

Разработка ГОСТ «Газ природный сжиженный. Определение компонентного состава методом газовой хроматографии»



Максимова Татьяна Владимировна
к.х.н.
ответственный секретарь ТК 052/ПК 3,
Начальник лаборатории
физико-химических свойств
и контроля качества газа,
ООО «Газпром ВНИИГАЗ»

Этапы разработки ГОСТ «Газ природный сжиженный. Определение компонентного состава методом газовой хроматографии»

- 1 Анализ существующих газохроматографических методов определения молярной доли (компонентного) состава СПГ
- 2 Анализ составов СПГ производимого на территории Российской Федерации
- 3 Экспериментальные исследования по определению компонентного состава СПГ на объектах производства СПГ
- 4 Разработка требований к средствам измерений, оборудованию и материалам необходимых для реализации газохроматографического метода определения компонентного состава СПГ
- 5 Разработка методики измерений компонентного состава СПГ методом газовой хроматографии
- 6 Разработка ГОСТ «Газ природный сжиженный. Определение компонентного состава методом газовой хроматографии»
- 7 Сопровождение согласования проекта национального стандарта в техническом комитете по стандартизации ТК 52 «Природный и сжиженные газы» и Межгосударственном совете по стандартизации, метрологии и сертификации.
- 8 Сопровождение подготовки проекта межгосударственного стандарта к изданию в организации, уполномоченной Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии на проведение нормоконтроля и издательского редактирования, и введению его в действие.

Требования к определению компонентного состава СПГ реализуемого на территории Российской Федерации и методам его определения изложены в ГОСТ 34894-2022 «Газ природный сжиженный. Технические условия»

1. Отбор проб СПГ проводят по ГОСТ 35011-2023 «Газ природный сжиженный. Руководство по отбору проб»
2. Компонентный состав СПГ определяют после его регазификации одним из реализованных в лаборатории методов:
 - ✓ ГОСТ 31371.3-2008 (ISO 6974-4:2000) Газ природный. Определение состава методом газовой хроматографии с оценкой неопределенности. Часть 3 Определение водорода, гелия, кислорода, азота, диоксида углерода и углеводородов до C8 с использованием двух насадочных колонок
 - ✓ ГОСТ 31371.4 (ISO 6974-4:2000) Газ природный. Определение состава методом газовой хроматографии с оценкой неопределенности. Часть 4 Определение азота, диоксида углерода и углеводородов C1—C5 и C6+ в лаборатории и с помощью встроенной измерительной системы с использованием двух колонок
 - ✓ ГОСТ 31371.5 (ISO 6974-5:2014) Газ природный. Определение состава методом газовой хроматографии с оценкой неопределенности. Часть 5 Определение азота, диоксида углерода и углеводородов C1—C5 и C6+ изотермическим методом
 - ✓ ГОСТ 31371.6 (ISO 6974-6:2002) Газ природный. Определение состава методом газовой хроматографии с оценкой неопределенности. Часть 6 Определение водорода, гелия, кислорода, азота, диоксида углерода и углеводородов C1—C8 с использованием трех капиллярных колонок
 - ✓ ГОСТ 31371.7-2021 Газ природный. Определение состава методом газовой хроматографии с оценкой неопределенности. Часть 7 Методика измерений молярной доли компонентов

Анализ существующих газохроматографических методов определения компонентного состава сжиженного природного газа

Методы определения компонентного состава СПГ реализуемого за пределами Российской Федерации изложены в контрактах на поставку СПГ.

*Основные нормативные документы:

ИСО 6974-4:2000 «Газ природный – Определение состава с оценкой неопределенности методом газовой хроматографии – Часть 4. Метод определения азота, диоксида углерода и углеводородов от C_1 до C_5 и C_{6+} для лабораторной и онлайн измерительной системы с использованием двух колонок

ИСО 6974-5:2014 «Природный газ – Определение состава и связанной с ним неопределенности методом газовой хроматографии – Часть 5: Изотермический метод определения азота, диоксида углерода, углеводородов C_1-C_5 и C_{6+} »

ИСО 6974-6:2002 «Газ природный – Определение состава с оценкой неопределенности методом газовой хроматографии – Часть 6: Определение водорода, гелия, кислорода, азота, диоксида углерода и углеводородов (C_1-C_8) с использованием трех капиллярных колонок»

*Также по согласованию между сторонами могут использоваться документы такие как:

ASTM D 1945, GPA 2261 или IP 337

*GIIGNL-LNG Custody Transfer Handbook - 6-th Edition - 2021

Производство сжиженного природного газа в Российской Федерации*

| Размер производства СПГ | | |
|--|---|---|
| Малотоннажное | Среднетоннажное | Крупнотоннажное |
| Установленная мощность производства 6-50 тыс. т/год | Установленная мощность производства 795-950 тыс. т/год | Установленная мощность производства 6,5 – 13 млн.т/год |
| На начало 2025 года действует 26 производств от Калининграда до Владивостока | На начало 2025 года действует 3 производства: КСПГ «Портовая», «Криогаз-Высоцк», «Ямал-СПГ» Т4 | На начало 2025 года действует 3 производства: «Ямал-СПГ», «Сахалинская энергия», «Арктик-СПГ2» |
| В 2024 году произведено 171 тыс. тонн СПГ | В 2024 году произведено и реализовано 3,3 млн. тонн СПГ | В 2024 году произведено и реализовано 31,72 млн. тонн СПГ |
| Рынок сбыта: ГМТ, автономная газификация, экспорт небольших партий СПГ | Рынок сбыта: газоснабжение Калининградской области (КСПГ «Портовая»), экспорт в Европу и АТР | Рынок сбыта: экспорт в Европу и страны АТР |
| В стадии реализации 29 проектов с заявленной суммарной мощностью 754 тыс.т/год | Заявлено о 4 проектах в Кемеровской области, 2 в Ленинградской области и Архангельской области с суммарной мощностью 6520 тыс.т/год | В стадии реализации 4 проекта: «Арктик СПГ2» Т2-Т3, «Мурманский СПГ», «Обский СПГ» и «Комплекс по переработке этансодержащего газа и производства СПГ» с суммарной мощностью 51,7 млн.т/год |

*Справочные материалы. Карта Российской СПГ отрасли 2025 – agaz.org

Анализ составов СПГ, производимого на территории Российской Федерации

| Производитель* | N2 | CH4 | C2 | C3 | C4 | C5 | C6+ | CO2 | Теплота сгорания, МДж/м³ |
|----------------------------------|------|-------|------|------|------|------|------|-------|--------------------------|
| НОВАТЭК, Магнитогорск | 0,28 | 94,96 | 3,72 | 1,02 | 0,03 | 0,00 | 0,00 | 0,005 | 34,86 |
| НОВАТЭК, Высоцк | 0,21 | 96,97 | 2,68 | 0,09 | 0,05 | 0,01 | 0,00 | 0,005 | 34,16 |
| НОВАТЭК, Кашира | 0,05 | 94,55 | 4,16 | 1,10 | 0,10 | 0,02 | 0,02 | 0,005 | 35,30 |
| НОВАТЭК, Тольятти | 0,04 | 94,58 | 3,79 | 1,42 | 0,29 | 0,04 | 0,02 | 0,005 | 35,90 |
| ООО СПГ, Якутия | 0,65 | 93,55 | 4,49 | 1,04 | 0,23 | 0,03 | 0,00 | 0,011 | 35,23 |
| Сибирь-Энерго, Новокузнецк | 1,65 | 92,70 | 3,47 | 1,54 | 0,53 | 0,09 | 0,01 | 0,005 | 35,50 |
| Криогаз-Псков, Псков | 0,54 | 95,91 | 2,63 | 0,48 | 0,15 | 0,02 | 0,02 | 0,241 | 34,26 |
| Криогаз-Калининград, Калининград | 0,46 | 95,71 | 2,95 | 0,54 | 0,17 | 0,02 | 0,01 | | 34,44 |
| Криогаз-Кингисепп, Кингисепп | 0,24 | 94,03 | 5,33 | 0,40 | | | | | 37,57 |
| ПСК Сахалин | 0,24 | 92,59 | 4,02 | 1,87 | 0,92 | 0,23 | 0,10 | 0,030 | 36,27 |
| Южно-Уральский СПГ, РМК | 1,42 | 96,05 | 1,95 | 0,54 | 0,06 | 0,00 | 0,00 | 0,003 | 33,78 |
| Аметист СПГ, Верхняя Салда | 1,27 | 97,37 | 1,05 | 0,22 | 0,07 | 0,00 | 0,00 | 0,008 | 33,48 |
| Аврора СПГ, Владивосток | 0,31 | 95,01 | 3,00 | 1,00 | 0,68 | 0,00 | 0,00 | 0,005 | 34,97 |

*Справочные материалы. Карта Российской СПГ отрасли 2025 – agaz.org

Анализ составов СПГ, производимого на территории Российской Федерации

| Производитель* | Компонентный состав, молярная доля, % | | | | | | | | Теплота сгорания объемная низшая, МДж/м3 | | | |
|-----------------------------------|---------------------------------------|-------|-------|--------|--------|--------|--------|-------|--|------------|------------|------------|
| | N2 | CH4 | C2 | C3 | C4 | C5 | C6+ | CO2 | C6+ | C5+ | C4+ | C3+ |
| КСПГ Канюсята | 0,33 | 97,36 | 1,68 | 0,47 | 0,13 | 0,24 | 0,001 | 0,000 | 34,12±0,11 | 34,12±0,11 | 34,12±0,11 | 34,08±0,11 |
| Сахалинская энергия | 0,06 | 92,64 | 4,46 | 1,9 | 0,89 | 0,05 | 0,00 | 0,000 | | 36,30±0,31 | 36,29±0,32 | 36,05±0,37 |
| КСПГ Садилово | 5,86 | 93,53 | 0,521 | 0,019 | 0,0011 | 0,0419 | 0,0012 | 0,002 | 31,65±0,06 | 31,65±0,06 | 31,63±0,06 | 31,62±0,06 |
| Газпром гелий сервис, Владивосток | 1,98 | 91,39 | 4,02 | 2,20 | 0,382 | 0,145 | 0,00 | 0,000 | | 35,28±0,31 | 35,27±0,31 | 35,17±0,34 |
| КСПГ Калининград | 0,536 | 96,81 | 2,08 | 0,313 | 0,0938 | 0,0138 | 0,0119 | 0,129 | 34,01±0,12 | 34,01±0,12 | 34,00±0,12 | 33,97±0,12 |
| СПГ Портовая | 0,091 | 96,88 | 2,85 | 0,0920 | 0,0633 | 0,0148 | 0,00 | 0,000 | | 34,25±0,15 | 34,25±0,15 | 34,23±0,15 |

*Источники информации: паспорта качества и протоколы испытаний

Экспериментальные исследования по определению компонентного состава СПГ на объектах производства СПГ

Пробы СПГ отбирали на КСПГ «Кашира», ПАО «НОВОТЭК» в криогенный пробоотборник ПП-К



Анализ компонентного состава проводили на газовом хроматографе «Хромос ГХ-1000» по ГОСТ 31371.7 (Метод Б)

| Компонент | Состав до C6+ | Состав до C5+ | Состав до C4+ | Состав до C3+ |
|--|---------------|---------------|---------------|---------------|
| Кислород | 0,002 | 0,002 | 0,002 | 0,002 |
| Азот | 0,052 | 0,052 | 0,052 | 0,052 |
| Диоксид углерода | 0,004 | 0,004 | 0,004 | 0,004 |
| Метан | 94,55 | 94,55 | 94,55 | 94,55 |
| Этан | 4,23 | 4,23 | 4,23 | 4,23 |
| C3+ | | | | 1,1651 |
| Пропан | 0,99 | 0,99 | 0,99 | |
| C4+ | | | 0,171 | |
| Изобутан | 0,10 | 0,10 | | |
| н-Бутан | 0,06 | 0,06 | | |
| C5+ | | 0,0108 | | |
| Неопентан | 0,001 | | | |
| Изопентан | 0,005 | | | |
| н-Пентан | 0,0021 | | | |
| C6+ | 0,0029 | | | |
| Плотность, кг/м ³ | 0,7081±0,0049 | 0,7080±0,0049 | 0,7080±0,0049 | 0,7070±0,0051 |
| Теплота сгорания объемная (низшая), МДж/м ³ | 35,17±0,23 | 35,17±0,23 | 35,16±0,23 | 35,12±0,24 |

Экспериментальные исследования по определению компонентного состава СПГ на объектах производства СПГ

1. Экспериментальные исследования по определению компонентного состава продолжаются
 - В IV квартале 2025 года и в начале 2026 года будут проведены совместно с ФГУП «ВНИИМ им Д.И. Менделеева» исследования компонентного состава СПГ минимум с двух объектов производства СПГ.
 - Будут проведены совместные определения компонентного состава СПГ в онлайн режиме и точечном пробоотборе.
2. По результатам экспериментальных исследований будут определены метрологические характеристики разрабатываемой методики
3. Будут разработаны требования к средствам измерений, оборудованию и материалам необходимых для реализации газохроматографического метода определения компонентного состава СПГ
 - возможность определения групп компонентов C3+, C4+, C5+
 - требования к стандартным образцам
4. По результатам экспериментальных исследований будет разработана методика измерений «Газ природный сжиженный. Определение компонентного медом газовой хроматографии»

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

- Разрабатываемая методика измерений «Газ природный сжиженный. Определение компонентного медом газовой хроматографии» скорее всего будет использоваться для анализа компонентного состава СПГ на малотоннажных и возможно на среднетоннажных производствах СПГ, т.е. на производствах, которые паспортизуют СПГ по ГОСТ 34894-2022 «Газ природный сжиженный. Технические условия» .
- На крупнотоннажных и на среднетоннажных производствах , т.е. там где СПГ производится для поставок на внешний рынок анализ компонентного состава проводится по ISO 6974 части (4-6). В 2026 году в связи с выходом ISO 6974-4 Natural Gas — Determination of composition and associated uncertainty by gas chromatography — Part 4: Guidance on Gas Analysis (Природный газ. Определение состава и связанной с ним неопределенности методом газовой хроматографии. Часть 4. Руководство по анализу газа) будут отменены ISO 6974-3:2000, ISO 6974-:2000, ISO 6974-5:2014, ISO 6974-6:2002, ISO 6975:1.
 - Поэтому необходимо разработать ГОСТ ИСО 6974-4, это может быть как идентичный стандарт, так и модифицированный. На основе ГОСТ ИСО 6974-4 лаборатории производителей СПГ разработают МИ определения компонентного состава под свой компонентный состав СПГ и под свое имеющиеся хроматографическое оборудование
 - МИ должна быть с оценкой неопределенности (требование ГОСТ ISO/IEC 17025-2019)
 - МИ должна быть аттестована (требование ФЗ-102 от 26.06.2008 № 18-ФЗ от 14.02.2024 «О внесении изменений в Федеральный закон «Об обеспечении единства измерений»)

СПАСИБО ЗА ВНИМАНИЕ!

Максимова Татьяна Владимировна

Начальник лаборатории физико-химических
свойств и контроля качества природного
газа, КНТЦ метрологического обеспечения,
ООО «Газпром ВНИИГАЗ»

E-mail: T_Maximova@vniigaz.gazprom.ru