

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



И.о. директора УНИИМ – филиала

ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»

 Е.П. Соби́на

"23" июня 2021 г.

ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

**УСТАНОВКИ ДЛЯ ИЗМЕРЕНИЯ ПОРИСТОСТИ И
ПРОНИЦАЕМОСТИ СМП-ПП
МЕТОДИКА ПОВЕРКИ
МП 52-251-2021**

Екатеринбург

2021

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** ведущий инженер лаб. 251 УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева», к.т.н., Мигаль П.В.
3. **СОГЛАСОВАНА** и.о. директора УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева» в 2021 г.

СОДЕРЖАНИЕ

1	Область применения	4
2	Нормативные ссылки	4
3	Перечень операции поверки.....	4
4	Требования к условиям проведения поверки	5
5	Требования к квалификации поверителя	5
7	Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки.....	6
8	Внешний осмотр средства измерений.....	6
9	Подготовка к поверке и опробование средства измерений	6
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	9

1 Область применения

1.1 Настоящая методика распространяется на установки для измерения пористости и проницаемости (далее – установки), выпускаемые ООО «Кортех» (Россия), и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок. Поверка установок должна производиться в соответствии с требованиями настоящей методики.

1.2 При проведении поверки прослеживаемость должна обеспечиваться к Государственному первичному эталону единиц удельной адсорбции газов, удельной поверхности, удельного объема пор, размера пор, открытой пористости и коэффициента газопроницаемости твердых веществ и материалов (к ГЭТ 210) путем применения стандартных образцов утвержденных типов с установленной прослеживаемостью к ГЭТ 210 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 Интервал между поверками - 1 год.

2 Нормативные ссылки

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 Минпромторга России от 31.07.2020 № 2510 «Об утверждении порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке»;

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

- Приказ Минпромторга России от 28.08.2020 г. № 2906 «Об утверждении порядка создания и ведения Федерального информационного фонда по обеспечению единства измерений, передачи сведений в него и внесения изменений в данные сведения, предоставления содержащихся в нем документов и сведений».

- Приказ 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»

3 Перечень операции поверки

3.1 При поверке должны быть выполнены операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 - Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Обязательность проведения операций при поверке	
		первичная	периодическая
<i>1</i>	<i>2</i>	<i>3</i>	<i>4</i>
Внешний осмотр	8	да	да
Подготовка к поверке и опробование средства измерений	9	да	да
Проверка программного обеспечения	10	да	да
Определение метрологических характеристик	11		
Проверка абсолютной и относительной погрешности измерений коэффициента абсолютной газопроницаемости	11.1	да	да
Проверка абсолютной и относительной погрешности измерений открытой пористости	11.2	да	да
Проверка диапазона измерений коэффициента абсолютной газопроницаемости и открытой пористости	11.3	да	нет
Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	12	да	да

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций, проводится настройка установки в соответствии с руководством по эксплуатации (далее – РЭ). В дальнейшем все операции повторяются вновь, в случае повторного невыполнения поверка прекращается, установка бракуется.

3.3 На основании письменного заявления владельца установки или лица, представившего установку на поверку, оформленного в произвольной форме, допускается проводить периодическую поверку для меньшего числа измеряемых величин 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 +20 до +30
- относительная влажность, % от 10 до 80

5 Требования к квалификации поверителя

5.1 К проведению работ по поверке установок допускаются лица, прошедшие специальное обучение и аттестованные в установленном порядке в качестве поверителя, ознакомившиеся с настоящей методикой поверки и РЭ на установку.

6 Метрологические и технические требования к средствам поверки

6.1 При проведении поверки применяют оборудование согласно таблице 2.

Таблица 2 – Средства поверки

Наименование	Метрологические и технические требования
ГСО 11546-2020/ГСО 11550-2020 стандартные образцы утвержденного типа газопроницаемости горных пород (имитаторы) (набор СО ГП)	Интервал допускаемых значений коэффициента абсолютной газопроницаемости от $0,1 \cdot 10^{-3}$ до $5000 \cdot 10^{-3}$ мкм ² ; границы допускаемой относительной погрешности аттестованных значений при $P=0,95, \pm 3 \%$
ГСО 10583-2015 стандартные образцы утвержденного типа открытой пористости твердых веществ, материалов (имитаторы) (комплект ОПТВ СО УНИИМ)	Интервал аттестованных значений открытой пористости от 4 до 51 %, границы допускаемой абсолютной погрешности аттестованного значения при $P=0,95 \pm 0,05 \%$.
Термогигрометр	Диапазоны измерений температуры и относительной влажности не менее требуемых по п. 4

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

6.3 Допускается применение аналогичных средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемых средств измерений 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 Российской Федерации 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 установки сведениям, приведенным в описании типа;
- отсутствие видимых повреждений установки;
- соответствие комплектности, указанной в описании типа;
- наличие обозначений и маркировки.

8.2 В случае, если при внешнем осмотре 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 Подготавливают установку в соответствии РЭ. Проводят проверку работоспособности органов управления и регулировки установки в соответствии с РЭ.

9.2 Стандартные образцы, используемые при поверке, готовят в соответствии с инструкцией по применению; средства измерений, используемые при поверке, подготавливают согласно их эксплуатационной документации.

10 Проверка программного обеспечения средства измерений

10.1 Проводят проверку идентификационных данных программного обеспечения (далее – ПО) установки. Идентификационные наименования и номера версий ПО должны соответствовать указанным в таблице 3.

Таблица 3 – Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	СМП-ПП
Номер версии (идентификационный номер) ПО	не ниже 1.0.0.29
Цифровой идентификатор ПО	-

11 Определение метрологических характеристик средства измерений

11.1 Проверка абсолютной и относительной погрешности измерений коэффициента абсолютной газопроницаемости

11.1.1 Для проверки абсолютной погрешности измерений коэффициента абсолютной газопроницаемости используют образец ГСО 11546-2020 из набора ГСО 11546-2020/ГСО 11550-2020 с аттестованным значением коэффициента абсолютной газопроницаемости, близким к середине поддиапазона измерений от $0,1 \cdot 10^{-3}$ до $0,633 \cdot 10^{-3}$ мкм² включ.

Для проверки относительной погрешности измерений коэффициента абсолютной газопроницаемости используют не менее трех образцов из набора ГСО 11546-2020/ГСО 11550-2020 с аттестованными значениями коэффициента абсолютной газопроницаемости, близкими к началу, середине и концу поддиапазона измерений св. $0,633 \cdot 10^{-3}$ до $5000 \cdot 10^{-3}$ мкм².

11.1.2 Образец из набора ГСО 11546-2020/ГСО 11550-2020 помещают в рабочую камеру установки и производят не менее 3 измерений коэффициента абсолютной газопроницаемости (k_{ij}).

11.1.3 По результатам измерений каждого образца из набора 11546-2020/ГСО 11550-2020 вычисляют значения абсолютной и относительной погрешности по формулам (1) и (2) соответственно

$$\Delta_{ki} = k_{ij} - A_{ki}, \quad (1)$$

$$\delta_{ki} = \frac{k_{ij} - A_{ki}}{A_{ki}} \cdot 100, \quad (2)$$

где k_{ij} - результат j -го измерения коэффициента абсолютной газопроницаемости в i -ом экземпляре набора ГСО 11546-2020/ГСО 11550-2020, мкм²;

A_{ki} – аттестованное значение коэффициента газопроницаемости в i -ом экземпляре набора ГСО 11546-2020/ГСО 11550-2020, мкм².

11.2 Проверка абсолютной и относительной погрешности измерений открытой пористости

11.2.1 Для проверки абсолютной погрешности измерений открытой пористости используют два образца из комплекта ГСО 10583-2015 с аттестованными значениями открытой

пористости, близким к началу и концу поддиапазона измерений от 0,6 до 16,7 % включ.

Для проверки относительной погрешности измерений открытой пористости используют не менее трех образцов из комплекта ГСО 10583-2015 с аттестованными значениями открытой пористости, близкими к началу, середине и концу поддиапазона измерений св. 16,7 до 52 %.

11.2.2 Образец из комплекта ГСО 10583-2015 помещают в рабочую камеру установки и производят не менее 3 измерений открытой пористости (V_{ij}).

11.2.3 По результатам измерений каждого образца из комплекта ГСО 10583-2015 вычисляют значения абсолютной и относительной погрешности по формулам (3) и (4) соответственно

$$\Delta_{v_i} = V_{ij} - A_{v_i}, \quad (3)$$

$$\delta_{v_i} = \frac{V_{ij} - A_{v_i}}{A_{v_i}} \cdot 100, \quad (4)$$

где V_{ij} результат j -го измерения открытой пористости в i -ом экземпляре ГСО 10583-2015, %;

A_{v_i} - аттестованное значение открытой пористости в i -ом экземпляре ГСО 10583-2015, %.

11.3 Проверка диапазона измерений коэффициента абсолютной газопроницаемости и открытой пористости.

11.3.1 Проверку диапазонов измерений коэффициента абсолютной газопроницаемости и открытой пористости проводят одновременно с определением погрешности по пп. 11.1-11.2 настоящей методики поверки.

11.3.2 За диапазон измерений установки принимают диапазоны измерений коэффициентов абсолютной газопроницаемости и открытой пористости, значения которых приведены в таблице 4, если полученные значения погрешностей по формулам (1-4) удовлетворяют требованиям, указанным в таблице 4.

12 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

12.1 Полученные по формулам (1-4) значения абсолютной и относительной погрешности измерений коэффициента абсолютной газопроницаемости и открытой пористости должны удовлетворять требованиям таблицы 4.

Таблица 4 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение
Диапазон измерений открытой пористости, %	от 0,6 до 52
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений открытой пористости в поддиапазоне от 0,6 до 16,7 % включ., %	$\pm 0,5$
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений открытой пористости в поддиапазоне св. 16,7 до 52 %, %	± 3
Диапазон измерений коэффициента абсолютной газопроницаемости, 10^{-3} мкм ² (мД)*	от 0,1 до 5000
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений коэффициента абсолютной газопроницаемости в поддиапазоне от $0,1 \cdot 10^{-3}$ до $0,633 \cdot 10^{-3}$ мкм ² (мД)* включ., 10^{-3} мкм ² (мД)*	$\pm 0,05$
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений коэффициента абсолютной газопроницаемости в поддиапазоне св.	± 8

Наименование характеристики	Значение
$0,633 \cdot 10^{-3}$ до $5000 \cdot 10^{-3}$ мкм ² (мД)*, %	
Диапазон показаний открытой пористости, %	от 0 до 60
Диапазон показаний коэффициента абсолютной газопроницаемости, 10^{-3} мкм ² (мД)*	от 0,001 до 10000
*1 миллиардси [мД]= $0,986923 \cdot 10^{-15}$ м ² = $0,986923 \cdot 10^{-3}$ мкм ²	

13 Оформление результатов поверки

13.1 Результаты поверки оформляются протоколом в произвольной форме.

13.2 При положительных результатах поверки установку признают пригодной к применению и оформляют результаты поверки в соответствии с Приказом Минпромторга России от 30.07.2020 № 2510 «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требований к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке», или в соответствии с порядком, действующим на момент проведения поверки, или действующими на момент поверки нормативно правовыми актами в области обеспечения единства измерений.

13.3 При отрицательных результатах поверки установку признают непригодной к применению в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений и оформляют результаты поверки в соответствии с Приказом Минпромторга России от 31.07.2020 г. № 2510 или действующими на момент проведения поверки нормативными правовыми актами в области обеспечения единства измерений.

13.4 Сведения о результатах поверки передают в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в соответствии с Приказом Минпромторга России от 28.08.2020 г. № 2906 «Об утверждении порядка создания и ведения Федерального информационного фонда по обеспечению единства измерений, передачи сведений в него и внесения изменений в данные сведения, предоставления содержащихся в нем документов и сведений». Сведения о проведении периодической поверки для меньшего числа измеряемых величин или на меньшем числе поддиапазонов измерений (поверка в сокращенном объеме) приводятся в свидетельстве о поверке и в сведениях, направляемых в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений

Разработчик:

**Ведущий инженер лаб. 251 УНИИМ – филиала
ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»**



П.В. Мигаль