

Приложение № 57 к протоколу


МГС № 45-2014

**О выполнении Программы работ по
созданию системы метрологического
обеспечения измерений калорийности
(энергии сгорания) газового топлива в
сфере газовой калориметрии, а также
других видов топлив**

45-е заседание МГС

г. Сочи





Международная система метрологического обеспечения измерений калорийности предполагает наличие следующих компонентов:

- 1 Национальные эталоны и сличения их в рамках KOOMET
- 2 Поверочные схемы
- 3 Рабочие эталоны – эталонные меры и ГСО
- 4 Рабочие СИ (парк калориметров сжигания)
- 5 НТД
- 6 Подтверждение компетентности лабораторий, выполняющих испытания качественных параметров топлив, используемых в коммерческом учете, путем участия в МСИ

**1 Национальные эталоны и
результаты сличений эталонных
методов измерений объемной
теплоты сгорания природного газа
по теме № 488/RU-a/10 KOOMET**



Национальные эталоны в области бомбовой калориметрии

Страна	Россия, ВНИИМ	Украина, ННЦИМ	Белоруссия, БелГИМ	Китай, NRCCRM	США, NIST
u_{0A}	$4 \cdot 10^{-5}$	$4 \cdot 10^{-5}$	$4 \cdot 10^{-5}$	$4 \cdot 10^{-5}$	$3 \cdot 10^{-5}$
u_{0B}	$5 \cdot 10^{-5}$	$7 \cdot 10^{-5}$	$5 \cdot 10^{-5}$	$5 \cdot 10^{-5}$	$5 \cdot 10^{-5}$

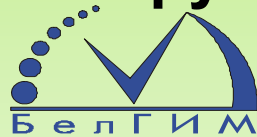
Международные аналоги в области газовой калориметрии

**ВНИИМ,
Россия**



2 газовых
калориметра в
составе эталона

**БелГИМ,
Беларусь**



Поставлена
тема по
разработке
газового
калориметра

**LNE,
Франция**



Исследуются
МХ газового
калориметра

**PTB,
Германия**



Исследуются
МХ газового
калориметра

Участники сличений по теме № 488/RU-a/10 KOOMET



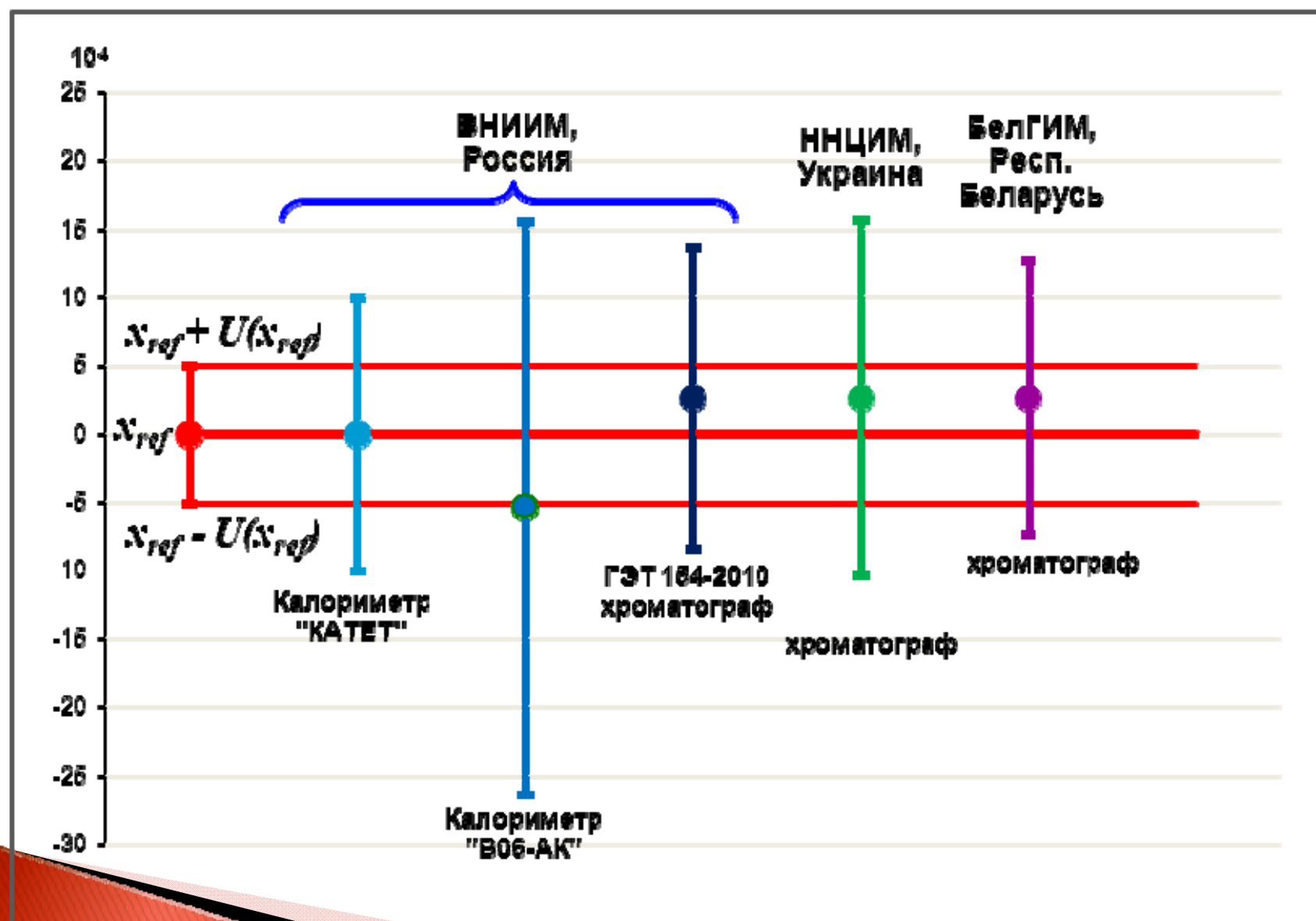
**Компонентный
состав газовой
смеси для
сличений**

№ п/п	Компонент	Номинальное значение, % мол
1	Азот	1,0
2	Диоксид углерода	0,05
3	Этан	1,0
4	Пропан	0,3
5	Изобутан	0,07
6	Н-Бутан	0,07
7	Изопентан	0,025
8	Н-пентан	0,025
9	Гексан	0,025
10	Метан	остальное

Методы измерений и СИ участников сличений

№	Участник	Метод	Эталон, СИ
1	ВНИИМ, Россия	прямой калориметрический	ГЭТ 16-2010 Газовый калориметр «КАТЕТ»
2			ГЭТ 16-2010 Газовый калориметр «В-06АК»
3		косвенный расчетный метод	ГЭТ 154-2011 Газовый хроматографический комплекс «Кристалл 5000.1»
4	ННЦ ИМ, Украина	косвенный расчетный метод	Газовый хроматограф типа Хромос ГХ-1000
5	БелГИМ, Республика Беларусь	косвенный расчетный метод	Газовый хроматографический комплекс Кристалл 5000.1

Результаты сличений KOOMET № 488/RU-a/10



Сличения КООМЕТ в области бомбовой калориметрии сжигания

Тема №	Образец для сличений	Участники	Период
КООМЕТ № 228/Ua/01	высокоочищенная бензойная кислота (два образца)	Россия (ВНИИМ-пилот), Украина (ННЦИМ), Китай (НИМ), Румыния (BRLM)	2008–2010 завершена
двусторонние	высокоочищенная бензойная кислота (К-3)	Россия (ВНИИМ-пилот), Белоруссия (БелГИМ)	2012 завершена
КООМЕТ № 489/RU/10	спектрально-чистый графит	Россия (ВНИИМ-пилот), Украина (ННЦИМ), Белоруссия (БелГИМ), Китай (НИМ)	2008–2014 завершена
двусторонние № 623/Ru-a/13	образцы твердого и жидкого топлива	Россия (ВНИИМ-пилот), Белоруссия (БелГИМ)	2013–2014 текущая

2 Поверочные схемы

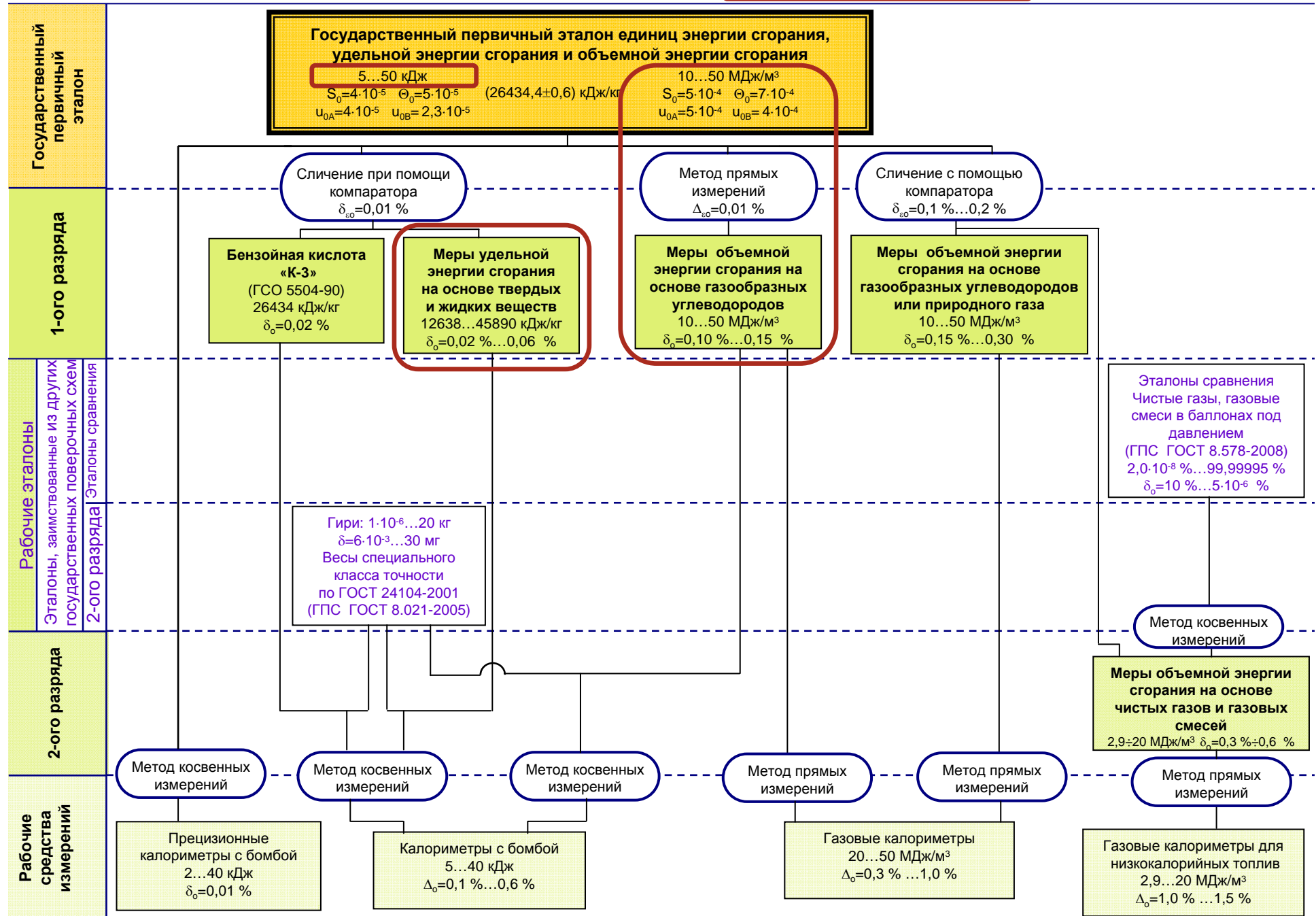
На настоящий момент действуют :

1 Межгосударственный стандарт

ГОСТ 8.026–96

2 Новый национальный стандарт России

ГОСТ Р 8.667–2009



3 Рабочие эталоны (РЭ) – эталонные меры и стандартные образцы (СО) состава и свойств веществ и материалов

Государственные РЭ 1-ого разряда единицы объемной энергии сгорания для газовой калориметрии

Низшая ОТС, МДж/м³	U_p ОТС ($k=2$), %	Низшее число Воббе, МДж/м³	U_p числа Воббе ($k=2$), %	Плотность ($t=20^\circ\text{C}$), кг/м³	U_p плотности ($k=2$), %	Компонентный состав
11,7– 14,7	0,3	11,0–26,0	0,5	0,967– 0,445	0,3	CH ₄ , C ₂ H ₄ , CO, CO ₂ , H ₂ , N ₂ , C ₃ H ₆ , C ₄ H ₈
33,43	0,1	44,85	0,1	0,668	0,2	CH ₄ , C ₂ H ₄ , CO, CO ₂ , H ₂ , N ₂ , C ₃ H ₆ , C ₄ H ₈


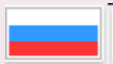
В 2014 г. планируется
утверждение 4-х
Государственных РЭ
1-ого разряда единицы
объемной энергии
сгорания для газовой
калориметрии



Разработка новых Государственных РЭ 1-ого разряда единицы объемной энергии сгорания для газовой калориметрии

Низшая ОТС, МДж/м ³	U _p ОТС (k=2), %	Низшее число Воббе, МДж/м ³	U _p числа Воббе (k=2), %	Плотность (t=20°C), кг/м ³	U _p плотности (k=2), %	Компонентный состав
18,0–28,0	0,3	18,0–54,0	0,5	0,892–0,430	0,3	CH ₄ , C ₂ H ₄ , CO, CO ₂ , H ₂ , N ₂ , C ₃ H ₆ , C ₄ H ₈
28,1–33,3	0,3	28,0–55,0	0,5	0,748–0,420	0,3	CH ₄ , C ₂ H ₄ , CO, CO ₂ , H ₂ , N ₂ , C ₃ H ₆ , C ₄ H ₈
33,5–45,9	0,3	34,3–52,5	0,5	1,179–0,640	0,3	CH ₄ , C ₂ H ₄ , CO, CO ₂ , H ₂ , N ₂ , C ₃ H ₆ , C ₄ H ₈
46,0–55,4	0,3	46,6–55,4	0,5	1,182–0,900	0,3	CH ₄ , C ₂ H ₄ , CO, CO ₂ , H ₂ , N ₂ , C ₃ H ₆ , C ₄ H ₈

ГСО состава и свойств веществ в области бомбовой калориметрии, внесённые в Реестр МСО

№ ГСО	Рег. Номер МСО	Наименование МСО	Разработчик МСО	Государства, присоединившиеся к признанию МСО
9428–2009	МСО 1739:2011	СО состава и свойств антрацита (АН–ВНИИМ)	  РФ, ВНИИМ	
ГСО 5504–90	МСО 1750:2011	СО удельной энергии сгорания (бензойная кислота К–3)	  РФ, ВНИИМ	

Программа по созданию и применению межгосударственных СО состава и свойств веществ и материалов на 2011–2015г.г. Разд. 6



СО ДЛЯ ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ В ОБЛАСТИ ЭНЕРГОСБЕРЕЖЕНИЯ

СО удельной энергии сгорания	Обоснование целесообразности проведения работ	Исполни- тель	Сроки
спектрально чистый графит	СО предназначены для проведения внутрилабораторного контроля, аттестации МВИ на калориметрах сжигания с бомбой, предназначенных для измерений энергии сгорания топлив	ВНИИМ Россия, г. СПб	2011–2015 г.г.
изооктан		ВНИИМ Россия, г. СПб	2011–2015 г.г.

4 Парк рабочих СИ

Страна	Фирма-изготовитель	Тип калориметра
Парк бомбовых калориметров сжигания		
Россия	ЗАО ИНПК «РЭТ», г. Москва	АБК-1, Тантал ТА-5, АБК-1В
Казахстан	ТОО «Алматинский завод Эталон»	В-08МА«НМ», В-08МА«К»
Беларусь	ЗАО «БМЦ», г. Минск	БИК-100
Германия	«IKA-WERKE GmbH & Co KG»	С 200, С 2000, С 4000, С 5000
США	«Leco Corporation»	АС-350, АС-500, АС-600
США	«Parr Instrument Company»	1261, 1266, 6200, 6400
Китай	«Kaiyuan Instruments»	5E-2AC
Парк газовых калориметров		
Россия	ЗАО «Теплофизические приборы», г. СПб	КСНГ-05, НКС
Россия	ЗАО «ВАРМ», г. Снежинск	9С.08.01
Германия	«Reineke Meß- und Regeltechnik GmbH»	66, WI, RBM 2000
Германия	RMG Messtechnik GmbH	EMC 500
Германия	Union Apparaturbau GmbH	CWD 2000, CWD 2005
Нидерланды	Horbe Instruments B.V.	WIM 9900

5 НТД в области калориметрии сжигания (ГОСТы, Технические регламенты Таможенного Союза)

Стандарты, разработанные в 2012–2013 г.г.

Стандарт	Наименование стандарта	Разработчик
ГОСТ Р 8.789–2012	ГСИ. Калориметры сжигания с бомбой. Методика поверки. Введение в действие с 01.01.2014. МИ 2096–2009 не отменена	ФГУП «ВНИИМ»
ГОСТ Р 8. 816 – 2013	ГСИ. Газ природный. Объемная теплота сгорания. Методика измерений с применением калориметра сжигания с бомбой. Введение в действие с 01.09.2014. ГОСТ 10062–75 не отменен	ФГУП «ВНИИМ» и ОАО «ВТИ»
ГОСТ 147–2013 (МГС)	Топливо твердое минеральное. Определение высшей теплоты сгорания и расчет низшей теплоты сгорания (ISO 1928:2009, MOD). Введение в действие с 01.01.2015. Взамен ГОСТ 147–95.	ТК 179

Разрабатываемы НД (2014–2015 г.г.)

Стандарт	Наименование стандарта	Разработчик
ГОСТ Р	ГСИ. Калориметры газовые. Методика поверки	ФГУП «ВНИИМ»
ГОСТ Р	Топливо твердое минеральное. Высшая и низшая теплота сгорания. Показатели точности	ФГУП «ВНИИМ»
ГОСТ Р	Теплота сгорания твердого минерального топлива. Экспертная оценка правильности результатов измерений, полученных в разных лабораториях	ФГУП «ВНИИМ»
МГС	Топливо твердое из бытовых отходов. Определение теплоты сгорания (EN 15400:2011, MOD)	ФГУП «ВНИЦ СМВ»
МГС	Биотопливо твердое. Определение теплоты сгорания (EN 14918:2009, MOD)	ФГУП «ВНИЦ СМВ»

Технические регламенты Таможенного союза

ТР ТС 013/2011

О требованиях к автомобильному и авиационному бензину, дизельному и судовому топливу, топливу для реактивных двигателей и мазуту

ПРОЕКТ ТР ТС

Требования к углям и продуктам их переработки

(предполагаемый срок введения в действие 01.01.2015 г.)

6 Межгосударственные межлабораторные сравнительные испытания (МСИ) на образцах угля, мазута, сланца



**Свидетельство Росстандарта о признании о
признании провайдера проверок
квалификации лабораторий посредством
МСИ № K01.018 до 08.08.2016**

Межгосударственные раунды МСИ, организованные лабораторией калориметрии ВНИИМ в 2013–2014 г.:

ОК для МСИ	Координатор МСИ	Число	
		Общее	Лабораторий стран-участниц
Уголь	ВНИИМ (Россия) совместно с ГП«Укруглекачество» (Украина)	24	Украины – 20, Россия – 3, Казахстан – 1
	ВНИИМ (Россия)	67	Россия – 61, Украина – 2, Республика Беларусь – 1, Кыргызская Республика – 1, Латвия – 1, Эстония – 1
Мазут	ВНИИМ (Россия)	40	Россия – 37, Украина – 1, Республика Беларусь – 1, Казахстан – 1
Сланец	ВНИИМ (Россия)	10	Эстония – 6, Россия – 4

Раунд МСИ Россия–Украина на образце угля.

НД по проведению и обработке результатов МСИ

Во ВНИИМ по:

РМГ 103–2010 Проверка квалификации испытательных (измерительных) лабораторий, осуществляющих испытания веществ, материалов и объектов окружающей среды (по составу и физико–химическим свойствам), посредством МСИ

ГОСТ Р ИСО 13528–2010 Статистические методы. Применение при экспериментальной проверке компетентности посредством МСИ

В ГП «Укруглекачество»

«Инструкция о порядке проверки точности результатов измерений в измерительных лабораториях», (№ 833/4126 от 02.12.1999)

ГОСТ 8.532 ГСИ. Стандартные образцы состава веществ и материалов. Межлабораторная метрологическая аттестация. Содержание и порядок проведения работ

Приписанные значения и их стандартная неопределенность

Контролируемый показатель	Единица измерения	Приписанное значение и его стандартная неопределенность	
		ВНИИМ	Укруглекачество
Высшая энергия сгорания	ккал/кг	7027± 8	7015 ± 14
Зольность	%	8,90± 0,03	8,92 ± 0,06
Массовая доля общей серы	%	0,55± 0,01	0,53 ± 0,02
Выход летучих веществ	%	35,3± 0,1	35,20 ± 0,24

Раунд МСИ Россия–Украина на образце угля.

Лаборатории, результаты испытаний которых признаны *сомнительными (под вопросом)*

Показатель	Провайдер	$-3 \leq z < -2; 2 < z \leq 3$			
		Высшая энергия сгорания	Зольность	Массовая доля общей серы	Выход летучих веществ
Кол-во лабораторий	ВНИИМ	2 (из 21)	0 (из 25)	1 (из 23)	2 (из 24)
	Укруглекачество	4 (из 21)	5 (из 24)	4 (из 23)	0 (из 24)
В % от числа лаб., измерявших данный параметр	ВНИИМ	10	0	4	8
	Укруглекачество	19	21	17	0
№№ лабораторий	ВНИИМ	16, 18	—	01	01, 14
	Укруглекачество	04, 16, 18, 19	02, 07, 14, 19, 20	01, 02, 11, 12	—

Раунд МСИ Россия–Украина на образце угля.

Лаборатории, результаты испытаний которых признаны *неудовлетворительными*

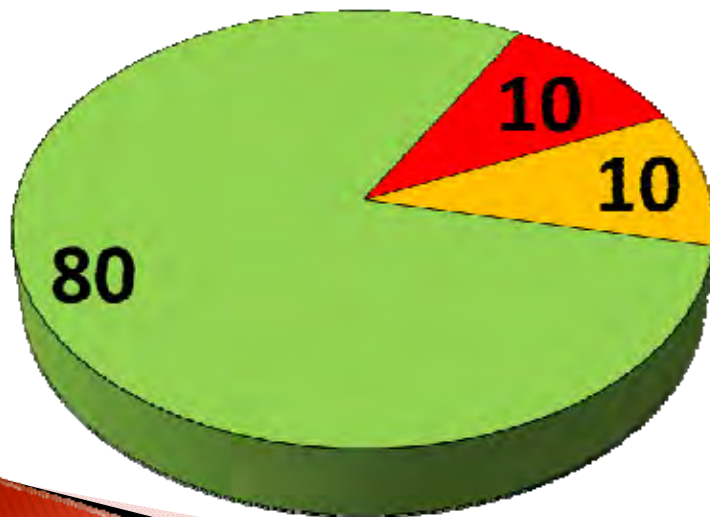
Показатель	Провайдер	–3 ≤ z < –2; 2 < z ≤ 3			
		Высшая энергия сгорания	Зольность	Массовая доля общей серы	Выход летучих веществ
Кол-во лабораторий	ВНИИМ	1 (из 21)	0 (из 25)	0 (из 23)	1 (из 24)
	Укруглекачество	1 (из 21)	0 (из 24)	0 (из 23)	3 (из 24)
В % от числа лаб., измерявших данный параметр	ВНИИМ	5	0	0	4
	Укруглекачество	5	0	0	13
№№ лабораторий	ВНИИМ	14	—	—	08
	Укруглекачество	14	—	—	01, 08, 14

Обобщенные результаты межгосударственных раундов МСИ на образцах угля и мазута (2014 г.)

Число лабораторий с удовлетворительными ■, сомнительными ■ и неудовлетворительными ■ результатами (в % от общего числа участников)

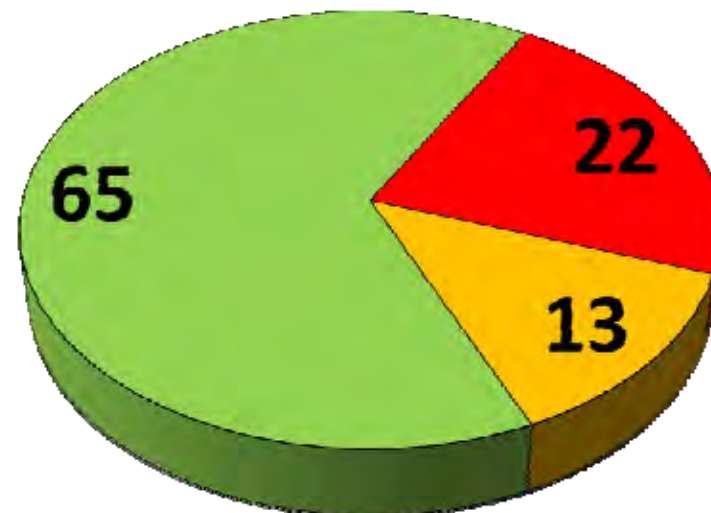
14 раунд МСИ на ОК угля.

Общее количество
участников 67.



9 раунд МСИ на ОК мазута.

Общее количество
участников 40.



Раунд МСИ (Эстония–Россия) на образце сланца.

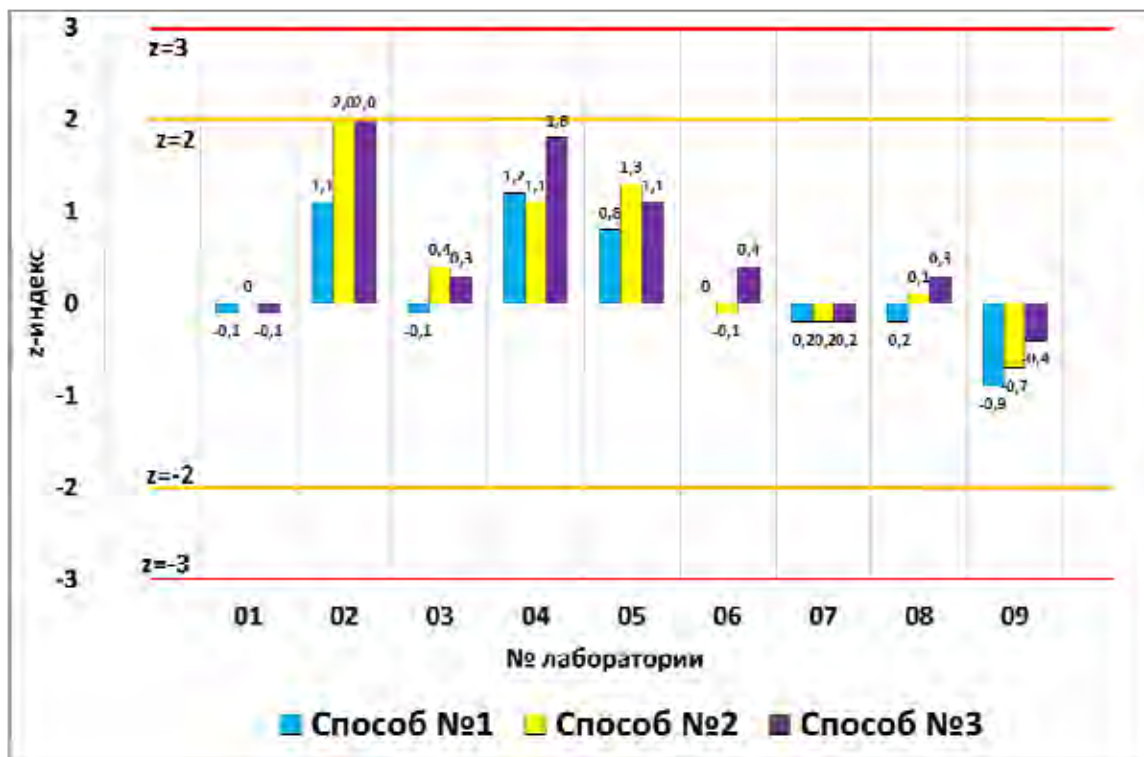
Способы измерений высшей энергии сгорания

Способ	Проба сланца		Вспомогательное вещество – высокочистая бензойная кислота		Примечания
	масса, г	вид	масса, г	вид	
1	1,5–2,0	порошок	0	—	
2	1,2	порошок	0,5	брикет	Брикет вспомогательного вещества помещается на дно тигля, а проба сланца насыпается сверху
3	1,2	порошок	0,5	порошок	Проба сланца перемешивается со вспомогательным веществом

Приписанные значения и их стандартная неопределенность

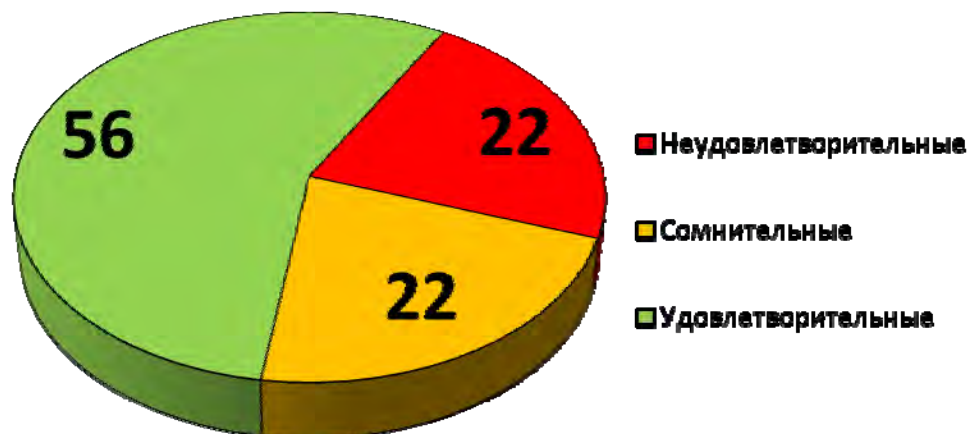
Контролируемый показатель		Единица измерения	Приписанное значение и его стандартная неопределенность
Высшая энергия сгорания,	способ №1	ккал/кг	2388± 7
	способ №2	ккал/кг	2390± 7
	способ №3	ккал/кг	2387± 7
Зольность,		%	51,2± 0,1
Массовая доля общей серы,		%	1,68± 0,03
Выход летучих веществ,		%	47,3± 0,6

Раунд МСИ (Эстония–Россия) на образце сланца



Нормированное отклонение результатов измерений высшей энергии сгорания 3-мя способами от приписанного значения

МСИ на образце сланца.
Обобщенные результаты



7 Организация 6-ого
НАУЧНО-ПРАКТИЧЕСКОГО СЕМИНАРА
«Проблемы калориметрии сгорания
твердых, жидких и газообразных
ТОПЛИВ»

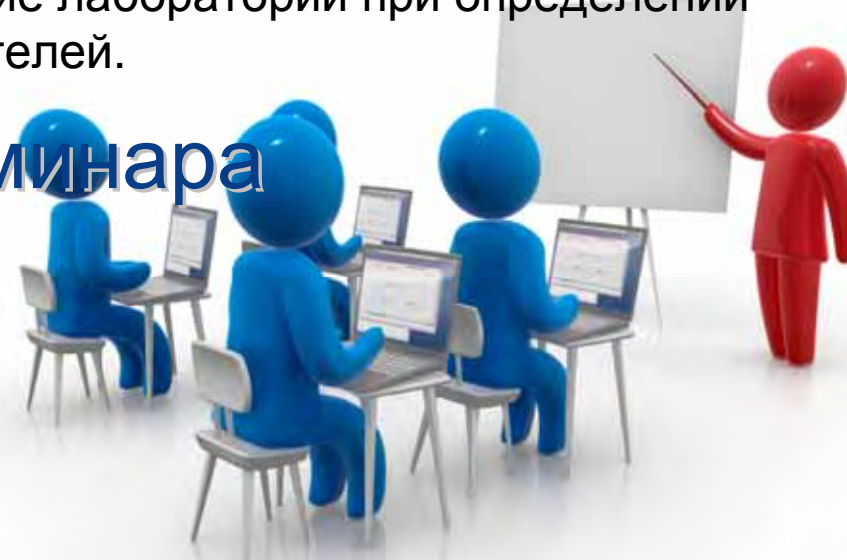


21–25 апреля 2014 г.

Доклады семинара

- 1 Технические регламенты таможенного союза. Общие положения и требования к углям и мазуту;
- 2 Требования к аккредитованным лабораториям;
- 3 Метрологическое обеспечение измерений показателей качества твердых (уголь), жидких (нефти и нефтепродуктов) и газообразных топлив: ГСО состава и свойств углей и нефтепродуктов, межлабораторные сравнительные испытания (МСИ);
- 4 Новые НД для определения физико-химических свойств и показателей качества топлив;
- 5 Методическое и приборное оснащение лабораторий при определении качественных параметров энергоносителей.

Страны-участники семинара





Лаборатория калориметрии сжигания и высокочистых
органических веществ метрологического назначения
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

Руководитель лаб.: Корчагина Елена Николаевна

E-mail: E.N.Korchagina@vniim.ru

Адрес: 190005, Россия, С-Пб., Московский пр., 19
Раб. тел. (812) 323-96-39, факс (812) 713-01-14