

РАЗВИТИЕ ПРОИЗВОДСТВА ПОВЕРОЧНЫХ ГАЗОВЫХ СМЕСЕЙ В ФБУ «НИЖЕГОРОДСКИЙ ЦСМ» - ОТ АТТЕСТОВАННЫХ ГАЗОВЫХ СМЕСЕЙ К УТВЕРЖДЕННОГО ТИПА СТАНДАРТНЫМ ОБРАЗЦАМ СОСТАВА ГАЗОВЫХ СМЕСЕЙ

Игнатъев Р.А., Балашов Ф.В.

В статье отражены основные этапы развития деятельности ФБУ «Нижегородский ЦСМ» в области производства стандартных образцов состава – поверочных газовых смесей (ГСО-ПГС) за период с 1990 года по настоящее время. Приведены темпы роста объемов производства, развития эталонной базы, расширения номенклатуры производимых ГСО-ПГС. Дальнейшее развитие производства ГСО-ПГС предполагает в первую очередь освоение выпуска широкоформатных ГСО-ПГС, а также расширение перечня выпускаемых ГСО-ПГС за счет изготовления стандартных образцов состава газовых смесей, содержащих ядовитые и агрессивные компоненты.

Ключевые слова: стандартные образцы состава газовых смесей, ГСО-ПГС, поверочные газовые смеси.

✓ **Ссылка при цитировании:** Игнатъев Р.А., Балашов Ф.В. Развитие производства поверочных газовых смесей в ФБУ «Нижегородский ЦСМ» – от аттестованных газовых смесей к утвержденному типу стандартным образцам состава газовых смесей // Стандартные образцы. 2015. № 2. С. 62–66.

Авторы:

ИГНАТЬЕВ Р.А.

Начальник участка производства стандартных образцов ФБУ «Государственный региональный центр стандартизации, метрологии и испытаний в Нижегородской области» (ФБУ «Нижегородский ЦСМ») Российская Федерация, 603950, г. Нижний Новгород, ул. Республиканская, 1

БАЛАШОВ Ф.В.

Директор ФБУ «Нижегородский ЦСМ» Российская Федерация, 603950, г. Нижний Новгород, ул. Республиканская, 1

Газоаналитические измерения играют важную роль практически во всех областях национальной экономики и в таких социальных сферах, как здравоохранение и экологическая безопасность. При этом определяющим фактором эффективности использования газоана-

литической информации является ее достоверность, которая определяется достигнутым уровнем единства газоаналитических измерений. Основой обеспечения достоверности выполнения газоаналитических измерений являются утвержденные стандартные образцы

состава газовых смесей в баллонах под давлением, изготавливаемые в соответствии с ГОСТ 8.315–97 «ГСИ. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Основные положения» [1] и ТУ 6-16-2956–92 [2], известные под техническим названием ГСО-ПГС, которые являются основным средством поверки газоаналитических приборов, по ГОСТ 8.578–2008 «Государственная поверочная схема для средств измерений содержания компонентов в газовых средах» [3].

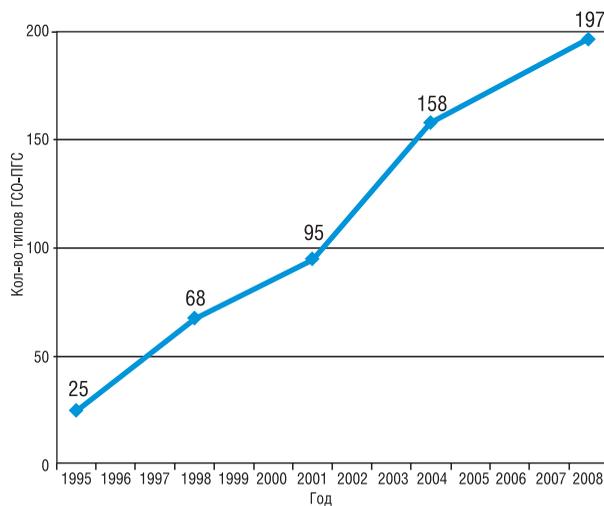
Создание производства ГСО-ПГС в ФБУ «Нижегородский ЦСМ» в начале 1990-х годов проведено совместно с Научно-исследовательским институтом химии при Горьковском (с 1991 года – Нижегородском) государственном университете им. Н.И. Лобачевского. Силами сотрудников ФБУ «Нижегородский ЦСМ» и НИИ химии разработана, изготовлена и введена в эксплуатацию газосмесительная установка, приобретено необходимое вспомогательное оборудование, подготовлено специализированное помещение. Газовые смеси готовят манометрическим способом, контролируя парциальное давление компонента и газа-разбавителя с помощью образцовых манометров и вакуумметров. Определение содержания компонентов в газовых смесях осуществляется с помощью двух газовых хроматографов «Цвет-560» (производитель – ОАО «Цвет», г. Дзержинск) и лазерного интерферометра «Лазир» (производитель – ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева», г. Санкт-Петербург) методом компарирования с использованием эталонов сравнения – газовых смесей, аттестованных в ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева». Номенклатура выпускаемых газовых смесей сформирована ФБУ «Нижегородский ЦСМ» прежде всего с учетом потребностей метрологических служб предприятий Нижнего Новгорода и области, занимающихся поверкой газоаналитического оборудования, предназначенного для контроля качества воздуха рабочей зоны, экологического мониторинга атмосферы и т. д.

Право на выпуск ГСО-ПГС предоставлено решением комиссии в ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» на основании положительных результатов метрологических исследований образцов газовых смесей, направленных для этих целей в Центр эталонов ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева». Исследования ГСО-ПГС проводятся с применением ГЭТ 154 (измерительные возможности которого в настоящее время подтверждены в рамках международных ключевых сличений и представлены в Базе данных калибровочных и измерительных возможностей (KCDB) Международного бюро мер и весов (МБМВ)) в целях подтверждения единства измерений, которое реализуется с помощью ГСО-ПГС. В середине 1995 года ФБУ «Нижегородский ЦСМ» получил право

на выпуск поверочных газовых смесей, сначала в статусе аттестованных газовых смесей, а уже в октябре 1998 года на основании лицензии ФБУ «Нижегородский ЦСМ» выпускает ГСО состава газовых смесей.

Продукция, выпускаемая организациями-производителями ГСО-ПГС, подлежит ежегодному контролю качества со стороны ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» – держателя ГЭТ 154. Образцы ГСО-ПГС, направляемые на контроль качества, исследуются как на соответствие заявленным метрологическим характеристикам, так и на соответствие техническим параметрам (тип и материал баллона, вентиля, окраска баллона и т.д.). Аттестация образцов производится с помощью аппаратуры, входящей в состав Государственного первичного эталона единиц молярной доли и массовой концентрации компонентов в газовых средах ГЭТ 154. На основании результатов контроля качества принимается решение либо о переутверждении перечня разрешенных к выпуску ГСО-ПГС (при положительных результатах), либо о приостановлении выпуска ГСО (при отрицательных результатах).

ФБУ «Нижегородский ЦСМ» из года в год не только успешно проходит контроль качества, но и регулярно расширяет свои измерительные возможности. Для сравнения: если в 1998 году в перечне разрешенных к выпуску ГСО-ПГС было около 68 типов, то в 2008 году – уже около 200. И необходимо отметить, что это происходило на фоне растущей конкуренции. Если в 1998 году в РФ существовало менее 10 производителей ГСО-ПГС, то в 2008 году их насчитывалось уже около 30, в том числе ООО «Мониторинг» (г. Санкт-Петербург), ОАО «Линде Газ Рус» (г. Балашиха), ОАО «МГПЗ» (г. Москва) и др.



Темпы роста количества типов ГСО-ПГС, выпускаемых в ФБУ «Нижегородский ЦСМ» за период 1995–2008 гг.

Типы ГСО-ПГС, выпускаемых в ФБУ «Нижегородский ЦСМ», используются при поверке газоаналитической аппаратуры, применяемой на предприятиях Приволжского федерального округа (ПФО), а также за его пределами. Определяемыми компонентами являются углеводороды (CH_4 , C_3H_8 , C_2H_4 , C_6H_{14} и др.), окись и двуокись углерода, водород, кислород и другие газы в азоте, воздухе или гелии.

Основными потребителями продукции ФБУ «Нижегородский ЦСМ» являются предприятия топливно-энергетического комплекса, машиностроения, газо- и нефтеперерабатывающей промышленности и др. География заказчиков ГСО-ПГС, выпускаемых в ФБУ «Нижегородский ЦСМ», кроме ПФО, включает также Ханты-Мансийский АО, Красноярский край и даже Хабаровск. В ФБУ «Нижегородский ЦСМ» организована обратная связь с заказчиками, постоянно проводится оценка удовлетворенности потребителей ГСО-ПГС с целью повышения качества предоставляемых метрологических услуг, в том числе при изготовлении и поставке поверочных газовых смесей.

Развивается эталонная база. В 2004 году, после выхода ГОСТ 8.578–2002 «Государственная поверочная схема для средств измерений содержания компонентов в газовых средах», ФБУ «Нижегородский ЦСМ» одним из первых представил на регистрацию рабочий эталон 1-го разряда единицы объемной доли компонентов в газовых смесях. В состав этого эталона входит уже более современный газовый хроматограф «Цвет-800» (производитель – ОАО «Цвет», г. Дзержинск), а несколько позже устаревшие хроматографы «Цвет-560» (производитель – ОАО «Цвет», г. Дзержинск) заменены на хроматографические комплексы модульного типа «Хромос ГХ-1000» (производитель – ЗАО «Химаналитсервис», г. Дзержинск) с полностью автоматизированным способом управления режимами работы прибора и обработки результатов измерений. Определение содержания компонентов в газовых смесях производится с использованием эталонов сравнения – газовых смесей, произведенных в ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» и аттестованных на аппаратуре, входящей в состав ГЭТ 154.

В 2008 году ФБУ «Нижегородский ЦСМ» создает и представляет на регистрацию рабочий эталон 0-го разряда единицы молярной доли компонентов в газовых смесях на базе компаратора массы ССЕ40К3 фирмы Sartorius. Изготовление ГСО 0-го разряда осуществляется гравиметрическим способом с использованием в качестве исходных компонентов эталонов сравнения – чистых газов. Перечень разрешенных к выпуску ГСО состава газовых смесей 0-го разряда составляет 39 типов. Таким

образом, ФБУ «Нижегородский ЦСМ» практически полностью обеспечивает себя эталонами для передачи единицы объемной доли компонентов при аттестации ГСО-ПГС 1-го и 2-го разрядов в диапазоне содержания определяемых компонентов от 0,1 до 99,5 об. %.

Кроме того, применение гравиметрического комплекса при изготовлении и аттестации ГСО-ПГС 0-го разряда с использованием эталонов сравнения – чистых газов, а также максимальная автоматизация процесса выполнения измерений объемной доли компонентов в газовых смесях позволяет повысить точность аттестации ГСО-ПГС до уровня, диктуемого все возрастающими требованиями к точности газоаналитических измерений в стране, например при поверке высокоточных газоанализаторов выхлопных газов (типа «Инфракар» и др.).

В последние годы в Центре эталонов ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» меняется подход к оценке измерительных возможностей предприятий-изготовителей ГСО-ПГС. Очевидно, что перечень разрешенных к выпуску ГСО-ПГС отдельно взятого предприятия зачастую не в полной мере охватывает весь ряд возможных типов газовых смесей, которые могут быть изготовлены и аттестованы с помощью газоаналитической аппаратуры, входящей в состав разрядного рабочего эталона. В связи с этим по итогам собрания предприятий-изготовителей ГСО-ПГС, состоявшегося в декабре 2014 года в ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева», принято решение о разработке на базе функционирующих рабочих эталонов новых «широкоформатных» утвержденного типа стандартных образцов состава искусственных газовых смесей. Примерный перечень нового типа ГСО приведен в табл. 1.

Компонентный состав нового типа стандартных образцов включает все определяемые компоненты, которые могут быть с достаточной степенью точности аттестованы с помощью газоаналитической аппаратуры, входящей в состав того или иного разрядного рабочего эталона. Типы ГСО различаются по разрядам (0-й, 1-й или 2-й), относительной расширенной неопределенностью аттестованного значения, по газам-разбавителям. В целом «широкоформатные» ГСО идентичны по метрологическим характеристикам ГСО, входящим в состав прежнего перечня ГСО-ПГС, разрешенных к выпуску в ФБУ «Нижегородский ЦСМ». В то же время данные «широкоформатные» ГСО, с одной стороны, наглядно иллюстрируют измерительные возможности газоаналитической аппаратуры, входящей в состав рабочих эталонов, с другой стороны, дают возможность на базе одного рабочего эталона изготовить и аттестовать утвер-

Таблица 1

Метрологические характеристики утвержденного типа стандартных образцов состава искусственных газовых смесей, планируемых к выпуску в ФБУ «Нижегородский ЦСМ» с 2015 года

№ п/п	Наименование ГСО	Определяемые компоненты	Интервал аттестованных значений, % об.	Относительная расширенная неопределенность (U , %) при коэффициенте охвата $k = 2$	Разряд
1	Утвержденного типа стандартный образец состава искусственной газовой смеси в азоте (N_2 -НЦ-1)	CH_4 C_3H_8 CO_2 CO O_2 H_2 N_2	0,010–30,0 0,05–1,0 0,10–15,0 0,005–30,0 0,19–29,0 1,0–99,0 0,000010–99,9	4–0,05	1
2	Утвержденного типа стандартный образец состава искусственной газовой смеси в азоте (N_2 -НЦ-2)	CH_4 C_3H_8 C_2H_4 CO_2 CO O_2 H_2 N_2 воздух	0,001–92,0 0,15–5,0 0,20–0,59 0,10–15,0 0,0001–67,0 0,10–95,0 0,20–95,0 0,000010–99,9 0,000010–99,9	10–5	2
3	Утвержденного типа стандартный образец состава искусственной газовой смеси в воздухе (Air -НЦ-1)	CH_4 CO H_2 C_6H_{14} воздух	0,16–2,5 0,0010–0,47 1,1–2,0 0,020–0,15 0,000010–99,9	4–0,05	1
4	Утвержденного типа стандартный образец состава искусственной газовой смеси в гелии (He -НЦ-2)	C_3H_8 He	0,10–5,0	10–5	2
5	Утвержденного типа стандартный образец состава искусственной газовой смеси в азоте (N_2 -НЦ-0)	O_2 CO_2 CO CH_4 N_2	0,10–99,4 0,10–99,4 0,10–99,4 0,10–99,4 0,000010–99,9	0,6–0,008	0

жденного типа стандартные образцы, удовлетворяющие более широкому спектру газоаналитических задач.

ФБУ «Нижегородский ЦСМ» продолжает развивать эталонную базу. В дальнейших планах развития деятельности по производству стандартных образцов, на ближайшую перспективу стоит создание вторичного эталона единицы молярной доли компонентов в газовых смесях. Планируется изготовление стандартных образцов состава газовых смесей, содержащих ядовитые и агрессивные компоненты. Также в настоящее время

проводится экономический анализ эффективности и целесообразности создания на базе ФБУ «Нижегородский ЦСМ» вторичного эталона единиц молярной доли органических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на базе хромато-масс-спектрометрии.

В рамках программы импортозамещения ФБУ «Нижегородский ЦСМ» готов при возникновении необходимости в кратчайшие сроки (1–2 месяца) освоить выпуск ГСО состава газовых смесей с более высокими требованиями к точности измерений.

ЛИТЕРАТУРА

1. ГОСТ 8.315–97 ГСИ. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Основные положения. Минск: Стандартиформ, 1998. 28 с.
2. ТУ 6-16-2956–92 Смеси газовые поверочные – стандартные образцы состава // ФГУП ВНИИМ им. Д.И. Менделеева [сайт]. URL: http://fhi.vniim.ru/files/text/tu_6-16-2956-07-07.pdf (дата обращения: 20.03.2015).
3. ГОСТ 8.578–2008 Государственная поверочная схема для средств измерений содержания компонентов в газовых средах. М.: Стандартиформ, 2009. 16 с.
4. ГОСТ 8.578–2002 Государственная поверочная схема для средств измерений содержания компонентов в газовых средах. М.: Стандартиформ, 2002. 21 с.

DEVELOPMENT OF THE PRODUCTION OF CALIBRATION GAS MIXTURES FBI “NIZHNIJ NOVGOROD CSM” FROM CERTIFIED GAS MIXTURES TO LARGE FORMAT CERTIFIED REFERENCE MATERIALS

R.A. Ignat'ev, F.B. Balashov

FBI “Nizhnij Novgorod CSM”
ulitsa Respublikanskaia, 1, Nizhnij Novgorod, 603950, Russian Federation

The article describes the main stages of the development activities of the FBI “Nizhnij Novgorod FMC” in the production of reference materials of composition – calibration gas mixtures for the period from 1990 to the present. The rate of growth in production volumes, development of standard base, expanding the range of manufactured Certified reference materials is given. Further development of the production of Certified reference materials assumes, first of all, developing the production of large format Certified reference materials, as well as expansion of the list produced by the Certified reference materials by the manufacture of standard samples of gas mixtures containing toxic and corrosive components.

Key words: *standard samples of gas mixtures, calibration gas mixtures approved type standard samples composition, GSO composition of gas mixtures.*

- ✓ **When quoting reference:** Ignat'ev R.A., Balashov F.B. Razvitie proizvodstva poverochnykh gazovykh smesej v FBU “Nizhegorodskij TsSM” – ot attestovannykh gazovykh smesej k utverzhdenno go tipa standartnym obraztsam sostava gazovykh smesej [Development of the production of calibration gas mixtures FBI “Nizhny Novgorod CSM” from certified gas mixtures to large format Certified reference materials]. *Standartnye obraztsy – Reference materials*, 2015, No. 2, pp. 62–66. (In Russian).

REFERENCES

1. GOST 8.315–97 GSI. Standartnye obraztsy sostava i svoistv veshchestv i materialov. Osnovnye polozheniia [State system for ensuring the uniformity of measurements. Certified reference materials of composition and properties of substances and materials. Basic principles]. Minsk, Standartinform Publ., 2008, 28 p. (In Russian).
2. ТУ 6-16-2956–92 Смеси газoвые поверочные – стандартные образцы состава [Control gas mixture – reference materials of compounds]. Available at: http://fhi.vniim.ru/files/text/tu_6-16-2956-07-07.pdf [accessed 20 March 2015] (In Russian).
3. GOST 8.578–2008 Gosudarstvennaia poverochnaia shema dlia sredstv izmerenij soderzhaniia komponentov v gazovykh sredakh [State system for ensuring the uniformity of measurements. State verification scheme for measuring instruments of the content of components in gaseous media]. Moscow, Standartinform Publ., 2009, 16 p. (In Russian).
4. GOST 8.578–2002 Gosudarstvennaia poverochnaia shema dlia sredstv izmerenij soderzhaniia komponentov v gazovykh sredakh [State system for ensuring the uniformity of measurements. State verification schedule for instruments measuring the content of components in gaseous media]. Standartinform Publ., 2002, 21 p. (In Russian).