

СОВЕРШЕНСТВОВАНИЕ ОРГАНИЗАЦИОННО-МЕТОДИЧЕСКИХ ВОПРОСОВ АНАЛИТИЧЕСКОГО КОНТРОЛЯ КАЧЕСТВА ПРИРОДНОГО ГАЗА В ИСПЫТАТЕЛЬНОЙ ЛАБОРАТОРИИ

Повышение требований к качеству природного газа, транспортируемого и используемого в промышленных и бытовых целях, заметно усилило роль аналитической лаборатории в производственном процессе, поскольку если результаты анализов, определяющие качество продукции, зависят от всей работы газотранспортного предприятия в целом, то качество и достоверность самих результатов анализа определяется работой лаборатории.

Основа доверия потребителей к приобретаемой продукции обеспечивается достоверностью подтверждения соответствия продукции, установленной в требованиях технических регламентов и стандартов.

Подтверждение качества выпускаемой продукции постоянно требует от аналитической лаборатории внедрения методов и методик контроля за качеством выполнения анализов.

В качестве базы исследования выступает ООО «Газпром трансгаз Казань» — одно из газотранспортных дочерних обществ ПАО «Газпром», обслуживающее Ужгородский и Новопсковский коридоры магистральных газопроводов, газопроводы «Нижняя Тура—Пермь—Горький 1,2», «Оренбург—Заинск», «Казань—Нижний Новгород» и др. Объектом исследования является аналитический контроль качества природного газа, предметом — организационно-методические вопросы его проведения.

В статье предложена методика расчета частоты отбора проб газа с применением автоматизированных алгоритмов, учитывающая данные об изменении состава и свойств газовых потоков за отчетный период. Описание методики представлено на примере расчетов частоты определений теплоты сгорания низшей (фактической калорийности) и плотности природного газа.

В качестве объектов внедрения методики использовалась центральная химико-аналитическая лаборатория Инженерно-технического центра ООО «Газпром трансгаз Казань» и точки отбора проб газа на газораспределительных станциях магистральных газопроводов в зоне обслуживания общества. Обоснована актуальность применения данной методики для совершенствования проведения аналитического контроля качества в Испытательной лаборатории.

Ключевые слова: испытательная лаборатория, природный газ, аналитический контроль качества, отбор пробы газа, среднее квадратическое отклонение, требуемая частота отбора проб.

Введение. Основной целью испытательной лаборатории газотранспортного предприятия является надлежащий контроль показателей качества поставляемой потребителям газовой продукции и достоверность результатов испытаний. К компетенции химико-аналитических лабораторий газотранспорт-

ных дочерних обществ ПАО «Газпром» [1] предъявляются различные требования в зависимости от контролируемой сферы деятельности и применения результатов испытаний.

Подтверждением технической компетентности ООО «Газпром трансгаз Казань» является добро-

Номенклатура объектов и видов испытаний с указанием характеристик

Наименование объектов и видов испытаний	Наименование характеристик
1	2
Отбор проб	Представительные пробы: метод отбора, требования к оборудованию для отбора проб, объем пробы, подготовка и идентификация пробы, требования к оформлению результатов отбора проб, оформление акта отбора, транспортирование, приемка проб в лаборатории
Газ горючий природный (ГПП), поставляемый и транспортируемый по магистральным газопроводам	Компонентный состав, массовая концентрация сероводорода, меркаптановой и общей серы, температура точки росы по воде и углеводородам, массовая концентрация механических примесей, плотность при стандартных условиях, теплота сгорания низшая и число Воббе при стандартных условиях
Газы горючие природные промышленного и коммунально-бытового назначения	Компонентный состав, массовая концентрация сероводорода и меркаптановой серы, температура точки росы по воде и углеводородам, массовая концентрация механических примесей, плотность при стандартных условиях, теплота сгорания низшая и число Воббе при стандартных условиях, интенсивность запаха газа
Газ природный топливный компримированный для двигателей внутреннего сгорания	Компонентный состав, теплота низшая сгорания концентрация сероводорода и меркаптановой серы, масса механических примесей, суммарная доля негорючих компонентов, массовая концентрация паров воды, относительная плотность

вольная аккредитация на 11 местах осуществления деятельности, аттестат аккредитации № САЛГАЗ АЛ.030 от 23.12.2020 в Системе аккредитации химико-аналитических лабораторий дочерних обществ и организаций ПАО «Газпром» (САЛГАЗ) по СТО Газпром 5.8-2020 [2], устанавливающим положения САЛГАЗ с учетом требований законодательства РФ в области аккредитации.

Беспристрастность, полнота и правильность проведения испытаний, точность результатов обеспечиваются описанной в Руководстве по качеству системой менеджмента качества испытательной лаборатории (ИЛ), действующей в соответствии с положениями ГОСТ ISO/IEC 17025-2019 [3].

В соответствии с возложенными задачами химико-аналитические лаборатории ООО «Газпром трансгаз Казань» (Общества) осуществляют:

— отбор проб и анализ газа горючего природного, поставляемого и транспортируемого по магистральным газопроводам с целью контроля требованиям СТО Газпром 089-2010 [4];

— отбор проб и анализ газов горючих природных промышленного и коммунально-бытового назначения на соответствие требованиям ГОСТ 5542-2014 [5];

— отбор проб и анализ газа природного топливного компримированного для двигателей внутреннего сгорания на соответствие требованиям ГОСТ 27577-2000 [6];

— оформление протоколов испытаний и паспортов качества газа.

Номенклатура объектов и видов испытаний с указанием характеристик представлена в табл. 1. Как видно из данных таблицы, природные газы, применяемые в качестве энергоносителей, должны соответствовать установленным параметрам качества, определение которых предусматривает использование целого комплекса физико-химических испытаний.

Постановка задачи. Отбор представительной пробы — наиболее ответственный этап аналитических исследований [7] компонентного состава и свойств газа. Обязательным условием является

представительность отбираемой для лабораторного анализа пробы газа, включая поддержание необходимого температурного режима и контроля давления заполнения.

Единые требования к организации точек отбора проб газа и процедурам отбора проб газа на объектах Общества установлены в стандарте организации [8], разработанном с учетом положений ГОСТ 31370-2008 [9]. Точки отбора проб газа размещают на технологических трубопроводах газораспределительных станций (ГРС), газорегуляторных пунктов (ГРП) Общества с избыточным давлением от 0,2 МПа до 3,6 МПа. Условия и места отбора проб [10, 11] устанавливаются в зависимости от химического состава газа и вида анализа.

Достоверность результатов испытаний газа за отчетный период зависит как от представительности отобранных проб газа, так и от периодичности отбора проб.

Достаточная и необходимая периодичность отбора проб определяется в соответствии с требованиями стандарта [9] и РМГ 76-2014 [12].

С целью совершенствования организации контроля показателей качества и физико-химических свойств природного газ в ИЛ разработана программа в приложении Microsoft Excel в форме методики расчета частоты отбора проб газа на объектах Общества, учитывающая данные об изменении состава и свойств газовых потоков за предшествующий отчетный год. Программа, состоящая из двух расчетных таблиц, прошла апробацию при формировании графика аналитического контроля и планировании объемов проводимых испытаний газа в ИЛ на следующий год.

Обсуждение экспериментов. Описание применения настоящей методики для расчетов частоты определения фактической калорийности (теплоты сгорания низшей) и плотности природного газа рассмотрим на примере определения периодичности отбора проб газа, поданного с ГРС-1 г. Казани (с магистральных газопроводов «Уренгой — Центр-1», «Уренгой — Ужгород») за 2020 год. За исследуемый период принимается месяц, так как

Данные для расчета требуемой частоты отбора проб ГПП по показателю —
низшая теплота сгорания при стандартных условиях, МДж/м³

Месяц 2020 г.	Низшая теплота сгорания, МДж/м ³					H_{cp}	СКО	$d_{abc} = U_n$	d_{omn}
	1 раз в 1-ю неделю	1 раз во 2-ю неделю	1 раз в 3-ю неделю	1 раз в 4-ю неделю	1 раз в 5-ю неделю				
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Январь	—	34,58	34,49	34,51	34,62	34,55	0,061	0,08	0,23
Февраль	34,6	34,63	34,62	34,62	—	34,62	0,006	0,08	0,24
Март	34,77	34,73	34,71	34,72	—	34,73	0,010	0,08	0,24
Апрель	34,73	34,65	34,68	34,66	—	34,68	0,015	0,08	0,24
Май	34,53	34,56	34,61	34,74	—	34,62	0,098 max	0,08	0,24
Июнь	34,64	34,57	34,49	34,49	—	34,55	0,046	0,08	0,23
Июль	34,50	34,42	34,57	34,55	34,56	34,52	0,062	0,08	0,23
Август	34,38	34,55	34,54	34,52	—	34,50	0,079	0,08	0,23
Сентябрь	34,49	34,41	34,57	34,46	—	34,48	0,067	0,08	0,23
Октябрь	34,44	34,42	34,39	34,44	34,44	34,43	0,021	0,08	0,22
Ноябрь	34,41	34,41	34,39	34,34	—	34,39	0,033	0,08	0,22
Декабрь	34,35	34,36	34,34	34,4	—	34,36	0,026	0,07	0,22

именно среднемесячные значения показателей качества газа оформляются в паспорт качества газа и передаются потребителям во исполнение требований договоров по транспортировке газа.

В табл. 2 представлены данные для расчета требуемой частоты отбора проб ГПП по показателю — низшая теплота сгорания при стандартных условиях за 2020 год. Указанный показатель учитывается при определении конечной цены за газ для потребителей [10].

В столбцы 2–6 (табл. 2) вводятся все измененные значения низшей теплоты сгорания газа по исследуемой точке отбора за предшествующий отчетный год. Показатель рассчитывается по ГОСТ 31369-2008 [13] с помощью программы «Хроматэк Природный газ», версия 2.0 (ЗАО СКБ «Хроматэк»), по определенному по ГОСТ 31371.7-2008 [14] компонентному составу природного газа при стандартных условиях измерений. В столбце 7 автоматически рассчитывается H_{cp} — среднеарифметическое значение теплоты сгорания природного газа по 4–5 определениям за месяц.

В столбце 8 по месячной выборке внесенных показателей автоматически оценивается стандартное отклонение.

Формула расчета (1) взята из п.7.5.3 [8].

$$s = \sqrt{\frac{\sum (x - \bar{x})^2}{(n - 1)}}, \quad (1)$$

где x — выборочное среднее значение; n — размер выборки.

Из всей выборки результатов для дальнейших расчетов выбирается максимальное значение среднего квадратического отклонения (СКО), $s = 0,098$ %.

В столбце 9 за установленный предел погрешности d_{abc} принимается значение расширенной абсолютной неопределенности U_n . Расширенная абсолютная неопределенность U_n для значений низшей теплоты сгорания природного газа (в диапазоне теплоты сгорания свыше 33,4 МДж/м³ до 52,5 МДж/м³ включительно) определяется по формуле в таблице М.2 [14].

$$d_{abc} = U_n = 0,0285 \cdot H_{cp} - 0,905, \quad (2)$$

где $H_{cp} = 34,62$ МДж/м³; $U_n = 0,8$ МДж/м³.

В столбце 10 вычисляется заданный предел погрешности d по формуле:

$$d_{omn} = (0,0285 \cdot H_{cp} - 0,905) / H_{cp} \cdot 100, \quad (3)$$

где $d_{omn} = d = 0,24$ %

По полученным результатам расчета, по максимальному значению СКО измеряемой величины определяется необходимое количество отбора проб газа в месяц для определения низшей теплоты сгорания на следующий 2021 год, которое должно быть равно 4.

Порядок установления достаточного количества отбора проб за определенный период времени с учетом данных об изменении состава и свойств газовых потоков, обеспечивающего получение достоверных результатов, определен в п.4.2 [9].

Таблица 3

Расчет требуемой частоты отбора проб природного газа

Заданное n	4	5	3	2
$t_{0,975}$	3,18	2,78	4,3	12,71
$n^{1/2}$	1,3	1,14	1,76	5,19
Расчетное n	1,7	1,3	3,1	26,9

Требуемое число проб n рассчитывается по формуле (4):

$$n^{\frac{1}{2}} = t \cdot \frac{s}{d}, \quad (4)$$

где t — коэффициент Стьюдента; s — стандартное отклонение; d — установленный предел погрешности.

Значение t — коэффициент Стьюдента — принимается согласно приложению Н, таблица Н.1 [9]. Значение t — коэффициент Стьюдента — зависит от принятой доверительной вероятности (при $t_{0,975}$) и «числа степеней свободы» v (при $v = n - 1$).

Результаты экспериментов. Для дальнейших расчетов используется формула (4), где предел погрешности d , число проб n и стандартное отклонение s учитываются за один месяц, значения которых принимаются из табл. 2 за май. Далее, применив формулу (4), методом итерации оценивается первоначальное значение t , на основе полученного результата вычисляется расчетное значение n , которое, в свою очередь, используется для сравнения с фактически установленной в ИЛ периодичностью.

В столбце 2 табл. 3 первоначальное заданное значение n устанавливается, исходя из необходимого количества отбора проб газа в месяц, равное 4.

Также определяется $t_{0,975} = 3,18$ для трех степеней свободы. Расчетной формулой (4) вычисляется $n^{1/2} = 1,3$, и где расчетное $n = 1,7$.

Результат 1: округленное расчетное $n=2$ не соответствует заданному $n = 4$.

Вывод 1: результат неудовлетворительный, требуется повторный расчет и оценка при $n = 5$.

Оценка методикой проводится автоматически до выполнения условия — расчетное n равняется заданному n .

Далее в столбце 4 табл. 3 выполняется оценка $t_{0,975} = 2,78$ для четырех степеней свободы для получения расчетного значения для заданного $n = 5$: $n^{1/2} = 1,14$, соответственно, расчетное $n = 1,3$.

Результат 2: округленное расчетное $n=1$ не соответствует заданному $n = 5$.

Вывод 2: результат неудовлетворительный, требуется повторный расчет и оценка при $n = 3$.

Выполняется повторное вычисление расчетного $n = 3$ при $t_{0,975} = 4,3$ для двух степеней свободы: $n^{1/2} = 1,76$, расчетное $n = 3,1$.

Результат 3: расчетное $n = 3$, округленное, соответствует заданному $n = 3$.

Вывод 3: результат удовлетворительный, для определения среднемесячного значения теплоты сгорания низшей ГПП достаточное количество отбора проб газа может быть равно 3.

Процедура расчета периодичности определения в месяц величины плотности при стандартных усло-

виях [15] — показателя, используемого при расчете расхода и объемов природного газа, аналогична. Было получено:

— необходимое количество отбора проб газа для определения плотности газа при стандартных условиях на следующий 2021 год, которое должно быть также равно 4;

— для определения среднемесячного значения плотности газа при стандартных условиях достаточное количество отбора проб газа может быть равно 1.

Выводы. На основании полученных результатов, а также учитывая, что оба показателя определяются аналогичным образом расчетным методом по компонентному составу газа, ИЛ делается вывод о достаточности проведения на ГРС-1 трех отборов проб в месяц для получения достоверной информации о показателях качества транспортируемого газа и оформления паспортов качества.

Поэтому при формировании объема аналитических исследований газа на 2021 год, Испытательной лабораторией принято решение проводить на ГРС-1 г. Казани отбор газа три раза в месяц (в январе и феврале) из-за меньшего количества рабочих дней, а в остальные месяцы сохранить определенную в предшествующем отчетном году еженедельную периодичность отбора образцов.

Таким образом, применение автоматизированных алгоритмов расчета в соответствии с представленным методом позволяет:

— установить единый подход по ежегодной актуализации или подтверждению установленной периодичности отбора проб, проведения измерений состава и свойств природного газа при формировании объема испытаний в ИЛ в соответствии с требованиями действующих нормативных документов;

— обеспечить правильность результатов расчета периодичности отбора проб газа за счет снижения вероятности ошибок, возникающих при выполнении расчетов ручным способом;

— обеспечить достоверность результатов испытаний газа за отчетный период за счет правильного определения периодичности отбора проб газа.

Представленный метод является одним из составляющих действующей системы менеджмента качества ИЛ Общества, который позволяет обеспечить достоверность результатов анализа на поставляемую в зоне ответственности Общества продукцию для потребителей субъектов Российской Федерации.

Библиографический список

1. Юсупова З. М., Сарваров Л. В., Донских Б. Д. [и др.]. Организация деятельности химико-аналитических (испытательных) лабораторий ПАО «Газпром» с учетом изменений требований законодательства. Компетентность лабораторий как залог безопасности и качества продукции // Газовая промышленность. 2019. № S2 (786). С 52–59.
2. СТО Газпром 5.8-2020. Положение о системе аккредитации химико-аналитических лабораторий дочерних обществ и организаций ПАО «Газпром». Введ. 2020–09–01.
3. ГОСТ ISO/IEC 17025-2019. Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий. Введ. 2019–09–01. Москва: Стандартинформ, 2020. 32 с.
4. СТО Газпром 089-2010. Газ горючий природный, поставляемый и транспортируемый по магистральным газопроводам. Технические условия. Введ. 2011–08–08.
5. ГОСТ 5542-2014. Газы горючие природные промышленного и коммунально-бытового назначения. Технические условия. Введ. 2008–07–01. Москва: Стандартинформ, 2019. 12 с.

6. ГОСТ 27577-2000. Газ природный топливный компримированный для двигателей внутреннего сгорания. Технические условия. Введ. 2002–01–01. Москва: Изд-во стандартов, 2001. 7 с.

7. Сопин В. Ф., Максимова Е. Е. Контроль и управление риска получения недостоверных результатов испытательной лаборатории // Вестник технологического университета. 2017. Т. 20, № 12. С. 104–106.

8. СТО ГТК 20-02.10.07-67-2015 (в ред. изм. № 1, № 2 от 26.12.2018 г.). Организация точек отбора проб природного газа и отбор проб природного газа на объектах ООО «Газпром трансгаз Казань». Введ. 2017–12–15.

9. ГОСТ 31370-2008. Газ природный. Руководство по отбору проб. Введ. 2010–01–01. Москва: Стандартинформ, 2009. 46 с.

10. Конопелько Л. А., Сарваров Л. В., Замахин С. В. [и др.]. Метрологическое обеспечение контроля качества углеводородного сырья и продуктов его переработки // Газовая промышленность. 2019. № S2 (786). С. 18–27.

11. Гаптрахаманов Р. Р., Хамидуллин О. М., Кантюков Р. Р. [и др.]. Об эксплуатации узлов расхода газа с ультразвуковым преобразователем расхода // Территория Нефтегаз. 2018. № 10. С. 60–64.

12. РМГ 76-2014. ГСИ. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа. Введ. 2016–01–01. Москва: Стандартинформ, 2015. 110 с.

13. ГОСТ 31369-2008. Газ природный. Вычисление теплоты сгорания, плотности, относительной плотности и числа Воббе на основе компонентного состава. Введ. 2010–01–01. Москва: Стандартинформ, 2009. 59 с.

14. ГОСТ 31371.7-2008. Газ природный. Определение состава методом газовой хроматографии с оценкой неопределенности. Часть 7. Методика выполнения измерений молярной доли компонентов. Введ. 2010–01–01. Москва: Стандартинформ, 2009. 27 с.

15. Козлов А. Д., Колобаев В. А. Обеспечение единства измерений расхода и количества природного газа на основе стандартных справочных данных // Вести газовой науки. 2019. № 1 (38). С. 156–162.

БАТТАЛОВ Андрей Фаимович, главный механик — начальник отдела ООО «Газпром трансгаз Казань»; соискатель по кафедре теоретической механики и сопротивления материалов Казанского национального исследовательского технологического университета (КНИТУ).
ORCID: 0000-0002-2890-666X

Адрес для переписки: abattalov954@gmail.com

САЕТОВА Розалия Тагировна, заместитель начальника отдела физико-химических исследований — ЦХАА, менеджер по качеству Испытательной лаборатории Инженерно-технического центра ООО «Газпром трансгаз Казань»; магистрант гр. 419-М3, КНИТУ.

ORCID: 0000-0001-6337-6492

Адрес для переписки: r-saetova@mail.ru

ДЕНИСОВА Яна Владимировна, кандидат экономических наук, доцент (Россия), доцент кафедры аналитической химии, сертификации и менеджмента качества, КНИТУ.

SPIN-код: 3706-5320

AuthorID (РИНЦ): 973897

ORCID: 0000-0003-1242-6909

Адрес для переписки: yana-denisova@inbox.ru

Для цитирования

Батталов А. Ф., Саетова Р. Т., Денисова Я. В. Совершенствование организационно-методических вопросов аналитического контроля качества природного газа в испытательной лаборатории // Омский научный вестник. 2021. № 4 (178). С. 29–33. DOI: 10.25206/1813-8225-2021-178-29-33.

Статья поступила в редакцию 11.06.2021 г.

© А. Ф. Батталов, Р. Т. Саетова, Я. В. Денисова