

УТВЕРЖДЕНА
приказом Федерального агентства
по техническому регулированию
и метрологии
от «15» марта 2021 г. № 315

**ГОСУДАРСТВЕННАЯ ПОВЕРОЧНАЯ СХЕМА
ДЛЯ СРЕДСТВ ИЗМЕРЕНИЙ
УДЕЛЬНОЙ АДсорбции ГАЗОВ, УДЕЛЬНОЙ ПОВЕРХНОСТИ,
УДЕЛЬНОГО ОБЪЕМА ПОР, РАЗМЕРА ПОР, ОТКРЫТОЙ
ПОРИСТОСТИ И КОЭФФИЦИЕНТА ГАЗОПРОНИЦАЕМОСТИ
ТВЕРДЫХ ВЕЩЕСТВ И МАТЕРИАЛОВ**

1. Область применения

Государственная поверочная схема для средств измерений характеристик пористости и проницаемости твердых веществ и материалов устанавливает назначение государственного первичного эталона единиц удельной адсорбции газов, удельной поверхности, удельного объема пор, размера пор, открытой пористости и коэффициента газопроницаемости твердых веществ и материалов и порядок передачи единиц¹⁾ удельной адсорбции (моль/кг или м³/кг), удельной поверхности (м²/г), удельного объема пор (м³/г), размера пор (м), открытой пористости (%) и коэффициента газопроницаемости (мкм²) от государственного первичного эталона с помощью рабочих эталонов в виде стандартных образцов и установок измерительных средств измерений с указанием погрешностей и основных методов передачи единиц.

Графическая часть 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 представлена в приложении А.

2. Нормативные ссылки

В настоящей поверочной схеме использованы нормативные ссылки на следующие документы:

ГОСТ Р 8.563-2009 «Государственная система обеспечения единства измерений. Методики (методы) измерений»

РМГ 29-2013 «Государственная система обеспечения единства измерений. Метрология. Основные термины и определения»

3. Сокращения

В настоящем документе использованы следующие сокращения:

ГПЭ - государственный первичный эталон;

НМИ - национальные метрологические институты;

СО – стандартные образцы утвержденного типа;

СКО - среднее квадратическое отклонение.

4. Государственный первичный эталон единиц удельной адсорбции газов, удельной поверхности, удельного объема пор, размера пор, открытой пористости и коэффициента газопроницаемости твердых веществ и материалов

4.1. Государственный первичный эталон единиц удельной адсорбции газов, удельной поверхности, удельного объема пор, размера пор, открытой

¹⁾ Передача единиц характеристик пористости и проницаемости с помощью эталонов сравнения, рабочих эталонов осуществляется при поверке, калибровке средств измерений, испытаниях средств измерений и стандартных образцов, аттестации методик (методов) измерений, контроле точности измерений, выполняемых по аттестованным методикам (методам) измерений (термины и соответствующие определения установлены в рекомендациях по межгосударственной стандартизации РМГ 29 и ГОСТ Р 8.563).

пористости и коэффициента газопроницаемости твердых веществ и материалов (далее - ГПЭ) предназначен для хранения, воспроизведения и передачи единиц удельной адсорбции газов, удельной поверхности, удельного объема пор, размера пор, открытой пористости и коэффициента газопроницаемости твердых веществ и материалов.

Воспроизведение единиц удельной адсорбции газов, удельной поверхности, удельного объема пор, размера пор базируется на газоадсорбционном (объемном) методе и методе ртутной порометрии. Воспроизведение единицы открытой пористости базируется на методах гидростатического взвешивания и гелиевой пикнометрии. Воспроизведение единицы коэффициента газопроницаемости базируется на методе стационарной фильтрации. Для воспроизведения единиц величин, характеризующих пористость и газопроницаемость, используются фундаментальные физические константы (число Авогадро, молярный объем идеального газа) и общепризнанные узкоспециализированные константы в соответствии с государственными стандартными справочными данными и международными документами по стандартизации (площадь занимаемая одной молекулой газа, плотность газа, динамическая вязкость газа, теплоемкость при постоянном давлении газов, плотность ртути и дистиллированной воды).

4.2. Государственный первичный эталон состоит из комплекса следующих средств измерений и вспомогательных устройств:

эталонная установка, реализующая газоадсорбционный (объемный) метод для воспроизведения удельной адсорбции газов, удельной поверхности, удельного объема и размера пор твердых веществ и материалов;

эталонная установка, реализующая метод ртутной порометрии для воспроизведения удельного объема и размера пор;

эталонная установка, реализующая метод стационарной фильтрации для воспроизведения коэффициента газопроницаемости и гелиевой пикнометрии для воспроизведения открытой пористости в пластовых условиях при давлении (2-3) МПа;

эталонная установка, реализующая метод гелиевой пикнометрии для воспроизведения открытой пористости при атмосферном давлении;

эталонная установка, реализующая метод гидростатического взвешивания для воспроизведения открытой пористости;

эталонные сравнения;

блок измерений массы пробы;

блок подготовки образцов;

блок контроля условий окружающей среды;

блок обработки измерительной информации.

4.3. Государственный первичный эталон обеспечивает воспроизведение единиц удельной адсорбции газов, удельной поверхности, удельного объема пор, размера пор, открытой пористости и коэффициента газопроницаемости твердых веществ и материалов с метрологическими характеристиками, приведенными в таблице 1.

Таблица 1 - Метрологические характеристики государственного первичного эталона

Наименование характеристики	Значение характеристики					
	Удельная адсорбция	Удельная поверхность	Удельный объем пор	Размер пор	Открытая пористость	Коэффициент газопроницаемости
Диапазон	от 0,001 до 250 моль/кг	от 0,10 до 2500 м ² /г	от 0,05 до 2,00 см ³ /г	от 0,4 до 70000 нм	от 3 до 50 %	от 1·10 ⁻³ до 5 мкм ²
Относительное СКО результата измерений, S_0 , % ($n=5$)	от 0,02 до 1,0	от 0,05 до 0,8	от 0,09 до 0,9	от 0,09 до 2,0	от 0,002 до 1,5	от 0,04 до 1,2
Доверительные границы относительной неисключённой систематической погрешности, θ_0 , % ($P=0,95$)	от 0,2 до 1,0	от 0,4 до 1,1	от 0,1 до 1,1	от 0,25 до 5,0	от 0,04 до 2,1	от 0,17 до 2,7
Относительная стандартная неопределённость типа А, u_{A0} , % ($n=5$)	от 0,02 до 1,0	от 0,05 до 0,8	от 0,09 до 0,9	от 0,09 до 2,0	от 0,002 до 1,5	от 0,04 до 1,2
Относительная стандартная неопределённость типа В, u_{B0} , %	от 0,09 до 0,5	от 0,2 до 0,6	от 0,05 до 0,6	от 0,13 до 2,6	от 0,02 до 1,1	от 0,09 до 1,4

4.4. В качестве эталонов сравнения используют пористые и непористые вещества и материалы, имеющие метрологические характеристики, представленные в таблице 2.

Таблица 2 - Метрологические характеристики эталонов сравнения, входящих в состав государственного первичного эталона

Наименование характеристики	Значение характеристики					
	Удельная адсорбция	Удельная поверхность	Удельный объем пор	Размер пор	Открытая пористость	Коэффициент газопроницаемости
Диапазон	от 0,001 до 250 моль/кг	от 0,10 до 2500 м ² /г	от 0,05 до 2,00 см ³ /г	от 0,7 до 70000 нм	от 3 до 50 %	от 1·10 ⁻³ до 5 мкм ²
Доверительные границы относительной погрешности, δ_o , % (P=0,95)	от 0,4 до 2,0	от 0,4 до 2,0	от 0,5 до 2,0	от 0,6 до 4,0	от 0,05 до 2,2	от 1,4 до 3,0
Относительная суммарная стандартная неопределённость, u_{Co} , %	от 0,2 до 1,0	от 0,2 до 1,0	от 0,25 до 1,0	от 0,3 до 2,0	от 0,025 до 1,1	от 0,7 до 1,5

4.5. Государственный первичный эталон применяют в целях:

4.5.1. Передачи единиц удельной адсорбции газов, удельной поверхности, удельного объема пор, размера пор, открытой пористости и коэффициента газопроницаемости рабочим эталонам 1-го и 2-го разряда (стандартным образцам пористых и непористых веществ и материалов) методом прямых измерений, рабочим эталонам 1-го разряда (установкам измерительным) и средствам измерений высокой точности методом непосредственного сличения;

4.5.2. Установления эквивалентности эталонов НМИ стран, подписавших договоренность о взаимном признании национальных эталонов и сертификатов калибровки и измерений, выдаваемых НМИ, в рамках международных сличений.

5. Рабочие эталоны

5.1 Рабочие эталоны 1-го разряда

5.1.1 В качестве рабочих эталонов 1-го разряда используют:

5.1.1.1. Установки измерительные (анализаторы удельной адсорбции газов, удельной поверхности, удельного объема и размера пор твердых веществ и материалов, анализаторы газоадсорбционные, порозиметры ртутные, поромеры, гелиевые пикнометры, анализаторы пористости и газопроницаемости), имеющие следующие метрологические характеристики: диапазон измерений удельной адсорбции газов от 0,001 до 250 моль/кг (от 0,02 до 5600 см³/г) и доверительные границы относительной погрешности $\pm(1,0 \text{ \%}-4,0 \text{ \%})$ при доверительной вероятности $P=0,95$, диапазон измерений удельной поверхности от 0,10 до 2500 м²/г и доверительные границы относительной погрешности $\pm(1,0 \text{ \%}-4,0 \text{ \%})$ при доверительной вероятности

$P=0,95$, диапазон измерений удельного объема пор от 0,05 до 2,00 см³/г и доверительные границы относительной погрешности $\pm(1,0 \%-4,0 \%)$ при доверительной вероятности $P=0,95$, диапазон измерений размера пор от 0,4 до 70000 нм и доверительные границы относительной погрешности $\pm(1,0 \%-6,0 \%)$ при доверительной вероятности $P=0,95$, диапазон измерений открытой пористости от 0 до 50 % и доверительные границы относительной погрешности $\pm(0,10 \%-5,0 \%)$ при доверительной вероятности $P=0,95$, диапазон измерений коэффициента газопроницаемости от $1 \cdot 10^{-3}$ до 5 мкм² и доверительные границы относительной погрешности $\pm(1,5 \%-4,0 \%)$ при доверительной вероятности $P=0,95$;

5.1.1.2. Стандартные образцы пористых и непористых веществ и материалов (требования к метрологическим характеристикам приведены в таблице 3).

5.1.2. Рабочие эталоны 1-го разряда в виде стандартных образцов пористых и непористых веществ и материалов предназначены для передачи единиц удельной адсорбции газов, удельной поверхности, удельного объема пор, размера пор, открытой пористости и коэффициента газопроницаемости средствам измерений высокой и низкой точности методом прямых измерений.

5.1.3. Рабочие эталоны 1-го разряда в виде установок измерительных предназначены для передачи единиц удельной адсорбции газов, удельной поверхности, удельного объема пор, размера пор, открытой пористости и коэффициента газопроницаемости рабочим эталонам 2-го разряда в виде стандартных образцов пористых и непористых веществ и материалов методом прямых измерений.

5.2. Рабочие эталоны 2-го разряда

5.2.1. В качестве рабочих эталонов 2-го разряда используют стандартные образцы пористых и непористых веществ и материалов (требования к метрологическим характеристикам приведены в таблице 4).

5.2.2. Рабочие эталоны 2-го разряда в виде стандартных образцов пористых и непористых веществ и материалов предназначены для передачи единиц удельной адсорбции газов, удельной поверхности, удельного объема пор, размера пор, открытой пористости и коэффициента газопроницаемости средствам измерений низкой точности методом прямых измерений.

**Таблица 3 - Требования к метрологическим характеристикам рабочих эталонов
1-го разряда – стандартных образцов пористых и непористых веществ
и материалов**

Матрица СО	Наименование величины, единица измерений	Интервал аттестованных значений	Доверительные границы относительной погрешности, δ_o , % (при $P = 0,95$)
- Непористые вещества и материалы (порошки металлов и их оксиды, в том числе и наноразмерные, стеклянные шарики, керамические материалы, пленки и др.); - Микропористые вещества и материалы (цеолиты, сажа, активированные угли и др.); - Мезо- и макропористые вещества и материалы (керамика, мембраны, гранулы на основе оксида алюминия, кремния, титана и др.)	Удельная адсорбция, моль/кг или (см ³ /г)	0,001 - 250 (0,02-5600)	1 – 4
	Удельная поверхность, м ² /г	0,10 - 2500	1 – 4
	Удельный объем пор, см ³ /г	0,05 - 2,00	1 – 4
	Размер пор, нм	0,7 - 70000	1 – 6
	Открытая пористость, %	0 – 50	0,10 – 5
	Коэффициент газопроницаемости, мкм ²	$1 \cdot 10^{-3} - 5$	1,5 – 4

П р и м е ч а н и е – Примерами могут служить стандартные образцы утвержденных типов:

- ГСО 10449-2014 СО сорбционных свойств нанопористого оксида алюминия (Al₂O₃ СО УНИИМ);
- ГСО 10734-2015 СО сорбционных свойств нанопористого цеолита (Zeolite СО УНИИМ);
- ГСО 10735-2015 СО сорбционных свойств нанопористого углерода (С СО УНИИМ);
- ГСО 10900-2017 СО удельной поверхности кварцевого песка (QSiO₂ СО УНИИМ);
- ГСО 11131-2018 СО сорбционных свойств нанопористого оксида кремния (15-SiO₂ СО УНИИМ);
- ГСО 11154-2018 СО сорбционных свойств нанопористого оксида кремния (2,2-SiO₂ СО УНИИМ);
- ГСО 1155-2018 СО сорбционных свойств нанопористого оксида кремния (6-SiO₂ СО УНИИМ);
- ГСО 11358-2019 СО пористости нанопористого оксида алюминия (ХПРП-Al₂O₃ СО УНИИМ);
- ГСО 11359-2019 СО пористости мембраны на основе оксида алюминия (Al₂O₃-9000 СО УНИИМ);
- ГСО 11376-2019 СО пористости мембраны на основе оксида алюминия (Al₂O₃-60000 СО УНИИМ);
- ГСО 10583-2015 СО открытой пористости твердых веществ, материалов (имитаторы) (комплект ОПТВ СО УНИИМ);
- ГСО 11116-2018/ГСО 11119-2018 СО открытой пористости горных пород (имитаторы) (набор ОПГП СО УНИИМ);
- ГСО 11546-2020/ГСО 11550-2020 СО газопроницаемости горных пород (имитатор) (набор СО ГП).

В настоящее время ведутся исследования по разработке новых типов стандартных образцов.

**Таблица 4 - Требования к метрологическим характеристикам рабочих эталонов
2-го разряда – стандартных образцов пористых и непористых веществ
и материалов**

Матрица СО	Наименование величины, единица измерений	Интервал аттестованных значений	Доверительные границы относительной погрешности, δ_0 , % (при $P = 0,95$)
- Непористые вещества и материалы (порошки металлов и их оксиды, в том числе и наноразмерные, стеклянные шарики, керамические материалы, пленки и др.); - Микропористые вещества и материалы (цеолиты, сажа, активированные угли и др.); - Мезо- и макропористые вещества и материалы (оксиды алюминия, кремния, титана и др.).	Удельная адсорбция, моль/кг или (см ³ /г)	0,001 - 250 (0,02-5600)	4-15
	Удельная поверхность, м ² /г	0,10 - 2500	4-15
	Удельный объем пор, см ³ /г	0,05 - 2,00	4-15
	Размер пор, нм	0,7 - 70000	4-15
	Открытая пористость, %	0 – 50	0,20-10
	Коэффициент газопроницаемости, мкм ²	$1 \cdot 10^{-3} - 5$	4-10
П р и м е ч а н и е – Примерами могут служить стандартные образцы: - ГСО 10294-2013 ÷ ГСО 10297-2013 СО сорбционных свойств материала на основе диоксида кремния			

6. Средства измерений

6.1. В качестве средств измерений используют:

6.1.1. Средства измерений высокой точности (анализаторы газоадсорбционные, анализаторы удельной поверхности, анализаторы удельной поверхности и пористости, поромеры, порозиметры ртутные, гелиевые пикнометры, анализаторы пористости и проницаемости и др.);

6.1.2. Средства измерений низкой точности (анализаторы газоадсорбционные, анализаторы удельной поверхности, анализаторы на основе метода термодесорбции, анализаторы удельной поверхности и пористости, поромеры, порозиметры, анализаторы на основе метода воздухопроницаемости, анализаторы пористости и проницаемости и др.).

6.2. Средства измерений высокой точности имеют диапазон измерений удельной адсорбции газов от 0,001 до 250 моль/кг (от 0,02 до 5600 см³/г), диапазон измерений удельной поверхности от 0,010 до 4000 м²/г, диапазон измерений удельного объема пор от $4 \cdot 10^{-4}$ до 2,00 см³/г, диапазон измерений размера пор от 0,4 до 70000 нм, диапазон измерений открытой пористости от 0 до 50 % и диапазон измерений коэффициента газопроницаемости от $1 \cdot 10^{-3}$ до 5 мкм².

6.3. Средства измерений низкой точности имеют диапазон измерений удельной адсорбции газов от 0,001 до 250 моль/кг (от 0,02 до 5600 см³/г), диапазон измерений удельной поверхности от 0,010 до 4000 м²/г, диапазон измерений удельного объема пор от 0,05 до 2,00 см³/г, диапазон измерений размера пор от 0,4 до 70000 нм, диапазон измерений открытой пористости от 0 до 50 % и диапазон измерений коэффициента газопроницаемости от $1 \cdot 10^{-3}$ до 5 мкм².

6.4. Пределы допускаемой относительной погрешности средств измерений удельной адсорбции газов, удельной поверхности, удельного объема и размера пор высокой точности Δ_0 составляют от 2 % до 10 %, пределы допускаемой относительной погрешности средств измерений открытой пористости высокой точности Δ_0 составляют от 0,2 % до 10 %, пределы допускаемой относительной погрешности средств измерений коэффициента газопроницаемости высокой точности Δ_0 составляют от 3 % до 10 %.

6.5. Пределы допускаемой относительной погрешности средств измерений удельной адсорбции газов, удельной поверхности, удельного объема и размера пор низкой точности Δ_0 составляют от 10 % до 30 %, пределы допускаемой относительной погрешности средств измерений открытой пористости низкой точности Δ_0 составляют от 10 % до 30 %, пределы допускаемой относительной погрешности средств измерений коэффициента газопроницаемости низкой точности Δ_0 составляют от 10 % до 50 %.