МИНИСТЕРСТВО ПРОМЫШЛЕННОСТИ И ТОРГОВЛИ
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ
(Росстандарт)

ПРИКАЗ

9 ноября 2018 г. № 2341

Москва

Об утверждении государственной поверочной схемы для средств измерений удельной адсорбции газов, удельной поверхности, удельного объема и размера пор твердых веществ и материалов

В соответствии с Положением об эталонах единиц величин, используемых в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений, утвержденным постановлением Правительства Российской Федерации от 23 сентября 2010 г. № 734 «Об эталонах единиц величин, используемых в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений», Временным порядком разработки (пересмотра) и утверждения государственных поверочных схем, утвержденным приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 31 августа 2017 г. № 1832, на основании внесенных изменений в План разработки (пересмотра) и утверждения государственных поверочных схем на 2018 год, утвержденных приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 29 июня 2018 г. № 1342, а также принимая во внимание пункт 1 раздела II протокола научно-технической комиссии по метрологии и измерительной технике Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 12 сентября 2018 г. № 106-пр п р и к а з ы в а ю:

1. Утвердить прилагаемую Государственную поверочную схему для средств измерений удельной адсорбции газов, удельной поверхности, удельного объема и размера пор твердых веществ и материалов (далее - ГПС).

2. Установить, что ГПС применяется для Государственного первичного эталона единиц удельной адсорбции газов, удельной поверхности, удельного объема и размера пор твердых веществ и материалов (ГЭТ 210-2014), рабочих эталонов и средств измерений сорбционных свойств твердых веществ и материалов и вводится в действие с 1 января 2019 г.

3. ФГУП «ВНИИФТРИ» (С.И.Донченко) внести информацию об утверждении ГПС в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений.

gost.e-ecolog.ru

4. Управлению метрологии (Д.В.Гоголев) обеспечить размещение информации об утверждении ГПС на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в информационно-телекоммуникационной сети Интернет.

5. Контроль за исполнением настоящего приказа оставляю за собой.

Заместитель Руководителя С.С.Голубев

УТВЕРЖДЕНА
приказом Федерального агентства
по техническому регулированию
и метрологии
от «9» ноября 2018 г. № 2341

ГОСУДАРСТВЕННАЯ ПОВЕРОЧНАЯ СХЕМА ДЛЯ СРЕДСТВ ИЗМЕРЕНИЙ УДЕЛЬНОЙ АДСОРБЦИИ ГАЗОВ, УДЕЛЬНОЙ ПОВЕРХНОСТИ, УДЕЛЬНОГО ОБЪЕМА И РАЗМЕРА ПОР ТВЕРДЫХ ВЕЩЕСТВ И МАТЕРИАЛОВ

1. Область применения

Настоящая государственная поверочная схема распространяется на средства измерений сорбционных свойств[1)] твердых веществ и материалов и устанавливает порядок передачи единиц[2)] удельной адсорбции (моль/кг или $м^3$/кг), удельной поверхности ($м^2$/г), удельного объема пор ($м^3$/г) и размера пор (м) от государственного первичного эталона единиц удельной адсорбции газов, удельной поверхности, удельного объема и размера пор твердых веществ и материалов с помощью рабочих эталонов в виде стандартных образцов и установок измерительных средствам измерений с указанием погрешностей и основных методов передачи единиц.

Графическая часть Государственной поверочной схемы для средств измерений удельной адсорбции газов, удельной поверхности, удельного объема и размера пор 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»

ГОСТ OIML R 76-1-2011 «Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания»

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 и размера пор твердых веществ и материалов

4.1 Государственный первичный эталон единиц удельной адсорбции газов, удельной поверхности, удельного объема и размера пор твердых веществ

[1)] Сорбционные свойства – обобщенное наименование группы величин, характеризующих открытую пористость твердых веществ и материалов, под которыми в настоящем документе понимается: удельная адсорбция газов, удельная поверхность, удельный объем и размер пор.

[2)] Передача единиц сорбционных свойств с помощью эталонов сравнения, рабочих эталонов осуществляется при поверке, калибровке, градуировке средств измерений, испытаниях средств измерений и стандартных образцов, аттестации методик измерений, контроле точности измерений, выполняемых по аттестованным методикам измерений (термины и соответствующие определения установлены в рекомендациях по межгосударственной стандартизации РМГ 29 и ГОСТ Р 8.563).

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

Воспроизведение единиц удельной адсорбции газов, удельной поверхности, удельного объема пор и размера пор базируется на газоадсорбционном (объемном) методе с использованием в расчетах фундаментальных физических констант.

4.2 Государственный первичный эталон включает в себя:

4.2.1 анализатор удельной поверхности и пористости ASAP 2020;

4.2.2 весы лабораторные электронные I (специального) класса точности по ГОСТ OIML R 76-1;

4.2.3 датчик давления мембранно-емкостной Баратрон 690A13TRA с блоком питания и индикации 670B;

4.2.4 термометр сопротивления платиновый вибропрочный эталонный ПТСВ-2К-1;

4.2.5 блок подготовки образцов и контроля условий окружающей среды;

4.2.6 блок обработки измерительной информации;

4.2.7 эталоны сравнения.

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

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

Таблица 1. Метрологические характеристики государственного первичного эталона

Наименование характеристики	Значение характеристики			
	Удельная адсорбция	Удельная поверхность	Удельный объем пор	Размер пор
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 100 нм
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 1,0
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 0,4 до 1,5
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 1,0
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 0,2 до 0,8

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
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 100 нм
Доверительные границы относительной погрешности, δ_0, % (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 2,2
Относительная суммарная стандартная неопределённость, u_{C0}, %	от 0,2 до 1,0	от 0,2 до 1,0	от 0,25 до 1,0	от 0,3 до 1,1

4.5 Государственный первичный эталон применяют в целях:

4.5.1 передачи единиц удельной адсорбции газов, удельной поверхности, удельного объема пор и размера пор 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 национальных метрологических институтов 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), имеющие следующие метрологические характеристики: диапазон измерений удельной адсорбции газов от 0,001 до 250 моль/кг (от 0,02 до 5600 $см^3/г$) и доверительные границы относительной погрешности ±(1,0 %-4,0 %) при доверительной вероятности P=0,95, диапазон измерений удельной поверхности от 0,10 до 2500 $м^2/г$ и доверительные границы относительной погрешности ±(1,0 %-4,0 %) при доверительной вероятности P=0,95, диапазон измерений удельного объема пор от 0,05 до 2,00 $см^3/г$ и доверительные границы относительной погрешности ±(1,0 %-4,0 %) при доверительной вероятности P=0,95, диапазон измерений размера пор от 0,4 до 100 нм и доверительные границы относительной погрешности ±(1,0 %-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 и размера пор 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 и размера пор 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 и размера пор 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 единицы величины, единица измерений	Интервал аттестованных значений	Доверительные границы относительной погрешности, δ_o, % (при $P = 0,95$)
- Микропористые вещества и материалы (цеолиты, сажа, активированные угли и др.); - Мезо- и макропористые вещества и материалы (оксиды алюминия, кремния, титана, циркония и др.); - Непористые вещества и материалы (порошки металлов и их оксиды, в том числе и наноразмерные, стеклянные шарики, керамические материалы, пленки 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 - 100	1 – 4

Примечание – Примерами могут служить стандартные образцы сорбционных свойств:
- нанопористого оксида алюминия ГСО 10449-2014 (Al_2O_3 СО УНИИМ);
- нанопористого цеолита ГСО 10734-2015 (Zeolite СО УНИИМ);
- нанопористого углерода ГСО 10735-2015 (С СО УНИИМ);
- удельной поверхности кварцевого песка ГСО 10900-2017 ($QSiO_2$ СО УНИИМ)

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 единицы величины, единица измерений	Интервал аттестованных значений	Доверительные границы относительной погрешности, δ_0, % (при $P = 0,95$)
- Микропористые вещества и материалы (цеолиты, сажа, активированные угли и др.); - Мезо- и макропористые вещества и материалы (оксиды алюминия, кремния, титана, циркония и др.); - Непористые вещества и материалы (порошки металлов и их оксиды, в том числе и наноразмерные, стеклянные шарики, керамические материалы, пленки и др.)	Удельная адсорбция, моль/кг или ($см^3$/г)	0,001 - 250 (0,02-5600)	4-15
	Удельная поверхность, $м^2$/г	0,010 - 2500	4-15
	Удельный объем пор, $см^3$/г	0,05 - 2,00	4-15
	Размер пор, нм	0,7 - 100	4-15
Примечание – 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 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 и др.).

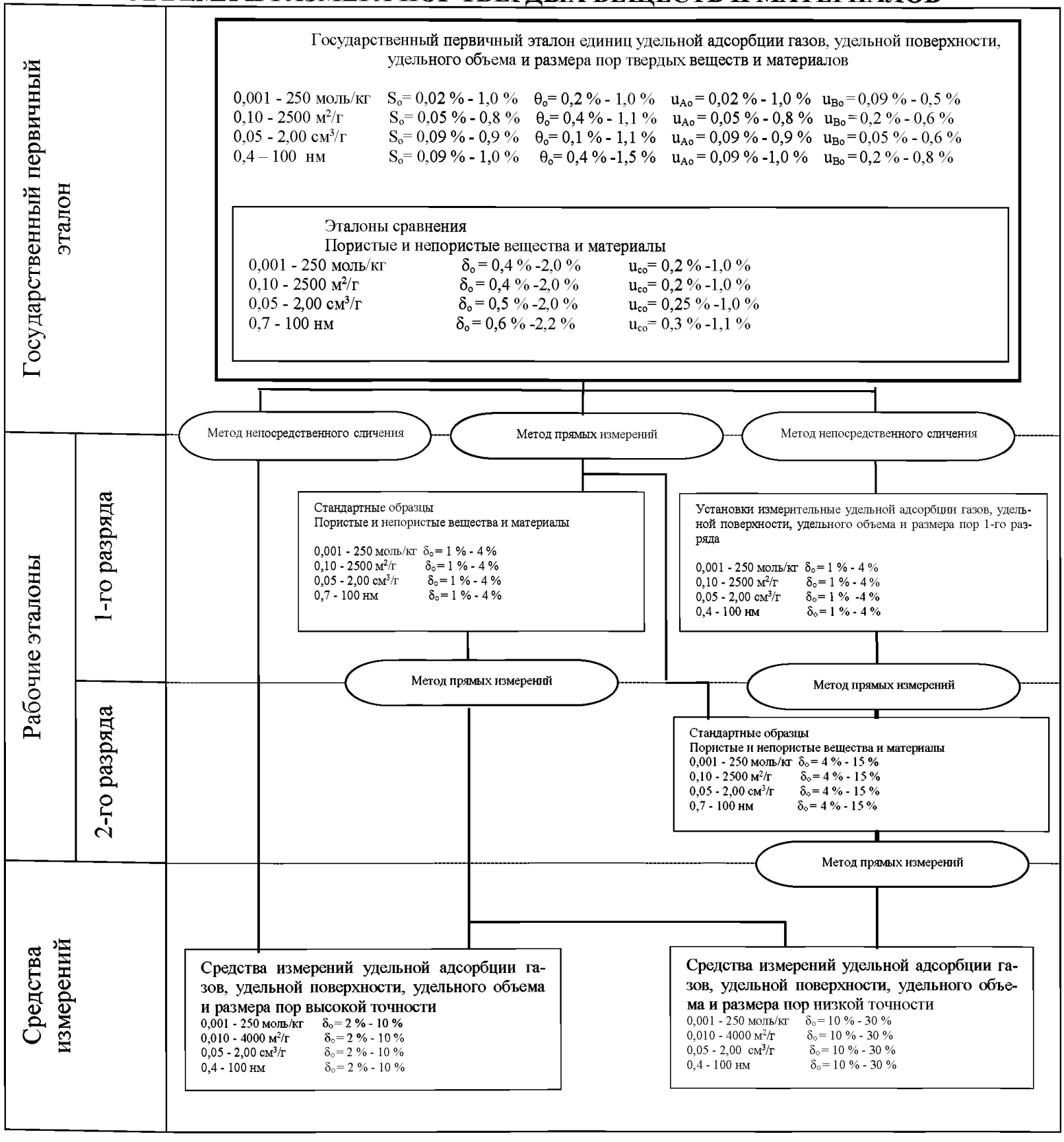
6.2 Средства измерений имеют диапазон измерений удельной адсорбции газов от 0,001 до 250 моль/кг (от 0,02 до 5600 $см^3$/г), диапазон измерений удельной поверхности от 0,010 до 4000 $м^2$/г, диапазон измерений удельного объема пор от 0,05 до 2,00 $см^3$/г и диапазон измерений размера пор от 0,4 до 100 нм.

6.3 Пределы допускаемой относительной погрешности средств измерений высокой точности δ_0 составляют от 2 % до 10 %.

6.4 Пределы допускаемой относительной погрешности средств измерений низкой точности δ_o составляют от 10 % до 30 %.

Приложение А

ГОСУДАРСТВЕННАЯ ПОВЕРОЧНАЯ СХЕМА ДЛЯ СРЕДСТВ ИЗМЕРЕНИЙ УДЕЛЬНОЙ АДСОРБЦИИ ГАЗОВ, УДЕЛЬНОЙ ПОВЕРХНОСТИ, УДЕЛЬНОГО ОБЪЕМА И РАЗМЕРА ПОР ТВЕРДЫХ ВЕЩЕСТВ И МАТЕРИАЛОВ



gost.e-ecolog.ru