

**Разработка комплекса национальных стандартов
под общим названием
«Газоконденсатная смесь»**

*Главный инженер проекта НИПИ НГ «Петон»
Татьяна Огибалова*

Москва декабрь 2016

Комплекс стандартов «Газоконденсатная смесь» состоит из четырех частей

Наименование стандарта	Разработчик
ГОСТ Р «Газоконденсатная смесь. Часть 1. Газ сепарации. Определение компонентного состава методом газовой хроматографии»	ООО «НИПИ НГ «Петон»
ГОСТ Р «Газоконденсатная смесь. Часть 2. Конденсат газовый нестабильный. Определение компонентно-фракционного состава методом газовой хроматографии с предварительным разгазированием пробы»	ООО «НИПИ НГ «Петон»
ГОСТ Р «Газоконденсатная смесь. Часть 3. Конденсат газовый нестабильный. Определение компонентно-фракционного состава методом газовой хроматографии без предварительного разгазирования пробы»	ООО «НИПИ НГ «Петон»
ГОСТ Р «Газоконденсатная смесь. Часть 4. Расчет компонентно-фракционного состава»	ООО «Газпром ВНИИГАЗ»

Основание для разработки

- Перечень приоритетных научно-технических проблем ОАО «Газпром» на 2011–2020 гг., утвержденный Председателем Правления ОАО «Газпром» (№ 01-114 от 04.10.2011), п.4 «Формирование системы управления затратами»;
- Программа научно-исследовательских и опытно-конструкторских работ ОАО «Газпром» на 2012 г., утвержденная Председателем Правления ОАО «Газпром»;
- Договор № 3606-0750-13-5 от 22.04.2015 г. между ООО «НИПИ НГ «Петон» и ПАО «Газпром» на выполнение научно-исследовательских работ по теме «Проведение исследований по определению компонентного состава газа сепарации, нестабильного газового конденсата и пластового газа».

Цель

- Повышение достоверности определения компонентно-фракционного состава газоконденсатной смеси и рассчитанных на его основе физико-химических характеристик углеводородного сырья.

Новизна работы

- Впервые в РФ разработан комплекс национальных стандартов по определению компонентно-фракционного состава газоконденсатной смеси.

Основные нормативные документы и акты, положения которых учтены при разработке национальных стандартов

Федеральный закон «Об обеспечении единства измерений» от 26 июня 2008 г. № 102-ФЗ

ГОСТ Р 1.2-2016	Стандартизация в РФ. Стандарты национальные РФ. Правила разработки, утверждения, обновления, внесения поправок, приостановки действия и отмены
ГОСТ Р 1.5-2012	Стандартизация в РФ. Стандарты национальные российской федерации. Правила построения, изложения, оформления и обозначения
ГОСТ Р 1.6-2013	Стандартизация в РФ. Проекты стандартов. Организация проведения экспертизы
ГОСТ Р 8.563 - 2009	ГСОЕИ. Методики (методы) измерений
ИСО 3924:2016 (ISO 3924:2016)	Нефтепродукты. Определение фракционного состава методом газовой хроматографии («Petroleum products – Determination of boiling range distribution – Gas chromatography method»)
СТО Газпром 5.36-2011	Газ сепарации. Методика определения химического состава
СТО Газпром 5.40-2011	Пластовый газ. Определение компонентно-фракционного состава
СТО Газпром 5.5-2007	Конденсат газовый нестабильный. Методика определения компонентно-фракционного и группового углеводородного состава
Р Газпром «Инструкция по комплексным исследованиям газовых и газоконденсатных скважин»	
СТО ТюменНИИгипрогаз 02-04-2009	Нестабильные жидкие углеводороды. Методы определения компонентно-фракционного состава

Часть 1. Газ сепарации. Определение компонентного состава методом газовой хроматографии

Устанавливает Методику измерений молярной доли компонентов и фракций в газе сепарации методом газовой хроматографии

- неуглеводородных компонентов (водорода, кислорода, гелия, азота, диоксида углерода);
- индивидуальных углеводородов C_1 -н- C_5 ; метан измеряют прямым методом или определяют по разности между 100 % и суммой измеренных молярных долей всех компонентов;
- фракций углеводородов C_6 - C_{10} (или суммарного компонента C_{6+} высшие);
- серосодержащих соединений (сероводорода, карбонилсульфида, дисульфида углерода, индивидуальных меркаптанов C_1 - C_4 , сульфидов, производных тиафена);
- метанола (прямым вводом пробы в хроматограф из баллона-пробоотборника или с предварительным его концентрированием из газа сепарации в воде).

Основные разделы национального стандарта

Область применения

Нормативные ссылки

Требования к показателям точности

Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы

Методы измерений

Отбор проб

Условия проведения хроматографического анализа

Подготовка к выполнению измерений, в т.ч. градуировка хроматографа

Выполнение измерений

Определение метанола в газе сепарации (с поглощением водой)

Обработка и оформление результатов измерений

Контроль точности результатов измерений

Приложение Метрологические характеристики стандартных образцов

Приложение Примеры типовых хроматограмм

Приложение Пример представления результатов определения КФС

Хроматографическое определение молярной доли компонентов газа сепарации проводят на разных аналитических каналах:

- водород, кислород, гелий и азот определяют в изотермическом режиме на колонке с молекулярными ситами, детектирование на ДТП, газ-носитель гелий или аргон;
- диоксид углерода, сероводород (более 0,10 %) - на колонке с полимерным сорбентом, детектирование на ДТП, газ-носитель гелий; одновременно могут определяться углеводороды от C_1 до $n-C_5$ индивидуально, а углеводороды от C_6 до C_{10} в виде суммарного компонента $C_{6+высшие}$ (с использованием обратной продувки), ДТП или ПИД, гелий;
- углеводороды $C_1 - C_{10}$ для представления в компонентно-фракционном виде определяют в режиме программирования температуры на капиллярной колонке, детектирование на ПИД, газ-носитель гелий;
- метанол – в изотермическом режиме на колонке с полимерным сорбентом, детектирование на ПИД, газ-носитель гелий (может быть совмещено с определением углеводородов).

В качестве средств градуировки используют стандартные образцы состава газа сепарации утвержденного типа с установленными метрологическими характеристиками.

Пример:

ГСО 10540-1-2014;

ГСО 10089-2012;

ГСО 10537-2014 (СС-ММ-1).



В основу стандарта положена методика измерений, аттестованная ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

FEDERAL STATE
UNITARY ENTERPRISE
"D.I.MENDELEYEV INSTITUTE
FOR METROLOGY"
(VNIIM)

ФЕДЕРАЛЬНОЕ
ГОСУДАРСТВЕННОЕ
УНИТАРНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ
"ВНИИМ
им. Д.И.МЕНДЕЛЕЕВА"

001051

19, Moskovsky pr.,
St. Petersburg,
190005, Russia

Fax: 7 (812) 713-01-14
Phone: 7 (812) 251-76-01
e-mail: info@vniim.ru
http://www.vniim.ru

190005, Россия,
г. Санкт-Петербург
Московский пр., 19

Факс: 7 (812) 713-01-14
Телефон: 7 (812) 251-76-01
e-mail: info@vniim.ru
http://www.vniim.ru

**СВИДЕТЕЛЬСТВО
CERTIFICATE**

об аттестации методики (метода) измерений

№ 766/242- (01.00250)-2016

Методика измерений молярной доли водорода, кислорода, гелия, азота, диоксида углерода, углеводородов C_1-C_{10} , серосодержащих соединений (сероводорода, сероуглерода, индивидуальных меркаптанов C_1-C_4 , сульфидов, производных тиофена), метанола в газе сепарации методом газовой хроматографии, разработанная ООО «НИПИ НГ «Петон» (450071, Республика Башкортостан, г. Уфа, пр. Салавата Юлаева, д. 60, корпус 1) и регламентированная в документе №3606-01-2016 «Методика измерений молярной доли компонентов в газе сепарации методом газовой хроматографии» (г. Уфа, 15.06.2016 г., 68 л.), аттестована в соответствии с порядком, утвержденным Приказом Минпромторга РФ №4091 от 15.12.2015 г., и ГОСТ Р 8.563-2009.

Аттестация осуществлена по результатам экспериментальных исследований, проведенных при разработке методики, а также теоретических исследований.

Метрологические характеристики приведены на оборотной стороне свидетельства.

Директор

К.В. Гоголинский

«25» июля 2016 г.

МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ МЕТОДИКИ ИЗМЕРЕНИЙ:

1. Диапазоны измерений молярной доли компонентов газа сепарации приведены в Приложении 1 к данному Свидетельству.

2. Характеристики точности результатов измерений

Наименование компонента	Диапазон молярной доли, %, %	Абсолютная расширенная неопределенность $U(x)$ при коэффициенте охвата $k=2$, %
Азот, кислород, гелий, водород, диоксид углерода	0,0010 – 0,005	$0,3 \cdot x$
	0,005 – 0,010	$0,1 \cdot x + 0,001$
	0,010 – 0,10	$0,145 \cdot x + 0,0005$
	0,10 – 1,0	$0,09 \cdot x + 0,006$
	1,0 – 10	$0,033 \cdot x + 0,07$
	10 – 30	$0,015 \cdot x + 0,25$
Метан	по анализу	$0,47 \cdot 0,0007 \cdot x$
	по разности	По формуле (12.2) методики измерений
Углеводороды $C_2 - C_{10}$	0,0010 – 0,005	$0,3 \cdot x$
	0,005 – 0,010	$0,1 \cdot x + 0,001$
	0,010 – 0,10	$0,145 \cdot x + 0,0005$
	0,10 – 1,0	$0,09 \cdot x + 0,006$
	1,0 – 25	$0,033 \cdot x + 0,07$
Углеводороды C_6 и выше	0,005 – 1,5	$0,15 \cdot x + 0,0007$
	0,0010 – 0,010	$0,15 \cdot x + 0,00001$
	0,010 – 1,0	$0,08 \cdot x + 0,0007$
	1,0 – 10	$0,047 \cdot x + 0,033$
Серосодержащие соединения	10 – 35	$0,02 \cdot x + 0,3$
	0,002 – 0,010	$0,19 \cdot x + 0,0001$
	0,010 – 0,05	$0,15 \cdot x + 0,0005$
	0,0010 – 0,050	$0,10 \cdot x + 0,0002$
Метанол	прямой метод	
	поглощение водой	

Примечание – Указанная абсолютная расширенная неопределенность соответствует границам абсолютной погрешности результата измерений молярной доли компонента при доверительной вероятности $P = 0,95$

3. Контроль точности результатов измерений

Контроль точности включает ежедневный контроль, периодический контроль и контроль правильности.

3.1 Ежедневный контроль точности:

- проверка приемлемости результатов градуировки по 11.3.1, 11.3.2, 12.3.1, 12.3.2 и 13.4.1.6 методики измерений;
- проверка приемлемости результата измерений молярной доли компонентов в пробе газа сепарации по 11.4.7, 12.4.11 и 13.4.2 методики измерений.

3.2 Периодический контроль стабильности результатов определения градуировочных коэффициентов с использованием контрольных карт по ГОСТ Р ИСО 5725-6.

3.3 Контроль правильности результатов измерений молярной доли компонентов газа сепарации с использованием стандартного образца состава

Результат контроля считается удовлетворительным при выполнении условия:

$$|x_{\text{изм}} - x_{\text{исп}}| \leq U(x_{\text{изм}}),$$

где $x_{\text{изм}}$ и $x_{\text{исп}}$ – результат измерений молярной доли компонента в ГСО, %, и значение молярной доли компонента в ГСО, указанное в паспорте, %, соответственно.

Результаты измерений по настоящей методике измерений прослеживаются к государственному первичному эталону единиц молярной доли и массовой концентрации компонентов в газовых средах (ГЭТ 154-1).

Показатели точности по настоящей методике измерений подтверждены в ходе межлабораторных исследований с участием десяти лабораторий предприятий нефтегазового сектора.

Бюджет неопределенности измерений для этана и метана приведен в Приложении 2 к свидетельству (для остальных компонентов бюджет составлен аналогичным образом).

Руководитель НИО 242

Руководитель сектора

Л.А. Конопелько

Т.А. Попова

Часть 2. Конденсат газовый нестабильный. Определение компонентно-фракционного состава методом газовой хроматографии с предварительным разгазированием пробы

Устанавливает Методику измерений молярной или массовой доли компонентов и фракций в пробе НГК методом газовой хроматографии с предварительным разгазированием пробы

- неуглеводородных компонентов (азота, диоксид углерода);
- углеводородов C_1 - n - C_5 и фракций углеводородов от C_6 до C_{44} (или до C_{12+} высшие);
- серосодержащих соединений (сероводорода, карбонилсульфида, дисульфида углерода, индивидуальных меркаптанов C_1 - C_4 , сульфидов, производных тиофена);
- метанола.

Методика определения содержания углеводородов от C_6 до C_{44} в дегазированном конденсате адаптирована с положениями международного стандарта ИСО 3924 «Нефтепродукты. Определение фракционного состава методом газовой хроматографии» с учетом потребностей национальной экономики РФ и особенностей национальной стандартизации.

Область применения
Нормативные ссылки
Требования к показателям точности
Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы
Методы измерений
Отбор проб
Дегазация пробы нестабильного газового конденсата
Условия проведения хроматографического анализа
Подготовка к выполнению измерений, в т.ч. проведение холостого опыта, градуировка хроматографа
Выполнение измерений
Разметка хроматограммы для представления углеводородного состава газа дегазации и дегазированного конденсата в компонентно-фракционном виде
Вычисление компонентно-фракционного состава нестабильного газового конденсата
Обработка и оформление результатов измерений
Контроль точности
Приложение Метрологические характеристики стандартных образцов
Приложение Примеры типовых хроматограмм
Приложение Пример представления результатов определения КФС

КФС нестабильного газового конденсата устанавливают на основании измерений газохроматографическим методом состава ГД и ДК, получаемых в процессе дегазации пробы НГК

Дегазация

Способ 1

При переменных значениях Р и Т пробы НГК

Способ 2

При постоянных значениях Р и Т пробы НГК

ГД ($m_{гд}$), ДК ($m_{дк}$)

В ГД измеряют молярную долю:

- азота, диоксида углерода;
- индивидуальных углеводородов C_1 -н- C_5 ;
- фракций углеводородов от C_6 до C_{10} (или до $C_{6+высшие}$);
- серосодержащих соединений;
- метанола.

В ДК измеряют молярную или массовую долю:

- индивидуальных углеводородов C_1 -н- C_5 ;
- фракций углеводородов от C_6 до C_{44} (или до $C_{12+высшие}$);
- серосодержащих соединений;
- метанола.

Хроматографическое определение молярной доли компонентов и фракций газа дегазации проводят на разных аналитических каналах

- азот определяют в изотермическом режиме на колонке с молекулярными ситами, детектирование на ДТП, газ-носитель гелий;
- диоксид углерода, сероводород (более 0,10 %) – в режиме программирования температуры на колонке с полимерным сорбентом, ДТП, гелий; одновременно могут определяться углеводороды от C_1 до $n-C_5$ индивидуально, углеводороды от C_6 до C_{10} в виде суммарного компонента $C_{6+высшие}$ с использованием обратной продувки;
- углеводороды $C_1 - C_{10}$ - для представления в компонентно-фракционном виде определяют в режиме программирования температуры на капиллярной колонке, с детектированием на ПИД, газ-носитель гелий;
- метанол – в изотермическом режиме на капиллярной колонке, детектирование на ПИД, газ-носитель гелий; определение метанола может быть совмещено с определением углеводородов;
- серосодержащие соединения и сероводород (менее 0,10 %) - в режиме программирования температуры на капиллярной колонке, детектирование на ПФД, газ-носитель гелий.

Хроматографическое определение содержания компонентов и фракций в дегазированном конденсате проводят на разных аналитических каналах

- углеводороды C_1 - n - C_5 и метанол определяют методом внутреннего стандарта (2,2-диметилбутан) в режиме программирования температуры на колонках с полимерным адсорбентом, детектирование на ПИД, газ носитель гелий; применяют обратную продувку предколонки без измерения суммарного пика более тяжелых углеводородов;
- индивидуальные углеводороды C_1 - n - C_5 и фракции углеводородов от C_6 до C_{44} определяют в режиме программирования температуры на капиллярной колонке, детектирование на ПИД, газ-носитель гелий.

Вычисление компонентно-фракционного состава нестабильного газового конденсата

Исходные данные для расчета КФС

$x_i^{\text{ГД}}$	молярная доля компонентов и фракций газа дегазации, измеренная хроматографическим методом, %
$x_i^{\text{ДК}}$ или $w_i^{\text{ДК}}$	молярная или массовая доля компонентов и фракций дегазированного конденсата, измеренная хроматографическим методом, %
$m_{\text{ГД}}$	масса газа дегазации, выделившегося в процессе дегазации НГК, г
$m_{\text{ДК}}$	масса дегазированного конденсата, выделившегося в процессе дегазации НГК, г.

Компонентно-фракционный состав нестабильного газового конденсата может быть рассчитан в единицах молярной или массовой доли

Вычисление КФС нестабильного газового конденсата в единицах массовой доли

1 Масса i -го компонента и фракции ГД и ДК

$$m_i = \frac{w_i \cdot m}{100}$$

где w_i – массовая доля i -го компонента и фракции пробы ГД или ДК, %.

m – масса ГД или ДК, выделившегося при дегазации, г.

2 Суммарная масса каждого i -го компонента и фракции НГК

$$m_i^{\text{НГК}} = m_i^{\text{ГД}} + m_i^{\text{ДК}}$$

где $m_i^{\text{НГК}}, m_i^{\text{ГД}}, m_i^{\text{ДК}}$ – масса i -го компонента и фракции пробы НГК, ГД, ДК

3 Массовая доля i -го компонента и фракции НГК

$$w_i^{\text{НГК}} = \frac{m_i^{\text{НГК}}}{m_{\text{НГК}}} \cdot 100 \quad \text{или} \quad w_i^{\text{НГК}} = \frac{m_i^{\text{НГК}}}{\sum m_i^{\text{НГК}}} \cdot 100$$

где $m_i^{\text{НГК}}$ – масса i -го компонента и фракции пробы НГК, г;
 $m_{\text{НГК}}$ – масса НГК, г.

Вычисление КФС нестабильного газового конденсата в единицах молярной доли

1 Число молей ГД и ДК

$$n = \frac{m}{M}$$

где m – масса ГД или ДК, выделившихся при дегазации, г;

M – молярная масса ГД или ДК, г/моль, вычисляемая по формуле

$$M = \frac{\sum(x_i \cdot M_i)}{100}$$

2 Число молей каждого i -го компонента и фракции ГД и ДК

$$n_i = \frac{x_i}{100} \cdot n \quad \text{или} \quad n_i = \frac{m_i}{M_i}$$

где x_i – молярная доля i -го компонента или фракции пробы ГД или ДК, %;

m_i – масса i -го компонента и фракции ГД или ДК, г;

M_i – молярная масса i -го компонента или фракции пробы ГД или ДК, г/моль;

3 Суммарное количество молей каждого i -го компонента и фракции в НГК

$$n_i^{\text{НГК}} = n_i^{\text{ГД}} + n_i^{\text{ДК}}$$

где $n_i^{\text{ДК}}$, $n_i^{\text{ГД}}$ – число молей ДК и ГД, моль;

$n_i^{\text{НГК}}$ – число молей НГК, моль.

4 Молярная доля i -го компонента и фракции в НГК

$$x_i^{\text{НГК}} = \frac{n_i^{\text{НГК}}}{\sum n_i^{\text{НГК}}} \cdot 100$$



В качестве средств градуировки используют стандартные образцы состава газа дегазации утвержденного типа и стандартные образцы состава дегазированного конденсата утвержденного типа. В стандарте установлены требования к метрологическим характеристикам стандартных образцов.

Пример:

ГСО 10540-1-2014;
ГСО 10089-2012;
ГСО 10537-2014 (СС-ММ-1);
ГСО 10525-2014 (СЖ-М-1).

В основу стандарта положена методика измерений, аттестованная ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

FEDERAL STATE
UNITARY ENTERPRISE
"D.I.MENDELEEV INSTITUTE
FOR METROLOGY"
(VNIIM)

ФЕДЕРАЛЬНОЕ
ГОСУДАРСТВЕННОЕ
УНИТАРНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ
"ВНИИМ
им. Д.И.МЕНДЕЛЕЕВА"

19, Moskovsky pr.,
St. Petersburg,
190005, Russia

Fax: 7 (812) 713-01-14
Phone: 7 (812) 251-76-01
e-mail: info@vniim.ru
http://www.vniim.ru

190005, Россия,
г. Санкт-Петербург,
Московский пр., 19

Fax: 7 (812) 713-01-14
Телефон: 7 (812) 251-76-01
e-mail: info@vniim.ru
http://www.vniim.ru

**СВИДЕТЕЛЬСТВО
CERTIFICATE**

об аттестации методики (метода) измерений

№ 767/242- (01.00250)-2016

Методика измерений молярной (массовой) доли индивидуальных компонентов и фракций нестабильного газового конденсата методом газовой хроматографии с предварительным разгазированием пробы, разработанная ООО «НИПИ НГ «Петон» (450071, Республика Башкортостан, г. Уфа, пр. Салавата Юлаева, д. 60, корпус 1, 28/1) и регламентированная в документе №3606-02-2016 «Методика измерений молярной (массовой) доли индивидуальных компонентов и фракций нестабильного газового конденсата методом газовой хроматографии с предварительным разгазированием пробы» (г. Уфа, 07.07.2016 г., 74 л.), аттестована в соответствии с порядком, утвержденным Приказом Минпромторга РФ №4091 от 15.12.2015 г., и ГОСТ Р 8.563-2009.

Аттестация осуществлена по результатам экспериментальных исследований, проведенных при разработке методики, а также теоретических исследований.

Метрологические характеристики приведены на оборотной стороне свидетельства.

Директор

К.В. Голосинский
Кустиков Ю. А.
Директор
Дого №5 от 21.03.2016
«25» июля 2016 г.

МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ МЕТОДИКИ ИЗМЕРЕНИЙ:

1. Диапазоны измерений молярной доли компонентов газа сепарации приведены в Приложении 1 к данному Свидетельству.

2. Характеристики точности результатов измерений

Таблица 1 – Значения абсолютной расширенной неопределенности измерений молярной доли компонентов газа сепарации (ГД)

Наименование компонента	Диапазон значений молярной доли компонента, %	Абсолютная расширенная неопределенность измерений молярной доли (при коэффициенте охвата k=2), $U(x_i)$, %
Азот, Диоксид углерода, Углеводороды C ₁ –C ₁₀	От 0,005 до 0,010	0,1 · x + 0,001
	св. 0,01 до 0,10	0,15 · x + 0,0005
	св. 0,1 до 1,0	0,11 · x + 0,005
	св. 1 до 30	0,04 · x + 0,07
Углеводороды C ₁₁ –C ₂₀	св. 30 до 95	0,016 · x + 0,7
	От 0,005 до 1,500	0,15 · x + 0,0007
Серосодержащие соединения	От 0,001 до 0,010	0,15 · x + 0,00001
	св. 0,01 до 1,00	0,08 · x + 0,0007
	св. 1 до 10	0,05 · x + 0,03
	св. 10 до 70	0,03 · x + 0,25
Метанол	От 0,005 до 0,010	0,19 · x + 0,0001
	св. 0,01 до 1,50	0,15 · x + 0,0005

*Примечание – соответствует границам абсолютной погрешности результата измерений молярной доли компонента при доверительной вероятности P = 0,95

Таблица 2 – Значения относительной расширенной неопределенности измерений молярной (массовой) доли компонента дегазированного конденсата (ДК)

Диапазон значений молярной (массовой) доли компонента, x (w), %	Относительная расширенная неопределенность измерений молярной доли $U^o(x_i)$, % (при k=2), % При использовании абсолютных молярных градуировочных коэффициентов *	Относительная расширенная неопределенность измерений массовой доли (при использовании абсолютных массовых градуировочных коэффициентов), % Относительная расширенная неопределенность измерений молярной (массовой) доли $U^o(x_i)$ ($U^o(w_i)$), % при использовании относительных молярных (массовых) градуировочных коэффициентов, %
0,005 – 0,100	30	33
0,1 – 1,0	30 – 9 · w	33 – 8,5 · w
1 – 10	21 – 0,5 · w	25 – 0,4 · w
10 – 25	19 – 0,3 · w	23 – 0,2 · w
25 – 40	16 – 0,2 · w	20 – 0,1 · w

* – соответствует границам относительной погрешности результата измерений молярной (массовой) доли компонента при доверительной вероятности P = 0,95

3. Контроль точности результатов измерений

Контроль точности включает ежедневный контроль, периодический контроль и контроль правильности.

3.1 Ежедневный контроль точности:

- проверка приемлемости результатов градуировки по 10.5.2.4, 10.5.4.3, 10.5.6.6 и 10.5.7.4 методики измерений;
- проверка приемлемости результата измерений молярной доли компонентов в пробе ГД и ДК по 11.2.1.2, 11.2.3.2, 11.3.1.5, 11.3.2.2, 11.3.2.5 и 11.3.3.3 методики измерений.

3.2 Периодический контроль стабильности результатов определения градуировочных коэффициентов с использованием контрольных карт по ГОСТ Р ИСО 5725-6.

3.3 Контроль правильности результатов измерений молярной доли компонентов газа сепарации с использованием контрольных проб по 14.4

Результаты измерений по настоящей методике измерений прослеживаются к государственному первичному эталону единиц молярной доли и массовой концентрации компонентов в газовых средах (ГЭТ 154-11).

Показатели точности по настоящей методике измерений подтверждены в ходе межлабораторных исследований с участием двенадцати лабораторий предприятий нефтяного сектора.

Бюджет неопределенности измерений для этана и метана приведен в Приложении 2 к свидетельству (для остальных компонентов бюджет составлен аналогичным образом).

Зам. Руководителя НИО 242

Руководитель сектора

А.В. Колубова

Т.А. Попова

Часть 3. Конденсат газовый нестабильный. Определение компонентно-фракционного состава методом газовой хроматографии без предварительного разгазирования пробы

Устанавливает Методику измерений молярной или массовой доли компонентов и фракций в пробе нестабильного газового конденсата прямым вводом пробы в хроматограф (без предварительного разгазирования)

- неуглеводородных компонентов (азота, диоксид углерода);
- углеводородов C_1 - n - C_5 и фракций углеводородов от C_6 до C_{44} (или до C_{12+} высшие);
- серосодержащих соединений (сероводорода, карбонилсульфида, дисульфида углерода, индивидуальных меркаптанов C_1 - C_4 , сульфидов, производных тиафена);
- метанола.

Область применения

Нормативные ссылки

Требования к показателям точности

Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы

Методы измерений

Отбор проб

Условия проведения хроматографического анализа

Подготовка к проведению измерений, в том числе проведение холостого опыта, градуировка хроматографа

Выполнение измерений

Оформление результатов измерений

Контроль точности результатов измерений

Приложение Требования к метрологическим характеристикам стандартных образцов

Приложение Примеры типовых хроматограмм

Приложение Примеры разметки хроматограмм

Приложение Пример представления результатов определения КФС

Анализ компонентно-фракционного состава НГК реализуют с использованием одного хроматографического комплекса с несколькими аналитическими каналами

- неуглеводородные компоненты (азота, диоксида углерода), углеводороды C_1 - n - C_4 , сероводород (более 0,10 %) и метанол определяют в изотермическом режиме на насадочной колонке с полимерным адсорбентом, с детектированием на ДТП, газ-носитель гелий;
- углеводороды C_1 - n - C_5 , фракции углеводород от C_6 - n - C_{44} - в режиме программирования температуры на капиллярной колонке, с детектированием на ПИД, газ-носитель гелий;
- серосодержащие соединения определяют в режиме программирования температуры, на капиллярной колонке, с детектированием на ПФД, газ-носитель гелий.



В качестве средств градуировки используют стандартные образцы состава нестабильного газового конденсата утвержденного типа с установленными метрологическими характеристиками в специализированных пробоотборниках поршневого типа постоянного давления.

Пример:
GSO 10525-2014

В основу стандарта положена методика измерений, аттестованная ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

FEDERAL STATE
UNITARY ENTERPRISE
"D.I.MENDELEEV INSTITUTE
FOR METROLOGY"
(VNIIM)

19, Moskovsky pr.,
St. Petersburg,
190005, Russia

Fax: 7 (812) 713-01-14
Phone: 7 (812) 251-76-01
e-mail: info@vniim.ru
http://www.vniim.ru

190005, Россия,
г. Санкт-Петербург
Московский пр., 19

Факс: 7 (812) 713-01-14
Телефон: 7 (812) 251-76-01
e-mail: info@vniim.ru
http://www.vniim.ru

ФЕДЕРАЛЬНОЕ
ГОСУДАРСТВЕННОЕ
УНИТАРНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ
"ВНИИМ
им. Д.И. МЕНДЕЛЕЕВА"

001050

**СВИДЕТЕЛЬСТВО
CERTIFICATE**

об аттестации методики (метода) измерений

№ 768/242- (01.00250)-2016

Методика измерений молярной и массовой доли азота, диоксида углерода, углеводородов C₁-C₄₄, серосодержащих соединений (сероводорода, сероуглерода, индивидуальных меркаптанов C₁-C₄, сульфидов, производных тиафена) и метанола в нестабильном газовом конденсате методом газовой хроматографии с вводом пробы под давлением, разработанная ООО «НИПИ НГ «Петон» (450071, Республика Башкортостан, г. Уфа, пр. Салавата Юлаева, д. 60, корпус 1) и регламентированная в документе №3606-03-2016 «Методика измерений молярной (массовой) доли индивидуальных компонентов и фракций нестабильного газового конденсата методом газовой хроматографии без предварительного разгазирования пробы» (г. Уфа, 04.07.2016 г., 55 л.), аттестована в соответствии с порядком, утвержденным Приказом Минпромторга РФ №4091 от 15.12.2015 г. и ГОСТ Р 8.563-2009.

Аттестация осуществлена по результатам экспериментальных исследований, проведенных при разработке методики, а также теоретических исследований.

Метрологические характеристики приведены на оборотной стороне свидетельства.

Директор

К.В. Гоголинский

«25» июля 2016 г.

МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ МЕТОДИКИ ИЗМЕРЕНИЙ:

1. Диапазоны измерений молярной/массовой доли компонентов нестабильного газового конденсата (КГН) приведены в Приложении 1 к данному Свидетельству.

2. Характеристики точности результатов измерений

Диапазон молярной доли компонента, x, %	Относительная расширенная неопределенность измерений молярной доли при коэффициенте охвата k=2 ⁹¹ , %		
	При использовании абсолютных молярных градуировочных коэффициентов U _a ⁰ (x _i), %	При использовании относительных молярных градуировочных коэффициентов, U _r ⁰ (x _i), %	
От 0,0050 до 0,10	30	$\sqrt{(U_a^0(x_i))^2 + \left[\frac{(U^0(x_{\text{сравн}})_{\text{гср}})^2}{3}\right]}$	
свыше 0,10 до 1,0	30 - 10·x _i		
свыше 1,0 до 10	20 - 0,5·x _i		
свыше 10 до 25	18 - 0,3·x _i		
свыше 25 до 50	15 - 0,2·x _i		

*) соответствует границам относительной погрешности результата измерений молярной доли компонента при доверительной вероятности P = 0,95

Диапазон массовой доли, ω, %	Относительная расширенная неопределенность измерений массовой доли при коэффициенте охвата k=2 ⁹¹ , %		
	При использовании абсолютных массовых градуировочных коэффициентов U _a ⁰ (ω _i), %	При использовании относительных массовых градуировочных коэффициентов, U _r ⁰ (ω _i), %	
От 0,0050 до 0,10	30	$\sqrt{(U_a^0(\omega_i))^2 + \left[\frac{(U^0(\omega_{\text{сравн}})_{\text{гср}})^2}{3}\right]}$	
свыше 0,10 до 1,0	30 - 10·ω _i		
свыше 1,0 до 10	20 - 0,5·ω _i		
свыше 10 до 25	18 - 0,3·ω _i		
свыше 25 до 40	15 - 0,2·ω _i		

*) соответствует границам относительной погрешности результата измерений массовой доли компонента при доверительной вероятности P = 0,95

3. Контроль точности результатов измерений

3.1 Ежедневный контроль точности:

- проверка приемлемости результатов градуировки по п.п. 9.5.3.4, 9.5.6.3 и 9.5.7.3 методики измерений;
- проверка приемлемости результата измерений молярной/массовой доли компонентов в пробе КГН по п.п. 10.6.1, 10.7.1, 10.8.1 и 10.10.1 методики измерений.

3.2 Периодический контроль стабильности результатов определения градуировочных коэффициентов проводят с использованием контрольных карт по ГОСТ Р ИСО 5725-6.

3.3 Контроль правильности результатов измерений молярной/массовой доли компонентов КГН с использованием стандартного образца проводят в соответствии с п. 13.4 методики измерений.

Показатели точности по настоящей методике измерений установлены с учетом результатов межлабораторных исследований с участием пяти лабораторий предприятий нефтегазового сектора

Бюджет неопределенности измерений для этана и азота приведен в Приложении 2 к свидетельству (для остальных компонентов бюджет составлен аналогичным образом).

Руководитель НИО 242

Руководитель сектора

Л.А. Конопелько

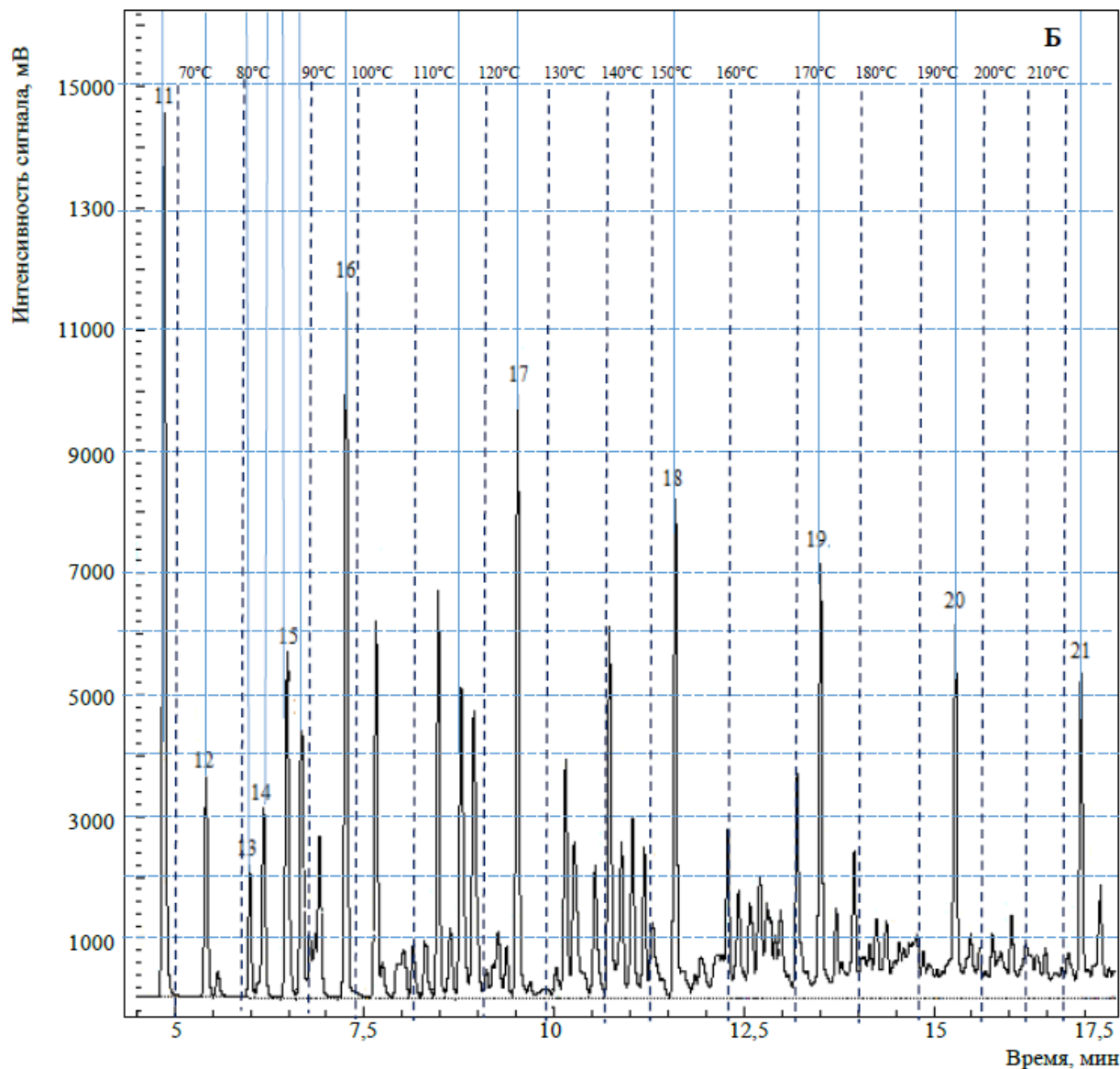
Т.А. Попова

ПЕТОН
ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЙ ИНЖИНИРИНГОВЫЙ ХОЛДИНГ



11 – $H-C_6H_{14}$;
16 – $H-C_7H_{16}$;
17 – $H-C_8H_{18}$;
18 – $H-C_9H_{20}$;
19 – $H-C_{10}H_{22}$;
20 – $H-C_{11}H_{24}$;
21 – $H-C_{12}H_{26}$.

Разметка хроматограммы для представления углеводородного состава ГС, ГД, ДК, НГК в компонентно-фракционном виде КФС_t

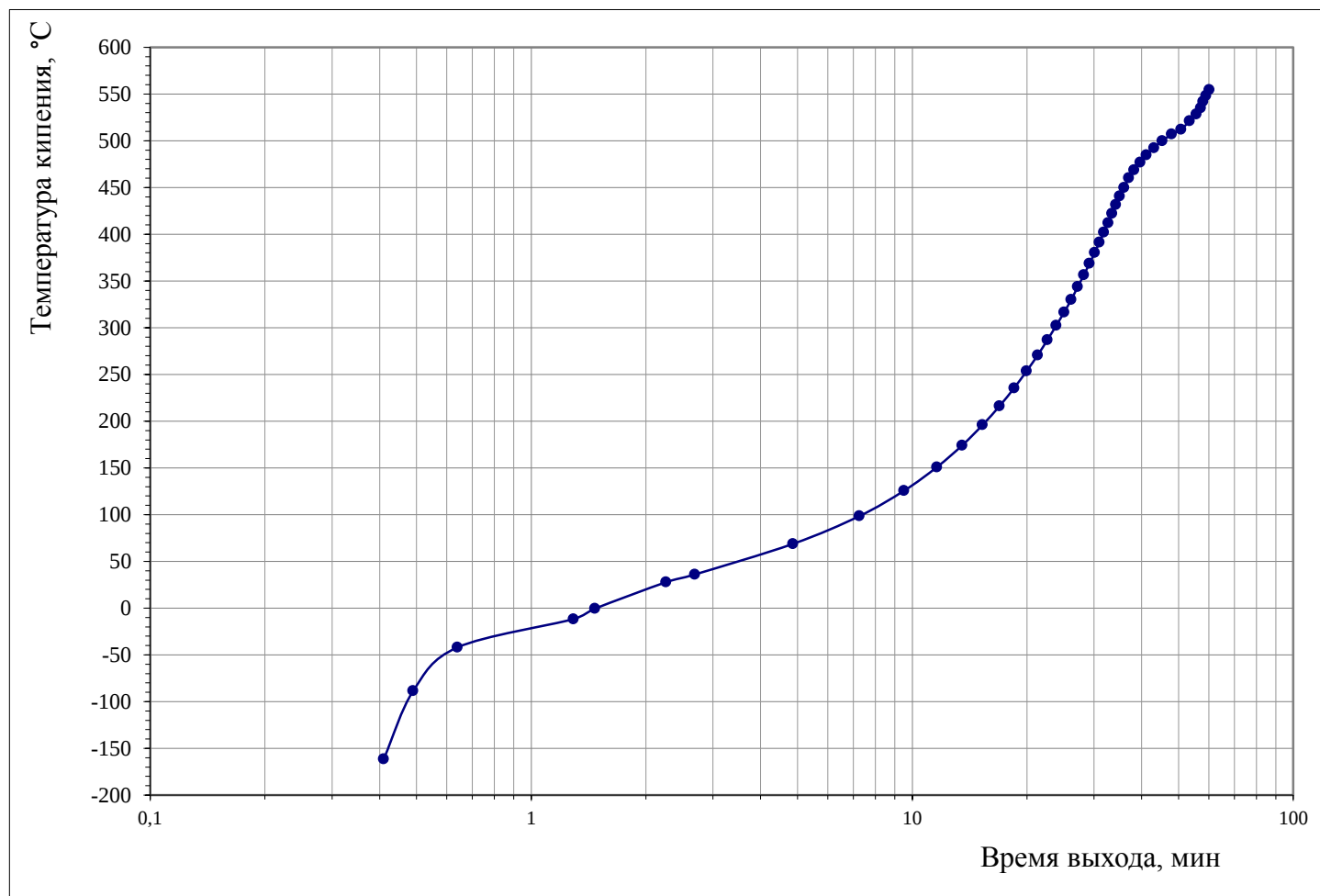


Способ 2

C₁-н-C₅ представляют в виде индивидуальных компонентов, от C₆ до C₁₀ (C₆-C₄₄) - в виде фракций, ранжированных по температурам кипения (КФС_t)

- 11 – $n\text{-C}_6\text{H}_{14}$;
- 12 – метилциклопентан;
- 13 – бензол;
- 14 – циклогексан;
- 15 – изогептан;
- 16 – $n\text{-C}_7\text{H}_{16}$;
- 17 – $n\text{-C}_8\text{H}_{18}$;
- 18 – $n\text{-C}_9\text{H}_{20}$;
- 19 – $n\text{-C}_{10}\text{H}_{22}$;
- 20 – $n\text{-C}_{11}\text{H}_{24}$;
- 21 – $n\text{-C}_{12}\text{H}_{26}$.

Установление зависимостей времени выхода и градуировочных коэффициентов *n*-алканов от их температур кипения



Зависимости времени выхода и градуировочных коэффициентов *n*-алканов от их температур кипения могут быть представлены в виде графика, таблицы, математической функции

Аттестация методик определения компонентно-фракционного состава газа сепарации и нестабильного газового конденсата

Для аттестации методик определения КФС газа сепарации и нестабильного газового конденсата были проведены межлабораторные экспериментальные исследования

Объекты МЭИ

В качестве объектов МЭИ были проанализированы шифрованные образцы:

- имитатор состава газа сепарации в баллоне под давлением;
- имитатор состава газа дегазации в баллоне под давлением;
- имитатор состава дегазированного конденсата в ампуле;
- имитатор состава НГК в баллоне постоянного давления поршневого типа.

Лаборатории-участники

В МЭИ приняло участие 15 лабораторий, в том числе ХАЛ ПАО «Газпром», производители хроматографического оборудования, лаборатории и НИИ отрасли

Результаты МЭИ

Результаты, полученные при проведении МЭИ, были использованы для установления показателей точности методик, а также установления сопоставимости результатов определения компонентно-фракционного состава НГК, полученных по методике определения с предварительным разгазированием пробы и по методике с прямым вводом пробы в хроматограф.

Рассылка и согласование проектов национальных стандартов

Первые редакции проектов национальных стандартов для направления замечаний и предложений были представлены структурным подразделениям и дочерним обществам ПАО «Газпром», организациям – членам ТК 52 и другим заинтересованным лицам.

ООО «Газпром геологоразведка», ООО «Газпром добыча Астрахань», ООО «Газпром добыча Надым», ООО «Газпром добыча Ноябрьск», ООО «Газпром добыча Оренбург», ООО «Газпром добыча Уренгой», ООО «Газпром добыча Ямбург», ООО «Газпром ВНИИГАЗ», ООО «Газпром геологоразведка», ОАО «СевКавНИПИгаз», ООО «Газпром переработка», ООО «Газпром трансгаз Нижний Новгород», ФГУП «УНИИМ», ОАО ВНИИ НП, ЗАО НИЦ Инкомсистем, ООО «ТюменНИИгипрогаз», ООО «Газпром трансгаз Саратов», ООО «Газпром трансгаз Ухта», и др.

Полученные замечания и предложения рассмотрены, проанализированы и учтены при формировании окончательных редакций проектов национальных стандартов

ПЕТОН
ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЙ ИНЖИНИРИНГОВЫЙ ХОЛДИНГ

От **ПЕТОН** № **001-10/2016**
на **И**

Первому заместителю Председателя ТК 52
«Газпром» и газопользователям

О предоставлении окончательной редакции проекта ГОСТ Р Часть

Уважаемый

Во исполнение решений пр. стандартизации ТК 52 «Газпром» окончательную редакцию проекта стандартизации. Определены комиссии. Сообщаем, что указанные метрологические испытания в Ф. Уведомление о завершении на сайте Росстандарта 29.08.2016

Приложения (направлены):
1. Окончательная редакция пр. стандартизации
2. Пояснительная записка к проекту
3. Сводка замечаний и предложений

Заместитель руководителя направления «Наука» – директор по науке

Исх. № **001-10/2016**
Дата: **10.08.2016**

Начальнику Департамента 840
ПАО «Газпром»
Н.Ю. Воронина
ул. Нахимов, д. 14,
г. Москва, ГСП-7, 117997
e-mail: n.y.vorona@gazprom.ru

Уважаемая Наталья Юрьевна!

ПЕТОН
ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЙ ИНЖИНИРИНГОВЫЙ ХОЛДИНГ

Исх. № **001-10/2016**
Дата: **10.08.2016**

О рассмотрении первой редакции проекта ГОСТ Р

Уважаемые коллеги!

В соответствии с перечнем приоритетных научно-технических проблем ПАО «Газпром» на 2011-2020 годы и дополнением к программе НИОКР ПАО «Газпром» на 2014 год ООО «ВНИИ ГИ» «Газпром» разработал проект национального стандарта ГОСТ Р «Атомосферная среда. Часть 1. Газосодержание. Определение комбинированного состава методом газовой хроматографии».

Во исполнение требований п. 6.2 СТД Газпром 1.12-2008 «Система стандартизации ОАО «Газпром». Правила участия ОАО «Газпром», дочерних обществ и организаций в работе по разработке и обновлению национальных и международных стандартов» направлены Вам первую редакцию проекта указанного национального стандарта для рассмотрения.

Открыть на первую редакцию проекта стандарта просим направить разработку до 25.08.16 г. по адресу: почтовый: Научный проект, д. 14а, строение 1, г. Москва, 117246; электронный: logabova@intech.peton.ru

Приложение (направлено на электронные адреса):
1. Пояснительная записка к первой редакции проекта национального стандарта ГОСТ Р – электронный файл формата (PDF) в 1 экз.
2. Проект стандарта ГОСТ Р – электронный файл формата (PDF) в 1 экз.

Заместитель директора по науке

В.А. Кошаров

Т.А. Овдинова
(495) 980-2718, доб. 421; (920) 793-81-57

Заместитель директора по науке

В.А. Кошаров

Т.А. Овдинова
(495) 980-2718, доб. 421; (920) 793-81-57

- Для фракций углеводородов значение градуировочного коэффициента устанавливают методом интерполяции по зависимости градуировочных коэффициентов *n*-алканов от их температур кипения для значения средней температуры кипения фракции.
- Молярную массу индивидуальных компонентов устанавливают с использованием справочных данных.
- Молярную массу фракции углеводородов устанавливают методом интерполяции по зависимости температуры кипения *n*-алкана от его молярной массы для значения средней температуры кипения фракции.
- Градуировочные коэффициенты, абсолютные и относительные, устанавливаются для каждой аналитической системы на основании стандартных образцов, что соответствует требованиям ФЗ «Об обеспечении единства измерений»

СПАСИБО ЗА ВНИМАНИЕ!

МОСКОВСКОЕ ПОДРАЗДЕЛЕНИЕ ПЕТОН
117246, г. Москва, Научный проезд, 14а, стр.1
тел.: +7 (495) 980-27-18
e-mail: info@invtech.peton.ru

НИПИ НГ ПЕТОН
450071, г. Уфа, пр-т Салавата Юлаева, д.60, к.1
тел.: +7 (347) 246-87-09
e-mail: peton@peton.ru

www.peton.ru

