

УДК 006.91

## СОСТОЯНИЕ И ПЕРСПЕКТИВЫ РАЗВИТИЯ МЕТРОЛОГИИ ПОРОМЕТРИИ

Е.П. Собина

*Уральский научно-исследовательский институт метрологии, Екатеринбург,  
ул. Красноармейская, 4  
251@uniim.ru*

*В работе рассмотрено состояние и перспективы развития Государственного первичного эталона единиц удельной адсорбции газов, удельной поверхности, удельного объема и размера пор твердых веществ и материалов ГЭТ 210–2014 на ближайшее несколько лет.*

*The state and prospects of the development of the National Primary Standard GET 210-2014 for the Units of Specific Absorption of Gases, Specific Surface, Specific Volume, and Pore Size of Solid Substances and Materials for the next few years are considered.*

*Ключевые слова: Государственный первичный эталон, адсорбция, порометрия.*

*Key words: National Primary Standard, adsorption, Pore Size.*

Важнейшими характеристиками структуры пористых и дисперсных веществ и материалов являются характеристики пористости и газопроницаемости: удельная поверхность, удельный объем, размер пор пористость и газопроницаемость. От сорбционных свойств веществ зависят поглотительная способность адсорбентов, эффективность твердых катализаторов, характеристики фильтрующих материалов. Удельная поверхность активных углей составляет 500–1500 м<sup>2</sup>/г, силикагелей – до 800 м<sup>2</sup>/г, макропористых ионообменных смол — не более 70 м<sup>2</sup>/г, диатомитовых носителей для газофазной жидкостной хроматографии — менее 10 м<sup>2</sup>/г, а непористых порошков металлов и керамики – менее 1 м<sup>2</sup>/г [1–4]. Удельная поверхность характеризует дисперсность порошкообразных материалов – минеральных вяжущих веществ, наполнителей, пигментов, пылевидного топлива и др. [1]. Размер пор может варьироваться от 0,4 до 10000 нм и более.

В соответствии с классификацией IUPAC по размеру пор вещества разделяются на три группы: микропористые (менее 2 нм), мезопористые (2–50 нм); макропористые (более 50 нм). Микропористые цеолиты участвуют в процессах изомеризации бензиновых фракций, крекинга нефти, их используют на стадиях пред- и гидроочистки нефти и нефтепродуктов. Мезопористые оксиды металлов применяют для очистки газовых и жидких сред от различных загрязнений, например, использование автомобильных катализаторов для очистки выхлопных газов, в индустрии наносистем и наноматериалов, при создании и обработке композиционных материалов, полимеров и эластомеров, в резинотехнической, химической, легкой и других отраслях промышленности. Макропористые и непористые металлические микро- и нанопорошки служат для изготовления покрытий и новых композиционных

материалов, применяемых в сварочной отрасли, а также в машиностроении, авиации, химии и др. Ни одно производство противоизносных препаратов и автомобильных покрышек не обходится без медного порошка. Наиболее активно металлические порошки используют в порошковой металлургии. К макропористым веществам, для которых на практике необходимо контролировать размер частиц относятся фильтры, мембраны, керамика и др. Для горных пород значения пористости варьируются в достаточно широком диапазоне от 0,1 до 40 %, а газопроницаемость может быть от  $0,1 \cdot 10^{-3}$  до  $5000 \cdot 10^{-3}$  мкм<sup>2</sup>. На практике необходимы достоверные сведения о проницаемости и пористости горных пород, которые становятся особенно актуальны при добыче нефти и газа, залежи которых расположены на больших глубинах, а также при геологоразведке новых месторождений.

Развитие новых материалов, качество которых необходимо контролировать, обуславливает появление широкого парка средств измерений (СИ). По данным Федерального информационного фонда по обеспечению единства измерений (ФИФ), в реестре утвержденных СИ зарегистрировано 50 типов [5]. Относительная погрешность СИ характеристик пористости и проницаемости составляет  $\pm(2-40)$  %. В связи с этим возникает необходимость централизованного метрологического обеспечения данных СИ, парк которых в России по ориентировочным оценкам превышает 500 единиц. Это привело к созданию и утверждению Государственного первичного эталона единиц удельной адсорбции газов, удельной поверхности, удельного объема и размера пор твердых веществ и материалов (ГЭТ 210–2014), который реализует газоадсорбционный метод [6].

В процессе разработки ГЭТ 210–2014 показано, что к высокоточным методам измерений сорбционных свойств твердых веществ и материалов относятся следующие [4, 7–11]:

- газоадсорбционный (объемный);
- ртутная порометрия;
- просвечивающая электронная микроскопия (ПЭМ);
- метод стационарной фильтрации газов для измерений газопроницаемости.

На практике для контроля точности сорбционных свойств применяют методы: термодесорбционный; по воздухопроницаемости; спектральные; рентгеновского и нейтронного рассеяния; растровой электронной и оптической микроскопии; гравиметрический, объемный, ЯМР и многие другие.

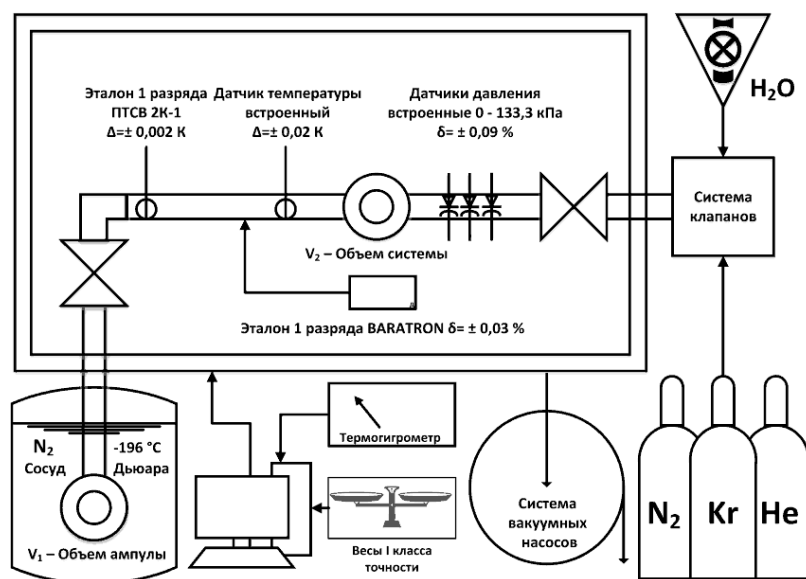
Проведенный анализ оснащенности метрологических институтов показал, что для характеристики сорбционных свойств пористых веществ NIST (США) реализует газоадсорбционный (объемный) метод, ртутную порометрию и ПЭМ, BAM (Federal Institute for Materials Research and Testing, Германия) – газоадсорбционный (объемный) и ртутную порометрию, IRMM (Ев-

росоюз), CENAM (Мексика), NMI (Австралия), NIM (Китай), NMIJ (Япония), LNE (Франция), INMETRO (Бразилия), UME (Турция) – только газоадсорбционный метод.

Зарубежные и международные стандарты [7–9] распространяются на ртутную порометрию и газоадсорбционный (объемный) методы измерений. В настоящее время в России широко распространены и применяются средства измерений сорбционных свойств на основе газоадсорбционного и термодесорбционного методов, средства измерений пористости и газопроницаемости на основе методов стационарной и нестационарной фильтрации, а также для измерений макропор применяется метод ртутной порометрии.

Данные обстоятельства, а именно широкая распространенность, востребованность и высокая точность измерений, послужили причиной разработки на первом этапе эталона, реализующего газоадсорбционный метод, основанный на измерении удельной адсорбции газов твердыми веществами и материалами.

В настоящее время ГЭТ 210–2014 состоит из технических средств и вспомогательных устройств (см. рисунок): эталонной установки, реализующей газоадсорбционный метод (в качестве газов используют высокочистые He, N<sub>2</sub>, Kr, Ar, H<sub>2</sub>O); эталонов сравнения; блоков измерений массы пробы, подготовки образцов, контроля условий окружающей среды и обработки измерительной информации.



Блок-схема воспроизведения единиц удельной адсорбции газов, удельной поверхности, удельного объема и размера пор твердых веществ газоадсорбционным методом

Метрологические характеристики ГЭТ 210–2014 приведены в табл. 1.

Таблица 1

Метрологические характеристики ГЭТ 210–2014

Наименование характеристики	Удельная		Удельный объем пор, см <sup>3</sup> /г	Размер пор, нм
	адсорбция, моль/кг	поверхность, м <sup>2</sup> /г		
Диапазон измерений	0,001–250	0,10–2500,00	0,05–2,00	0,4–100,0
Относительное СКО результата измерений, $S_0$ , % (для пяти независимых измерений)	0,02–1,00	0,05–0,80	0,09–0,90	0,09–1,00
Границы относительной неисключенной систематической погрешности $\theta_0$ , % ( $P=0,95$ )	0,2–1,00	0,4–1,1	0,1–1,1	0,4–1,5
Относительная стандартная неопределенность:				
типа А (для пяти независимых измерений), $u_A$ , %	0,02–1,00	0,05–0,80	0,09–0,90	0,09–1,00
типа В, $u_B$ , %	0,09–0,50	0,2–0,6	0,05–0,60	0,2–0,8

Для передачи единиц от ГЭТ 210-2014 в настоящее время используются стандартные образцы микропористых, мезопористых и макропористых веществ, которые имеют метрологические характеристики, приведенные в таблицах 2-4. Стандартный образец непористого вещества на основе оксида кремния в настоящее время проходит проверку результатов испытаний СО в целях утверждения типа.

Таблица 2

Метрологические характеристики ГСО 10449-2014 сорбционных свойств  
нанопористого оксида алюминия (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> СО УНИИМ)

Аттестуемая характеристика	Интервал допускаемых значений аттестуемой характеристики СО	Границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения СО при P=0,95, %	Допускаемые значения относительной расширенной неопределенности аттестованного значения СО при k=2, %, не более
Удельная поверхность (БЭТ) S, м <sup>2</sup> /г	100–300	±2,0	2,0
Удельный объем пор V, см <sup>3</sup> /г	0,2–1,0	±3,0	3,0
Средний диаметр пор 4V/S, нм	5–20	±3,0	3,0
Удельная асорбция азота А при p/p <sub>0</sub> =0,10, моль/кг	1,5–2,5	±3,0	3,0
Удельная адсорбция азота А при p/p <sub>0</sub> =0,20, моль/кг	2,0–3,0	±3,0	3,0
Удельная адсорбция азота А при p/p <sub>0</sub> =0,30, моль/кг	2,5–4,0	±3,0	3,0
Удельная адсорбция азота А при p/p <sub>0</sub> =0,99, моль/кг	15–25	±3,0	3,0

Таблица 3

Метрологические характеристики ГСО 10735-2015 сорбционных свойств  
нанопористого углерода (С СО УНИИМ)

Аттестуемая характеристика	Интервал опускаемых аттестованных значений	Границы допускаемых значений относительной погрешности при P=0,95, %	Относительная расширенная неопределенность при k=2, %
Удельная поверхность, м <sup>2</sup> /г	от 30 до 60	±4	4
Удельный объем пор, см <sup>3</sup> /г	от 0,1 до 0,5	±10	10
Средний диаметр пор, нм	от 10 до 20	±10	10
Удельная адсорбция азота при температуре жидкого азота в диапазоне относительных давлений, p/p <sub>0</sub> от 0,5·10 <sup>-3</sup> до 0,992, моль/кг	От 0,05 до 10,0	±10	10

Таблица 4

Метрологические характеристики стандартного образца сорбционных свойств нанопористого цеолита (Zeolite СО УНИИМ)

Аттестуемая характеристика	Интервал допускаемых аттестованных значений	Границы допускаемых значений относительной погрешности при P=0,95, %	Относительная расширенная неопределенность при k=2, %
Удельная поверхность, м <sup>2</sup> /г	от 500 до 1200	±3,0	3,0
Удельный объем пор, см <sup>3</sup> /г	от 0,1 до 0,5	±3,0	3,0
Преобладающий диаметр пор, нм	от 0,4 до 0,9	±3,0	3,0
Удельная адсорбция аргона при температуре жидкого аргона в диапазоне относительных давлений, p/p <sub>0</sub> от 1,0·10 <sup>-6</sup> до 1,0·10 <sup>-1</sup> , моль/кг	от 0,001 до 20,0	±30,0 при p/p <sub>0</sub> (1,0·10 <sup>-6</sup> -1,7·10 <sup>-4</sup> ); ±4,0 при p/p <sub>0</sub> (1,7·10 <sup>-4</sup> -1,0·10 <sup>-1</sup> )	30,0 при p/p <sub>0</sub> (1,0·10 <sup>-6</sup> -1,7·10 <sup>-4</sup> ); 4,0 при p/p <sub>0</sub> (1,7·10 <sup>-4</sup> -1,0·10 <sup>-1</sup> )

Таблица 5

Метрологические характеристики стандартного образца удельной поверхности кварцевого песка (QSIO<sub>2</sub> СО УНИИМ)

Аттестуемая характеристика	Интервал допускаемых аттестованных значений	Границы допускаемых значений относительной погрешности при P=0,95, %	Относительная расширенная неопределенность при k=2 и P=0,95, %
Удельная поверхность, м <sup>2</sup> /г	от 0,2 до 1,0	±4	4

### Сличения

Для оценки измерительных возможностей в 2012 г. УНИИМ участвовал в межлабораторной аттестации стандартного образца (СО) CRM BAM P106 нанопористого диоксида титана производства BAM (Германия). В период 2013–2014 гг. были проведены пилотные сличения в области измерений характеристик (удельной адсорбции азота, удельной поверхности, удельного объема пор и размера пор) нанопористых веществ (на основе диоксида кремния и оксида алюминия) по теме КОOMET 613/RU-a/13.

В период 2016-2017 гг. были проведены ССQM К-136 ключевые сличения в области измерений характеристик пористости (удельной адсорбции азота, удельной поверхности, удельного объема пор и размера пор) нанопористого оксида алюминия [13].

По результатам проведенных исследований в базу данных МБМВ внесено 8 строк калибровочных и измерительных возможностей (СМС) в области измерений сорбционных свойств нанопористых оксидов титана и кремния (табл. 6) [12]. В 2017 г. по результатам ключевых сличений ССQM К-136 были подготовлены еще 8 строк калибровочных и измерительных возможностей по измерению удельной адсорбции азота, удельной поверхности, удельного объема и размера пор нанопористых оксида алюминия и технического углерода.

Таблица 6

## Измерительные и калибровочные возможности УНИИМ

Шифр СМС	Объект	Величина	Диапазон	
			измерений	расширенной неопределенности ( $k=2$ )
251-9.5-1	Диоксид титана	Удельная поверхность, м <sup>2</sup> /г	50–150	1–4
251-9.5-2		Удельный объем пор, см <sup>3</sup> /г	0,1–0,4	0,006–0,01
251-9.5-3		Средний диаметр пор, нм	2–100	0,2–2,0
251-9.5-4		Преобладающий диаметр пор, нм		0,2–5,0
251-9.5-5	Оксид кремния	Удельная поверхность, м <sup>2</sup> /г	0,2–1500,0	0,2–25,0
251-9.5-6		Удельный объем пор, см <sup>3</sup> /г	0,1–1,5	0,006–0,03
251-9.5-7		Средний диаметр пор, нм	2–100	0,04–2
251-9.5-8		Преобладающий диаметр пор, нм		0,08–4
251-9.5-9	Оксид алюминия	Удельная адсорбция азота, моль/кг	0,5–25,0	0,015–0,2
251-9.5-10		Удельная поверхность, м <sup>2</sup> /г	1–300	0,02–6
251-9.5-11		Удельный объем пор, см <sup>3</sup> /г	0,1–1,0	0,002–0,02
251-9.5-12		Средний диаметр пор, нм	2–100	0,4–2
251-9.5-13	Нанопористый углерод	Удельная адсорбция азота, моль/кг	0,1–25,0	0,001–0,3
251-9.5-14		Удельная поверхность, м <sup>2</sup> /г	1–600	0,02–12
251-9.5-15		Удельный объем пор, см <sup>3</sup> /г	0,1–1,0	0,002–0,02
251-9.5-16		Средний диаметр пор, нм	2–100	0,4–2

Сравнение измерительных возможностей ГЭТ 210-2014 с зарубежными аналогами.

В таблице 7 сравнение измерительных и калибровочных возможностей на основе базы данных МБМВ и официальных сайтов НМИ.



Таблица 7

Сведения об измерительных и калибровочных возможностях на основе базы данных МБМВ, официальных сайтов НМИ и отчетов о разработке СО

НМИ, страна, шифр СМС, метод	Объекты	Диапазон	Расширенная неопределенность	Способ оказания калибровочных услуг
IRMM, European Commission <a href="http://www.irmm.jrc.be">http://www.irmm.jrc.be</a> , ртутная порометрия	Пористые стекла	Удельная поверхность (0,1-300) м <sup>2</sup> /г	(0,68-6) м <sup>2</sup> /г	BCR-170
IRMM, European Commission, <a href="http://www.irmm.jrc.be">http://www.irmm.jrc.be</a> , ртутная порометрия	Цеолит	Удельный объем пор (0,2-0,3) см <sup>3</sup> /г	(0,002-0,006) см <sup>3</sup> /г	BCR-704 BCR-705
IRMM, European Commission, <a href="http://www.irmm.jrc.be">http://www.irmm.jrc.be</a> , ртутная порометрия	Цеолит	Преобладающий диаметр пор (0,5-50) нм	(0,02-1) нм	BCR-704 BCR-705
NIST, США <a href="http://www.nist.gov">www.nist.gov</a> , ртутная порометрия	Пористые стекла	Удельная поверхность (0,1-300) м <sup>2</sup> /г	(0,68-6) м <sup>2</sup> /г	SRM 2206 SRM 2207
NIST, США <a href="http://www.nist.gov">www.nist.gov</a> , ртутная порометрия	Пористые стекла	Удельный объем пор (100-1000) мм <sup>3</sup> /г	(13-24) мм <sup>3</sup> /г	SRM 1917
NIST, США <a href="http://www.nist.gov">www.nist.gov</a> , ртутная порометрия	Пористые стекла, Оксид алюминия	Средний диаметр пор (4-7500) нм	(0,2-200) нм	SRM 1917
ВАМ, Германия I.1-Pogo-1, газоадсорбционный метод	Неорганические материалы	Удельная поверхность (0,1-300) м <sup>2</sup> /г	(0,01-6) м <sup>2</sup> /г	Референтные измерения
ВАМ, Германия I.1-Pogo-2, газоадсорбционный метод	Оксиды алюминия и кремния	Удельная поверхность (0,1-300) м <sup>2</sup> /г	(0,01-6) м <sup>2</sup> /г	ВАМ-PM-101, ВАМ-PM-102, ВАМ-PM-103, ВАМ-PM-104

Продолжение таблицы 7

ВАМ, Германия I.1-Рого-3, газоадсорбционный метод	Оксид алюминия и цеолит	Удельный объем пор (0,2-0,3) см <sup>3</sup> /г	(0,002-0,006) см <sup>3</sup> /г	ВАМ-PM-103, ВАМ-PM-104, ERM-FD-107
ВАМ, Германия I.1-Рого-4, газоадсорбционный метод	Оксид алюминия и цеолит	Средний и преоб- ладающий диаметр пор (0,5-50) нм	(0,02-1) нм	ВАМ-PM-103, ВАМ-PM-104, ERM-FD-107
ВАМ, Германия I.1-Рого-5, ртутная порометрия	Пористые стекла, оксид алюминия	Удельный объем пор (100-1000) мм <sup>3</sup> /г	(13-24) мм <sup>3</sup> /г	ERM-FD120 ERM-FD121 ERM-FD122 ВАМ-P127
ВАМ, Германия I.1-Рого-6, ртутная порометрия	Пористые стекла, оксид алюминия	Средний диаметр пор (4-7500) нм	(0,2-200) нм	ERM-FD121 ERM-FD122 ERM-FD120 ВАМ-P127

Продолжение таблицы 7

УНИИМ, Россия 251.9.5-1-251.9.5-16	Диоксид титана	Удельная поверхность: (50-150) м <sup>2</sup> /г	(1-4) м <sup>2</sup> /г	ГСО 9935-2011
	Оксид кремния	(0,2-1500) м <sup>2</sup> /г	(0,2-25) м <sup>2</sup> /г	
	Оксид алюминия	(1-300) м <sup>2</sup> /г	(0,02-12) м <sup>2</sup> /г	
	Нанопористый углерод	1-600) м <sup>2</sup> /г	(0,02-25) м <sup>2</sup> /г	
	Диоксид титана	Удельный объем пор: (0,1-0,4) см <sup>3</sup> /г	(0,006-0,01) см <sup>3</sup> /г	ГСО 9935-2011
	Оксид кремния	(0,1-1,5) см <sup>3</sup> /г	(0,006-0,03) см <sup>3</sup> /г	
	Оксид алюминия	(0,1-1,0) см <sup>3</sup> /г	(0,002-0,02) см <sup>3</sup> /г	
	Нанопористый углерод	(0,1-1,0) см <sup>3</sup> /г	(0,002-0,02) см <sup>3</sup> /г	
	Диоксид титана	Средний диаметр пор: (2-100) нм	(0,2-2) нм	ГСО 9935-2011
	Оксид кремния	(2-100) нм	(0,04-2) нм	
	Оксид алюминия	(2-100) нм	(0,4-2) нм	
	Нанопористый углерод	(2-100) нм	(0,4-2) нм	
	Диоксид титана	Преобладающий диаметр пор: (2-100) нм	(0,2-5) нм	ГСО 9935-2011
	Оксид кремния	(2-100) нм	(0,08-5) нм	

Таким образом, ГЭТ 210-2014 на основе газоадсорбционного метода не уступает наилучшим мировым аналогам. Однако имеет ограниченный диапазон измерений размеров пор твердых веществ и материалов.

Перспективы совершенствования ГЭТ 210-2014 в период 2017-2019 гг.

В состав ГЭТ 210-2014 планируется включение двух дополнительных эталонных установок:

- эталонная установка для измерений пористости и газопроницаемости на основе метода стационарной фильтрации;
- эталонная установка для измерений размеров макропор на основе метода ртутной порометрии.

Эталонная установка для измерений пористости и газопроницаемости на основе метода стационарной фильтрации в настоящее время уже смонтиро-

вана и находится на исследовании. На основе проведенных исследований с применением эталонной установки для измерений пористости и газопроницаемости разработаны новые типы стандартных образцов пористости и газопроницаемости (табл. 8, 9) [15].

Таблица 8

Метрологические характеристики стандартного образца ГСО 10583-2015 открытой пористости твердых веществ, материалов (имитаторы) (комплект ОПТВ СО УНИИМ)

Аттестуемая характеристика	Индекс СО	Интервал допускаемых значений аттестуемой характеристики СО, %	Границы допускаемой абсолютной погрешности аттестованного значения СО при P=0,95, %	Допускаемые значения расширенной неопределенности аттестованного значения СО при k=2, %
Открытая пористость, %	ОПТВ-1	от 4 до 6	±0,05	0,05
	ОПТВ-2	от 9 до 11		
	ОПТВ-3	от 19 до 21		
	ОПТВ-4	от 29 до 31		
	ОПТВ-5	от 49 до 51		

Таблица 9

Метрологические характеристики стандартного образца ГСО 10799-2016 газопроницаемости горных пород (имитаторы) (комплект ГП СО УНИИМ)

Аттестуемая характеристика	Интервал допускаемых значений аттестуемой характеристики СО	Границы допускаемой относительной погрешности аттестованного значения СО при P=0,95, %	Допускаемые значения относительной расширенной неопределенности аттестованного значения СО при k=2, %
Коэффициент газопроницаемости, $10^{-3}$ мкм <sup>2</sup> (мД)	от 0,1 до 5000	±3	3

Эталонная установка для измерений размеров макропор на основе метода ртутной порометрии позволит в перспективе расширить диапазон измерений размеров пор от 100 до 10000 нм.

### Выводы

В настоящее время ГЭТ 210-2014 обеспечивает воспроизведение и передачу единиц удельной адсорбции газов в диапазоне 0,001–250 моль/кг, удельной поверхности в диапазоне 0,1–2500 м<sup>2</sup>/г, удельного объема пор в диапазоне 0,05–2,0 см<sup>3</sup>/г, размера пор в диапазоне 0,4–100 нм с точностью на уровне мировых аналогов 0,4–2,0 %. В период 2017-2019 гг. планируется включение в состав двух новых эталонных установок, реализующих методы стационарной фильтрации газов и ртутной порометрии.

Совершенствование эталона позволит обеспечить метрологическое обеспечение СИ и методик измерений сорбционных свойств, пористости газопроницаемости твердых веществ и материалов в различных отраслях промышленного производства. При этом обеспечивается метрологическая независимость РФ и осуществляется импортозамещение дорогостоящих зарубежных СО.

### Литература

1. Карнаухов А.П. Адсорбция. Текстура дисперсных и пористых материалов. Новосибирск: Наука, Сиб. отделение, 1999.
2. Paul A. Webb and Clyde Analytical Methods in Fine Particle Technology, 1997. Micromeritics corporation.
3. Фенелонов В.Б. Введение в основы адсорбции и текстурологии. Новосибирск: Изд-во СО РАН, 2004.
4. Грек С., Синг К. Адсорбция, удельная поверхность, пористость. М.: Мир, 1984.
5. Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений [Офиц. сайт]. <http://www.fundmetrology.ru/default.aspx> (дата принятия 09.04.2015).
6. Приказ Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 29 января 2015 г. № 128 «Об утверждении Государственного первичного эталона единиц удельной адсорбции газов, удельной поверхности, удельного объема и размера пор твердых веществ и материалов».
7. ASTM D4222–03(2008). Standard Test Method for Determination of Nitrogen Adsorption and Desorption Isotherms of Catalysts and Catalyst Carriers by Static Volumetric Measurements.
8. DIN 66131. Determination of specific surface area of solids by gas adsorption using the method of Brunauer, Emmett and Teller (BET).

9. ISO 15901-2:2006. Pore size distribution and porosity of solid materials by mercury porosimetry and gas adsorption. – Part 2: Analysis of mesopores and macropores by gas adsorption.
10. Badalyan A., Pendleton P. Analysis of Uncertainties in Manometric Gas Adsorption Measurements. I: Propagation of Uncertainties in BET Analyses // *Lanmiur*. 2003. N 19. P. 7919–7928.
11. Stefanidou M. Methods for porosity measurement in lime-based mortars // *J. Construction and Building Materials*. 2010. v. 24. P. 2572–2578.
12. BIPM [Официальный сайт]. <http://www.bipm.org> (дата обращения 09.04.2015)
13. Sobina E., Zimathis A., Prinz C., Emmerling F., Unger W., De Santis Neves R., Galhardo C.E., De Robertis E., Wang H., Mizuno K., Kurokawa A. Final report of CCQM-K136 Measurement of porosity properties (specific adsorption, BET specific surface area, specific pore volume and pore diameter) of nanoporous Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> // *Metrologia*, v. 53, Technical Supplement, 2016.
14. Собина Е.П. Разработка аттестованного стандартного образца нанопористого оксида алюминия // *Измерительная техника*, 2016, № 8, с. 68-72.
15. Собина Е.П. Разработка комплекта стандартных образцов открытой пористости твердых веществ, материалов (имитаторов) // *Стандартные образцы*, 2016, № 2, с. 36-43.