

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. Собина

"19" 03 2024 г.



«ГСИ. Приборы для определения коэффициента газопроницаемости твердых веществ и материалов Эталон-Дарси. Методика поверки»

МП 124-251-2023

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 зам. зав. лаб. 251, Вострокнутова Е.В.
3. СОГЛАСОВАНА директором УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева» в 2024 г.

СОДЕРЖАНИЕ

1	Общие положения.....	4
2	Нормативные ссылки	5
3	Перечень операций поверки средства измерений	5
4	Требования к условиям проведения поверки.....	6
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	8
11	Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждения соответствия средства измерений метрологическим требованиям.....	8
12	Оформление результатов поверки	17

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на Приборы для определения коэффициента газопроницаемости твердых веществ и материалов Эталон-Дарси (далее – приборы), выпускаемые ООО ЭкогеосПром, Россия. Приборы подлежат первичной и периодической поверке. Поверка приборов должна производиться в соответствии с требованиями настоящей методики.

1.2 При проведении поверки прослеживаемость приборов обеспечивается к ГЭТ 210-2019 «Государственному первичному эталону 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 и методом непосредственного сличения.

1.4 Настоящая методика поверки применяется для поверки приборов, используемых в качестве рабочих эталонов 1-го разряда согласно п. 5.1 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, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 15.03.2021 г. № 315, в диапазоне измерений коэффициента газопроницаемости от $1 \cdot 10^{-3}$ до 5 мкм^2 . В результате поверки должны быть подтверждены метрологические требования, приведенные в таблице 1.

Таблица 1 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение
Диапазон измерений коэффициента газопроницаемости при заданном значении обратного порового давления, $10^{-3} \cdot \text{мкм}^2$ (мД) ¹⁾	от 0,05 до 5 000
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений коэффициента газопроницаемости при заданном значении обратного порового давления в поддиапазоне от 0,05 до 1 [$10^{-3} \cdot \text{мкм}^2$] (мД) ¹⁾ включ., [$10^{-3} \cdot \text{мкм}^2$] (мД) ¹⁾	$\pm 0,04$
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений коэффициента газопроницаемости при заданном значении обратного порового давления в поддиапазоне св. 1 до 5000 [$10^{-3} \cdot \text{мкм}^2$] (мД) ¹⁾ , %	± 4
Диапазон измерений коэффициента абсолютной газопроницаемости, $10^{-3} \cdot \text{мкм}^2$ (мД) ¹⁾	от 0,05 до 5 000
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений коэффициента абсолютной газопроницаемости в поддиапазоне от 0,05 до 1 [$10^{-3} \cdot \text{мкм}^2$] (мД) ¹⁾ включ., [$10^{-3} \cdot \text{мкм}^2$] (мД) ¹⁾	$\pm 0,04$
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений коэффициента абсолютной газопроницаемости в поддиапазоне св. 1 до 5000 [$10^{-3} \cdot \text{мкм}^2$] (мД) ¹⁾ , %	± 4

¹⁾ 1 миллиардси [мД]= $0,986923 \cdot 10^{-15} \text{ м}^2 = 0,986923 \cdot 10^{-3} \text{ мкм}^2$

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 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»;

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

- Приказ Росстандарта Российской Федерации от 27.12.2019 № 3393 «Об утверждении Государственного первичного эталона единиц удельной адсорбции газов, удельной поверхности, удельного объема пор, размера пор, открытой пористости и коэффициента газопроницаемости твердых веществ и материалов».

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	да	да	10
Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	да	да	11
Определение действительных значений коэффициентов газопроницаемости при заданных значениях обратного порового давления и коэффициентов абсолютной газопроницаемости рабочих проб	да	да	11.1
Определение абсолютной и относительной погрешности измерений коэффициента газопроницаемости при заданном значении обратного порового давления и коэффициента абсолютной газопроницаемости	да	да	11.2
Проверка диапазона измерений коэффициента газопроницаемости при заданном значении обратного порового давления и коэффициента абсолютной газопроницаемости	да	да	11.3

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций поверка прекращается и выполняются операции по п. 12.4.

3.3 На основании письменного заявления владельца прибора или лица, представившего прибор на поверку, оформленного в произвольной форме, допускается проводить периодиче-

скую поверку 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 45 до 80
- атмосферное давление, кПа от 84 до 106,7

5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

5.1 К проведению работ по поверке приборов допускаются лица, прошедшие обучение в качестве поверителя, изучившие РЭ на приборы 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 90 %, с абсолютной погрешностью не более 3 %; Средства измерений атмосферного давления в диапазоне от 70 до 110 кПа с абсолютной погрешностью не более 0,5 кПа	Термогигрометр ИВА-6А-КП-Д (рег.№ 46434-11)
п. 11 Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	Эталонная установка, реализующая метод стационарной фильтрации, из состава Государственного первичного эталона единиц удельной адсорбции газов, удельной поверхности, удельного объема пор, размера пор, открытой пористости и коэффициента газопроницаемости твердых веществ и материалов ГЭТ 210 (далее – эталонная установка)	ГЭТ 210
	Рабочие пробы в виде корундовых цилиндров диаметром (30±1) мм и высотой (30±1) мм с действительными значениями коэффициентов газопроницаемости при заданных обратных поровых давлениях и коэффициентов абсолютной газопроницаемости в диапазоне от 1·10 ⁻³ до 5000·10 ⁻³ мкм ² с доверительными границами относительной по-	Рабочие пробы ГП-10 ГП-100 ГП-1000 ГП-5000

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
	грешности действительных значений ($P=0,95$) не более $\pm 2\%$ (далее – рабочие пробы)	
	Стандартные образцы газопроницаемости горных пород (имитаторы); интервал допускаемых значений коэффициента газопроницаемости от $0,1 \cdot 10^{-3}$ до $1 \cdot 10^{-3}$ мкм ² ; границы допускаемой относительной погрешности аттестованного значения при $P=0,95$, $\pm 3\%$	ГСО 11546-2020
<p><i>Примечание – Допускается использовать при поверке другие утвержденные и аттестованные эталоны единиц величин, стандартные образцы утвержденного типа, средства измерений утвержденного типа и поверенные, удовлетворяющие метрологическим требованиям, указанным в таблице.</i></p>		

6.2 ГЭТ 210 должен быть аттестован в порядке, установленном в эксплуатационной документации на него, с периодичностью в соответствии с межаттестационным интервалом, утвержденным приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 27.12.2019 №3393, стандартные образцы, применяемые для поверки, должны иметь действующий паспорт, средства измерений должны быть поверены.

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 прибора сведениям, приведенным в описании типа;
- отсутствие видимых повреждений приборов;
- соответствие комплектности, указанной в РЭ;
- наличие обозначения и заводского номера, четкость маркировки, а также отсутствие повреждений и дефектов, влияющих на работоспособность прибора.

8.2 В случае, если при внешнем осмотре прибора 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 Проводят контроль условий поверки с помощью термогигрометра в соответствии с п.6 настоящей методики поверки.

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

9.3 ГЭТ 210 готовят к проведению измерений в соответствии с его эксплуатационной документацией.

9.4 При включении прибора должны отсутствовать сообщения об ошибках.

10 Проверка программного обеспечения средства измерений

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

Таблица 4 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	Эталон-Дарси
Номер версии (идентификационный номер) ПО, не ниже	2.423
Цифровой идентификатор	-

11 Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждения соответствия средства измерений метрологическим требованиям

Все действия с приборами осуществляются только в соответствии с руководством по эксплуатации.

Условия окружающей среды при определении метрологических характеристик должны соответствовать указанным в п. 4 настоящей методики поверки.

Для определения абсолютной погрешности измерений коэффициента газопроницаемости при заданном значении обратного порового давления и коэффициента абсолютной газопроницаемости в поддиапазоне от $0,05 \cdot 10^{-3}$ до $1 \cdot 10^{-3}$ мкм² включ. приборов используют стандартный образец ГСО 11546-2020.

Для определения относительной погрешности измерений коэффициента газопроницаемости при заданном значении обратного порового давления и коэффициента абсолютной газопроницаемости в поддиапазоне св. $1 \cdot 10^{-3}$ до $5000 \cdot 10^{-3}$ мкм² включ. приборов проводят сличения прибора с эталонной установкой при помощи рабочих проб ГП-10, ГП-100, ГП-1000 и ГП-5000.

11.1 Определение абсолютной погрешности измерений коэффициента газопроницаемости при заданном значении обратного порового давления и коэффициента абсолютной газопроницаемости в поддиапазоне от $0,05 \cdot 10^{-3}$ до $1 \cdot 10^{-3}$ мкм².

11.1.1 Определение абсолютной погрешности измерений коэффициента газопроницаемости при заданном значении обратного порового давления и коэффициента абсолютной газопроницаемости в поддиапазоне от $0,05 \cdot 10^{-3}$ до $1 \cdot 10^{-3}$ мкм² допускается проводить с использованием азота или гелия.

11.1.2 В случае применения азота для поверки прибора проводят измерения коэффициентов газопроницаемости $(K_{coN_2})_i$ ГСО 11546-2020 на приборе согласно его руководству по эксплуатации с использованием азота при l обратных поровых давлениях $(P_{coN_2}^{-1})_i$. Значения обратных поровых давлений $(P_{coN_2}^{-1})_i$ при измерениях ГСО 11546-2020 должны соответствовать и быть максимально близки к значениям обратных поровых давлений $(P(GCO)_{N_2}^{-1})_i$, по которым были определены коэффициенты уравнения регрессии зависимости Клинкаенберга при измерениях по азоту в паспорте ГСО 11546-2020.

11.1.3 С помощью программного обеспечения прибора по полученным значениям $(K_{coN_2})_i$ и соответствующим им значениям обратного порового давления $(P_{coN_2}^{-1})_i$ методом наименьших квадратов определяют коэффициенты уравнения регрессии зависимости Клинкаенберга B_{coN_2} и K_{abs,coN_2} :

$$B_{coN_2} = \frac{l \cdot \sum_{t=1}^l \left[\left(P_{coN_2}^{-1} \right)_t \cdot \left(K_{coN_2} \right)_t \right] - \sum_{t=1}^l \left(P_{coN_2}^{-1} \right)_t \cdot \sum_{t=1}^l \left(K_{coN_2} \right)_t}{l \cdot \sum_{t=1}^l \left(P_{coN_2}^{-1} \right)_t^2 - \left(\sum_{t=1}^l \left(P_{coN_2}^{-1} \right)_t \right)^2}, \quad (1)$$

$$K_{abs_{coN_2}} = \frac{\sum_{t=1}^l \left(K_{coN_2} \right)_t - B_{coN_2} \cdot \sum_{t=1}^l \left(P_{coN_2}^{-1} \right)_t}{l}, \quad (2)$$

где B_{coN_2} - коэффициент Клинкенберга при измерениях ГСО 11546-2020 на приборе по азоту, МПа·мкм²;

$K_{abs_{coN_2}}$ - измеренное по азоту на приборе значение коэффициента абсолютной газопроницаемости ГСО 11546-2020, мкм²;

$\left(P_{coN_2}^{-1} \right)_t$ - t -ое значение обратного порового давления при измерениях ГСО 11546-2020 на приборе по азоту, МПа⁻¹, $t=1 \dots l$;

$\left(K_{coN_2} \right)_t$ - измеренное по азоту на приборе значение коэффициента газопроницаемости ГСО 11546-2020 при t -ом значении обратного порового давления $\left(P_{coN_2}^{-1} \right)_t$, мкм², $t=1 \dots l$;

l – количество значений обратного порового давления, по которым были определены коэффициенты уравнения регрессии зависимости Клинкенберга при измерениях по азоту в паспорте ГСО 11546-2020.

11.1.4 По полученным в п. 11.1.3 значениям коэффициентов уравнения регрессии зависимости Клинкенберга B_{coN_2} и $K_{abs_{coN_2}}$ рассчитывают приведенные к обратным поровым давлениям $\left(P(GCO)_{N_2}^{-1} \right)_t$ значения коэффициентов газопроницаемости при измерениях ГСО 11546-2020 по азоту $\left(\hat{K}_{coN_2} \right)_t$:

$$\left(\hat{K}_{coN_2} \right)_t = B_{coN_2} \cdot \left(P(GCO)_{N_2}^{-1} \right)_t + K_{abs_{coN_2}}, \quad (3)$$

где $\left(\hat{K}_{coN_2} \right)_t$ - приведенное к обратному поровому давлению $\left(P(GCO)_{N_2}^{-1} \right)_t$ значение коэффициента газопроницаемости при измерениях ГСО 11546-2020 по азоту, мкм².

11.1.5 Повторяют операции по п. 11.1.2-11.1.4 еще не менее двух раз.

11.1.6 Используя результаты измерений, полученные по п. 11.1.2-11.1.5 рассчитывают абсолютную погрешность измерений коэффициента газопроницаемости при каждом заданном значении обратного порового давления $\left(P(GCO)_{N_2}^{-1} \right)_t$ и коэффициента абсолютной газопроницаемости при измерениях ГСО 11546-2020 по азоту:

$$\left(\Delta_{coN_2} \right)_j = \left(\hat{K}_{coN_2} \right)_j - \left(K(GCO)_{N_2} \right)_j, \quad (4)$$

$$\left(\Delta_{abs_{coN_2}} \right)_j = \left(K_{abs_{coN_2}} \right)_j - \left(K(GCO)_{abs} \right) \quad (5)$$

где: $\left(\Delta_{coN_2} \right)_j$ - абсолютная погрешность измерений коэффициента газопроницаемости при заданном значении обратного порового давления $\left(P(GCO)_{N_2}^{-1} \right)_j$ при j -ом измерении ГСО 11546-2020 по азоту, мкм²;

$\left(\hat{K}_{coN_2} \right)_j$ - j -ое приведенное к обратному поровому давлению $\left(P(GCO)_{N_2}^{-1} \right)_j$ значение коэффициента газопроницаемости при измерениях ГСО 11546-2020 по азоту, мкм²;

$\left(K(GCO)_{N_2} \right)_j$ - аттестованное значение коэффициента газопроницаемости по азоту при заданном значении обратного порового давления $\left(P(GCO)_{N_2}^{-1} \right)_j$ из паспорта ГСО 11546-2020, мкм²;

$(\Delta_{abs_{coN_2}})_j$ - абсолютная погрешность измерений коэффициента абсолютной газопроницаемости при j -ом измерении ГСО 11546-2020 по азоту, мкм²;

$(K_{abs_{coN_2}})_j$ - j -ое измеренное по азоту на приборе значение коэффициента абсолютной газопроницаемости ГСО 11546-2020, мкм²;

$(K(ГСО)_{abs})$ - аттестованное значение коэффициента абсолютной газопроницаемости ГСО 11546-2020, мкм².

Результаты определения абсолютной погрешности измерений коэффициента газопроницаемости при заданном значении обратного порового давления и коэффициента абсолютной газопроницаемости, полученные по формулам (4)-(5) должны соответствовать требованиям таблицы 1.

11.1.7 В случае применения гелия для поверки прибора проводят измерения коэффициентов газопроницаемости $(K_{coHe})_t$, ГСО 11546-2020 на приборе согласно его руководству по эксплуатации с использованием гелия при s обратных поровых давлениях $(P_{coHe}^{-1})_t$. Значения обратных поровых давлений $(P_{coHe}^{-1})_t$ при измерениях ГСО 11546-2020 должны соответствовать и быть максимально близки к значениям обратных поровых давлений $(P(ГСО)_{He}^{-1})_t$, по которым были определены коэффициенты уравнения регрессии зависимости Клинкенберга при измерениях по гелию в паспорте ГСО 11546-2020.

11.1.8 С помощью программного обеспечения прибора по полученным значениям $(K_{coHe})_t$ и соответствующим им значениям обратного порового давления $(P_{coHe}^{-1})_t$ методом наименьших квадратов определяют коэффициенты уравнения регрессии зависимости Клинкенберга B_{coHe} и $K_{abs_{coHe}}$:

$$B_{coHe} = \frac{s \cdot \sum_{t=1}^s [(P_{coHe}^{-1})_t \cdot (K_{coHe})_t] - \sum_{t=1}^s (P_{coHe}^{-1})_t \cdot \sum_{t=1}^s (K_{coHe})_t}{s \cdot \sum_{t=1}^s (P_{coHe}^{-1})_t^2 - \left(\sum_{t=1}^s (P_{coHe}^{-1})_t \right)^2}, \quad (6)$$

$$K_{abs_{coHe}} = \frac{\sum_{t=1}^s (K_{coHe})_t - B_{coHe} \cdot \sum_{t=1}^s (P_{coHe}^{-1})_t}{s}, \quad (7)$$

где B_{coHe} - коэффициент Клинкенберга при измерениях ГСО 11546-2020 на приборе по гелию, МПа·мкм²;

$K_{abs_{coHe}}$ - измеренное по гелию на приборе значение коэффициента абсолютной газопроницаемости ГСО 11546-2020, мкм²;

$(P_{coHe}^{-1})_t$ - t -ое значение обратного порового давления при измерениях ГСО 11546-2020 на приборе по гелию, МПа⁻¹, $t=1 \dots s$;

$(K_{coHe})_t$ - измеренное на приборе значение коэффициента газопроницаемости ГСО 11546-2020 при измерениях по гелию при t -ом значении обратного порового давления $(P_{coHe}^{-1})_t$, мкм², $t=1 \dots s$;

s – количество значений обратного порового давления $(P(ГСО)_{He}^{-1})_t$, по которым были определены коэффициенты уравнения регрессии зависимости Клинкенберга при измерениях по гелию в паспорте ГСО 11546-2020.

11.1.9 По полученным в п. 11.1.8 значениям коэффициентов уравнения регрессии зависимости Клинкенберга B_{coHe} и $K_{abs_{coHe}}$ рассчитывают приведенные к обратным поровым давле-

ниями $(P(\Gamma CO)_{He}^{-1})_i$ значения коэффициентов газопроницаемости при измерениях ГСО 11546-2020 по гелию $(\widehat{K}_{coHe})_i$:

$$(\widehat{K}_{coHe})_i = B_{coHe} \cdot (P(\Gamma CO)_{He}^{-1})_i + K_{abs_{coHe}}, \quad (8)$$

где $(\widehat{K}_{coHe})_i$ - приведенное к обратному поровому давлению $(P(\Gamma CO)_{He}^{-1})_i$ значение коэффициента газопроницаемости при измерениях ГСО 11546-2020 по гелию, мкм².

11.1.10 Повторяют операции по п. 11.1.7-11.1.9 еще не менее двух раз.

11.1.11 Используя результаты измерений, полученные по п. 11.1.7-11.1.10 рассчитывают абсолютную погрешность измерений коэффициента газопроницаемости при каждом заданном значении обратного порового давления $(P(\Gamma CO)_{He}^{-1})_i$ и коэффициента абсолютной газопроницаемости при измерениях ГСО 11546-2020 по гелию:

$$(\Delta_{coHe})_{ij} = (\widehat{K}_{coHe})_{ij} - (K(\Gamma CO)_{He})_i, \quad (9)$$

$$(\Delta_{abs_{coHe}})_j = (K_{abs_{coHe}})_j - (K(\Gamma CO)_{abs}) \quad (10)$$

где: $(\Delta_{coHe})_{ij}$ - абсолютная погрешность измерений коэффициента газопроницаемости при заданном значении обратного порового давления $(P(\Gamma CO)_{He}^{-1})_i$ при j -ом измерении ГСО 11546-2020 по гелию, мкм²;

$(\widehat{K}_{coHe})_{ij}$ - j -ое приведенное к обратному поровому давлению $(P(\Gamma CO)_{He}^{-1})_i$ значение коэффициента газопроницаемости при измерениях ГСО 11546-2020 по гелию, мкм²;

$(K(\Gamma CO)_{He})_i$ - аттестованное значение коэффициента газопроницаемости по гелию при заданном значении обратного порового давления $(P(\Gamma CO)_{He}^{-1})_i$ из паспорта ГСО 11546-2020, мкм²;

$(\Delta_{abs_{coHe}})_j$ - абсолютная погрешность измерений коэффициента абсолютной газопроницаемости при j -ом измерении ГСО 11546-2020 по гелию, мкм²;

$(K_{abs_{coHe}})_j$ - j -ое измеренное по гелию на приборе значение коэффициента абсолютной газопроницаемости ГСО 11546-2020, мкм²;

$(K(\Gamma CO)_{abs})$ - аттестованное значение коэффициента абсолютной газопроницаемости ГСО 11546-2020, мкм².

Результаты определения абсолютной погрешности измерений коэффициента газопроницаемости при заданном значении обратного порового давления и коэффициента абсолютной газопроницаемости, полученные по формулам (9)-(10) должны соответствовать требованиям таблицы 1.

11.2 Определение действительных значений коэффициентов газопроницаемости при заданных значениях обратного порового давления и коэффициентов абсолютной газопроницаемости рабочих проб

11.2.1 Для каждой рабочей пробы определяют действительные значения коэффициентов газопроницаемости $(K(\Gamma ЭТ)_{N_2})_i$ при измерениях по азоту при r значениях обратного порового давления $(P(\Gamma ЭТ)_{N_2}^{-1})_i$ равных (8±0,15; 7±0,15; 6±0,15; 5±0,15; 4±0,15; 3±0,15; 2±0,15) МПа⁻¹ с помощью эталонной установки в соответствии с эксплуатационной документацией на ГЭТ 210: МВ-21-251-ГЭТ-210-2019 «Методика воспроизведения единиц пористости и газопроницаемости твердых веществ и материалов на эталонной установке, реализующей метод стационарной фильтрации» (далее – методика воспроизведения). По полученным r значениям

$(K(\Gamma ЭТ)_{N_2})_t$, и соответствующим им r значениям обратного порового давления $(P(\Gamma ЭТ)_{N_2}^{-1})_t$, для каждой рабочей пробы методом наименьших квадратов определяют коэффициенты уравнения регрессии зависимости Клинкаенберга $B(\Gamma ЭТ)_{N_2}$ и $K(\Gamma ЭТ)_{abs_{N_2}}$:

$$B(\Gamma ЭТ)_{N_2} = \frac{r \cdot \sum_{t=1}^r [(P(\Gamma ЭТ)_{N_2}^{-1})_t \cdot (K(\Gamma ЭТ)_{N_2})_t] - \sum_{t=1}^r (P(\Gamma ЭТ)_{N_2}^{-1})_t \cdot \sum_{t=1}^r (K(\Gamma ЭТ)_{N_2})_t}{r \cdot \sum_{t=1}^r (P(\Gamma ЭТ)_{N_2}^{-1})_t^2 - \left(\sum_{t=1}^r (P(\Gamma ЭТ)_{N_2}^{-1})_t \right)^2}, \quad (11)$$

$$K(\Gamma ЭТ)_{abs_{N_2}} = \frac{\sum_{t=1}^r (K(\Gamma ЭТ)_{N_2})_t - B(\Gamma ЭТ)_{N_2} \cdot \sum_{t=1}^r (P(\Gamma ЭТ)_{N_2}^{-1})_t}{r}, \quad (12)$$

где $B(\Gamma ЭТ)_{N_2}$ - коэффициент Клинкаенберга при измерениях на эталонной установке по азоту, МПа·мкм²;

$K(\Gamma ЭТ)_{abs_{N_2}}$ - коэффициент абсолютной газопроницаемости при измерениях на эталонной установке по азоту, мкм²;

$(P(\Gamma ЭТ)_{N_2}^{-1})_t$ - t -ое значение обратного порового давления при измерениях на эталонной установке по азоту, МПа⁻¹, $t=1 \dots r$;

$(K(\Gamma ЭТ)_{N_2})_t$ - действительное значение коэффициента газопроницаемости при измерениях по азоту при t -ом значении обратного порового давления $(P(\Gamma ЭТ)_{N_2}^{-1})_t$, воспроизведенное на эталонной установке, мкм², $t=1 \dots r$;

r - количество значений обратного порового давления при измерениях на эталонной установке по азоту.

Согласно методике воспроизведения, если какие-либо воспроизведенные на эталонной установке значения $(K(\Gamma ЭТ)_{N_2})_t$ и соответствующие им значения $(P(\Gamma ЭТ)_{N_2}^{-1})_t$ вызывают значимое понижение коэффициента корреляции R^2 зависимости Клинкаенберга, то данные значения $(K(\Gamma ЭТ)_{N_2})_t$ и $(P(\Gamma ЭТ)_{N_2}^{-1})_t$ отбрасывают, а коэффициенты уравнения регрессии зависимости Клинкаенберга $B(\Gamma ЭТ)_{N_2}$ и $K(\Gamma ЭТ)_{abs_{N_2}}$ определяют без их учета.

11.2.2 Для каждой рабочей пробы определяют действительные значения коэффициентов газопроницаемости $(K(\Gamma ЭТ)_{He})_t$ при измерениях по гелию при n значениях обратного порового давления $(P(\Gamma ЭТ)_{He}^{-1})_t$ равных (8±0,15; 7±0,15; 6±0,15; 5±0,15; 4±0,15; 3±0,15; 2±0,15) МПа⁻¹ с помощью эталонной установки в соответствии с методикой воспроизведения. По полученным n значениям $(K(\Gamma ЭТ)_{He})_t$ и соответствующим им n значениям обратного порового давления $(P(\Gamma ЭТ)_{He}^{-1})_t$ для каждой рабочей пробы методом наименьших квадратов определяют коэффициенты уравнения регрессии зависимости Клинкаенберга $B(\Gamma ЭТ)_{He}$ и $K(\Gamma ЭТ)_{abs_{He}}$:

$$B(\Gamma ЭТ)_{He} = \frac{n \cdot \sum_{t=1}^n [(P(\Gamma ЭТ)_{He}^{-1})_t \cdot (K(\Gamma ЭТ)_{He})_t] - \sum_{t=1}^n (P(\Gamma ЭТ)_{He}^{-1})_t \cdot \sum_{t=1}^n (K(\Gamma ЭТ)_{He})_t}{n \cdot \sum_{t=1}^n (P(\Gamma ЭТ)_{He}^{-1})_t^2 - \left(\sum_{t=1}^n (P(\Gamma ЭТ)_{He}^{-1})_t \right)^2}, \quad (13)$$

$$K(\Gamma ЭТ)_{abs_{He}} = \frac{\sum_{t=1}^n (K(\Gamma ЭТ)_{He})_t - B(\Gamma ЭТ)_{He} \cdot \sum_{t=1}^n (P(\Gamma ЭТ)_{He}^{-1})_t}{n}, \quad (14)$$

где $B(\Gamma \text{ЭТ})_{\text{He}}$ - коэффициент Клинкенберга при измерениях на эталонной установке по гелию, МПа·мкм²;

$K(\Gamma \text{ЭТ})_{\text{absHe}}$ - коэффициент абсолютной газопроницаемости при измерениях на эталонной установке по гелию, мкм²;

$(P(\Gamma \text{ЭТ})_{\text{He}}^{-1})_t$ - t -ое значение обратного порового давления при измерениях на эталонной установке по гелию, МПа⁻¹, $t=1 \dots n$;

$(K(\Gamma \text{ЭТ})_{\text{He}})_t$ - действительное значение коэффициента газопроницаемости при измерениях по гелию при t -ом значении обратного порового давления $(P(\Gamma \text{ЭТ})_{\text{He}}^{-1})_t$, воспроизведенное на эталонной установке, мкм², $t=1 \dots n$;

n – количество значений обратного порового давления при измерениях на эталонной установке по гелию.

Согласно методике воспроизведения, если какие-либо измеренные значения $(K(\Gamma \text{ЭТ})_{\text{He}})_t$ и соответствующие им значения $(P(\Gamma \text{ЭТ})_{\text{He}}^{-1})_t$ вызывают значимое понижение коэффициента корреляции R^2 зависимости Клинкенберга, то данные значения $(K(\Gamma \text{ЭТ})_{\text{He}})_t$ и $(P(\Gamma \text{ЭТ})_{\text{He}}^{-1})_t$ отбрасывают, а коэффициенты уравнения регрессии зависимости Клинкенберга $B(\Gamma \text{ЭТ})_{\text{He}}$ и $K(\Gamma \text{ЭТ})_{\text{absHe}}$ определяют без их учета.

11.2.3 По полученным в п. 11.2.1 и 11.2.2 на эталонной установке значениям коэффициентов абсолютной газопроницаемости по азоту $K(\Gamma \text{ЭТ})_{\text{absN}_2}$ и гелию $K(\Gamma \text{ЭТ})_{\text{absHe}}$ для каждой рабочей пробы рассчитывают действительное значение коэффициента абсолютной газопроницаемости $K(\Gamma \text{ЭТ})_{\text{abs}}$:

$$K(\Gamma \text{ЭТ})_{\text{abs}} = \frac{K(\Gamma \text{ЭТ})_{\text{absN}_2} + K(\Gamma \text{ЭТ})_{\text{absHe}}}{2}, \quad (15)$$

где $K(\Gamma \text{ЭТ})_{\text{abs}}$ - действительное значение коэффициента абсолютной газопроницаемости, мкм².

11.3 Определение относительной погрешности измерений коэффициента газопроницаемости при заданном значении обратного порового давления и коэффициента абсолютной газопроницаемости в поддиапазоне св. $1 \cdot 10^{-3}$ до $5000 \cdot 10^{-3}$ мкм².

11.3.1 Определение относительной погрешности измерений коэффициента газопроницаемости при заданном значении обратного порового давления и коэффициента абсолютной газопроницаемости допускается проводить с использованием азота или гелия.

11.3.2 В случае применения азота для поверки прибора проводят измерения коэффициентов газопроницаемости $(K_{\text{N}_2})_t$ каждой рабочей пробы на приборе согласно его руководству по эксплуатации с использованием азота при r обратных поровых давлениях $(P_{\text{N}_2}^{-1})_t$. Значения обратных поровых давлений $(P_{\text{N}_2}^{-1})_t$ при измерениях каждой рабочей пробы должны соответствовать и быть максимально близки к значениям обратных поровых давлений $(P(\Gamma \text{ЭТ})_{\text{N}_2}^{-1})_t$, по которым были определены коэффициенты уравнения регрессии зависимости Клинкенберга $B(\Gamma \text{ЭТ})_{\text{N}_2}$ и $K(\Gamma \text{ЭТ})_{\text{absN}_2}$ в п. 11.2.1 для каждой рабочей пробы.

11.3.3 С помощью программного обеспечения прибора по полученным значениям $(K_{\text{N}_2})_t$ и соответствующим им значениям обратного порового давления $(P_{\text{N}_2}^{-1})_t$ для каждой рабочей пробы методом наименьших квадратов определяют коэффициенты уравнения регрессии зависимости Клинкенберга B_{N_2} и K_{absN_2} :

$$B_{N_2} = \frac{r \cdot \sum_{t=1}^r \left[(P_{N_2}^{-1})_t \cdot (K_{N_2})_t \right] - \sum_{t=1}^r (P_{N_2}^{-1})_t \cdot \sum_{t=1}^r (K_{N_2})_t}{r \cdot \sum_{t=1}^r (P_{N_2}^{-1})_t^2 - \left(\sum_{t=1}^r (P_{N_2}^{-1})_t \right)^2}, \quad (16)$$

$$K_{abs_{N_2}} = \frac{\sum_{t=1}^r (K_{N_2})_t - B_{N_2} \cdot \sum_{t=1}^r (P_{N_2}^{-1})_t}{r}, \quad (17)$$

где B_{N_2} - коэффициент Клинкенберга при измерениях на приборе по азоту, МПа·мкм²;

$K_{abs_{N_2}}$ - измеренное по азоту на приборе значение коэффициента абсолютной газопроницаемости, мкм²;

$(P_{N_2}^{-1})_t$ - t -ое значение обратного порового давления при измерениях на приборе по азоту, МПа⁻¹, $t=1 \dots r$;

$(K_{N_2})_t$ - измеренное по азоту на приборе значение коэффициента газопроницаемости при t -ом значении обратного порового давления $(P_{N_2}^{-1})_t$, мкм², $t=1 \dots r$;

r – количество значений обратного порового давления при измерениях на эталонной установке по азоту.

11.3.4 По полученным в п. 11.3.3 значениям коэффициентов уравнения регрессии зависимости Клинкенберга B_{N_2} и $K_{abs_{N_2}}$ для каждой рабочей пробы рассчитывают приведенные к обратным поровым давлениям $(P(\GammaЭТ)_{N_2}^{-1})_t$ значения коэффициентов газопроницаемости при измерениях по азоту $(\hat{K}_{N_2})_t$:

$$(\hat{K}_{N_2})_t = B_{N_2} \cdot (P(\GammaЭТ)_{N_2}^{-1})_t + K_{abs_{N_2}}, \quad (18)$$

где $(\hat{K}_{N_2})_t$ - приведенное к обратному поровому давлению $(P(\GammaЭТ)_{N_2}^{-1})_t$ значение коэффициента газопроницаемости при измерениях по азоту, мкм².

11.3.5 Повторяют операции по п. 11.3.2-11.3.4 еще не менее двух раз.

11.3.6 Используя результаты измерений, полученные по п. 11.3.2-11.3.5 рассчитывают относительную погрешность измерений коэффициента газопроницаемости при каждом заданном значении обратного порового давления $(P(\GammaЭТ)_{N_2}^{-1})_i$ и коэффициента абсолютной газопроницаемости при измерениях по азоту:

$$(\delta_{N_2})_{ij} = \frac{(\hat{K}_{N_2})_{ij} - (K(\GammaЭТ)_{N_2})_{ii}}{(K(\GammaЭТ)_{N_2})_{ii}} \cdot 100, \quad (19)$$

$$(\delta_{abs_{N_2}})_{ij} = \frac{(K_{abs_{N_2}})_{ij} - (K(\GammaЭТ)_{abs})_i}{(K(\GammaЭТ)_{abs})_i} \cdot 100 \quad (20)$$

где: $(\delta_{N_2})_{ij}$ - относительная погрешность измерений коэффициента газопроницаемости при заданном значении обратного порового давления $(P(\GammaЭТ)_{N_2}^{-1})_i$ при j -ом измерении i -ой рабочей пробы по азоту, мкм²;

$(\hat{K}_{N_2})_{ij}$ - j -ое приведенное к обратному поровому давлению $(P(\GammaЭТ)_{N_2}^{-1})_i$ значение коэффициента газопроницаемости при измерениях i -ой рабочей пробы по азоту, мкм²;

$(K(\Gamma \text{ЭТ})_{N_2})_{ij}$ - действительное значение коэффициента газопроницаемости при заданном значении обратного порового давления $(P(\Gamma \text{ЭТ})_{N_2}^{-1})_i$ при измерениях по азоту i -ой рабочей пробы, мкм²;

$(\delta_{absN_2})_{ij}$ - относительная погрешность измерений коэффициента абсолютной газопроницаемости при j -ом измерении i -ой рабочей пробы по азоту, мкм²;

$(K_{absN_2})_{ij}$ - j -ое измеренное по азоту на приборе значение коэффициента абсолютной газопроницаемости i -ой рабочей пробы, мкм²;

$(K(\Gamma \text{ЭТ})_{abs})_i$ - действительное значение коэффициента абсолютной газопроницаемости i -ой рабочей пробы, мкм².

Результаты определения абсолютной и относительной погрешности измерений коэффициента газопроницаемости при заданном значении обратного порового давления и коэффициента абсолютной газопроницаемости, полученные по формулам (9)-(12) должны соответствовать требованиям таблицы 1.

11.3.7 В случае применения гелия для поверки прибора проводят измерения коэффициентов газопроницаемости $(K_{He})_i$ каждой рабочей пробы на приборе согласно его руководству по эксплуатации с использованием гелия при n обратных поровых давлениях $(P_{He}^{-1})_i$. Значения обратных поровых давлений $(P_{He}^{-1})_i$ при измерениях каждой рабочей пробы должны соответствовать и быть максимально близки к значениям обратных поровых давлений $(P(\Gamma \text{ЭТ})_{He}^{-1})_i$, по которым были определены коэффициенты уравнения регрессии зависимости Клинкаберга $B(\Gamma \text{ЭТ})_{He}$ и $K(\Gamma \text{ЭТ})_{absHe}$ в п.11.2.2 для каждой рабочей пробы.

11.3.8 С помощью программного обеспечения прибора по полученным значениям $(K_{He})_i$ и соответствующим им значениям обратного порового давления $(P_{He}^{-1})_i$ для каждой рабочей пробы методом наименьших квадратов определяют коэффициенты уравнения регрессии зависимости Клинкаберга B_{He} и K_{absHe} :

$$B_{He} = \frac{n \cdot \sum_{t=1}^n [(P_{He}^{-1})_t \cdot (K_{He})_t] - \sum_{t=1}^n (P_{He}^{-1})_t \cdot \sum_{t=1}^n (K_{He})_t}{n \cdot \sum_{t=1}^n (P_{He}^{-1})_t^2 - \left(\sum_{t=1}^n (P_{He}^{-1})_t \right)^2}, \quad (21)$$

$$K_{absHe} = \frac{\sum_{t=1}^n (K_{He})_t - B_{He} \cdot \sum_{t=1}^n (P_{He}^{-1})_t}{n}, \quad (22)$$

где B_{He} - коэффициент Клинкаберга при измерениях на приборе по гелию, МПа·мкм²;

K_{absHe} - измеренное по гелию на приборе значение коэффициента абсолютной газопроницаемости, мкм²;

$(P_{He}^{-1})_t$ - t -ое значение обратного порового давления при измерениях на приборе по гелию, МПа⁻¹, $t=1 \dots n$;

$(K_{He})_t$ - измеренное на приборе значение коэффициента газопроницаемости при измерениях по гелию при t -ом значении обратного порового давления $(P_{He}^{-1})_t$, мкм², $t=1 \dots n$;

n - количество значений обратного порового давления при измерениях на эталонной установке по гелию.

11.3.9 По полученным в п. 11.3.8 значениям коэффициентов уравнения регрессии зависимости Клинкенберга B_{He} и K_{absHe} для каждой рабочей пробы рассчитывают приведенные к обратным поровым давлениям $(P(\GammaЭТ)_{He}^{-1})_i$ значения коэффициентов газопроницаемости при измерениях по гелию $(\widehat{K}_{He})_i$:

$$(\widehat{K}_{He})_i = B_{He} \cdot (P(\GammaЭТ)_{He}^{-1})_i + K_{absHe}, \quad (23)$$

где $(\widehat{K}_{He})_i$ - приведенное к обратному поровому давлению $(P(\GammaЭТ)_{He}^{-1})_i$ значение коэффициента газопроницаемости при измерениях по гелию, мкм².

11.3.10 Повторяют операции по п. 11.3.7-11.3.9 еще не менее двух раз.

11.3.11 Используя результаты измерений, полученные по п. 11.3.7-11.3.10 рассчитывают относительную погрешность измерений коэффициента газопроницаемости при каждом заданном значении обратного порового давления $(P(\GammaЭТ)_{He}^{-1})_i$ и коэффициента абсолютной газопроницаемости при измерениях по гелию:

$$(\delta_{He})_{ij} = \frac{(\widehat{K}_{He})_{ij} - (K(\GammaЭТ)_{He})_{ij}}{(K(\GammaЭТ)_{He})_{ij}} \cdot 100, \quad (24)$$

$$(\delta_{absHe})_{ij} = \frac{(K_{absHe})_{ij} - (K(\GammaЭТ)_{abs})_i}{(K(\GammaЭТ)_{abs})_i} \cdot 100 \quad (25)$$

где: $(\delta_{He})_{ij}$ - относительная погрешность измерений коэффициента газопроницаемости при заданном значении обратного порового давления $(P(\GammaЭТ)_{He}^{-1})_i$ при j -ом измерении i -ой рабочей пробы по гелию, мкм²;

$(\widehat{K}_{He})_{ij}$ - j -ое приведенное к обратному поровому давлению $(P(\GammaЭТ)_{He}^{-1})_i$ значение коэффициента газопроницаемости при измерениях i -ой рабочей пробы по гелию, мкм²;

$(K(\GammaЭТ)_{He})_{ij}$ - действительное значение коэффициента газопроницаемости при заданном значении обратного порового давления $(P(\GammaЭТ)_{He}^{-1})_i$ при измерениях по гелию i -ой рабочей пробы, мкм²;

$(\delta_{absHe})_{ij}$ - относительная погрешность измерений коэффициента абсолютной газопроницаемости при j -ом измерении i -ой рабочей пробы по гелию, мкм²;

$(K_{absHe})_{ij}$ - j -ое измеренное по гелию на приборе значение коэффициента абсолютной газопроницаемости i -ой рабочей пробы, мкм²;

$(K(\GammaЭТ)_{abs})_i$ - действительное значение коэффициента абсолютной газопроницаемости i -ой рабочей пробы, мкм².

Результаты определения относительной погрешности измерений коэффициента газопроницаемости при заданном значении обратного порового давления и коэффициента абсолютной газопроницаемости, полученные по формулам (24)-(25) должны соответствовать требованиям таблицы 1.

11.4 Проверка диапазона измерений коэффициента газопроницаемости при заданном значении обратного порового давления и коэффициента абсолютной газопроницаемости

11.4.1 Проверку диапазона измерений коэффициента газопроницаемости при заданном значении обратного порового давления и коэффициента абсолютной газопроницаемости провести одновременно с определением погрешности по п. 11.1.6 и п. 11.3.6 (в случае применения азота) или п. 11.1.11 и п. 11.3.11 (в случае применения гелия) настоящей методики поверки.

11.4.2 За диапазон измерений прибора принять диапазон измерений коэффициента газопроницаемости при заданном значении обратного порового давления и коэффициента абсолютной газопроницаемости, если полученные по формулам (4)-(5) и (19)-(20) (в случае применения азота) или (9)-(10) и (24)-(25) (в случае применения гелия) значения абсолютной и относительной погрешности измерений коэффициента газопроницаемости при заданном значении обратного порового давления и коэффициента абсолютной газопроницаемости удовлетворяют требованиям таблицы 1.

12 Оформление результатов поверки

12.1 Результаты поверки оформляются протоколом в произвольной форме.

12.2 При положительных результатах поверки прибор признают пригодным к применению.

12.3 Нанесение знака поверки на приборы не предусмотрено. Пломбирование приборов не предусмотрено.

12.4 При отрицательных результатах поверки прибор признают непригодным к применению.

12.5 По заявке заказчика при положительных результатах поверки оформляется свидетельство о поверке, при отрицательных – извещение о непригодности.

12.6 Сведения о результатах поверки передают в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в соответствии с установленным порядком. В сведениях о результатах поверки приводят данные о используемом газе (азот или гелий).

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



Е.В. Вострокнутова