

Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии
УРАЛЬСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ –
ФИЛИАЛ ФЕДЕРАЛЬНОГО ГОСУДАРСТВЕННОГО УНИТАРНОГО ПРЕДПРИЯТИЯ
«ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ
ИМ.Д.И.МЕНДЕЛЕЕВА»

(УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»)

СОГЛАСОВАНО

Директор УНИИМ – филиала

ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»



Е.П. Собина

" 31 " 10 2022 г.

«ГСИ. Анализаторы удельной поверхности Nova.

Методика поверки»

МП 59-251-2022

Екатеринбург

2022

ПРЕДИСЛОВИЕ

- 1 РАЗРАБОТАНА Уральским научно-исследовательским институтом метрологии – филиалом Федерального государственного унитарного предприятия «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева» (УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»)
- 2 ИСПОЛНИТЕЛЬ зам. зав. лаб. 251, Вострокнутова Е.В.
- 3 СОГЛАСОВАНА директором УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» в 2022 г.

СОДЕРЖАНИЕ

1	ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ	4
2	НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ	5
3	ПЕРЕЧЕНЬ ОПЕРАЦИЙ ПОВЕРКИ.....	5
4	ТРЕБОВАНИЯ К УСЛОВИЯМ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ	5
5	ТРЕБОВАНИЯ К СПЕЦИАЛИСТАМ, ОСУЩЕСТВЛЯЮЩИМ ПОВЕРКУ	6
6	МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ И ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ К СРЕДСТВАМ ПОВЕРКИ	6
7	ТРЕБОВАНИЯ (УСЛОВИЯ) ПО ОБЕСПЕЧЕНИЮ БЕЗОПАСНОСТИ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ.....	7
8	ВНЕШНИЙ ОСМОТР СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ.....	7
9	ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ И ОПРОБОВАНИЕ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ.....	8
10	ПРОВЕРКА ПРОГРАММНОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ	8
11	ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ.....	8
12	ПОДТВЕРЖДЕНИЕ СООТВЕТСТВИЯ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ МЕТРОЛОГИЧЕСКИМ ТРЕБОВАНИЯМ	9
13	ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ	9

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы удельной поверхности Nova (далее – анализаторы), выпускаемые фирмой «Anton Paar QuantaTec Inc», США. Анализаторы подлежат первичной (до ввода в эксплуатацию и после ремонта) и периодической поверке. Поверка анализаторов должна производиться в соответствии с требованиями настоящей методики.

1.2 При проведении поверки должна обеспечиваться прослеживаемость анализаторов:

- к ГЭТ 210-2019 «Государственному первичному эталону единиц удельной адсорбции газов, удельной поверхности, удельного объема пор, размера пор, открытой пористости и коэффициента газопроницаемости твердых веществ и материалов» в соответствии с приказом Росстандарта № 315 от 15.03.2021 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений удельной адсорбции газов, удельной поверхности, удельного объема пор, размера пор, открытой пористости и коэффициента газопроницаемости твердых веществ и материалов».

1.3 Настоящая методика поверки применяется для поверки анализаторов, используемых в качестве рабочих средств измерений.

1.4 В результате поверки должны быть подтверждены следующие метрологические требования, приведенные в таблице 1.

Таблица 1.

Наименование характеристики	Значение для модификации			
	Nova 600 BET	Nova 800 BET	Nova 600	Nova 800
Диапазон измерений удельной поверхности, м ² /г	от 0,01 до 4000			
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений удельной поверхности, %	±5			
Диапазон измерений диаметра пор, нм	-		от 2 до 100	
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений диаметра пор, %	-		±10	
Диапазон измерений удельного объема пор, см ³ /г	-		от 0,1 до 2,0	
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений удельного объема пор, %	-		± 10	

1.5 При реализации процедуры методики поверки используется метод прямых измерений.

2 Нормативные ссылки

2.1 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 Росстандарта Приказ 315 от 15.03.2021 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений удельной адсорбции газов, удельной поверхности, удельного объема пор, размера пор, открытой пористости и коэффициента газопроницаемости твердых веществ и материалов»

Приказ Министерства труда и Социальной защиты РФ от 15.12.2020 N 903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок»

3 Перечень операций поверки

3.1 Для поверки анализаторов должны быть выполнены операции, указанные в таблице 2.

Таблица 2.

Наименование операции поверки	Обязательность проведения операций поверки при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Внешний осмотр	да	да	8
Подготовка к поверке и опробование	да	да	9
Проверка программного обеспечения	да	да	10
Определение метрологических характеристик средства измерений	да	да	11
Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	да	да	12

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

3.3 На основании письменного заявления владельца анализатора или лица, представившего анализатор на поверку, оформленного в произвольной форме, допускается проведение периодической поверки в сокращенном объеме (для меньшего числа измеряемых величин). Данную информацию приводят в сведениях о поверке в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений.

4 Требования к условиям проведения поверки

4.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды, °С от +15 до +35
- относительная влажность, % от 20 до 80

5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

5.1 К проведению работ по поверке анализаторов допускаются лица, прошедшие обучение в качестве поверителя, изучившие РЭ на анализатор и настоящую методику поверки.

6 Метрологические и технические требования к средствам поверки

6.1 При проведении поверки применяют оборудование и стандартные образцы согласно таблице 3.

Таблица 3.

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
Раздел 11 Определение метрологических характеристик средства измерений	Стандартный образец сорбционных свойств нанопористых материалов со следующими метрологическими характеристиками: - интервал аттестованных значений удельной поверхности от 100 до 300 м ² /г, границы относительной погрешности аттестованного значения ±2,0 %; - интервал аттестованных значений удельного объёма пор от 0,2 до 1,0 см ³ /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 %; - 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 ±3,0 %;	Стандартный образец сорбционных свойств нанопористого оксида алюминия (Al ₂ O ₃ СО УНИИМ) ГСО 10449-2014
	Стандартный образец сорбционных свойств нанопористых материалов со следующими метрологическими характеристиками: - интервал аттестованных значений удельной поверхности от 30 до 60 м ² /г, границы относительной погрешности аттестованного значения ±4,0 %; - интервал аттестованных значений удельного объёма пор от 0,1 до 0,5 см ³ /г, границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения ±10,0 %; - интервал аттестованных значений среднего диаметра пор от 10 до 20 нм, границы	Стандартный образец сорбционных свойств нанопористого углерода (СО УНИИМ) ГСО 10735-2015

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
	<p>допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения $\pm 10,0\%$;</p> <p>- интервал аттестованных значений удельной адсорбции азота при минус $196\text{ }^\circ\text{C}$ и равновесном давлении азота P/P_0 от $0,5 \cdot 10^{-3}$ до $0,992$ в интервале от $0,05$ до 10 моль/кг, границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованных значений удельной адсорбции $\pm 10,0\%$</p>	
Раздел 9 Контроль условий поверки (при подготовке к поверке и опробовании средства измерений)	<p>Средства измерений температуры окружающей среды от $+15$ до $+35\text{ }^\circ\text{C}$ с абсолютной погрешностью не более $\pm 1\text{ }^\circ\text{C}$</p> <p>Средства измерений относительной влажности воздуха в диапазоне от 20% до 80% с абсолютной погрешностью не более $\pm 2\%$</p>	<p>Весы лабораторные электронные I (специального) класса точности по ГОСТ OIML R-76-1-2011</p> <p>термогигрометр электронный «CENTER» 313, пер.№22129-09</p>

6.2 Стандартные образцы, применяемые для поверки, должны иметь действующий паспорт, средства измерений должны быть поверены.

6.3 Допускается использовать при поверке другие утвержденные типы стандартных образцов и средств измерений, удовлетворяющие метрологическим требованиям, указанным в таблице 3.

7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

7.1 При проведении поверки должны быть соблюдены требования Приказа Министерства труда и Социальной защиты РФ от 15.12.2020 N 903н "Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок", требования ГОСТ 12.2.007.0.

8 Внешний осмотр средства измерений

8.1 При внешнем осмотре устанавливают:

- соответствие внешнего вида анализатора сведениям, приведенным в описании типа;
- отсутствие видимых повреждений анализатора;

- соответствие комплектности, указанной в РЭ;
- четкость обозначений и маркировки;
- наличие обозначения и заводского номера, четкость маркировки, а также отсутствие повреждений и дефектов, влияющих на работоспособность системы.

8.2 В случае, если при внешнем осмотре анализатора выявлены повреждения или дефекты способные оказать влияние на безопасность проведения поверки или результаты поверки, поверка может быть продолжена только после устранения этих повреждений или дефектов.

9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

9.1 Анализатор готовят к работе в соответствии с РЭ.

9.2 Проводят контроль условий поверки с помощью термогигрометра в соответствии с таблицей 3.

9.3 Средства поверки готовят к работе в соответствии эксплуатационной документацией. Проверяют работоспособность органов управления и регулировки анализатора в соответствии с РЭ.

9.4 Проводят калибровку анализатора согласно РЭ при необходимости.

10 Проверка программного обеспечения средства измерений

10.1 Проводят проверку идентификационных данных встроенного программного обеспечения (далее - ПО) анализатора сравнением с данными, приведенными в описании типа.

10.2 Номер версии встроенного ПО идентифицируется на экране анализатора в нижней строке во время работы анализатора. Номер версии ПО должен соответствовать требованиям, приведенным в таблице 4.

Таблица 4.

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	-
Номер версии (идентификационный номер) ПО	не ниже 1.01
Цифровой идентификатор ПО	-

10.3 Проводят проверку идентификационных данных внешнего ПО анализатора сравнением с данными, приведенными в описании типа.

10.4 Номер версии внешнего ПО и его наименование выводятся на экран кнопкой меню About. Номер версии ПО должен соответствовать требованиям, приведенным в таблице 5.

Таблица 5.

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	Kaomi for NOVA
Номер версии (идентификационный номер) ПО	не ниже 1.0
Цифровой идентификатор ПО	-

11 Определение метрологических характеристик средства измерений

11.1 Определение относительной погрешности измерений удельной поверхности, удельного объема и диаметра пор

11.1.1 Определение относительной погрешности измерений удельной поверхности, удельного объема и диаметра пор проводят с помощью стандартных образцов утвержденного типа из таблицы 3 (далее ГСО).

11.1.2 Для проведения измерений берут навеску ГСО, указанных в таблице 3. Далее проводят 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).

11.2 Проверка диапазонов измерений удельной поверхности, удельного объема и диаметра пор

Проверку диапазонов измерений удельной поверхности, удельного объема и диаметра пор проводят одновременно с определением относительных погрешностей измерений удельной поверхности, удельного объема и диаметра пор по 11.1 настоящей методики поверки.

12 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

12.1 Для каждого j -ого результата измерений удельной поверхности, удельного объема пор и диаметра пор в ГСО рассчитывают относительную погрешность измерений по формуле

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

где X_{ij} - j -ый результат измерений удельной поверхности ($\text{м}^2/\text{г}$) / удельного объема пор ($\text{см}^3/\text{г}$) / диаметра пор (нм) i -ого ГСО;

A_i - аттестованное значение удельной поверхности ($\text{м}^2/\text{г}$) / удельного объема пор ($\text{см}^3/\text{г}$) / диаметра пор (нм) i -ого ГСО.

12.2 Полученные значения относительных погрешностей измерений удельной поверхности, удельного объема пор и диаметра пор должны удовлетворять требованиям таблицы 1.

12.3 За диапазоны измерений удельной поверхности, удельного объема пор и диаметра пор принимают данные таблицы 1, если для всех результатов измерений значения относительных погрешностей не превышали пределов, указанных в таблице 1.

13 Оформление результатов поверки

13.1 Результаты поверки оформляются протоколом в произвольной форме.

13.2 При положительных результатах поверки средство измерений признают пригодным к применению.

13.3 При отрицательных результатах поверки средство измерений признают непригодным к применению.

13.4 По заявлению владельца средства измерений или лица, представляющего средство измерений на поверку, при положительных результатах поверки оформляется свидетельство о поверке, при отрицательных – извещение о непригодности.

13.5 Сведения о результатах поверки передают в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в соответствии с установленным порядком. В сведениях о результатах поверки приводят данные об объеме проведенной поверки.

Зам. зав. лаб.251 УНИИМ – филиала
ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»



Е.В. Вострокнутова