

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

"28" 07 2025 г.

«ГСИ. Анализаторы удельной поверхности и размера
пор Altamira. Методика поверки»

МП 66-251-2023

Екатеринбург

2025 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 зам. зав. лаб. 251, Вострокнутова Е.В.
3. СОГЛАСОВАНА директором УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева» в 2025 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	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	7
10	Проверка программного обеспечения средства измерений	7
11	Определение метрологических характеристик средства измерений.....	8
12	Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	8
13	Оформление результатов поверки	9

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы удельной поверхности и размера пор Altamira (далее – анализаторы). 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 от 15.03.2021 № 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 моделей	
	Quick 200, Matrix 1000 исполнение JxW0-01	TOP 200, Matrix 1000 исполнение JxWy-0z
Диапазон измерений удельной поверхности, м ² /г	от 0,01 до 4000	
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений удельной поверхности, %, в поддиапазоне: – от 0,01 до 1 м ² /г включ. – св. 1 до 4000 м ² /г	± 10 ± 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 от 15.03.2021 № 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»;

– ГОСТ Р 53228-2008 «Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания»;

– 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 и выполняются операции по п. 13.4.

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.

3.4 На основании письменного заявления владельца анализатора или лица, представившего анализатор на поверку, оформленного в произвольной форме, допускается проведение периодической поверки для анализаторов, состоящих из двух или трех блоков анализа, для меньшего числа блоков анализа (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 + 15 до + 25 |
| - 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 руководство по эксплуатации (далее – РЭ) анализаторов 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 °С до плюс 40 °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 от 0,001 до 200 г, первый специальный класс точности 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 1,0 м ² /г, границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения при P=0,95 не более $\pm 4,0$ %.	ГСО 10900-2017
	Стандартные образцы сорбционных свойств, интервал допускаемых аттестованных значений удельной поверхности от 1 до 4000 м ² /г, границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения при P=0,95 не более $\pm 2,5$ %; интервал допускаемых аттестованных значений удельного объема пор от 0,05 до 2,0 см ³ /г, границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения при P=0,95 не более $\pm 5,0$ %; интервал допускаемых аттестованных значений среднего диаметра пор от 0,4 до 100 нм, границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения при P=0,95 не более $\pm 5,0$ %.	ГСО 10449-2014 ГСО 12390-2023 ГСО 11131-2018 ГСО 11154-2018 ГСО 11155-2018 ГСО 10734-2015

Примечание – Допускается использовать при поверке другие утвержденные и аттестованные эталоны единиц величин, средства измерений утвержденного типа и поверенные,

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
<i>стандартные образцы с действующим паспортом, удовлетворяющие метрологическим требованиям, указанным в таблице.</i>		

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 (далее – ГСО) готовят к поверке в соответствии с их паспортами.

9.4 При включении анализатора должны отсутствовать сообщения об ошибках.

9.5 Проводят дегазацию ГСО. Параметры дегазации устанавливают в соответствии с паспортами ГСО.

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 для моделей		
	Quick 200	TOP 200	Matrix 1000
Идентификационное наименование ПО	Synchronized Pore Analysis System	Surface Area & Pore Size Analyzer System	Volumetric analysis system
Номер версии (идентификационный номер) ПО	20.X*	20.X*	00.X*
Цифровой идентификатор ПО	—		

* «X» является метрологически незначимой частью ПО и принимает значения от 0 до 9999, буквенные символы от а до z, математические и пунктуационные знаки.

11 Определение метрологических характеристик средства измерений

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

11.1.1 Для моделей Quick 200, Matrix 1000 исполнение JxW0-0z проводят не менее двух измерений:

- удельной поверхности не менее одного ГСО с аттестованным значением удельной поверхности в поддиапазоне от 0,01 до 1 м²/г; не менее двух ГСО с аттестованным значением удельной поверхности в поддиапазоне св. 1 до 4000 м²/г;

- удельного объема пор не менее двух ГСО с аттестованным значением удельного объема пор в диапазоне от 0,05 до 2,0 см³/г;

- размера пор не менее двух ГСО с аттестованным значением размера пор в диапазоне от 2 до 100 нм;

в соответствии с РЭ анализатора и инструкцией по применению данных ГСО (необходимо соблюдать рекомендуемые условия термотренировки и параметры выполнения измерений, указанные в паспортах данных ГСО). Результаты измерений удельной поверхности, удельного объема пор и размера пор записывают в протокол.

11.1.2 Для моделей TOP 200, Matrix 1000 исполнение JxWy-0z проводят не менее двух измерений:

- удельной поверхности не менее одного ГСО с аттестованным значением удельной поверхности в поддиапазоне от 0,01 до 1 м²/г; не менее двух ГСО с аттестованным значением удельной поверхности в поддиапазоне св. 1 до 4000 м²/г;

- удельного объема пор не менее двух ГСО с аттестованным значением удельного объема пор в диапазоне от 0,05 до 2,0 см³/г;

- размера пор не менее двух ГСО с аттестованным значением размера пор в диапазоне от 0,4 до 100 нм. Один из используемых ГСО должен иметь аттестованное значение размера пор до 2 нм.

в соответствии с РЭ анализатора и инструкцией по применению данных ГСО (необходимо соблюдать рекомендуемые условия термотренировки и параметры выполнения измерений, указанные в паспортах данных ГСО). Результаты измерений удельной поверхности, удельного объема пор и размера пор записывают в протокол.

Примечание – Измерения удельной поверхности одного ГСО с аттестованным значением удельной поверхности в поддиапазоне св. 1 до 4000 м²/г проводят на всех портах анализа каждого измерительного блока анализатора. Измерения удельного объема и размера пор ГСО проводят не менее чем на одном порту анализа каждого измерительного блока анализатора.

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 значения, полученные в п. 11.1 настоящей методики поверки, рассчитать значения относительной погрешности каждого результата измерений удельной поверхности, удельного объема пор и размера пор в каждого ГСО по формуле

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

где X_{ij} – j -ый результат измерений удельной поверхности / удельного объема пор / размера пор i -ого ГСО, м²/г / см³/г / нм;

A_i – аттестованное значение удельной поверхности / удельного объема пор / размера пор i -ого ГСО, м²/г / см³/г / нм.

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, указанный в таблице 1, 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.

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



Е.В. Вострокнутова