ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 8.921— 2016

Государственная система обеспечения единства измерений

СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ СОСТАВА ПРИРОДНОГО ГАЗА МАГИСТРАЛЬНОГО И ИМИТАТОРОВ ПРИРОДНОГО ГАЗА

Методика определения метрологических характеристик

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева» (ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 206 «Эталоны и поверочные схемы», Подкомитетом ПК 206.5 «Эталоны и поверочные схемы в области измерения физико-химического состава и свойств веществ»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 1 сентября 2016 г. № 1010-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

5 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Март 2019 г.

*Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (*gost.e-ecolog.ru

© Стандартинформ, оформление, 2016, 2019

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Стандартные образцы состава газовых смесей 2
4 Показатели точности 2
5 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы 3
6 Метод измерений 4
7 Требования безопасности 4
8 Требования к квалификации оператора 5
9 Условия проведения измерений 5
10 Подготовка к выполнению измерений 5
11 Выполнение измерений 6
12 Оформление результатов измерений 7
13 Контроль точности результатов измерений 8
Приложение А (рекомендуемое) Форма паспорта на ГСО-ИПГ 9
Приложение Б (рекомендуемое) Форма паспорта на ГСО-ПГМ 11
Библиография 13

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Государственная система обеспечения единства измерений

СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ СОСТАВА ПРИРОДНОГО ГАЗА МАГИСТРАЛЬНОГО И ИМИТАТОРОВ ПРИРОДНОГО ГАЗА

Методика определения метрологических характеристик

State system for ensuring the uniformity of measurements. Certified reference materials of trank natural gas and substitute natural gas.
Procedure of determining the metrological characteristics

Дата введения — 2017—02—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на стандартные образцы состава природного газа магистрального (ГСО-ПГМ) и имитаторов природного газа (ГСО-ИПГ) утвержденного типа 1-го разряда (далее — стандартные образцы) в баллонах под давлением и устанавливает методику определения их метрологических характеристик (далее — аттестации) с помощью аппаратно-программных хроматографических комплексов, входящих в состав рабочих эталонов 1-го разряда в соответствии с ГОСТ 8.578.

Настоящий стандарт предназначен для применения держателями рабочих эталонов 1-го разряда.

Настоящий стандарт также может использоваться при аттестации стандартных образцов, признанных Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (МСО), а также стандартных образцов евро-азиатского сотрудничества государственных метрологических учреждений (СО КООМЕТ).

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 8.315 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Основные положения

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

ГОСТ 12.4.021 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования

ГОСТ ИСО/МЭК 17025 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий

ГОСТ 20060 Газы горючие природные. Методы определения содержания водяных паров и точки росы влаги

ГОСТ 26703 Хроматографы аналитические газовые. Общие технические требования и методы испытаний

ГОСТ 30319.1 Газ природный. Методы расчета физических свойств. Общие положения

ГОСТ 31370 (ИСО 10715:1997) Газ природный. Руководство по отбору проб

ГОСТ Р 8.776 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы состава газовых смесей. Общие метрологические и технические требования

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю

Издание официальное

«Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Стандартные образцы состава газовых смесей

Стандартные образцы предназначены для:

- градуировки, калибровки, поверки и испытаний средств измерений (термины и соответствующие определения установлены в РМГ-29 [1]);
- аттестации и контроля показателей точности методик (методов) измерений.

Стандартные образцы природного газа выпускаются двух видов:

- многокомпонентные искусственные газовые смеси — имитаторы состава природного газа ГСО-ИПГ;
- многокомпонентные смеси на основе проб отобранного магистрального природного газа ГСО-ПГМ.

Отбор проб магистрального природного газа должен осуществляться в соответствии с требованиями ГОСТ 31370 и с учетом требований технических условий [2].

Основные метрологические и технические требования к стандартным образцам изложены в ГОСТ Р 8.776, порядок их разработки — в ГОСТ 8.315, порядок утверждения — в [3].

Выпуск стандартных образцов ГСО-ИПГ осуществляется в соответствии с техническими условиями [4] или техническими условиями, разработанными предприятием-изготовителем и согласованными с предприятием — держателем государственного первичного эталона единиц молярной доли и массовой концентрации компонентов в газовых средах ГЭТ 154—2011 (далее — ГЭТ-154), и технологическим регламентом предприятия-изготовителя. Выпуск стандартных образцов ГСО-ПГМ осуществляется в соответствии с техническими условиями [2].

4 Показатели точности

4.1 Требования к метрологическим характеристикам стандартных образцов 1-го разряда представлены в таблице 1.

Таблица 1

Определяемый компонент	Диапазон значений молярной доли определяемых компонентов x, %	Доверительные границы абсолютной погрешности[1], $\pm\Delta$, %, при доверительной вероятности $P = 0,95$
Метан	40—99,97	$-0,0093x + 0,939$
Этан	0,001—15	$0,02x + 0,00008$
Пропан	0,001—6,0	$0,03x + 0,00008$
Изобутан	0,001—4,0	$0,03x + 0,00008$
н-Бутан	0,001—4,0	$0,03x + 0,00008$
Изопентан	0,001—2,0	$0,03x + 0,00008$
н-Пентан	0,001—2,0	$0,03x + 0,00008$
Неопентан [2]	0,0005—0,05	$0,03x + 0,00008$
Гексан(ы) [2]	0,001—1,0	$0,03x + 0,00008$
Гептан(ы) [2]	0,001—0,25	$0,03x + 0,00008$
Октан(ы) [2]	0,001—0,05	$0,04x + 0,00008$
Нонан(ы) [2]	0,001—0,025	$0,04x + 0,00008$
Декан(ы) [2]	0,001—0,025	$0,04x + 0,00008$

Окончание таблицы 1

Определяемый компонент	Диапазон значений молярной доли определяемых компонентов x, %	Доверительные границы абсолютной погрешности[1], ±Δ, %, при доверительной вероятности P = 0,95
Бензол [2]	0,001—0,05	0,04x + 0,00008
Толуол [2]	0,001—0,05	0,04x + 0,00008
Метанол[2]	0,001—0,05	0,04x + 0,00008
Диоксид углерода	0,005—10,00	0,03x + 0,0004
Гелий [2]	0,001—0,5	0,03x + 0,00008
Водород [2]	0,001—0,5	0,03x + 0,00008
Кислород [2]	0,005—2,0	0,03x + 0,0004
Азот	0,005—15	0,02x + 0,0004

[1] Границы абсолютной погрешности при доверительной вероятности P = 0,95 соответствуют расширенной неопределенности $U(x)$ при коэффициенте охвата k = 2.

[2] Указанные компоненты допускается не включать в состав стандартных образцов — имитаторов природного газа, и они могут отсутствовать в стандартных образцах на основе магистрального природного газа.

4.2 Пределы допускаемого относительного отклонения значений молярной доли компонента от номинального значения для ГСО-ИПГ не должны превышать значений, приведенных в таблице 2.

Таблица 2

Диапазон значений молярной доли компонента, %	Пределы допускаемого относительного отклонения значений молярной доли компонента от номинального значения для ГСО-ИПГ Д, %
От 0,001 до 0,01 включ.	– 50 …+ 100
Св. 0,01 до 0,1 включ.	± 50
Св. 0,1 до 1 включ.	± 20
Св. 1 до 10 включ.	± 10
Св. 10 до 50 включ.	± 5
Св. 50 до 100 включ.	± 3

5 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы

5.1 Основные средства измерений

Для аттестации ГСО-ИПГ и ГСО-ПГМ применяют комплекс аналитической аппаратуры, созданный на базе лабораторных аппаратно-программных хроматографических комплексов (АПХК) отечественного или зарубежного производства, удовлетворяющих требованиям к техническим и метрологическим характеристикам, и зарегистрированный в качестве рабочего эталона (РЭ) 1-го разряда.

Идентификацию и определение содержания компонентов в стандартных образцах природного газа осуществляют с применением:

- детекторов по теплопроводности (ДТП, микроДТП) и газа-носителя гелия при анализе постоянных газов (CO_2, N_2, O_2);
- детектора ДТП и газа-носителя аргона при анализе постоянных газов (He, H_2);
- детекторов ДТП и/или пламенно-ионизационного детектора (ПИД) и газа-носителя гелия при анализе углеводородных газов.

Рекомендуется при измерении молярной доли углеводородных компонентов в зависимости от их содержания использовать:

- ПИД при содержании углеводородов с молярной долей менее 0,1 %;
- ДТП при содержании углеводородов с молярной долей более 1,0 %.

В соответствии с указанными требованиями в состав аналитического комплекса должны входить хроматографы (один или более), укомплектованные как минимум двумя детекторами

по теплопроводности (ДТП) и одним пламенно-ионизационным детектором (ПИД) для работы с газом-носителем гелием, а также отдельной линией для работы с газом-носителем аргоном и детектором ДТП.

Детекторы должны обеспечивать предел детектирования компонентов с молярной долей не более:

- 0,0010 % кислорода, азота и диоксида углерода;
- 0,00005 % углеводородов для ПИД и 0,0005 % углеводородов для ДТП;
- 0,0001 % гелия и водорода.

АПХК должны быть оснащены внешним или встроенным блоком обработки и хранения измерительной информации.

5.2 Средства градуировки

Средствами градуировки АПХК являются стандартные образцы — эталоны сравнения (ЭС) — имитаторы природного газа, аттестованные на аппаратуре ГЭТ 154, с метрологическими характеристиками, обеспечивающими соотношение погрешностей между ЭС и ГСО не более ½ в соответствии с ГОСТ 8.578.

5.3 Вспомогательные средства измерений, устройства и материалы

Вспомогательные средства измерений, устройства и материалы, применяемые при проведении аттестации стандартных образцов, приведены в технической документации на соответствующий рабочий эталон.

6 Метод измерений

Аттестация стандартных образцов осуществляется методом абсолютной градуировки в точке.

Содержание индивидуальных компонентов в ЭС должно соответствовать содержанию этих компонентов в аттестуемом ГСО. Допускаемое расхождение значений молярной доли в эталоне сравнения и в аттестуемом ГСО приведено в таблице 3.

Таблица 3 — Допускаемое относительное отклонение значений молярной доли компонента в ЭС и в ГСО

Значение молярной доли компонента, %	Относительное отклонение значения молярной доли компонента в ЭС от ее значения в ГСО, %
От 0,001 до 0,01 включ.	- 50 …+ 100
Св. 0,01 до 0,1 включ.	± 50
Св. 0,1 до 1 включ.	± 20
Св. 1 до 10 включ.	± 10
Св. 10 до 50 включ.	± 5
Св. 50 до 100 включ.	± 3

Значение молярной доли компонента в ГСО вычисляют по формуле

$$x_j^{\text{ГСО}} = \overline{K}_j^{\text{град}} \cdot \overline{A}_j^{\text{ГСО}}, \quad (1)$$

где $x_j^{\text{ГСО}}$ — молярная доля j-го компонента в аттестуемом ГСО, %;

$\overline{K}_j^{\text{град}}$ — среднее значение градуировочного коэффициента j-го компонента, выраженное в % на единицу счета;

$\overline{A}_j^{\text{ГСО}}$ — среднее значение сигнала детектора j-го компонента в аттестуемом ГСО, выраженное в единицах счета.

7 Требования безопасности

7.1 К работе на измерительной аппаратуре приступают только после ознакомления с мерами безопасности, изложенными в соответствующих разделах руководств по эксплуатации.

7.2 При работе с чистыми газами и газовыми смесями в баллонах под давлением должны соблюдаться правила, изложенные в технических условиях [2] и [4], а также Федеральные нормы и правила промышленной безопасности [5].

7.3 Предельно допустимые концентрации компонентов в воздухе рабочей зоны должны соответствовать требованиям гигиенических нормативов [6].

7.4 Общие правила по электро-, взрыво- и пожарной безопасности, меры предупреждения и средства защиты работающих от воздействия газовых смесей, требования к их личной гигиене, оборудованию и помещениям регламентируются системой стандартов безопасности труда, утвержденных в установленном порядке.

7.5 Вентиляционная система помещения должна обеспечивать многократный обмен воздуха в соответствии с ГОСТ 12.4.021.

8 Требования к квалификации оператора

К выполнению измерений и обработке результатов допускаются лица, удовлетворяющие всем перечисленным требованиям:

- имеющие высшее техническое образование;
- владеющие газоаналитической техникой и процедурами обработки результатов;
- ознакомившиеся с эксплуатационной документацией на применяемые средства измерений, а также с настоящим стандартом;
- прошедшие обучение на рабочем месте и имеющие опыт работы на комплексе аналитической аппаратуры не менее 6 месяцев;
- имеющие допуск лица, ответственного за содержание и применение рабочего эталона.

9 Условия проведения измерений

9.1 При выполнении газоаналитических измерений должны выполняться следующие условия:

- температура окружающего воздуха должна быть в диапазоне 288—298 К (15 °С — 25 °С);
- относительная влажность окружающего воздуха должна быть не выше 80 % при температуре 25 °С;
- атмосферное давление должно быть в диапазоне 84,0—106,7 кПа (630—800 мм. рт. ст.);
- механические воздействия, влияющие на работу аппаратуры, должны отсутствовать.

9.2 Напряжение переменного тока должно быть 230 В, допускаемое отклонение ± 10 %; частота переменного тока должна быть (50±1) Гц.

9.3 Средства измерений должны применяться в соответствии с требованиями технической документации по эксплуатации и безопасности их применения.

10 Подготовка к выполнению измерений

10.1 Общая подготовка

10.1.1 Перед процедурой выполнения измерений проводят подготовку комплекса аппаратуры, входящей в состав рабочего эталона, в соответствии с правилами содержания и применения.

10.1.2 Установку, регенерацию хроматографических колонок, монтаж, настройку и подготовку хроматографов к измерениям проводят согласно соответствующим разделам эксплуатационных документов хроматографов.

10.1.3 Проверяют наличие действующего свидетельства о поверке на рабочий эталон и действующих паспортов на эталоны сравнения.

10.1.4 Перед проведением измерений баллоны с ЭС и аттестуемыми ГСО выдерживаются в помещении, в котором проводят измерения, не менее 24 ч.

10.2 Условия выполнения хроматографических измерений

10.2.1 При выполнении хроматографических измерений должны выполняться условия в соответствии с ГОСТ 26703.

10.2.2 Соотношение выходного сигнала хроматографа (высота пика) от конкретного компонента смеси и сигнала шума в данном диапазоне хроматограммы должно быть не менее 50 для ДТП и не менее 100 для ПИД.

10.2.3 При настройке хроматографа в соответствии с конкретной измерительной задачей с целью обеспечения надежного измерения молярной доли индивидуально определяемых компонентов

устанавливают норматив на приемлемое разрешение для двух соседних пиков. Разрешение R_{AB} двух соседних пиков рассчитывают по формуле, аналогичной формуле

$$R_{AB} = 2 \cdot \frac{\tau_A - \tau_B}{\lambda_A + \lambda_B}, \quad (2)$$

где τ_A и τ_B — значения времени удерживания компонентов А и В соответственно, с;

λ_A и λ_B — значения ширины пиков А и В в основании, с.

Примечание — Для двух соседних пиков, не разделенных по базовой линии, рекомендуется вычислять R_{AB} по формуле $R_{AB} = \frac{\tau_A - \tau_B}{\lambda_A + \lambda_B}$,

где τ_A и τ_B — время удерживания компонентов А и В соответственно, с;

λ_A и λ_B — значения ширины пиков А и В на ½ их высоты, с.

Норматив на приемлемое разрешение устанавливают при проведении первичной поверки для пар водород — гелий, азот — метан, метан — диоксид углерода, диоксид углерода — этан, пропан — изобутан, изобутан — н-бутан или других пар компонентов и контролируют при проведении периодической поверки АПХК.

11 Выполнение измерений

Выполнение измерений включает процедуры градуировки АПХК и определение фактического содержания компонентов в аттестуемом ГСО природного газа.

11.1 Процедуру градуировки АПХК проводят с использованием ЭС, удовлетворяющего требованиям таблицы 3 настоящего стандарта, по методике измерений для конкретного РЭ.

ЭС не менее трех раз подают на вход хроматографа и вычисляют по результатам анализа значения градуировочных коэффициентов для каждого компонента по формуле

$$K_j^{\text{град}} = \frac{x_j^{\text{ЭС}}}{A_j^{\text{ЭС}}}, \quad (3)$$

где $x_j^{\text{ЭС}}$ — молярная доля j-го компонента в ЭС, %;

$A_j^{\text{ЭС}}$ — значение сигнала детектора от j-го компонента в ЭС, выраженное в единицах счета.

Значение относительного размаха градуировочных коэффициентов R_{Kj} вычисляют по формуле

$$R_{Kj} = \frac{(K_{j\max}^{\text{град}} - K_{j\min}^{\text{град}})}{K_{j\text{ср}}^{\text{град}}} \cdot 100, \quad (4)$$

где $K_{j\max}^{\text{град}}$ и $K_{j\min}^{\text{град}}$ — максимальное и минимальное значения градуировочных коэффициентов для j-го компонента соответственно;

$K_{j\text{ср}}^{\text{град}}$ — среднеарифметическое значение градуировочных коэффициентов, вычисляемое по формуле

$$K_{j\text{ср}}^{\text{град}} = \frac{\sum_n K_j^{\text{град}}}{n}, \quad (5)$$

где n — число измерений.

Результат градуировки хроматографа принимают, если размах R_{Kj} полученных значений $K_j^{\text{град}}$ не превышает пределов допускаемых значений R_{Kj}^*, вычисляемых для каждого j-го компонента по формуле

$$R_{Kj}^* = 1{,}1 U_{0j}^{\text{ЭС}}, \quad (6)$$

где $U_{0j}^{\text{ЭС}}$ — относительная расширенная неопределенность значения молярной доли j-го компонента в ЭС, %.

Значение относительной расширенной неопределенности $U_{0j}^{ЭС}$ вычисляют по формуле

$$U_{0j}^{ЭС} = \frac{U_j^{ЭС}}{x_j} \cdot 100, \quad (7)$$

где $U_j^{ЭС}$ — расширенная неопределенность молярной доли компонента в эталоне сравнения, указанная в паспорте, %, соответственно.

11.2 При определении содержания компонентов в ГСО проводят три измерения и вычисляют значения молярной доли в ГСО по формуле (1).

Проверяют приемлемость полученных результатов измерений. Проверку приемлемости результатов трех последовательных измерений проводят по значению размаха $r(x)_j$

$$r(x)_j = x_{j\max}^{ГСО} - x_{j\min}^{ГСО}, \quad (8)$$

где $x_{j\max}^{ГСО}$ и $x_{j\min}^{ГСО}$ — максимальное и минимальное измеренные значения молярной доли компонента, полученные при трех измерениях, %, соответственно.

Измеренные значения молярной доли считают приемлемыми, если $r(x)_j$ не превышает допускаемых значений $r(x)_j^*$, вычисляемых по формуле

$$r(x)_j^* = 2{,}1\ U_j^{ЭС}. \quad (9)$$

За результат измерений $\overline{x}_j^{ГСО}$ принимают среднее арифметическое значение молярной доли определяемого компонента в ГСО, вычисленное по формуле

$$\overline{x}_j^{ГСО} = \frac{\sum x_j^{ГСО}}{n}. \quad (10)$$

Молярную долю метана x_{CH_4},%, в ГСО вычисляют как разность между 100 % и суммой измеренных значений молярной доли компонентов по формуле

$$x_{CH_4}^{ГСО} = 100 - \sum_{j=2}^{q} \overline{x}_j^{ГСО}, \quad (11)$$

где q — число аттестованных компонентов в ГСО.

Примечание — При вычислении молярной доли метана в ГСО-ПГМ следует учитывать фактическое содержание паров воды и серосодержащих компонентов.

11.3 Для каждого экземпляра ГСО-ИПГ проводят проверку соблюдения требования к нормированным пределам допускаемого относительного отклонения значений молярной доли компонента от номинального значения $\overline{x}_j^{ГСО}$. Результат проверки считают положительным, если для каждого компонента выполняется условие

$$x_{ном}^{ГСО}(1-0{,}01Д) \le \overline{x}^{ГСО} \le x_{ном}^{ГСО}(1+0{,}01Д), \quad (12)$$

где $x_{ном}^{ГСО}$ — номинальное значение молярной доли определяемого компонента, указанное в заказе на ГСО-ИПГ, %;

Д — пределы относительного допускаемого отклонения, указанные в таблице 2 настоящего стандарта, %.

12 Оформление результатов измерений

12.1 Результат измерения молярной доли j-го компонента в ГСО записывают в виде

$$[\overline{x}_j \pm \delta(\overline{x}_j)],\ \%, \quad (13)$$

где $\delta(\overline{x}_j)$ — доверительные границы абсолютной погрешности при доверительной вероятности $P = 0{,}95$, численно равные расширенной неопределенности при коэффициенте охвата k, равном 2, вычисленные по формулам, приведенным в таблице 1 настоящего стандарта.

12.2 Результат определения молярной доли компонента округляют до значащей цифры.

Округление до значащей цифры проводят следующим образом.

Сначала проводят округление вычисленного значения абсолютной допускаемой погрешности до значащей цифры, при этом сохраняют:

- две цифры, если первая значащая цифра равна 1 или 2;
- одну цифру, если первая значащая цифра равна 3 и более.

Затем проводят округление результата. Результат округляют до того же десятичного знака, которым заканчивается округленное значение абсолютной допускаемой погрешности.

12.3 Результаты измерений заносят в протокол, который в соответствии с ГОСТ ИСО/МЭК 17025 должен содержать следующую информацию:

- номер протокола измерений;
- наименование и адрес организации, проводившей аттестацию стандартного образца;
- дату проведения измерений;
- наименование и номер рабочего эталона, на котором проводилась аттестация;
- наименование оборудования, на котором проводилась аттестация;
- номер и метрологические характеристики ЭС, которые использовались при аттестации;
- результаты аттестации;
- дату и подпись ответственного за проведение измерений и ученого—хранителя рабочего эталона.

12.4 По результатам измерений оформляют паспорт для ГСО-ИПГ по рекомендуемой форме, приведенной в приложении А, и для ГСО-ПГМ по рекомендуемой форме, приведенной в приложении Б.

13 Контроль точности результатов измерений

13.1 Ежедневный контроль качества измерений проводят по значению размаха градуировочных коэффициентов и значению размаха измеренных значений молярной доли компонентов в аттестуемом ГСО по 11.1 и 11.2 соответственно.

13.2 Периодический контроль проводят с использованием контрольной смеси — эталона сравнения в соответствии с планом внутрилабораторного контроля.

Примечание — Эталон сравнения, используемый в качестве контрольной газовой смеси, не должен являться градуировочной смесью.

Проводят измерение молярной доли компонента в контрольной газовой смеси в соответствии с разделом 11.

Вычисляют отклонение измеренного значения молярной доли компонентов ($\overline{x}_j$, %) от паспортного значения ($x_j^{\text{пасп}}$, %) в контрольной смеси по формуле

$$R = \overline{x}_j - x_j^{\text{пасп}}. \quad (14)$$

Результат контроля считают положительным, если соблюдается неравенство

$$R \le 0{,}85\delta(\overline{x}_j), \quad (15)$$

где $\delta(\overline{x}_j)$ — доверительные границы абсолютной погрешности из описания типа на стандартный образец при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ (соответствуют абсолютной расширенной неопределенности при коэффициенте охвата $k = 2$).

Приложение А
(рекомендуемое)

Форма паспорта на ГСО-ИПГ

_____
(изготовитель, адрес)

ПАСПОРТ №

на ГСО-ИПГ-ХХ

Баллон № _____ Вместимость _____ дм^3

Определяемый компонент	Молярная доля компонента, %	Доверительные границы абсолютной погрешности при доверительной вероятности P = 0,95, %
Метан (CH_4)		
Этан (C_2H_6)		
Пропан (C_3H_8)		
Изобутан (изо-C_4H_{10})		
Норм.бутан (н-C_4H_{10})		
Неопентан (нео-C_5H_{12})		
Изопентан (изо-C_5H_{12})		
Норм.пентан (н-C_5H_{12})		
Гексан (н-C_6H_{14})		
Гептан (н-C_7H_{16})		
Октан (н-C_8H_{18})		
Нонан (н-C_9H_{20})		
Декан (н-$C_{10}H_{22}$)		
Диоксид углерода (CO_2)		
Азот (N_2)		
Кислород (O_2)		
Гелий (He)		
Водород (H_2)		
Бензол (C_6H_6)		
Толуол ($C_6H_5\ CH_3$)		
Метанол (CH_3OH)		

Дополнительные сведения: молярная доля $C_{6+высшие}$ _____ %.
Протокол измерений № ___ от «___» _____20___ г.
Свидетельство о поверке РЭ154-1-ХХ-200_ № _____ срок действия до «___»_____20___ г.
Давление в баллоне _____ МПа.
Минимальная температура хранения плюс 15 °С.
Токсичный компонент *) есть/нет. Смесь воспламеняется*) да/нет.
Дата выпуска _____ г. Действительно по _____ г.
ГСО-ИПГ соответствует ТУ 6-16-2956—92.
Разряд *) нулевой / первый / второй.
Место штампа Лицо, ответственное за выпуск _____

Тип ИПГ-ХХ соответствует стандартному образцу утвержденного типа.
ГСО – ХХХХ—20ХХ
(обозначение по реестру)

*) Ненужное зачеркнуть.

Паспорт (оборотная сторона)

Указания по хранению и эксплуатации.

1. ГСО-ИПГ, находившиеся при температуре ниже 15 °С или выше 25 °С, должны быть выдержаны перед использованием в течение не менее 48 ч в помещении с температурой воздуха (20 ± 5) °С.

2. Указанные в паспорте значения содержания компонентов гарантируются при избыточном давлении в баллоне не менее 0,05 МПа и расходе смеси не более 3 $дм^3$/мин.

3. Пересчет значений молярной доли компонентов в значения объемной доли осуществляется в соответствии с ГОСТ 30319.1.

4. Запрещается:

- перекрашивать баллоны;
- изменять маркировку баллона;
- заполнять баллоны другими газами;
- перепускать газовую смесь в другие баллоны.

5. При транспортировании и хранении выходные отверстия вентиля баллона с ГСО-ИПГ должны быть закрыты заглушками.

6. Ремонт баллонов производится специализированными предприятиями за счет заказчика.

Приложение Б
(рекомендуемое)

Форма паспорта на ГСО-ПГМ

_____
(изготовитель, адрес)

ПАСПОРТ №

на ГСО-ПГМ-ХХ

Баллон №_____ Вместимость _____$дм^3$

Определяемый компонент	Молярная доля компонента, %	Доверительные границы абсолютной погрешности при доверительной вероятности P = 0,95, %
Метан (CH_4)		
Этан (C_2H_6)		
Пропан (C_3H_8)		
Изобутан (изо-C_4H_{10})		
Норм.бутан (н-C_4H_{10})		
Неопентан (нео-C_5H_{12})		
Изопентан (изо-C_5H_{12})		
Норм.пентан (н-C_5H_{12})		
Гексаны (C_6)		
Гептаны (C_7)		
Октаны (C_8)		
Нонаны (C_9)		
Деканы (C_{10})		
Диоксид углерода (CO_2)		
Азот (N_2)		
Кислород + аргон (O_2 + Ar)		
Гелий (He)		
Водород (H_2)		
Бензол (C_6H_6)		
Толуол (C_6H_5 CH_3)		
Метанол (CH_3OH)		

Дополнительные сведения: молярная доля $C_{6+высшие}$ _____ %.
Акт отбора пробы № _____ от «___» _____20___ г.
Протокол измерений № ___ от «___» _____20___ г.
Свидетельство о поверке РЭ154-1-ХХ-200_ № _____, срок действия до «___»_____20___ г.
Давление в баллоне _____ МПа.
Минимальная температура хранения плюс 15 °С.
Токсичный компонент *) есть/нет. Смесь воспламеняется *) да/нет.
Массовая концентрация сероводорода _____$г/м^3$.
Массовая концентрация меркаптановой серы _____ $г/м^3$.
Молярная доля паров воды _____ %.
Дата выпуска _____ г. Действительно по _____ г.
ГСО-ПГМ соответствует ГОСТ Р _____—201__.
Разряд*) нулевой / первый / второй.
Место штампа Лицо, ответственное за выпуск _____.

Тип ПГМ-ХХ соответствует стандартному образцу утвержденного типа.
ГСО – ХХХХ-20ХХ_
обозначение по реестру

*) Ненужное зачеркнуть.

Паспорт (оборотная сторона)

Указания по хранению и эксплуатации.

1 ГСО-ПГМ, находившиеся при температуре ниже 15 °С или выше 25 °С, должны быть выдержаны перед использованием в течение не менее 48 ч в помещении с температурой воздуха (20 ± 5) °С.

2 Указанные в паспорте значения содержания компонентов гарантируются при избыточном давлении в баллоне не менее 0,05 МПа и расходе смеси не более 3 $дм^3$/мин.

3 Пересчет значений молярной доли компонентов в значения объемной доли осуществляется в соответствии с ГОСТ 30319.1.

4 Запрещается:

- перекрашивать баллоны;
- изменять маркировку баллона;
- заполнять баллоны другими газами;
- перепускать газовую смесь в другие баллоны.

5 При транспортировании и хранении выходные отверстия вентиля баллона с ГСО–ПГМ должны быть закрыты заглушками.

6 Ремонт баллонов производится специализированными предприятиями за счет заказчика.

7 В том случае, если содержание водяных паров измерено в единицах температуры точки росы по воде (°С), то проводят пересчет полученного значения в значение в единицах массовой концентрации (ρ_{H_2O} в $мг/м^3$) в соответствии с ГОСТ 20060 при температуре 20 °С, а затем в значение в единицах молярной доли (x в %) по формуле

$$x = 1{,}4\ \rho_{H_2O} \cdot 10^{-4}. \qquad (Б.1)$$

Библиография

[1] РМГ 29—2013 Государственная система обеспечения единства измерений. Метрология. Основные термины и определения

[2] ТУ 0271-045-02566450—2014 Государственные стандартные образцы состава — природные газы магистральные. Технические условия

[3] Приказ Минпромторга от 25 июня 2013 г. № 970 Об утверждении Административного регламента по представлению Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии государственной услуги по утверждению типа стандартных образцов или типа средств измерений

[4] ТУ 6-16-2956—92 Смеси газовые поверочные — стандартные образцы состава. Технические условия

[5] Федеральные нормы и правила промышленной безопасности «Правила промышленной безопасности опасных производственных объектов, на которых используется оборудование, работающее под избыточным давлением» (утверждены приказом Ростехнадзора от 25 марта 2014 г. № 116)

[6] ГН 2.2.5.1313—03 Предельно допустимые концентрации (ПДК) вредных веществ в воздухе рабочей зоны. Гигиенические нормативы

УДК 655.535.2:006.354 ОКС 17.020 Т62

Ключевые слова: методика определения метрологических характеристик, стандартные образцы состава газовых смесей

Редактор *Л.В. Коретникова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Л.С. Лысенко*
Компьютерная верстка *Е.О. Асташина*

Сдано в набор 15.03.2019. Подписано в печать 26.03.2019. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,32. Уч.-изд. л. 2,06.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» для комплектования Федерального информационного фонда стандартов, 117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru