

Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии
Федеральное государственное унитарное предприятие
«Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им.Д.И.Менделеева»
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. Соби́на
09 2024 г.

«ГСИ. Анализаторы удельной поверхности IMC ProSurf V.
Методика поверки»

МП 44-251-2024

Екатеринбург
2024 г.

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 младший научный сотрудник лаб. 251, Аронов И.П.
3. СОГЛАСОВАНА директором УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева» в 2024 г.

СОДЕРЖАНИЕ

1	Общие положения	4
2	Нормативные ссылки	4
3	Перечень операций поверки средства измерений.....	5
4	Требования к условиям проведения поверки.....	5
5	Требования к специалистам, осуществляющим поверку.....	5
6	Метрологические и технические требования к средствам поверки.....	5
7	Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки	6
8	Внешний осмотр средства измерений.....	7
9	Подготовка к поверке и опробование средства измерений	7
10	Проверка программного обеспечения средства измерений.....	7
11	Определение метрологических характеристик средства измерений	7
12	Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям.....	8
13	Оформление результатов поверки.....	8

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы удельной поверхности IMC ProSurf V (далее – анализаторы), выпускаемые ООО «Группа Ай-Эм-СИ», Россия (производственная площадка: Anhui Zhongtai Huayi Communication Technology Co., LTD, Китай). Анализаторы подлежат первичной и периодической поверке. Поверка анализаторов должна производиться в соответствии с требованиями настоящей методики.

1.2 При проведении поверки прослеживаемость анализаторов обеспечивается к ГЭТ 210-2019 «Государственный первичный эталон 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 Российской Федерации от 15.03.2021 г. № 315 «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 В настоящей методике поверки реализована поверка методом прямых измерений.

1.4 Настоящая методика поверки применяется для поверки анализаторов, используемых в качестве рабочих средств измерений. В результате поверки должны быть подтверждены метрологические требования, приведенные в таблице 1.

Таблица 1 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение для модификаций	
	1220 1440	3210 3220 3440
Диапазон измерений удельной поверхности, м ² /г	от 0,01 до 2000	
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений удельной поверхности, %, в поддиапазоне:		
– от 0,01 до 1 м ² /г включ.	± 8	
– св. 1 до 2000 м ² /г	± 5	
Диапазон измерений размера пор, нм	от 2 до 100	от 0,4 до 100
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений размера пор, %	± 10	
Диапазон измерений удельного объема пор, см ³ /г	от 0,05 до 2,0	
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений удельного объема пор, %	± 10	

2 Нормативные ссылки

2.1 В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

– Приказ Министерства труда и Социальной защиты РФ от 15.12.2020 № 903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок»;

– Приказ Росстандарта № 315 от 15.03.2021 г. «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»;

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

3 Перечень операций поверки средства измерений

3.1 При поверке должны быть выполнены операции, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Операции поверки

Наименование операции	Обязательность проведения операций 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 средства измерений	да	да	10
Определение метрологических характеристик средства измерений	да	да	11
Определение относительной погрешности измерений удельной поверхности, удельного объема пор и размера пор	да	да	11.1
Проверка диапазона измерений удельной поверхности, удельного объема пор и размера пор	да	да	11.2
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 для меньшего числа измеряемых величин и/или на меньшем числе поддиапазонов измерений (поверка в сокращенном объеме) с указанием в сведениях о поверке информации об объеме проведенной поверки. Данная информация приводится в свидетельстве о поверке (в случае его оформления) и в сведениях, направляемых в Федеральный информационный фонд 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 + 10 до + 30
- 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 анализаторы и настоящую методику поверки.

6 Метрологические и технические требования к средствам поверки

6.1 При проведении поверки применяют оборудование согласно таблице 3.

Таблица 3 – Средства поверки

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
п. 9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений	Средства измерений температуры окружающей среды в диапазоне измерений от плюс 10 до плюс 30 °С с абсолютной погрешностью не более 1 °С; Средства измерений относительной влажности воздуха в диапазоне от 20 % до 80 %, с абсолютной погрешностью не более 3 %	Термогигрометры электронные «CENTER» моделей 310, 311, 313, 314, 315, 316 (пер.№ 22129-09)
п.11 Определение метрологических характеристик средства измерений	Весы лабораторные, диапазон измерений массы от 0,001 до 200 г, класс точности первый специальный по ГОСТ Р 53228-2008	Весы лабораторные XP Analytical XP205 (пер.№ 44573-10)
	Стандартные образцы сорбционных свойств, интервал допускаемых аттестованных значений удельной поверхности от 0,01 до 1 м ² /г, границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения при P=0,95 не более ± 4,0 %	ГСО 10900-2017
	Стандартные образцы сорбционных свойств, интервал допускаемых аттестованных значений удельной поверхности от 100 до 500 м ² /г, границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения при P=0,95 не более ± 2,5 %; интервал допускаемых аттестованных значений удельного объема пор от 0,2 до 1,5 см ³ /г, границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения при P=0,95 не более ± 5,0 %; интервал допускаемых аттестованных значений среднего диаметра пор от 5 до 20 нм, границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения при P=0,95 не более ± 5,0 %;	ГСО 10449-2014 ГСО 11131-2018
	Стандартные образцы сорбционных свойств, интервал допускаемых аттестованных значений удельной поверхности от 500 до 2000 м ² /г, границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения при P=0,95 не более ± 5,0 %; интервал допускаемых аттестованных значений удельного объема пор от 0,1 до 0,5 см ³ /г, границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения при P=0,95 не более ± 5,0 %.	ГСО 10734-2015 ГСО 11154-2018

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

6.3 Допускается использовать при поверке другие стандартные образцы и средства измерений утвержденного типа, обеспечивающие определение метрологических характеристик поверяемого анализатора с требуемой точностью.

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 № 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;
- наличие обозначения и серийного номера, четкость маркировки, а также отсутствие повреждений и дефектов, влияющих на работоспособность анализатора.

9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

9.1 Проводят контроль условий поверки с помощью термогигрометра в соответствии с п.6 настоящей методики поверки.

9.2 Перед проведением поверки анализатор готовят к работе в соответствии с РЭ, проверяют работоспособность органов управления и регулировки анализатора.

9.3 Стандартные образцы готовят к поверке в соответствии с их паспортами.

9.4 При включении анализатора должны отсутствовать сообщения об ошибках.

9.5 Проводят дегазацию стандартных образцов. Параметры дегазации устанавливают в соответствии с паспортами стандартных образцов.

10 Проверка программного обеспечения средства измерений

10.1 Проводят проверку идентификационных данных программного обеспечения (далее – ПО) анализатора: в строке команд выбирают «Help» пункт меню «About». Наименование и номер версии ПО анализатора должны соответствовать требованиям, приведенным в таблице 4.

Таблица 4 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	AppCIMain
Номер версии (идентификационный номер) ПО	6.XXX*
Цифровой идентификатор ПО	-

*«X» не относится к метрологически значимой части ПО и принимает значения от 0 до 9

11 Определение метрологических характеристик средства измерений

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

11.1.1 Для анализаторов модификаций 1220 и 1440 проводят не менее двух измерений удельной поверхности стандартного образца с аттестованным значением удельной поверхности в диапазоне от 0,01 до 1 м²/г и удельной поверхности, удельного объема пор и размера пор стандартного образца с аттестованным значением удельной поверхности в диапазоне от 100 до 500 м²/г (согласно таблице 3) в соответствии с руководством по эксплуатации анализатора и инструкцией по применению данных стандартных образцов (необходимо соблюдать рекомендуемые условия термотренировки и параметры выполнения измерений, указанные в паспортах данных стандартных образцов). Результаты измерений удельной поверхности, удельного объема пор и размера пор записывают в протокол.

11.1.2 Для анализаторов модификаций 3210, 3220 и 3440 проводят не менее двух измерений удельной поверхности стандартного образца с аттестованным значением удельной поверхности в диапазоне от 0,01 до 1 м²/г и удельной поверхности, удельного объема пор и размера пор стандартных образцов с аттестованными значениями удельной поверхности в диапазонах от 100 до 500 м²/г и от 500 до 2000 м²/г (согласно таблице 3) в соответствии с руководством по эксплуатации анализатора и инструкцией по применению данных стандартных образцов (необходимо соблюдать рекомендуемые условия термотренировки и параметры выполнения измерений, указанные в паспортах данных стандартных образцов). Результаты измерений удельной поверхности, удельного объема пор и размера пор записывают в протокол.

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

11.2.1 Проверку диапазонов измерений удельной поверхности, удельного объема пор и размера пор проводят одновременно с определением относительной погрешности по п. 11.1 настоящей методики поверки.

12 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

12.1 Используя результаты измерений, полученные в п. 11.1 настоящей методики поверки, рассчитать значения относительной погрешности каждого результата измерений удельной поверхности, удельного объема пор и размера пор каждого стандартного образца 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 ($\text{см}^3/\text{г}$) / размера пор (нм) i -ого стандартного образца;

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

12.2 Полученные значения относительной погрешности измерений удельной поверхности, удельного объема пор, размера пор по формуле (1) для всех результатов измерений должны соответствовать требованиям таблицы 1.

12.3 За диапазон измерений принимают диапазон измерений удельной поверхности / удельного объема пор / размера пор, если полученные по формуле (1) значения удовлетворяют требованиям таблицы 1.

13 Оформление результатов поверки

13.1 Результаты поверки оформляются протоколом в произвольной форме.

13.2 При положительных результатах поверки анализатор признают пригодным к применению.

13.3 Нанесение знака поверки на анализаторы не предусмотрено. Пломбирование анализаторов не предусмотрено.

13.4 При отрицательных результатах поверки анализатор признают непригодным к применению.

13.5 По заявлению владельца средства измерений или лица, представившего его на поверку, аккредитованное на поверку лицо, проводившее поверку, в случае положительных результатов поверки выдает свидетельство о поверке, оформленное в соответствии с требованиями к содержанию свидетельства о поверке, утвержденными действующими на момент проведения поверки нормативно-правовыми актами в области обеспечения единства измерений или в случае отрицательных результатов поверки выдает извещение о непригодности к применению средства измерений.

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

Младший научный сотрудник лаб. 251 УНИИМ –
филиала ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»



И.П. Аронов