

РАЗРАБОТКА ГОСТ «ПРИРОДНЫЙ ГАЗ. ОПРЕДЕЛЕНИЕ РТУТИ. ЧАСТЬ 2: ПОДГОТОВКА ПРОБЫ ПУТЕМ АМАЛЬГАМИРОВАНИЯ СПЛАВА ЗОЛОТО/ПЛАТИНА»

**С.А. Арыстанбекова, д-р техн. наук
Главный научный сотрудник
ООО «Газпром ВНИИГАЗ»**

- Содержание ртути в сыром природном газе может достигать **4400 мкг/м³**.
- Сжигание природного газа с высоким содержанием ртути приводит к загрязнению окружающей среды, поэтому в странах ЕС содержание ртути в товарном газе не должно превышать 28-30 мкг/м³ (**28000 – 30000 нг/м³**).
- Наибольшую опасность соединения ртути представляют при сжижении природного газа. Для предотвращения разрушения алюминиевых теплообменников примесями ртути заводы по сжижению природного газа оборудуют установками для его демеркуризации.
- **Содержание ртути в газе, подаваемом на сжижение, - не более 10 нг/м³**



Стандарт	Предел обнаружения	Концентрирование	Примечание
ГОСТ 28726-90	≈ 1000 нг/м ³	Раствор KMnO₄	Концентрирование ртути в полевых условиях, определение – в лаборатории
ASTM D 5954-98	1 нг/м ³	Силикагель с покрытием из золота	
ISO 6978-1:2003	100 нг/м ³	Силикагель, пропитанный йодом	
ISO 6978-2:2003	1 нг/м ³	Нить, изготовленная из сплава золото/ платина	

1. А.Б. Волынский, С.А. Арыстанбекова, Т.А. Горшкова, С.Ю. Гладков. Определение примесей ртути в природном газе методом атомно-абсорбционной спектроскопии, **Газовая промышленность**. –2012. – № 11. – С. 94-97.
2. С.А. Арыстанбекова, А.Б. Волынский, Н.С. Миронова, А.И. Петухова, Е.А. Мазепа. Определение примесей ртути в газовых потоках Уренгойского завода по подготовке конденсата к транспорту и Сосногорского газоперерабатывающего завода. **Технологии нефти и газа** – 2013. - № 1. – С. 55–59.

Стандарт (ФР.1.31. 2013.14986)	Подход (прибор)	Нижняя граница определяемых концентраций	Примечание
Р Газпром 5.16 – 2012 «Природный газ. Методика определения ртути методом атомно-абсорбционной спектроскопии (холодного пара)»	Прямое определение (РА-915+, Люмекс)	10 нг/м ³	Определение ртути в полевых условиях
	Концентрирование на нити из сплава золото/платина (УКР-1МЦ, ЭКОН)	2 нг/м ³	Концентрирование и определение ртути в полевых условиях

Газовый поток (точка отбора)	Содержание, нг/м ³
Смесь газа выветривания и газа деэтанизации с установки по деэтанизации конденсата УДК-2	5,3 ± 0,5
Газ сепарации ачимовского НГК с установки по деэтанизации конденсата УДК-1	82 ± 6
Газ деэтанизации смеси валанжинского (Заполярье и Уренгойское ГКМ) и ачимовского НГК	33 ± 2
Газ сепарации валанжинского НГК (Ямбургское ГКМ)	10,1 ± 0,6
Газ деэтанизации валанжинского НГК (Ямбургское ГКМ)	8,8 ± 0,5

№	Наименование этапа разработки стандарта	Решение	Примечания
1	Уведомление о начале разработки стандарта		28.02.2017
2	Направление 1-ой редакции проекта ГОСТ Р на отзывы в ДО ПАО «Газпром»		17.02.2017
	– ООО «Газпром добыча Астрахань»	Согласовано	№ 02-6648 от 22.06.2017)
	– ООО «Газпром добыча Уренгой»	Согласовано	№ ИИ/15-342 от 02.05.2017
	– ООО «Газпром добыча Оренбург»	Согласовано	№ 001-03-7593 от 31.07.2017
	– ООО «Газпром добыча Краснодар»	Согласовано	№ 11/11.10-21/1307 от 10.03.2017
	– ООО «Газпром добыча Надым»	Согласовано	№ 02/08-2025 от 06.03.2017
	– ООО «Газпром добыча Ямбург»	Согласовано	(№ 2-31/10623 от 14.06.17
	– ООО Газпром переработка	Согласовано	№ ГП/68/2775/02 от 22.03.17
	– ООО ТюменНИИгипрогаз, –ООО «Газпром добыча Ноябрьск»	Замечания не поступали	

№	Наименование этапа разработки стандарта	Дата (факт)
3	Направление первой редакции проекта ГОСТ в ТК-52 на голосование	17.04.2017
4	Направление ОР ГОСТ в Росстандарт для размещения в АИС МГС	23.05.2017
5	Уведомление о завершении публичного обсуждения стандарта	09.06.2017
6	Направление ОР ГОСТ в секретариат ТК 52 (на голосование)	12.09.2017

На первую редакцию проекта стандарта получены отзывы от 10 членов ТК 52

ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

АО «ВНИИУС»

ОАО «ВНИПИгаздобыча»

ООО «Газпром трансгаз Махачкала»

ООО «Газпром трансгаз Нижний Новгород» (А.В. Карусевич)

ООО «Газпром трансгаз Саратов»

ООО «Газпром трансгаз Ставрополь»

ООО «Газпром трансгаз Ухта»

ЗАО «ИНКОМСИСТЕМ»

Секретариат ТК 52

Всего поступило 212 замечаний. Принято полностью или частично около 170 замечаний, часть из которых носит редакционный характер, отклонено 30 замечаний с обоснованием, по остальным даны пояснения.

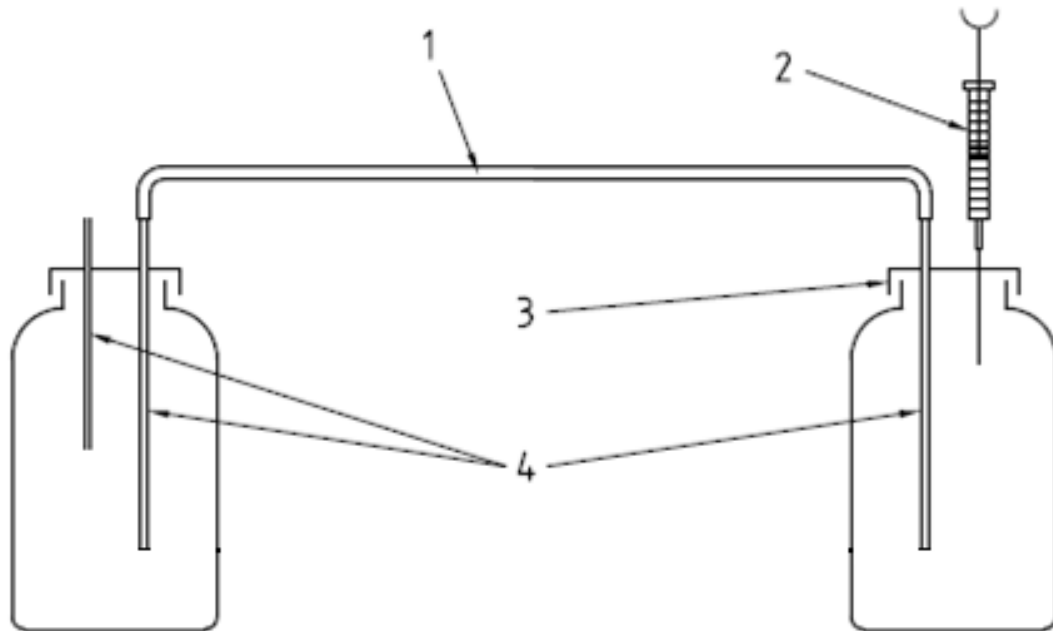
В соответствии с полученными замечаниями и предложениями в проект стандарта внесены следующие основные изменения и дополнения:

- добавлено три раздела: 5 «Требования безопасности, охраны окружающей среды», 6 «Требования к квалификации персонала» и 7 «Общие условия выполнения измерений»;
- уточнен список НТД (раздел 2) и обозначений (раздел 4), внесены исправления в нумерацию некоторых пунктов;
- уточнены средства измерений давления, расхода, используемые при отборе проб при низком и высоком давлении;
- рисунки 1 и 4 откорректированы, подписи к ним уточнены;

- проект стандарта дополнен Приложением А «Определение ртути в природном газе методом атомно-абсорбционной спектроскопии (холодного пара) с использованием анализатора ртути УКР-1МЦ»;
- предусмотрена возможность градуировки атомно-абсорбционного и атомно-флуоресцентного спектрометров с помощью градуировочных растворов, приготовленных из стандартных водных растворов ионов ртути, или генератора паров ртути, или термодиффузионного генератора ртути с источником микропотока ртути ИМ-Hg 1-го разряда;
- приведены диапазоны градуировочных зависимостей (с указанием массы ртути в дозируемом объеме ртутево-воздушной смеси), приведена формула для расчета градуировочного коэффициента;

– по предложению ФГУП «ВНИИМ им. Менделеева» исключен раздел 15 «Контроль качества результатов измерений при реализации методики» по ГОСТ Р ИСО 7870-2-2015 и РМГ 76-2014, взамен добавлен пункт 14.4 «Контроль правильности результатов измерений». В качестве образца для контроля точности (правильности) результатов измерений использованы ГСО растворов ртути или известные объемы насыщенных паров ртути по процедуре, изложенной в 12.4.1.

В случае применения методики в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений в данном пункте указано, что контроль правильности результатов измерений проводят с использованием термодиффузионного генератора с источником микропотока ртути.



1 - трубка из ПВА; 2 – газонепроницаемый стеклянный шприц; 3 – навинчиваемая крышка с мембраной из силиконовой резины с покрытием из политетрафторэтилена; 4 – иглы из нержавеющей стали

Рисунок 6 – Аппаратура для получения насыщенного пара ртути воздуха

Аналогичную градуировку используют в ГОСТ Р ИСО 20552-2011 «Воздух рабочей зоны. Определение паров ртути. Отбор проб с получением амальгамы золота и анализ методом ААС или АФС»

№	Технические условия	Наименование
[8]	Технические условия ШДЕК 418313.009-2010 ТУ	Рабочий эталон 1-го разряда - генератор газовых смесей ГГС модификация ГГС-Т
[9]	Технические условия ШДЕК 418319.010-2014 ТУ	Источник микропотока ртути ИМ-Hg
[10]	Технические условия ТУ 4276-014-01422944-99	Генератор паров ртути в воздухе ГПР-2

Особенности работы генератора газовых смесей ГГС в комплекте с источником микропотока ртути ИМ-Нг (производство ООО «Мониторинг» - ФГУП «ВНИИМ»)

- 1. Высокая стоимость (725 тыс. руб.)**
- 2. Ежегодная платная поверка во ФГУП «ВНИИМ»**
- 3. Стационарный прибор (вес 15 кг).**
- 4. Выход на рабочий режим около 2 суток .**
- 5. Неэкологичность.**



Показатель	ИМ-1	ИМ-3
Максимальная производительность ИМ по ртути, нг/мин	0,1	100
Выброс ртути в окружающую среду, нг/час	6	6000
Выброс ртути в окружающую среду, нг/2 суток (1 точка градуировочного графика)	288	288000
Выброс ртути в окружающую среду, мкг/2 суток (1 точка градуировочного графика)	0,288	288

Голосование по проекту ГОСТ ISO 6978-2:2003 (MOD) в ТК 52

По результатам голосования был только 1 голос «против» – ФГУП «ВНИИМ».

После внесения поправок голосов «против» нет.

Проект ГОСТ ISO 6978-2:2003 (MOD) был разослан членам Евразийского совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ЕАСС) в июне 2017 г.

От Госстандарта Республики Беларусь получено 12 замечаний, которые в основном носят редакционный характер. Из них два замечания отклонены, по двум замечаниям даны пояснения. Остальные замечания приняты полностью или частично.

№	Наименование этапа разработки стандарта	Дата факт (план)
7	Заключение филиала ФГУП "ВНИИФТРИ" по результатам метрологической экспертизы проекта ГОСТ	03.11.2017
8	Заключение ТК 52 по проекту ГОСТ	15.11.2017
9	Направление ОР ГОСТ с заключением ТК 52 во ФГУП "ВНИИ СМТ" для проведения экспертизы, издательского редактирования	17.11.2017 (20.10.2017)
10	Передача в Деп. 123 ПАО «Газпром» согласованных ФЗ отчетных материалов с копией приказа об утверждении ГОСТ	(01.07.2018)



Центральный офис ООО «ВНИИГАЗ»
п. Развилка, Московская область
internet: www.vniigaz.ru
intranet: www.vniigaz.gazprom.ru
e-mail: vniigaz@vniigaz.gazprom.ru
телефон: (+7 495) 355-92-06
факс: (+7 495) 399-32-63



СПАСИБО ЗА ВНИМАНИЕ

Филиал ООО "ВНИИГАЗ" - Севернипигаз
ул. Севастопольская, 1"а", г. Ухта, Респ. Коми, РФ
Тел/факс (+7 2147) 3-01-42
Газсвязь: 787-748-70, 787-723-11
e-mail: sng@sng.vniigaz.gazprom.ru



Отдел по научному
и техническому сопровождению
комплексного освоения месторождений
полуострова Ямал и прилегающих акваторий
г. Салехард

