

РЕКОМЕНДАЦИИ ПО МЕТРОЛОГИИ

Государственная система обеспечения единства измерений

ТЕПЛОТА ОБЪЕМНАЯ (ЭНЕРГИЯ) СГОРАНИЯ ПРИРОДНОГО ГАЗА

**Метрологическая экспертиза результатов измерений,
полученных м применением калориметров или газовых хроматографов**

Дата введения 2005 – 09 -01

1 Область применения

Настоящие рекомендации применяют в случае несогласованности результатов измерений объемной теплоты сгорания (ОТС) природного газа (ПГ), полученных с использованием калориметров (калориметрический метод) или газовых хроматографов (расчетный метод).

Настоящие рекомендации содержат критерии согласованности результатов измерений ОТС ПГ, полученных калориметрическим и расчетным методами.

Настоящие рекомендации устанавливают требования, порядок и содержание работ при метрологической экспертизе результатов измерений ОТС природного газа с целью выявления причин несогласованности результатов.

2 Нормативные ссылки

2.1 В настоящих рекомендациях использованы ссылки на следующие нормативные документы:

ГОСТ 8.026-96 Государственная система обеспечения единства измерений. Государственная поверочная схема для средств измерений энергии сгорания и удельной энергии сгорания (калориметров сжигания)

ГОСТ 8.578-2002 Государственная система обеспечения единства измерений. Государственная поверочная схема для средств измерений содержания компонентов в газовых средах

ГОСТ 5542-87 Газы горючие природные для промышленного и коммунально-бытового назначения. Технические условия

P.50.2...

ГОСТ 10062-75 Газы природные горючие. Метод определения удельной теплоты сгорания

ГОСТ 18917-82 Газ горючий природный. Метод отбора проб

ГОСТ 22667-82 Газы горючие природные. Расчетный метод определения теплоты сгорания, относительной плотности и числа Воббе

ГОСТ 27193-86 Газы горючие природные. Метод определения теплоты сгорания водяным калориметром

ГОСТ 30319.1-96 Газ природный. Методы расчета физических свойств. Определение физических свойств природного газа, его компонентов и продуктов его переработки

ГОСТ Р 8.577-2000 Государственная система обеспечения единства измерений. Теплота объемная (энергия) сгорания природного газа. Общие требования к методам определения

ГОСТ Р ИСО 5725-1-2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1: Основные положения и определения

3 Термины, определения, сокращения

3.1 В настоящих рекомендациях применяют следующие термины с соответствующими определениями:

3.1.1 метрологическая экспертиза результатов измерений ОТС ПГ: Процедура анализа и оценивания правильности измерений объемной теплоты сгорания природного газа, реализуемая на узлах учета ОТС в лабораториях, участвующих в учетно-расчетных операциях, проводимая экспертами-метрологами государственного научного метрологического центра (ГНМЦ), являющегося головным в данном виде измерений.

3.1.2 показатели качества результатов измерений: Установленные характеристики погрешности и ее составляющих для любого из совокупности результатов измерений, полученного при соблюдении требований конкретной методики при ее реализации в отдельной лаборатории.

3.1.3 принятое опорное значение: Значение, которое служит в качестве согласованного для сравнения и получено как аттестованное значение, базирующееся на экспериментальных работах национальной метрологической организации (ГОСТ Р ИСО 5725-1).

3.1.4 узел учета объемной теплоты сгорания природного газа: Комплекс средств измерений объемной теплоты сгорания (ОТС), средств их метрологического обеспечения, систем (методик) пробоотбора или пробоподготовки, обеспечивающий измерения ОТС природного газа с целью учетно-расчетных операций.

3.2 В настоящих рекомендациях использованы следующие сокращения:

МВИ – методика выполнения измерений;

МП – методика поверки;

НД – нормативный документ;

ОК – образец для контроля;

ОНТС - объемная низшая теплота сгорания;

ОТС – объемная теплота сгорания;

ПГ – природный газ;

СИ – средство измерений.

4 Общие положения

4.1 Метрологическая экспертиза результатов измерений ОТС ПГ проводится по заявке, согласованной сторонами, или по определению, вынесенному арбитражным судом.

4.2 ОТС является одной из основных характеристик качества ПГ как энергоносителя. При определении ОТС ПГ возможно применение прямых и косвенных измерений.

4.2.1 Прямые измерения выполняют при применении калориметрических методов, регламентированных ГОСТ 10062, ГОСТ 27193 или отвечающих процедуре, изложенной в [1].

4.2.2 При определении ОТС ПГ расчетным методом на основании результатов измерений объемной доли компонентов природного газохроматографическим методом, регламентированным ГОСТ 22667, ГОСТ 30319.1 или соответствующими МВИ, применяют косвенные измерения.

4.3 При проведении измерений ОТС ПГ приборами поставщика и потребителя возможно возникновение расхождений результатов измерений.

В случае, если в документах, регламентирующих взаимоотношения поставщика и потребителя при поставках ПГ, не оговорены требования к расхождению результатов измерений ОТС, полученных любым из методов, регламентированных ГОСТ 5542, то расхождения среднемесячных значений ОНТС,

полученных в лабораториях поставщика и потребителя, считают значимыми, если не соблюдается условие

$$|x_1 - x_2| \leq \Delta_i, \quad (1)$$

где x_1, x_2 - среднемесячные значения ОНТС, полученные в лабораториях поставщика и потребителя, соответственно; Δ_i - критерий согласованности ($i=1,2,3$).

Примечание - Для получения среднемесячных значений ОНТС используется массив данных, сформированный из многократных измерений, проводимых ежедневно (или по согласованию сторон с установленной периодичностью).

4.4 Установлены три степени согласованности результатов, которым отвечают соответствующие критерии согласованности: Δ_1 - низкая степень согласованности, Δ_2 - средняя степень согласованности и Δ_3 - высокая степень согласованности, отвечающая международному уровню.

Значения критериев согласованности результатов измерений ОТС ПГ Δ_i выработаны на основе оценки современного уровня технического оснащения и состояния метрологического обеспечения измерений ОТС ПГ на узлах учета. При выработке критериев согласованности принята во внимание перспектива ужесточения требований к показателям точности результатов измерений ОТС ПГ при проведении учетно-расчетных операций.

Критерий, отвечающий низкой степени согласованности, рассчитывается в соответствии с формулой (2):

$$\Delta_1 = \sqrt{\delta_1^2 + \delta_2^2} \quad (2)$$

где δ_1, δ_2 - границы погрешности результатов измерений ОНТС, полученных средствами измерений поставщика и потребителя, соответственно.

Критерий, отвечающий средней степени согласованности, основан на анализе составляющих погрешности разных типов применяемых СИ и их метрологического обеспечения, и является на настоящий момент (на 01.01.2005 г.) обоснованно допустимым значением дисбаланса, возникающего при определении ОНТС между поставщиком и потребителем. Значение критерия Δ_2 получено с учетом того фактора, что случайная составляющая погрешности **среднемесячного** значения ОНТС ПГ минимизируется при многократных измерениях, а определяющей становится систематическая составляющая (см. примечание 4.3).

Критерий, отвечающий высокой степени согласованности, характеризующей международный уровень, указан на основании опубликованных данных по установленным расхождениям результатов в зарубежных контрактах.

Значения критериев согласованности результатов указаны в таблице 1.

Т а б л и ц а 1 - Критерии согласованности среднемесячных результатов измерений ОНТС при проведении учетно-расчетных операций за ПГ

Диапазон измерений ОНТС, ккал/м ³	Значения принятых критериев согласованности, ккал/м ³		
	Низкая степень согласованности Δ_1	Средняя степень согласованности Δ_2	Высокая степень согласованности Δ_3
От 7600 до 8500	$\sqrt{\delta_1^2 + \delta_2^2}$	30	8
Свыше 8500 до 9500	$\sqrt{\delta_1^2 + \delta_2^2}$	50	12
Свыше 9500 до 10 000	$\sqrt{\delta_1^2 + \delta_2^2}$	80	20

4.5 Метрологическую экспертизу проводят по утвержденной в ГНМЦ программе (в случае проведения ее по ОПРЕДЕЛЕНИЮ суда) или по согласованной тремя сторонами программе.

4.6 Метрологическая экспертиза результатов измерений ОТС состоит из экспертизы документации, экспертизы объектов - средств измерений узла учета ОТС ПГ и выполнения контрольных измерений с применением образца для контроля (ОК).

4.7 В задачи метрологической экспертизы входит:

- оценивание состояния и правильности применения СИ ОТС;
- оценивание соблюдения метрологических правил и норм, устанавливаемых нормативной документацией, при измерении ОТС и поверке СИ;
- оценивание показателей качества результатов измерений ОТС при учетно-расчетных операциях за ПГ.

4.8 Метрологическая экспертиза результатов измерений ОТС ПГ включает:

- сбор и анализ информации о применяемых СИ и их метрологическом обеспечении;
- анализ результатов внутрилабораторного контроля качества измерений ОТС (в случае его проведения);
- статистический анализ деятельности лабораторий, включающий анализ результатов измерений ОТС и значимости расхождений, полученных при измерениях приборами поставщика и потребителя за период, предшествующий началу экспертизы, но не менее 3 предшествующих месяцев;

Р.50.2...

- проверку наличия нормативной и технической документации, свидетельств о поверке, протоколов градуировки СИ, рабочих журналов с информацией о профилактических работах, ремонтах, проведенных поверках и градуировках;

- проверку соответствия условий пробоотбора и (или) пробоподготовки действующим нормам и требованиям (ГОСТ 18917), правильности установки и размещения СИ, проверку наличия проектной документации на газоснабжение СИ непрерывного принципа действия (поточные хроматографы, калориметры);

- проверку выполнения требований к методам определения ОТС в соответствии с ГОСТ Р 8.577, оценку выявления возможных влияющих факторов на результаты определения ОТС поставщиком и потребителем;

- правильность оформления результатов измерений ОТС ПГ, архивирования результатов и передачи для представления в качестве коммерческих данных;

- выяснение вопроса о возможности несанкционированного вмешательства в процесс измерения с целью умышленного искажения результата измерения.

4.9 При выполнении контрольных измерений в качестве образца для контроля применяют аттестованный по теплоте сгорания природный газ. Опорное значение ОНТС ПГ определяют калориметрическим и/или расчетным методами, используя аппаратуру, входящую в состав государственных первичных эталонов по ГОСТ 8.026 и ГОСТ 8.578.

Относительная суммарная погрешность аттестации ОК по ОНТС должна находиться в пределах от $\pm 0,1$ % до $\pm 0,3$ % для диапазона ОНТС от 31,8 до 35,6 МДж/м³ (от 7600 до 8500 ккал/м³) и не более $\pm 0,3$ % (аттестация калориметрическим методом) для диапазона ОНТС свыше 35,6 МДж/м³ (8500 ккал/м³).

5 Порядок и содержание работ по оцениванию результатов измерений

5.1 Порядок и содержание работ по оцениванию результатов измерений ОТС включает:

- анализ статистических данных деятельности лабораторий и предварительную оценку значимости расхождений;

- формирование экспертной комиссии с оформлением протокола в соответствии с приложением А;

- установление содержания работ в соответствии с результатами предварительного анализа (приложение Б);
- составление плана-графика работ, оформленного по форме приложения В;
- осуществление передачи ОК по протоколу, оформленному в соответствии с приложением Г;
- проведение контрольных измерений в присутствии членов экспертной комиссии;
- обработку результатов контрольных измерений, представленных по форме приложения Д;
- проведение отбора пробы ПГ (в случае принятия решения о необходимости этой процедуры) с оформлением акта (приложение Е);
- аттестацию отобранной пробы ПГ с применением эталонной аппаратуры по ГОСТ 8.026 и ГОСТ 8.578;
- анализ полученных результатов.

5.2 Выполнение контрольных измерений проводится в точном соответствии с применяемым в лаборатории нормативным документом на метод измерений.

5.3 Для выполнения контрольных измерений каждой из лабораторий последовательно предоставляется образец для контроля с метрологическими характеристиками по 4.9 в шифрованном виде.

5.4 Контрольные измерения предполагают сравнение полученных в каждой из двух лабораторий значений ОНТС ОК с опорным значением ОК.

5.5 Два результата измерений (для лабораторных приборов) должны быть получены в каждой лаборатории в условиях повторяемости. Абсолютное расхождение между результатами измерений должно удовлетворять требованиям повторяемости, указанным в НД.

Для СИ непрерывного принципа действия получают по два среднечасовых значения.

При проведении двух измерений ОНТС ОК, соответственно, будут получены экспериментальные данные:

для 1-й лаборатории - x_{11}, x_{12} ; среднее арифметическое - \bar{x}_1 ;

для 2-й лаборатории - x_{21}, x_{22} ; среднее арифметическое - \bar{x}_2 ;

для i-й лаборатории - x_{i1}, x_{i2} ; среднее арифметическое - \bar{x}_i .

5.6 Вычисляют разность между средним арифметическим ОНТС ОК, полученным в каждой лаборатории, и опорным значением ОНТС ОК. Проверяют выполнение неравенства:

$$\left| \bar{x}_i - \mu_0 \right| \leq \delta_i \quad , \quad (3)$$

где \bar{x}_i - среднее арифметическое значение ОНТС ОК в i - й лаборатории,

μ_0 - опорное значение ОНТС ОК,

δ_i - границы погрешности измерения ОНТС i -ой лабораторией, регламентированные в НД (см. 4.2.1 и 4.2.2).

5.7 Невыполнение условия (3) свидетельствует о наличии существенной систематической составляющей погрешности.

5.8 Анализ результатов контрольных измерений в совокупности с метрологической экспертизой документации и СИ ОТС ПГ позволяет сделать выводы о правильности измерений ОНТС ПГ и установить предпочтительность применения одного или другого узла учета при проведении учетно-расчетных операций.

6 Экспертное заключение

По завершении обработки материалов, полученных в ходе метрологической экспертизы, эксперты подготавливают и утверждают экспертное заключение, после чего представляют его лабораториям-участницам.

В экспертном заключении должны быть приведены:

- результаты анализа статистической информации, в том числе анализ расхождений результатов измерений ОТС ПГ за период, предшествовавший метрологической экспертизе;
- полный перечень информации, полученной при проведении экспертизы узла учета ОТС ПГ;
- протоколы обеих лабораторий с результатами внутрилабораторного контроля (в случае его проведения);
- выводы о правильности измерений ОТС ПГ, выполняемых лабораториями, основанные на результатах экспертизы узла учета и контрольных измерений;
- рекомендации по устранению замеченных в ходе экспертизы нарушений и предложения по совершенствованию процедуры измерений.

Экспертное заключение может быть предъявлено к рассмотрению в случае судебного разбирательства.

Приложение А
(справочное)

Форма протокола совещания
представителей экспертизы, поставщика и потребителя ПГ

от « ____ » _____ 200.. г.

город ...

Присутствовали: ...(ГНМЦ), ...(ООО «...регионгаз»), ... ООО «...трансгаз»,
(ОАО «...энерго»)

Повестка: о создании экспертной комиссии для проверки деятельности лабораторий ОАО «...энерго» и ООО «...трансгаз», осуществляющих измерения объемной теплоты сгорания природного газа с целью коммерческих расчетов.

Постановили: включить в состав экспертной комиссии представителей следующих предприятий: ГНМЦ (независимые эксперты), ООО «...регионгаз», ОАО «...энерго», ООО «...трансгаз» или другие.

Пофамильный список:

От ГНМЦ _____

От ООО «...регионгаз» _____

От ООО «...трансгаз» _____

От ОАО «...энерго» _____

Председатель

Секретарь

Приложение Б
(обязательное)

УТВЕРЖДАЮ
Заместитель руководителя ГНМЦ

« ____ » _____ 200..г.

**Порядок и содержание работ по оцениванию результатов измерений
объемной теплоты сгорания природного газа в лабораториях узлов
учета ОТС ПГ**

Перечень средств измерений и лабораторий, подлежащих экспертизе, согласован и определен в плане-графике работ (Приложение В).

ГНМЦ в срок до _____ 200.. г. предоставляет образцы для контроля и обеспечивает их доставку в Свидетельства на образцы для контроля хранят в запечатанном конверте до окончания проведения работ. Опечатывание конверта проводят в присутствии членов экспертной комиссии.

Образцы для контроля должны быть опломбированы, иметь зашифрованное обозначение и должны передаваться с протоколом по форме А приложения Г.

Очередность метрологической экспертизы по подразделениям определяют по согласованию представители заинтересованных сторон.

Снятие пломбы с баллона с образцом для контроля производят в присутствии не менее двух членов экспертной комиссии от разных организаций. С помощью редуктора, передаваемого с баллоном с образцом для контроля, измеряют начальное давление газовой смеси и осуществляют подачу контрольного образца из баллона на вход средства измерений.

Процедуры опломбирования баллона с образцом для контроля и результаты измерения давления газа заносят в Протокол по форме А приложения Г.

Проводят измерения ОНТС ОК в соответствии с нормативным документом на применяемый метод.

Результаты измерений вносят в Протокол по форме Б приложения Д.

При необходимости протокол по форме Б оформляют в четырех экземплярах и передают организациям – участницам экспертной комиссии.

При предположении о возможности изменения состава ПГ между узлами учета ОТС проводят отбор проб ПГ на обоих узлах учета для проведения последующего

измерения ОНТС третьей стороной. Для этого используют предварительно вакууммированные двухгорловые баллоны из нержавеющей стали. При отборе пробы природного газа заполняют протокол по форме В приложения Е.

По завершении измерений фиксируют остаточное давление в баллоне, опломбировывают баллон в присутствии не менее двух членов экспертной комиссии от разных организаций, заносят информацию в протокол по форме А приложения Г.

По требованию члена комиссии предъявляют свидетельства и протоколы поверки средств измерений, протоколы градуировки средств измерений, техническую и эксплуатационную документацию, архивные данные по результатам измерений контролируемых параметров за предшествующие 6 месяцев.

По требованию члена комиссии проводят экспертизу линий или системы пробоотбора.

От ГНМЦ:

Эксперт

Эксперт

Приложение В
(обязательное)

УТВЕРЖДАЮ
Зам. руководителя ГНМЦ

«___» _____ 200..г.

План-график работ по метрологической экспертизе результатов измерений ОТС ПГ
в лабораториях

Проверка проводится в период с..... по 200... года

Образцы для контроля состава и свойств природного газа, аттестованные с использованием эталонной аппаратуры во ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева» (по ГОСТ 8.026 и ГОСТ 8.578):

баллон №..., вместимость ... дм³, свидетельство № ... от «...»___ 200. г.,

баллон №..., вместимость ... дм³, свидетельство № ... от «...» ___ 200. г.)

Проверка проводится в лабораториях следующих предприятий

ОАО «.....энерго»

Наименование предприятия	Наименование средства измерения	Наименование средства проверки	Контролируемый параметр	Примечание
ТЭЦ № ...		баллон № ...	Низшая теплота сгорания	
ТЭЦ № ...		баллон № ...	Низшая теплота сгорания	

--	--	--	--	--

ООО «.....трансгаз»

Наименование предприятия	Наименование средства измерения	Наименование средства проверки	Контролируемый параметр	Примечание
КРП № ...		баллон № ...	Низшая теплота сгорания	
КРП № ...		баллон №...	Низшая теплота сгорания	

Примечание - Перечень ТЭЦ и КРП может быть изменен в процессе проведения экспертной проверки.

Согласовано

От ОАО «...энерго»:

От ООО «...регионгаз»:

От ООО «...трансгаз»:

От ГНМЦ:

Эксперт

Эксперт

Приложение Г
(обязательное)

Форма А

**Протокол
передачи образца для контроля в лаборатории**

Тип образца для контроля: _____

Обозначение образца для контроля : _____

Организация – изготовитель образца для контроля _____

Сведения об аттестации образца для контроля: _____ № _____ от " _____ " _____ 200 г.

Наименование предприятия, получившего образец для контроля	Давление газовой смеси в баллоне, МПа		Сведения о пломбировании баллона с ОК				Примечание
	началь ное	конеч ное	При приемке		При сдаче		
			Дата	Фамилия И.О. и подпись отв. лица	Дата	Фамилия И.О. и подпись отв. лица	
		-	-			

Примечание - Пломбирование баллона с ОК проводится в присутствии представителей ГНМЦ и/или противоположной стороны, которые обеспечивают хранение пломбиратора до передачи ОК другой стороне.

Приложение Д
(обязательное)

Форма Б

**Протокол
представления результатов контрольных измерений**

№ _____ от " _____ " _____ 200.. г.

1. Наименование предприятия

2. Наименование СИ: _____ зав. № _____

3. Контролируемый параметр

4. Свидетельство о поверке СИ: № _____ от « _____ » 200 г.

5. Градуировка проведена « _____ » _____ 200 г.

6. Средство градуировки:

7. Результаты градуировки (для бомбовых калориметров – значение энергетического эквивалента, для газовых калориметров - значения градуировочных коэффициентов, для хроматографов - №№ хроматограмм градуировки):

8. Наименование нормативного документа, согласно которому проводится измерение:

9. Условия пробоотбора и пробоподготовки:

10. Комментарии

11. Образец для контроля (ОК):

(№ образца, № баллона, вместимость, начальное давление газовой смеси, № свидетельства об аттестации и прочее)

Значение ОНТС ОК, полученное исполнителем при проведении контрольных измерений (ОНТС приводится для стандартных условий $T=20\text{ }^{\circ}\text{C}$ и $p=101,325\text{ кПа}$):

Порядковый номер измерения	ОНТС ОК	
	Ккал/ м ³	МДж/м ³
1		
2		
Среднее значение		

Дата проведения измерений _____

Исполнитель: _____ Подпись исполнителя _____

Ответственное лицо предприятия: должность _____

Фамилия И.О. _____ Подпись _____

ПРИСУТСТВОВАЛИ:

1. _____

(организация, должность, ФИО)

Приложение Е

(обязательное)

ФОРМА В

АКТ № _____

отбора пробы природного газа

Наименование организации, проводившей отбор пробы

Номер баллона _____

Дата подготовки баллона к заполнению _____

_____ (ФИО)

(подпись оператора)

Дата отбора пробы _____

Наименование объекта, где произведен отбор пробы _____

Место отбора пробы (линия, точка или др.) _____

Параметры газового потока в магистральном газопроводе:

- давление газа _____

кг/м² (МПа)

- температура газа _____

°С

- температура точки росы влаги газа _____

°С

Тип гигрометра _____

зав.№ _____

Свидетельство о поверке гигрометра _____

№ _____

срок действия до _____ 200_ г.

Герметичность баллона после заполнения _____

Прочие оперативные сведения и замечания _____

Оператор отбора пробы _____

(ФИО)

(подпись)

Представитель метрологической службы,

ответственный за правильность отбора пробы газа

_____ (ФИО)

(подпись)

ВНИМАНИЕ:

1. Акт отбора составляется на каждый экземпляр образца.
2. Запрещается при отборе газа использовать компримирующее оборудование.

Библиография

[1] Руководство по
эксплуатации
АРЮИ 413215.001 РЭ

Калориметр сжигания непрерывный газовый
КСНГ-05

УДК 006.354:536.626

Т 88:6

Ключевые слова: метрологическая экспертиза, объемная теплота сгорания, природный газ, калориметрический метод, расчетный метод, хроматограф, узел учета объемной теплоты сгорания природного газа

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

Зам. директора, председатель ТК 206

В.С.Александров

Руководитель отдела эталонов и научных исследований

в области термодинамики, д.т.н.

Походун А.И.

Руководитель научно-исследовательского
отдела государственных эталонов в области
физико-химических измерений, д.т.н.

Л.А.Конопелько

Исполнители:

Рук. лаборатории калориметрии ВНИИМ,
(руководитель темы), к.т.н.

Е.Н.Корчагина

с.н.с., к.х.н.

Т.А.Попова

вед.н.с., к.т.н.

Е.А.Хацкевич

СОГЛАСОВАНО:

Отв.секретарь ТК 206

А.П.Себекин