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

В соответствии с программой работ, принятой на 54 заседании МГС, выполнены следующие работы.

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| № поз. Программы | Наименование работ | Выполненные работы | Страны-участники |
| 2.2 | Разработка межгосударственных стандартных образцов для калориметрии сжигания (в том числе, многопараметрических) | 2.2.1. На 61-м заседании МГС (протокол МГС №61-2022, приложение № 24) признан в качестве МСО 2608:2022 набор стандартных образцов низшей объемной энергии сгорания газов (набор НОЭС-ВНИИМ – ГСО 11662-2020/ГСО 11665-2020).Назначение стандартных образцов: * поверка, калибровка, установление и контроль стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики средств измерений низшей объемной энергии сгорания;
* контроль метрологических характеристик при проведении испытаний средств измерений и стандартных образцов низшей объемной энергии сгорания, в том числе в целях утверждения типа;
* аттестация методик измерений и контроль точности результатов измерений низшей объемной энергии сгорания газов, полученных по методикам (методам) измерений в процессе их применения в соответствии с установленными в них алгоритмами;
* проведение межлабораторных сравнительных (сличительных) испытаний для оценки пригодности нестандартизированных методик и проверки квалификации испытательных лабораторий.

Область промышленности, производства, где преимущественно может применяться стандартный образец: газовая, нефтехимическая, топливно-энергетическая, металлургическая и другие отрасли промышленности.Описание стандартных образцов: СО представляет собой газ в баллоне вместимостью (4 – 40) дм3 под давлением (0,5 – 15) МПа на основе метана (CH4) по ТУ 51 841-87, этана (C2H6) по ТУ 6-09-2454-85, пропана (C3H8) по ТУ 51-882-90 или водорода (H2) по ТУ 2114-016-78538315-2008 или ГОСТ Р 51673-2000. Количество типов СО в наборе – 4 шт.Дополнительные сведения: * аттестованное значение объемной энергии сгорания прослеживается к Государственному первичному эталону единиц энергии сгорания, удельной энергии сгорания и объемной энергии сгорания ГЭТ 16;
* метрологические характеристики СО определяются на эталонной аппаратуре, процедуры измерений на которых валидированы, в том числе посредством международных сличений.

Форма выпуска: серийное производство периодически повторяющимися партиямиМетрологические характеристики стандартных образцов:Наименование аттестуемой характеристики – низшая объемная энергия сгорания МДж/м3.Нормированные метрологические характеристики СО приведены в таблице 1 (см ниже).2.2.2. На 63-м заседании МГС (протокол МГС № 63-2023, приложение № 19) признан в качестве МСО 2780:2023 набор стандартных образцов низшей объемной энергии сгорания газов (набор НОЭС-ГС-ВНИИМ) – ГСО 11904-2022/ГСО 11907-2022. Назначение стандартных образцов: - поверка, калибровка, установление и контроль стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики средств измерений объемной энергии сгорания (газовых калориметров, анализаторов числа Воббе и др.); – контроль метрологических характеристик при проведении испытаний средств измерений объемной энергии сгорания (газовых калориметров, анализаторов числа Воббе и др.), в том числе в целях утверждения типа; – аттестация методик измерений и контроль точности результатов измерений объемной энергии сгорания газов, полученных по методикам (методам) измерений в процессе их применения в соответствии с установленными в них алгоритмами; – проведение межлабораторных сравнительных (сличительных) испытаний для оценки пригодности нестандартизированных методик и проверки квалификации испытательных лабораторий. Области экономики и сферы деятельности, где преимущественно надлежит применять стандартные образцы: газовая, нефтехимическая, топливно-энергетическая, металлургическая и другие отрасли промышленности.Описание стандартных образцов: СО представляет собой газовую смесь в баллоне с вентилями вместимостью (4–40) дм3 под давлением (0,5–15) МПа. СО изготовлен на основе государственного стандартного образца состава газовой смеси в баллоне под давлением, соответствующего требованиям ГОСТ Р 8.976-2019. СО содержит один или более компонентов в любых сочетаниях (метан (CH4), этан (C2H6), этилен (C2H4), пропан (C3H8), оксид углерода (CO), водород (H2), n-бутан (n-C4H6), изобутан (i-C4H6), аргон (Ar), диоксид углерода (CO2), гелий (He), азот (N2)). Количество типов СО в наборе – 4 шт.Форма выпуска: серийное производство периодически повторяющимися партиями. Метрологические характеристики стандартных образцов: аттестуемая характеристика – низшая объемная энергия сгорания МДж/м3.Нормированные метрологические характеристики СО приведены в таблице 2 (см ниже).Прослеживаемость аттестованных значений СО к единице величины «низшая объемная энергия сгорания», воспроизводимая Государственным первичным эталоном единиц энергии сгорания, удельной энергии сгорания и объемной энергии сгорания ГЭТ 16, обеспечена прямыми измерениями на ГЭТ 16. | Российская Федерация |
| 2.4 | Организация и проведение межгосударственных межлабораторных сравнительных испытаний на образцах твердых, жидких и газообразных топлив | Проведены раунды межгосударственных межлабораторных сравнительных испытаний (МСИ) качественных параметров образцов угля (раунды № 19, 20, 21, 22, 23) и мазута (раунды № 15, 16, 17, 18). В каждом раунде на образцах угля участие приняли более чем по 65 лабораторий России, а также зарубежные лаборатории (Кыргызская Республика, Республика Казахстан, Украина, Эстония). | Российская Федерация – провайдер МСИ, Республика Казахстан, Кыргызская Республика, Украина, Эстония |
| В 2019 в Республике Беларусь проведены туры проверки квалификации «Определение показателей твердого топлива», «Определение показателей жидкого топлива». Проведена актуализация методики калибровки бомбовых калориметров.В 2023 г. проведена работа по новой Программе проверки квалификации «Газ горючий природный. Высшая и низшая объемная энергия сгорания, относительная плотность», координатором которой выступила лаборатория калориметрии ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева». Был сформирован перечень участников, разосланы образцы участникам Программы. Проведена статистическая обработка результатов измерений, полученных от участников. Отчет по Программе был разослан участникам в июле 2023 г. | Республика Беларусь – провайдер |
| 3 | Сличения национальных эталонов единицы энергии сгорания в рамках КООМЕТ | 3.1 Закончены сличения в рамках темы КООМЕТ № 744/ RU-а/18 (COOMET.T-S4) «Сличения в области измерений теплоты сгорания углей с разными значениями серы». В соответствии с согласованным протоколом сличений измерения высшей энергии сгорания трех образцов углей (два антрацита и тощий уголь) проведены участниками в период с июля 2019 г. по ноябрь 2020 г. Пилотом (ВНИИМ) был подготовлен отчет типа А, разослан участникам, получены замечания и предложения, проведена его корректировка, сделана новая статистическая обработка результатов, подготовлен отчет типа В, отправлен участникам, получены ответы от участников. Подготовлен окончательный отчет типа В2, который отправлен участникам. Результаты сличений опубликованы в журнале Metrologia, Volume 60, 2023, Number 1A.3.2 Завершены работы по теме КООМЕТ № 780/Ru-а/2019 «Сличения национальных эталонных газовых калориметров на образцах газовых смесей». Подготовлены отчеты типа А и типа В и направлены участникам сличений на рассмотрение.3.3 Начата новая тема КООМЕТ № 873/Ru/23 Сличения в области измерений энергии сгорания чистых органических веществ, координатор ВНИИМ. Республика Беларусь и Китай согласились принять участие. Образцы для сличений – твердый антрацен и жидкий додекан отправлены в республику Беларусь и подготовлены к отправке в Китай. | Пилот –Российская Федерация, участники-Республика Беларусь, Германия, Турция, Румыния, КитайПилот –Российская Федерация, Турция, ФранцияПилот –Российская Федерация,Республика Беларусь, Китай |
| 4 | Методическая помощь координатора работ (ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева») национальным метрологическим институтам в части создания или модернизации национальных эталонов единицы энергии сгорания, разработки нормативной документации, стажировки специалистов | 4.1 ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» (г. Санкт-Петербург) 18–20 мая 2021 г. провел курс повышения квалификации по программе «Калориметрия сгорания и измерения качественных параметров топлива» в очно-заочной форме.4.2 ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» (г. Санкт-Петербург) 23–27 мая 2022 г. провел курс повышения квалификации по программе «Калориметрия сгорания и измерения качественных параметров топлива» в очно-заочной форме.4.3 ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» (г. Санкт-Петербург) 23–26 мая 2023 г. провел курс повышения квалификации по программе «Калориметрия сгорания и измерения качественных параметров топлива» в очно-заочной форме.4.4 ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» закончил разработку межгосударственного стандарта ГОСТ «Газ природный. Методы определения объемной теплоты сгорания». Тема включена в ПМС, шифр темы RU.1.227-2022 (ПНС-2022, шифр 1.1.052-2.022.22). На первую редакцию проекта ГОСТ в АИС МГС получены отзывы Республики Беларусь, Республики Казахстан, Кыргызской Республики. Подготовлена окончательная редакция, которая будет размещена в АИС МГС в ноябре 2023 г.4.5 ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» завершил разработку ГОСТ «ГСИ. Государственная поверочная схема для средств измерений энергии сгорания, удельной энергии сгорания и объемной энергии сгорания». Тема включена ПМС, шифр темы RU.3.004-2023 (тема в ПНС 3.17.206-2.086.23) – пересмотр ГОСТ 8.026–96 «ГСИ. Государственная поверочная схема для средств измерений энергии сгорания и удельной энергии сгорания (калориметров сжигания)». На первую редакцию проекта ГОСТ в АИС МГС получены отзывы Республики Беларусь, Республики Казахстан. Окончательная редакция размещена в АИС МГС. Срок окончания голосования 31.12.2023. | Российская Федерация |
| 4.6 В Украине в 2019 году завершены работы по модернизации государственного первичного эталона единицы энергиисгорания ДЕТУ 06-04-97.В основу эталона входят: изопериболический бомбовый калориметр с водяной оболочкой, поддерживающей температуру 27°С, термостат с нестабильностью поддержания температуры на уровне ±0,002 °С и калориметрический сосуд с водой. Средняя длительность калориметрического опыта составляет 20 мин. Предусмотрена электрическая градуировка. Состав калориметрического комплекса и вспомогательного оборудования:- калориметрический преобразователь;- термометр калориметрический;- блок формирования импульсов энергии ФИЭ;- нановольтметр;- мост для калориметрических измерений;- частотомер;- термостат FLUKE 7073;- блок поджига;- блок управления;- термостат для базовых мер сопротивления;- ПК с программным обеспечением;- кислородный баллон с редуктором;- весы аналитические;- весы лабораторные;- система измерений параметров окружающей среды.Метрологические характеристики эталона ДЕТУ 06-04-97:диапазон измерений, в котором воспроизводится единица энергии сгорания твердого и жидкого топлива, от 15 до 35 кДж; расширенная относительная неопределенность воспроизведения единицы энергии сгорания – 1,2\*10-4 . | Украина |

Координатор работ, руководитель лаборатории калориметрии
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева», ученый хранитель государственного эталона
ГЭТ 16-2018, к.т.н. Корчагина Елена Николаевна

тел.: +7 812 323 96 39, моб.+7 921 786 93 67

e-mail: E.N.Korchgina@vniim.ru

Таблица 1 – Метрологические характеристики СО

| Номер ГСО в наборе | Индекс СО в наборе | Интервал допускаемых аттестованных значений низшей объемной энергии сгорания, $H\_{inf}^{{25}/{20}}$, МДж/м3$H$**\*** | Допускаемое значение относительной расширенной неопределенности (U)\*\* при коэффициенте охвата k = 2, % |
| --- | --- | --- | --- |
| ГСО 11662-2020 | НОЭС-ВНИИМ-H2 | от 10,030 до 10,260 | 0,3 |
| ГСО 11663-2020 | НОЭС-ВНИИМ-CH4 | от 33,350 до 33,580 |
| ГСО 11664-2020 | НОЭС-ВНИИМ-C2H6 | от 59,740 до 59,980 |
| ГСО 11665-2020 | НОЭС-ВНИИМ-C3H8 | от 86,230 до 86,470 |
| Примечания:\* – верхний индекс (25/20) обозначает стандартные условия сгорания: температура 25 °C (298,15 К) и давление 101,325 кПа, и стандартные условия при приведении объема газа: температура 20 °C (293,15 К) и давление 101,325 кПа.\*\* – соответствует допускаемой относительной погрешности при доверительной вероятности (P=0,95). |

Таблица 2 – Метрологические характеристики СО

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| Номер ГСО в наборе | Индекс СО в наборе | Интервал допускаемых аттестованных значений низшей объемной энергии сгорания, $H\_{inf}^{{25}/{20}}$, МДж/м3$H$**\*** | Допускаемое значение относительной расширенной неопределенности (U)\*\* при коэффициенте охвата k = 2 и P = 0,95, % |
| ГСО 11904-2022  | НОЭС-ГС-1-ВНИИМ  | 3,00 – 10,00 | 0,40 |
| ГСО 11905-2022  | НОЭС-ГС-2-ВНИИМ  | 10,00 – 30,00 | 0,30 |
| ГСО 11906-2022  | НОЭС-ГС-3-ВНИИМ  | 30,00 – 36,50 | 0,20 |
| ГСО 11907-2022  | НОЭС-ГС-4-ВНИИМ  | 36,50 – 70,00 | 0,30 |
| Примечания: \* – верхний индекс (25/20) обозначает стандартные условия сгорания: температура 25 °C (298,15 К) и давление 101,325 кПа, и стандартные условия при приведении объема газа: температура 20 °C (293,15 К) и давление 101,325 кПа. \*\* – численно равна границам относительной погрешности при доверительной вероятности (P=0,95).  |