

Абеу Е.Т.

студент

ведущий специалист ТОО «KazMedServiceGroup»

Научный руководитель: Юрченко В.В.

Карагандинский технический университет имени Абылкаса Сагинова

РАЗРАБОТКА МЕТРОЛОГИЧЕСКОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ КОНТРОЛЯ КАЧЕСТВА ПРИГОТОВЛЯЕМОГО ГАЗА

Аннотация: Метрологическое обеспечение производства газовых смесей охватывает комплекс стандартов и методик, направленных на контроль их состава и качества. Этот процесс включает установленные нормы, методы измерений, эталонные образцы, а также оборудование и правила для разработки и применения стандартных образцов. Требования регламентируются международными и отечественными нормативными документами, такими как СТ РК и ГОСТ, обеспечивая точность и прослеживаемость характеристик газовых смесей.

Ключевые слова: Казахстан, стандартные газовые смеси, калибровочные газы, РГП КазИнМет, промышленный газовый анализ, производство газовых проб, стандартизация мольных долей, Караганда, калибровка и испытания, компоненты газовых смесей.

*****Abeu Y.T.*****

Student

Lead Specialist at LLP "KazMedServiceGroup"

Scientific Supervisor: V.V. Yurchenko

Abylkas Saginov Karaganda Technical University

DEVELOPMENT OF METROLOGICAL SUPPORT FOR THE QUALITY CONTROL OF PREPARED GAS

Abstract: Metrological support for the production of gas mixtures encompasses a complex of standards and methodologies aimed at controlling their composition and quality. This process includes established norms, measurement methods, reference samples, as well as equipment and rules for the development and application of standard samples. The requirements are regulated by international and domestic normative documents, such as ST RK and GOST, ensuring the accuracy and traceability of the gas mixtures' characteristics.

Keywords: Kazakhstan, standard gas mixtures, calibration gas, RGP KazInMetr, industrial gas analysis, gas sample production, molar fraction standardization, Karaganda, calibration and testing, gas mixture components

Введение

Понятие метрологического обеспечения производства газовых смесей целесообразно рассматривать в следующей укрупненной структуре - нормы и требования распространяющиеся на выпускаемые газовые смеси средства и методики выполнения измерений применяемые для установления контроля состава стандартных образцов газовых смесей при их выпуске из производства эталонная база высокоточные газовые смеси аппаратура и методы их получения, правила разработки изготовления испытаний и применения стандартных образцов состава газовых смесей, мероприятия осуществляемые в порядке государственного метрологического контроля и надзора за стандартными образцами состава газовых смесей при их производстве

Решая задачи метрологического обеспечения при производстве ПГС необходимо руководствоваться требованиями международных отечественных и внутренних нормативных документов СТ РК и ГОСТ.

К международным нормативным документам относятся стандарты в области терминологии разработки изготовления и контроля метрологических характеристик калибровочных поверочных газовых смесей опубликованных и разработанных техническим комитетам ИСО ТК Анализ газа

К нормам и требованиям, распространяющимся на выпускаемые газовые смеси, относят минимально необходимый для потребителя комплекс нормируемых метрологических и технических характеристик ССС ГС В соответствии со стандартом СТ РК, к ним относят номинальное содержание компонента либо диапазон номинальных значений содержания компонентов абсолютная погрешность допускаемое отклонение при изготовлении давление заполнения минимальная температура хранения гарантийный срок приводится в стандарте изготовителя и международный стандарт ИСО дополнительно выделяет стандартную и расширенную неопределенность каждого указанного компонента прослеживаемость измерений особенности методов приготовления и анализа даты приготовления и анализа К техническим характеристикам чистого газа помимо уже перечисленных добавляют степень чистоты такого газа которая определяется либо производителем изготовителем газа либо входным контролем на самом предприятии потребителе

Содержание аттестуемых компонентов в выпускаемых стандартных образцах состава газовой смеси согласно стандарту СТ РК должно быть выражено в единицах системы СИ в соответствии с ГОСТ молярной объемной доли компонента млн массовой доли компонента при давлении кПа и температуре.

Многогранность описания физических объектов и особенности техники газового анализа обуславливает применение нескольких величин характеризующих состав газовых сред. Каждая из этих физических

величин используется для описания состава газовых сред в различных областях, например массовой концентрации компонента приведенной к СИ выражают содержание загрязняющих веществ в атмосферном воздухе и выбросах для анализа природного газа и искусственных горючих газов используется массовая доля компонента в медицинских исследованиях при контроле кислорода и диоксида углерода в дыхательных смесях используют парциальное давление компонента

1 История создания и совершенствования поверочных газовых смесей

Развитие промышленности в СССР привело к появлению новых видов продукции, в том числе и метрологического назначения, таких как газовые смеси известного состава. В 1950-1960-е годы подобные смеси выпускались на газосмесительных станциях приборостроительных предприятий и применялись в основном непосредственно на этих предприятиях. В 1970-е годы, по инициативе Госстандарта СССР, в ряде регионов страны было организовано промышленное производство газовых смесей в баллонах под давлением. Был разработан государственный стандарт, регламентирующий технические требования и методы испытаний автоматических газоанализаторов [1].

В связи с этим на газоанализаторы стали повсеместно распространяться метрологические нормы и правила, в частности правило об их поверке: первичной при выпуске из производства, периодической - при эксплуатации. Резко возросла потребность в газовых смесях, приготавливаемых и хранящихся в баллонах под давлением. За такими смесями закрепилось название поверочные газовые смеси (ПГС). Рост потребности в газовых смесях для градуировки и поверки газоанализаторов стимулировал интенсивное обсуждение путей решения возникающих организационных и научно-технических проблем.

В ходе обсуждения был проанализирован опыт, накопленный отечественными и зарубежными метрологическими организациями, газосмесительными станциями приборостроительных предприятий, зарубежными фирмами-изготовителями газовых смесей [2-5]. Было признано необходимым перейти к промышленному производству ПГС. Вместе с тем выявилось, что накопленные теоретический базис и практический опыт не являлись достаточными для решения задач, возникающих при промышленном производстве широкой номенклатуры газовых смесей. Прежде всего это касалось технологических задач (дозирование и перемешивание газов), а также нормативного и метрологического обеспечения производства [6]. По итогам обсуждения на уровне руководства Госстандарта и заинтересованных министерств в 1974 году была принята программа организации в СССР производства ПГС. Предусматривалось создание в различных регионах страны

специализированных промышленных участков (на базе предприятий, выпускающих чистые газы), обеспечивающих в совокупности выпуск до 200 тыс. М³ ПГС в год [7. 8].

Реализация этой программы началась с середины 1970-х годов. Производство ПГС было организовано на Балашихинском кислородном заводе. Московском газоперерабатывающем заводе. Ленинградском заводе по производству технических газов. Смоленском ПО «Аналитприбор». ПО «Выруприбор» (Эстония). Котовском автогенном заводе. Днепропетровском кислородном заводе (Украина). Кроме того, ПГС изготавливались на газовых станциях в НТО АН СССР и ВНИИМ (Ленинград). ВНИИ аналитического приборостроения (Киев). УкрЦСМ. СКБ средств аналитической техники (Ужгород). Синхронно с организацией производства ПГС осуществлялись мероприятия по его нормативному и метрологическому обеспечению. Основные работы в этом направлении проводились Д.О. Гореликом. Л.А. Конопелько. А.В. Бобылёвым. Л.И. Грязиной. Г.Р. Нежиховским во ВНИИМ. М.С. Рожновым в УкрЦСМ. В.А. Егоровым на Балашихинском кислородном заводе. Г.Л. Резиновым и В.М. Мацневым в НПО «Химавто-матика» (Москва). Г.И. Гридчиной и Н.П. Белашом во ВНИИ аналитического приборостроения. В.М. Немцом в Ленинградском государственном университете [9-19].

К 1986 году были введены в действие значительные производственные мощности для производства ПГС. подготовлен круг квалифицированных специалистов. накоплен опыт взаимодействия изготовителей с потребителями. Объём выпуска ПГС достиг 70 тыс. экземпляров. Действовало 12 технических условий, распространяющихся на различные виды ПГС и разработанных организациями, относящимися к трем министерствам. Для установления (контроля) метрологических характеристик применялось более 15 типов образцовых аналитических установок, в том числе ряд автоматизированных газоанализаторов. Для поверки некоторых из них стали применять высокоточные смеси,готавливаемые Балашихинским кислородным заводом и ВНИИ аналитического приборостроения. Широкое внедрение ПГС в метрологическую практику обусловило необходимость закрепления их правового статуса в ряду средств измерений и распространения на ПГС в полном объёме правил и норм законодательной метрологии. Рассматривалась возможность решения этой задачи на основе двух альтернативных концепций: «ПГС разновидность мер- и ПГС разновидность стандартных образцов состава» [20]. Решением Госстандарта за основу была принята вторая концепция. В связи с этим в дальнейшем наряду с термином «поверочная газовая смесь», отражающим технический аспект данного объекта, стал применяться термин «стандартный образец состава газовой смеси», который отражает правовой статус объекта.

В 1987 году при участии ФГУП «ВНИИМ им. ДИ. Менделеева» и ФГУП «УНИИМ» были внесены 8 Государственный реестр стандартных образцов 375 типов стандартных образцов. При этом стандартные образцы выпускались на нескольких десятках предприятий по единым техническим условиям, что обеспечивало выполнение текущих задач в условиях «плановой экономики».

В 1980-х годах во ФГУП «ВНИИМ им. ДИ. Менделеева» началось создание первичного эталона единиц молярной доли и массовой концентрации компонентов в газовых средах (в настоящее время утвержден в качестве Государственного (ГЭТ-154) постановлением Госстандарта России от 01.02.2002 № 12). В основу эталона положен ряд физико-химических методов (хромато-графический, гравиметрический, фотометрический, спектрофотометрический, оптико-акустический, флуоресцентный, хемилюминесцентный, магнитомеханический, интерферометрический, электрохимический), обеспечивающих воспроизведение, хранение и передачу размера единиц молярной доли и массовой концентрации компонентов в газовых средах. Состав эталона:

- эталонный комплекс для аттестации чистых газов и веществ;
- эталонный газосмесительный гравиметрический комплекс.
- эталонный гравиметрический комплекс для воспроизведения единицы массовой концентрации;
- эталонный комплекс динамического смешения газов (масштабного преобразования):
 - эталонный комплекс объемного масштабного преобразования.
 - эталонный комплекс для воспроизведения и передачи размера единицы массовой концентрации озона;
 - эталонный спектрофотометрический комплекс для передачи размера единицы молярной доли компонентов;
 - эталонный хроматографический комплекс для передачи размера единицы массовой концентрации органических компонентов;
 - эталонный хроматографический комплекс для передачи размера единицы молярной доли компонентов в природном газе;
 - эталонный оптико-акустический комплекс для передачи размера единицы молярной доли компонентов;
 - эталонный флуоресцентный комплекс для передачи размера единицы молярной доли компонентов;
 - эталонный хемилюминесцентный комплекс для передачи размера единицы молярной доли компонентов: эталонный магнитомеханический и интерферо-метрический комплекс для передачи размера единицы молярной доли компонентов;
 - эталонный электрохимический комплекс для передачи размера единицы массовой концентрации компонентов.

Газовые смеси как стандартные образцы состава Щ

В работе по его созданию принимали участие Л.А. Конолелько, Ю.А. Кустиков, Г.Р. Нежиховский и др.

За период с 1997 по 2014 год ВНИИМ принял участие в 67 сличениях, проводимых под эгидой международных метрологических организаций (CCQM, EUR0MET, BIPM, ARMP и др.). На основании результатов этих сличений высшие измерительные и калибровочные возможности были зарегистрированы в базе данных Международного бюро мер и весов (<http://Vcdb.bipm.org/AppendixC>).

В 2002 году был принят Межгосударственный стандарт на государственную поверочную схему для средств измерений содержания компонентов в газо-вых средах (в настоящее время действует редакция 2008 года) (21), а в 2011 году - Национальный стандарт, содержащий общие метрологические технические требования к стандартным образцам состава газовых смесей (22).

С ростом парка газоаналитических приборов росло и количество типов стандартных образцов газовых смесей, и на начало 2014 года общее количество составило более 1400 типов (при общем количестве утвержденных типов стандартных образцов около 5000). При этом менялись количество и форма собственности предприятий-изготовителей, номенклатура выпускаемых стандартных образцов состава газовых смесей дублировалась, что приводило к существенному росту количества типов стандартных образцов и путанице. В связи с этим ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» с 2013 года разрабатывает и реализует концепцию «широкоформатных» типов стандартных образцов состава газовых смесей. При этом в один тип включаются однородные компоненты, объединенные по технологии приготовления, что приводит к уменьшению количества действующих типов стандартных образцов.

Дальнейшее развитие системы стандартных образцов состава газовых смесей связано с совершенствованием концепции «широкоформатных» типов стандартных образцов, создание комплексов вторичных и разрядных эталонов для аттестации стандартных образцов на предприятиях-изготовителях, разработки нормативных документов, реализующих требования ГОСТ ИСО/МЭК 17025:2009 «Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий», ГОСТ Р 8.284:2013 / Руководство ИСО 34:2009 «ГСП. Общие требования к компетентности изготовителей стандартных образцов», ISO 17034 «Бепета! requirements for the competence of reference material producers» и других международных стандартов.

2 Производство поверочных газовых смесей в Республике Казахстан

2.1 История создания и совершенствования производства поверочных газовых смесей в Республике Казахстан

В Республике Казахстан мелкосерийное производство стандартных образцов состава газовых смесей (далее - стандартные образцы) для нужд предприятий и организаций впервые организовано 8 2010 году в Карагандинском филиале РГП -КазИнМетр на базе Государственного эталона единицы молярной доли компонентов в газовых средах.

В 2011 году производство было выделено в отдельную структурную единицу - сектор по производству поверочных газовых смесей (далее - ПГС), расположенный в отдельно стоящем и специально спроектированном для этих целей производственном корпусе общей площадью 900 м². В составе производственного корпуса были размещены следующие отделения и помещения:

- лаборатория аттестации стандартных образцов (далее по тексту - лаборатория);
- отделение приготовления стандартных образцов;
- отделение термовакuumной десорбции баллонов;
- отделение получения газообразного азота;
- отделение ремонта и освидетельствования сосудов, работающих под давлением;
- ремонтно-механический участок.

По мере планомерного развития производства в период 2011-2014 годов обозначился спектр основных функциональных работ и задач лаборатории:

- мониторинг и анализ потребности предприятий и организаций Республики Казахстан в стандартных образцах с целью разработки и изготовления новых типов стандартных образцов и удовлетворения потребностей в вышеуказанной продукции метрологического назначения;
- научно-исследовательская деятельность, включающая разработку и изготовление новых типов стандартных образцов, а также методик выполнения измерений компонентов в газовых средах и их последующая стандартизация;
- участие в сличениях в области газового анализа, а также в межлабораторных сравнительных испытаниях;
- испытания и поверка газоаналитических средств измерений.

2.2 Мониторинг и анализ потребности предприятий и организаций Республики Казахстан в стандартных образцах

Сегодня заявки на изготовление стандартных образцов поступают от более чем 150 предприятий следующих отраслей промышленности: энергетика и металлургия, газо- и нефтепереработка, угольная промышленность, оборонная промышленность, приборостроение, стандартизация и другие (рисунок 1).

По результатам проводимого анализа наиболее востребованные и неосвоенные типы стандартных образцов включаются в план разработки стандартных образцов на последующие годы.

Так, многообразие выпускаемых типов стандартных образцов насчитывает свыше 800 различных типов, утвержденных в качестве государственных стандартных образцов на территории Российской Федерации (Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева. ГСИ. ЭТАЛОННЫЕ МАТЕРИАЛЫ. Каталог 2008-2009. МИ 2590-2008. СПб., 2008). и обусловлено, с одной стороны, различным сочетанием газообразных компонентов в составе (кислород, азот, аргон, водород, метан, пропан, окись углерода, диоксид углерода, гелий, сероводород, меркаптаны, сероуглерод, оксиды азота, диоксид серы, имитаторы природного газа и пр.). с другой - широким диапазоном номинальных значений объемной доли целевых компонентов (от долей ppm до 99.9 %). В связи с этим был проведен детальный анализ и мониторинг потребности предприятий республики с целью выявления необходимых к освоению типов стандартных образцов.



Рисунок 2.1 - Крупные промышленные предприятия - потребители стандартных образцов Республики Казахстан

Географически каждый регион Республики Казахстан включает по меньшей мере два крупных предприятия, использующих в своей деятельности приборы газового анализа и имеющих потребность в стандартных образцах. Наиболее крупные предприятия-потребители отмечены на рис. 2.1.

Анализ потребности предприятий в стандартных образцах на основе заявок, поступивших от потребителей в период с 2010 по 2012 год, показал общую ежегодную потребность предприятий - 1300 экземпляров стандартных образцов. С 2012 года по мере развития инновационных технологий и современных средств измерений газового анализа потребности предприятий в стандартных образцах увеличился в полтора раза и составил приблизительно 2000 экземпляров.

Исследования сфер деятельности каждого предприятия на территории РК и область применения востребованных предприятиями стандартных образцов, а также соотношение типов стандартных образцов, охваченных номенклатурой выпускаемых сектором по производству ПГС Карагандинского филиала РГП «КазИнМетр» типов, позволил выделить и обобщить следующие области (рисунок 2.2):

- а) газо- и нефтепереработка - номенклатурой охвачено 78 %;
- б) энергетика и металлургия - номенклатурой охвачено 69 %;
- в) оборонная промышленность (в т. ч. МЧС РК) - номенклатурой охвачено 59 % (основную долю запрашиваемых типов газовых смесей составляют многокомпонентные газовые смеси и бинарные газовые смеси с концентрацией менее 0.1 %);
- г) угольная промышленность - номенклатурой охвачено 58 %;
- д) приборостроение и стандартизация (поверка газоаналитических приборов) - номенклатурой охвачено 66 %.



Рисунок 2.2 - Потребность в ПГС отраслей промышленности Республики Казахстан в период с 2010 по 2022 г.

Анализ потребности предприятий в стандартных образцах на основе заявок, поступивших от потребителей на период с 2010 по 2022 год, показал востребованность в газовых смесях на основе окиси углерода, кислорода, метана, водорода, аргона, диоксида углерода, пропана в диапазоне менее 0.1 %, при этом суммарная потребность в данных типах смесей составила 24 % от общей потребности (рисунок 2.3).

Из 24 % востребованных типов стандартных образцов в диапазоне от 0.0001 до 0,1 % об. доли около 80 % составляли стандартные образцы на основе окиси углерода. Для покрытия этой потребности в 2011 году было разработано и утверждено 50 типов стандартных образцов состава окиси углерода в азоте, воздухе, гелии и аргоне. Разработка и аттестация данных типов стандартных образцов стала возможной при использовании газохроматографического комплекса для анализа микропримесей в чистых газах, введённого в действие в 2010 году. В 2022 году дополнительно разработано 32 типа стандартных образцов на основе кислорода, водорода, метана, пропана, диоксида углерода в вышеуказанном диапазоне. В результате номенклатурой выпускаемых стандартных образцов покрыт почти весь диапазон от 0.0001 до 100 % об. доли на основе кислорода, водорода, метана, пропана, окиси углерода, диоксида углерода.

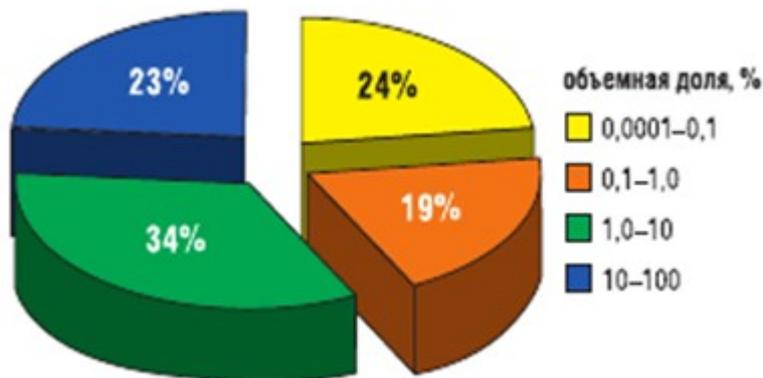


Рисунок 2.3 – Процентное соотношение запрашиваемой продукции стандартных образцов предприятиями Республики Казахстан в различных диапазонах объемной доли

Тем не менее в номенклатурном перечне выпускаемых типов стандартных образцов 2011-2022 годов отсутствовали стандартные образцы многокомпонентного состава и смеси со следующими компонентами: сероводород (H_2S), диоксид серы (SO_2), оксид азота (NO), диоксид азота (NO_2), аммиак (NH_3), карбонилсульфида (COS), метил меркаптана (CH_3SH) и этилмеркаптана (C_2H_5SH), сероуглерод (CS_2),

хлора (C12), а также стандартные образцы состава имитаторов природного газа. Удельная доля данных типов стандартных образцов составляет 31 %

Для решения этой задачи в IV квартале 2011 года проведена модернизация комплекса для передачи размера единицы объемной доли вышеуказанных компонентов оптико-абсорбционным газоанализатором, осуществляющим передачу размера единицы молярной доли данных компонентов в газовых средах. Принцип измерения газоанализатора основан на фотометрическом методе измерения поглощения ультрафиолетового излучения молекулами анализируемых газов.

Начиная с 2012 года на данном комплексе ведутся исследования для разработки методики выполнения измерения для определения содержания газовых компонентов на основе сероводорода (H₂S). диоксида серы (SO₂). оксида азота (NO). диоксида азота (NO₂). аммиака (NH₃). карбонилсульфида (COS), метилмер-каптана (CH₃SH) и этилмеркаптана (C₂H₅SH). а также сероуглерода (CS₂) и хлора (C12). Методика выполнения измерений позволит разработать ПГС 1-го и 2-го разрядов с составом вышеуказанных компонентов Данные типы стандартных образцов дополнительно покроют до 20 % от общей потребности в стандартных образцах предприятий и организаций республики.

На сегодняшний день номенклатура выпускаемых типов стандартных образцов составляет 361 тип, в перечень вошли 20 типов стандартных образцов на основе сероводорода (H₂S). метилмеркаптана (CH₃SH) и этилмеркаптана (C₂H₅SH) нулевого разряда, разработанных в 2013 году. Это дало возможность продолжить разработки в данном направлении в 2013-2014 годах и расширить номенклатуру выпускаемых типов сектором по производству ПГС Карагандинского филиала РГП -КазИнМетр- на 45 типов в 2014 году на основе сероводорода (H₂S). метилмеркаптана (CH₃SH) и этилмеркаптана (C₂H₅SH).

Не менее важной и значимой задачей для покрытия потребности в стандартных образцах нефтегазовой отрасли республики является передача размера единицы молярной доли компонентов природного газа.

На предприятиях нефтегазовой отрасли республики для контроля технологических процессов, расчета компонентного состава и теплоты сгорания по ГОСТ 31369-2008 (ISO 6976:1995) «Газ природный, вычисление теплоты сгорания, плотности, относительной плотности и числа Воббе на основе компонентного состава-.

ГОСТ 31371-2008 (ISO 6974). Газ природный. Определение состава методом газовой хроматографии с оценкой неопределенности» используются стандартные образцы компонентного состава природного газа (имитаторы природного газа - ИПГ).

ИПГ представляют собой многокомпонентные газовые смеси, аттестованные по содержанию следующих компонентов: кислород, гелий, водород, окись углерода, метан, пропан, бутан, изобутан, пентан, изопентан, н-пентан. гексан, октан и более тяжелые углеводороды.

В IV квартале 2011 года также проведено дооснащение комплекса для передачи размера единицы молярной доли специализированным хроматографом для анализа компонентного состава природного газа (He, H₂, N^{*}, O₂, CO₂, углеводороды C₁ - C₅) в соответствии с ГОСТ 31371-2008 - Газ природный. Определение состава методом газовой хроматографии с оценкой неопределенности- с использованием детекторов ЗДТП-ПИД. В 2013 году планируется освоение и ввод в эксплуатацию данного комплекса с последующей разработкой методики выполнения измерений молярной доли компонентов в образцах природного газа, а в период 2013-2015 годов - разработка стандартных образцов состава природного газа (имитаторов природного газа).

Таким образом, проведение поэтапной модернизации государственного эталона единицы молярной доли компонентов в газовых средах позволит к 2015 году освоить выпуск полной номенклатуры стандартных образцов, востребованных предприятиями и организациями наиболее значимых отраслей промышленности, и метрологически обеспечить газоаналитические измерения в республике.

2.3 Организация работ по разработке новых типов стандартных образцов

Планомерное дооснащение и модернизация комплексов, входящих в состав государственного эталона единицы молярной доли компонентов в газовых средах, позволило осуществить разработку и утверждение 101 типа стандартных образцов 8 2009 году, 61 типа - в 2010 году, 49 типов стандартных образцов - в 2011 году, 33 типа стандартных образцов - в 2012 году, 22 типа стандартных образцов - в 2013 году и 94 типов - в 2014 году (рисунок 2.4).

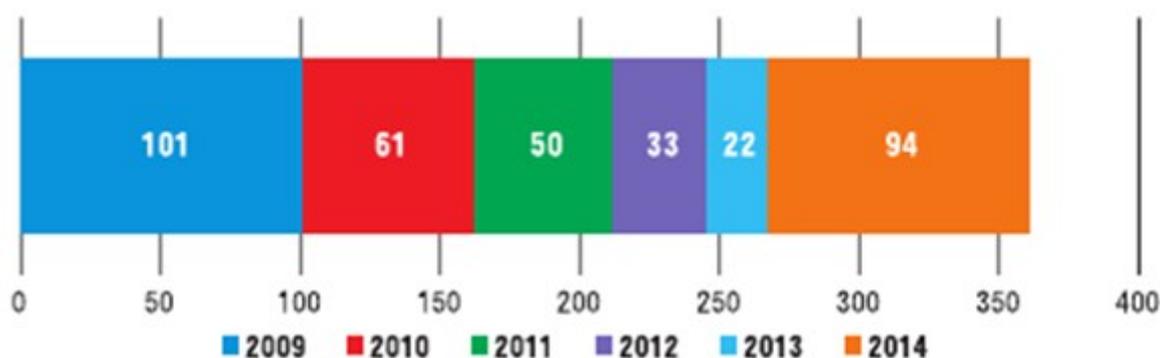


Рисунок 2.4 – Количество разработанных ПГС по годам

Таким образом, на сегодняшний день номенклатурный перечень выпускаемых типов стандартных образцов представлен 361 типом. В 2014 году завершена разработка 15 типов трехкомпонентных стандартных

образцов на основе сероводорода (H₂S), метилмеркаптана (CH₃SH) и этилмеркаптана (C₂H₅SH).

Современными задачами развития сектора по производству ПГС Карагандинского филиала РГП -КазИнМетр является разработка методик для определения содержания газовых компонентов на основе диоксида серы (SO₂), оксида азота (NO), диоксида азота (NO₂), аммиака (NH₃), карбонилсульфида (COS), сероуглерода (CS₂) и хлора (Cl₂), а также для внедрения методик анализа ГОСТов серии ГОСТ 31371-2008 с целью разработки стандартных образцов состава природного газа (имитаторов природного газа).

На сегодняшний момент все типы стандартных образцов, разработанных на основе сектора по производству ПГС Карагандинского филиала РГП -КазИнМетр-, внесены в реестр ГСИ РК и имеют статус государственных стандартных образцов. Ознакомиться с полной номенклатурой выпускаемых типов стандартных образцов можно на сайте www.ka2inmetr.org в разделе «Отечественные производители средств измерений».

Пока все разработанные газовые смеси являются однокомпонентными в различных газах-разбавителях. Распределение по аттестованным компонентам стандартных образцов и используемому газу-разбавителю представлено на рисунке 2.5.

Имеется возможность проведения количественного анализа газовых сред различного компонентного состава по следующим методикам выполнения измерений (далее - МВИ), используемым также и при аттестации поверочных газовых смесей 1-го и 2-го разрядов:

- МВИ -Смеси газовые поверочные. Определение молярной концентрации водорода, кислорода, окиси углерода, метана, пропана газохроматографическим методом-, регистрационный номер KZ.07.00.00984-2009. 26 08 2009. свидетельство № 350 от 26.08 2009:

- МВИ -Газы и газовые смеси. Определение объ-емной доли окиси углерода газохроматографическим методом-, регистрационный номер K2.07.00.01447-2012. 12.01.2012. свидетельство N? 585 от 12.01 2012;

- МВИ «Газы и газовые смеси. Определение объем-ной доли азота, аргона, водорода, гелия, кислорода, оксида углерода, диоксида углерода, метана газохроматографическим методом» позволяет определять микропримеси в чистых газах, регистрационный номер KZ.07.00.01472-2012.16.02 2012. свидетельство № 597 от 16.02.2012;

- МВИ -Газы и газовые смеси. Определение объемной доли аргона, водорода, кислорода, оксида углерода, диоксида углерода, метана газохроматографическим методом», регистрационный номер KZ.07.00.01957-2014. 16 01.2014, свидетельство № 771 от 16.01.2014;

- МВИ -Газы и газовые смеси. Определение объемной доли сероводорода, метилмеркаптана, этилмеркаптана газохроматографическим

методом», регистрационный номер KZ.07.00.01947-2014. 23.01.2014. свидетельство № 765 от 23.01.2014.

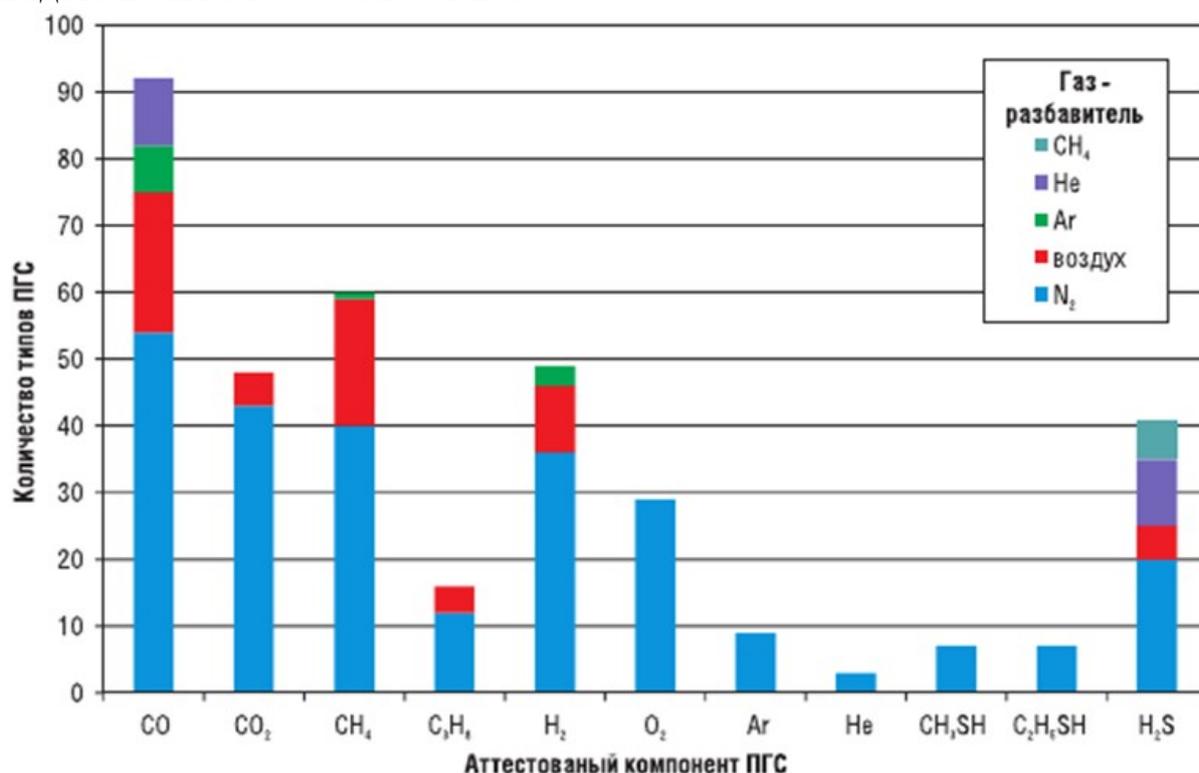


Рисунок 2.5 - Количество стандартных образцов, аттестованных на содержание соответствующего компонента и использование соответствующего газа-разбавителя

Широкий диапазон измерений вышеуказанных МВИ (от 0.0001 до 99.9 % об. доли) позволяет проводить анализ большинства перманентных газов и газовых смесей, используемых в различных отраслях экономики и промышленности.

Участие в сличениях в области газового анализа, а также межлабораторных сравнительных испытаниях

С целью организации работ по декларированию калибровочных и измерительных возможностей Карагандинского филиала РГП - КазИнМетр» на основе метрологических характеристик стандартных образцов проведены Ключевые сличения национальных эталонов в области анализа газовой смеси CO₂, CO, C₃H₈ в азоте (автомобильные газы) по теме КОOMET 576/RU/12. Координатор сличений - ФГУП ВНИИМ им. Д.И. Менделеева.

Координатору сличений ФГУП ВНИИМ им. Д.И. Менделеева направлен промежуточный отчет.

На заседании ТК 1.8 КОOMET -Физико химия- рассмотрена возможность и выражена заинтересованность в участии Карагандинского филиала РГП -КазИнМетр» в новых темах сличений КОOMET;

- XXX/RU/14 Дополнительные сличения -Атмосферные газы-загрязнители: CO в азоте 3 мкмоль/моль)-;

- XXXПп'14 Ключевые сличения по природному газу.

Наличие результатов сличений стандартных образцов, проведенных в рамках КООМЕТ и системы качества в НМ И в соответствии с требованиями Руководства ИСО/РЕМКО 34-2000 «Общие требования к компетенции производителей стандартных образцов», позволит организовать работу по декларированию калибровочных и измерительных возможностей РГП -КазИнМетр.

2.4 Испытания и поверка газоаналитических средств измерений

Немаловажную роль оказывает лаборатория в предоставлении технической базы для проведения испытаний для целей утверждения типа различных типов газоанализаторов, сигнализаторов, датчиков горючих и токсичных газов и прочих приборов газового анализа, проводимых в соответствии с СТ РК 2.95-2005, а также по разработанным и утвержденным программам испытаний.

Широкая номенклатура изготавливаемых эталонных и поверочных газовых смесей, наличие динамического комплекса для воспроизведения единицы молярной доли на базе генератора газовых смесей ГГС-03-03 позволяет охватить диапазоны измерений и измеряемые компоненты большинства газовых каналов газоанализаторов.

Также этот фактор способствовал расширению области аккредитации на право поверки газоаналитических приборов поверочной лаборатории Карагандинского филиала РГП -КазИнМетр».

Заключение

Исследования в области газоаналитических измерений в Республике Казахстан охватывают сравнительно короткий этап. За это время в республике создана нормативная и эталонная база газоаналитических измерений. На базе исследования и внедрения государственного эталона единицы молярной доли компонентов в газовых средах организовано производство стандартных образцов.

Последующая модернизация эталонного оборудования позволяет развивать и расширять производство стандартных образцов и дает возможность охватывать новые области метрологической обеспеченности газоаналитических измерений.

Ежегодное развитие номенклатуры выпускаемых типов стандартных образцов и их внедрение в производство расширяет возможности технической базы для проведения испытаний для целей утверждения типа различных газоанализаторов, сигнализаторов, датчиков горючих и токсичных газов и прочих приборов газового анализа, их поверки, калибровки и метрологической обеспеченности в Республике Казахстан.

Современные задачи производства стандартных образцов в Республике Казахстан - это разработка методик выполнения измерений и утверждение новых типов на основе диоксида серы (SO₂), оксида азота (NO), диоксида азота (NO₂), аммиака (NH₃), карбонилсульфида (COS), сероуглерода (CS₂) и хлора (Cl₂), а также внедрение методик анализа ГОСТов серии ГОСТ 31371-2008 с целью разработки стандартных образцов состава природного газа (имитаторов природного газа).

Список использованных источников

1. ГОСТ 8 578-2008 -ГСП Государственная поверочная схема для средств измерений содержания компонентов в газовых средах-. М.: Стандартиформ. 2008 16 с.
2. ГОСТ Р 8.776-2011 «ГСИ. Стандартные образцы состава газовых смесей Общие метрологические и технические требования-. М: Стандартиформ. 2013. 19 с.
3. ГОСТ Р ИСО 6142–2008. Анализ газов. Приготовление градуировочных газовых смесей. Гравиметрический метод. – 30 с.
4. ГОСТ Р ИСО 6144–2008. Анализ газов. Приготовление градуировочных газовых смесей. Статический объемный метод. – 23 с.
5. СТ РК 2.118-2018 «Государственный эталон и государственная поверочная схема для средств измерений содержания компонентов в газовых средах»
6. Немец В.М., Петров А.А., Соловьев А.А. Спектральный анализ неорганических газов. Л. : Химия, 1988. 240 с.
7. Нежиховский Г.Р., Розинов Г.Л. Метрологическое обеспечение измерений концентрации газов и теплофизических величин // Госстандарт, НПО «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева». Л. , 1986. С. 47-57.
8. Технологический регламент на производство поверочных газовых смесей. Версия 5.1. Караганда. РГП «КазСтандарт», 2018
9. Бондаренко В. Л., Симоненко Ю. М. Криогенные технологии извлечения редких газов. – Одесса: ПО “Изд. центр”, 2009 – 232 с.
10. Альтернативные технологии получения концентратов редких газов / В.Л. Бондаренко, Н.П. Лосяков, Т.В. Дьяченко и др. // Технические газы. – 2011 – № 1 – С. 42–52.