (N ₂) 0,1-10 (Kr)	0,1-2000 (N ₂) 0,1-10 (Kr)
Пределы допускаемой относительной погреш- ности измерений удельной поверхности, %	± 5 (N ₂)	± 5 (N ₂) ± 10 (Kr)	± 5 (N ₂) ± 10 (Kr)
Диапазон измерений диаметра пор, нм	2 – 100 (N ₂)	0,4 – 100 (N ₂ , Ar)	0,4 - 100 (Ar)
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений диаметра пор, %	± 10 (N ₂)	± 10 (N ₂ , Ar)	± 10 (N ₂)
Диапазон измерений удельного объема пор, см ³ /г	0,05 – 2,00 (N ₂)	0,05 – 2,00 (N ₂ , Ar)	0,05 – 2,00 (N ₂)
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений удельного объема пор, %	± 10 (N ₂)	± 10 (N ₂ , Ar)	± 10 (N ₂)

9 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 Приказом Минпромторга России от 02.07.2015 № 1815. Знак поверки наносится на свидетельство о поверке и на анализатор в соответствии с рисунком внешнего вида, приведенном в описании типа.

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 Приказом Минпромторга России от 02.07.2015 № 1815.

Зав. лаб. 251 ФГУП «УНИИМ», к.х.н.

 Е.П. Соби́на

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(обязательное)
ФОРМА ПРОТОКОЛА ПОВЕРКИ
ПРОТОКОЛ № _____ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

Анализаторы удельной поверхности Quantachrome модель _____, зав № _____

Документ на поверку: МП 43-251-2016 «ГСИ. Анализаторы удельной поверхности Quantachrome. Методика поверки».

Информация об использованных средствах поверки:

Условия проведения поверки:

- температура окружающего воздуха, °С _____

- относительная влажность воздуха, % _____

Результаты внешнего осмотра _____

Результаты опробования _____

Проверка метрологических характеристик

Таблица А.1 - Проверка относительной погрешности измерений удельной поверхности

Номер измерения, j	Аттестованное значение удельной поверхности СО, м ² /г	Результат измерений удельная поверхность X_{ij} , м ² /г	Относительная погрешность δ_{ij} , %
1			
2			
3			
4			

Таблица А.2 - Проверка относительной погрешности измерений удельного объема пор

Номер измерения, j	Аттестованное значение ГСО удельного объема пор, см ³ /г	Результат измерений удельного объема пор X_{ij} , см ³ /г	Относительная погрешность δ_{ij} , %
1			
2			
3			
4			

Таблица А.3 - Проверка относительной погрешности измерений диаметра пор

Номер измерения, j	Аттестованное значение ГСО диаметра пор, нм	Результат измерений диаметра пор X_{ij} , нм	Относительная погрешность δ_{ij} , %
1			
2			
3			
4			

Таблица А.4 Проверка диапазонов измерений

№	Диапазон измерений	Соответствует (+/-)
1	Удельная поверхность	
2	Удельный объем пор	
3	Диаметр пор	

Результат проведения поверки: _____

Выдано свидетельство о поверке (извещение о непригодности)

от «__» _____ 20__ г, № _____

Поверитель _____

Подпись (Ф.И.О.)

Организация, проводившая поверку _____