ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 72334— 2025

КОНДЕНСАТ ГАЗОВЫЙ НЕСТАБИЛЬНЫЙ

Определение фракционного состава методами атмосферной и вакуумной перегонки

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2025

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Обществом с ограниченной ответственностью «Научно-исследовательский институт природных газов и газовых технологий — Газпром ВНИИГАЗ» (ООО «Газпром ВНИИГАЗ»)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 052 «Природный и сжиженные газы»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 17 октября 2025 г. № 1236-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (*gost.e-ecolog.ru

© Оформление. ФГБУ «Институт стандартизации», 2025

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Термины, определения и сокращения 2
4 Метод определения 4
5 Точность измерений 6
6 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы 6
7 Обеспечение безопасности 9
8 Охрана окружающей среды 10
9 Квалификация персонала 10
10 Условия измерений 10
11 Подготовка к выполнению измерений 11
12 Отбор проб 11
13 Выполнение измерений 11
14 Обработка результатов измерений 16
15 Оформление результатов измерений 17
16 Контроль точности результатов измерений 17
Приложение А (справочное) Определение эффективности колонны фракционирования 19
Приложение Б (обязательное) Вычисление атмосферной эквивалентной температуры паров 22
Библиография 23

Введение

В связи с постоянно нарастающими в последние годы объемами добычи и переработки газового конденсата в Российской Федерации, приобретают все большую актуальность вопросы соответствия его качества установленным нормам. Организация оптимальных процессов планирования и управления при добыче, подготовке и переработке нестабильного газового конденсата возможна только при условии наличия достоверной, точной и достаточно детальной информации о его составе и физико-химических свойствах.

Важнейшей физико-химической характеристикой нестабильного конденсата является его фракционный состав и свойства отдельных фракций. Данные по фракционному составу жидкого углеводородного сырья используются для моделирования процессов переработки газового конденсата и нефти при проектировании и эксплуатации перерабатывающих производств, при выборе способов переработки сырья, разработке технологических схем, расчетах условий проведения технологических процессов, для блендирования (смешения) фракций при прогнозировании ассортимента продукции, составлении материальных балансов, для проведения гидродинамических и термодинамических расчетов при транспортировке конденсата и эксплуатации нефтегазовых месторождений и т. д.

Достоверное определение физико-химических характеристик нестабильного газового конденсата возможно только при условии получения представительных для проведения дальнейших исследований фракций конденсата газового нестабильного с использованием стандартизованной методики фракционирования.

Настоящий стандарт содержит методику фракционирования предварительно дегазированной в стандартных условиях пробы нестабильного газового конденсата, для получения необходимого для последующих исследований количества фракций дегазированного конденсата.

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

КОНДЕНСАТ ГАЗОВЫЙ НЕСТАБИЛЬНЫЙ

Определение фракционного состава методами атмосферной и вакуумной перегонки

Unstable gas condensate. Determination of the fractional composition by atmospheric and vacuum distillation methods

Дата введения — 2026—02—01

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт распространяется на конденсат газовый нестабильный (в том числе и с примесью нефти), дегазированный и стабильный газовый конденсат (в том числе и с примесью нефти), жидкие углеводородные фракции углеводородного сырья газоконденсатных и нефтегазоконденсатных месторождений, имеющих точку начала кипения не выше 400 °С.

1.2 Настоящий стандарт устанавливает методику подготовки и фракционирования конденсата газового нестабильного в соответствии с областью применения, устанавливает характеристики материалов и оборудования для проведения атмосферной и вакуумной перегонки.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 8.010—2013 Государственная система обеспечения единства измерений. Методики выполнения измерений. Основные положения

ГОСТ 12.1.005 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.007 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.044 (ИСО 4589:84) Система стандартов безопасности труда. Пожаровзрывоопасность веществ и материалов. Номенклатура показателей и методы их определения

ГОСТ 12.4.021 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования

ГОСТ 12.4.124 Система стандартов безопасности труда. Средства защиты от статического электричества. Общие технические требования

ГОСТ OIML R 76-1 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ 1770 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 2517 Нефть и нефтепродукты. Методы отбора проб

ГОСТ 5632 Нержавеющие стали и сплавы коррозионно-стойкие, жаростойкие и жаропрочные. Марки

ГОСТ 19433 Грузы опасные. Классификация и маркировка

ГОСТ 25336 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 28498 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний

Издание официальное

ГОСТ 31610.20-1 (ISO/IEC 80079-20-1:2017) Взрывоопасные среды. Часть 20-1. Характеристики веществ для классификации газа и пара. Методы испытаний и данные

ГОСТ Р 8.563-2009 Государственная система обеспечения единства измерений. Методики (методы) измерений

ГОСТ Р 8.906 Государственная система обеспечения единства измерений. Манометры показывающие. Эталонные средства измерений. Метрологические требования и методы испытаний

ГОСТ Р 53521-2009 Переработка природного газа. Термины и определения

ГОСТ Р 57037 Нефтепродукты. Определение плотности, относительной плотности и плотности в градусах API цифровым плотномером

ГОСТ Р 57851.2-2017 Смесь газоконденсатная. Часть 2. Конденсат газовый нестабильный. Определение компонентно-фракционного состава методом газовой хроматографии с предварительным разгазированием пробы

ГОСТ Р 58577 Правила установления нормативов допустимых выбросов загрязняющих веществ проектируемыми и действующими хозяйствующими субъектами и методы определения этих нормативов

ГОСТ Р 72083-2025 Конденсат газовый нестабильный. Руководство по отбору проб

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины, определения и сокращения

3.1 В настоящем стандарте применены термины по ГОСТ Р 53521, ГОСТ Р 57851.2, а также следующие термины с соответствующими определениями:

3.1.1 **адиабатичность:** Термодинамические условия проведения процесса ректификации, при которых отсутствуют потери или приток тепловой энергии через боковую поверхность колонны.

3.1.2 **атмосферная эквивалентная температура;** АЭТ: Температура паров, вычисляемая на основании измеренной температуры паров и давления, при котором производится фракционирование.

Примечание — Атмосферная эквивалентная температура обозначает температуру, которую имели бы пары, если бы фракционирование производилось при атмосферном давлении 101,325 кПа и при этом не происходило термическое разложение пробы. Вычисление АЭТ производится в соответствии с Приложением Б.

3.1.3 **газ дегазации;** ГД: Газообразная углеводородная смесь, состоящая из газообразных углеводородов C_1—н-C_4 с примесями жидких углеводородов, неуглеводородных компонентов, метанола, серосодержащих соединений, получаемая в процессе дегазации нестабильного газового конденсата.

[ГОСТ Р 57851.2-2017, пункт 3.5]

3.1.4 **дегазация (нестабильного газового конденсата)**: Выделение газообразных компонентов из нестабильного газового конденсата, осуществляемое за счет снижения давления в системе, повышения температуры или действия обоих факторов одновременно.

[ГОСТ Р 53521-2009, пункт 80]

3.1.5 **дегазированный конденсат;** ДК: Газовый конденсат, из которого удалена основная часть газообразных компонентов, получаемый в процессе дегазации нестабильного газового конденсата.

[ГОСТ Р 57851.2-2017, пункт 3.6]

3.1.6 **динамическая задержка колонны**: Количество вещества, находящееся в колонне во время фракционирования.

3.1.7 **дистиллят**: Жидкость, образующаяся в результате конденсации выходящих из колонны паров в конденсаторе паров.

3.1.8 **колонна фракционирования (колонна)**: Цилиндрический вертикальный аппарат, оснащенный внутренними тепло- и массообменными устройствами и вспомогательными узлами, предназначенный для разделения многокомпонентных жидких смесей на фракции в процессе ректификации.

3.1.9 **конденсатор паров**: Устройство для конденсации выходящих из колонны паров.

3.1.10 **кривая истинных температур кипения;** кривая ИТК: Зависимость атмосферной эквивалентной температуры от массового или объемного процентного выхода (доли) фракций.

3.1.11 **куб колонны фракционирования;** куб: Емкость для загрузки пробы, герметично соединяемая с колонной фракционирования.

3.1.12 **методика (метод) измерений:** Совокупность конкретно описанных операций, выполнение которых обеспечивает получение результатов измерений с установленными показателями точности.

[Федеральный закон [1], статья 2]

3.1.13 **насадка:** Элемент колонны фракционирования, в котором происходят тепло- и массообменные процессы между жидкостью и паром, обогащение паров легкими компонентами и жидкости тяжелыми.

3.1.14 **нестабильный газовый конденсат;** КГН: Конденсат, содержащий значительное содержание растворенных газообразных углеводородных компонентов, создающих абсолютное давление равновесной парогазовой фазы выше атмосферного при стандартной температуре.

3.1.15 **перепад давления:** Разница между давлением в кубе колонны и давлением в конденсаторе паров.

3.1.16 **представительная проба:** Проба, имеющая на момент исследований состав, а также физико-химические свойства, идентичные составу и свойствам отбираемого нестабильного газового конденсата.

[ГОСТ Р 72083-2025, пункт 3.1.11]

3.1.17 **продукт:** Часть дистиллята, выводимая из колонны в процессе фракционирования.

3.1.18 **пробоотборник:** Емкость, снабженная двумя или более запорными устройствами, используемая для отбора, транспортирования, хранения и подачи в аналитическое оборудование пробы нестабильного газового конденсата.

Примечание — На практике, как правило, применяют пробоотборники двух типов: однополостный двухвентильный пробоотборник (постоянного объема) и двухполостный пробоотборник с подвижным поршнем постоянного давления или переменного объема (поршневой пробоотборник)

[ГОСТ Р 72083-2025, пункт 3.1.14]

3.1.1 **ректификация**: Процесс разделения жидких смесей компонентов, различающихся температурами кипения, путём многократного частичного испарения жидкости и частичной конденсации паров, происходящих при противоточном массообмене между паром и жидкостью.

3.1.2 **стандартный образец**, СО: Образец вещества (материала) с установленными по результатам испытаний значениями одной и более величин, характеризующих состав или свойство этого вещества (материала).

[Федеральный закон [1], статья 2]

3.1.3 **статическая задержка колонны**: Количество жидкости, остающейся в колонне после окончания фракционирования.

3.1.4 **теоретическая тарелка;** ТТ: Гипотетическая часть насадки, на которой жидкость и покидающий эту часть насадки пар достигают термодинамического равновесия.

Примечание — Высота теоретической тарелки характеризует эффективность разделения смеси компонентов (чем она меньше, тем выше эффективность разделения).

3.1.5 **точка захлебывания**: Момент, когда поднимающиеся по колонне пары начинают активно препятствовать свободному стеканию по колонне потока флегмы и колонна резко заполняется жидкостью.

Примечание — Точка захлебывания количественно характеризуется перепадом давления или потоком флегмы (скоростью кипения) в точке захлебывания.

3.1.6 **флегма**: Часть дистиллята, возвращаемая в колонну для орошения и взаимодействия с поднимающимися по колонне парами.

3.1.7 **флегмовое число**: Отношение количества флегмы к количеству продукта.

3.1.8 **флегмоделитель**: Устройство для разделения потока дистиллята на флегму и продукт.

3.1.9 **фракционирование**: Процесс разделения пробы на фракции по температурам кипения методом периодической ректификации с отбором фракций в отдельные приемники.

3.1.10 **фракция**: Смесь индивидуальных веществ, выделяемая в процессе фракционирования в заданном диапазоне температур кипения.

3.2 В настоящем стандарте применены следующие сокращения:

БФ — бутановая фракция;

ГСО — государственный стандартный образец;

СИ — средство измерений;

ТП — термопара;

ТС — термометр сопротивления.

4 Метод определения

4.1 Сущность метода заключается в определении фракционного состава ДК, полученного из предварительно дегазированной в стандартных условиях пробы КГН, для получения необходимого для последующих исследований количества фракций ДК. Определение фракционного состава КГН проводится расчётным способом в соответствии с разделом 14.

Примечание — Допускается проведение фракционирования пробы ДК, полученной в результате сепарации в соответствии с ГОСТ Р 72083.

Фракционирование проб стабильного газового конденсата (в том числе и с примесью нефти), стабильных жидких углеводородных фракций углеводородного сырья газоконденсатных и нефтегазоконденсатных месторождений проводят без предварительной дегазации.

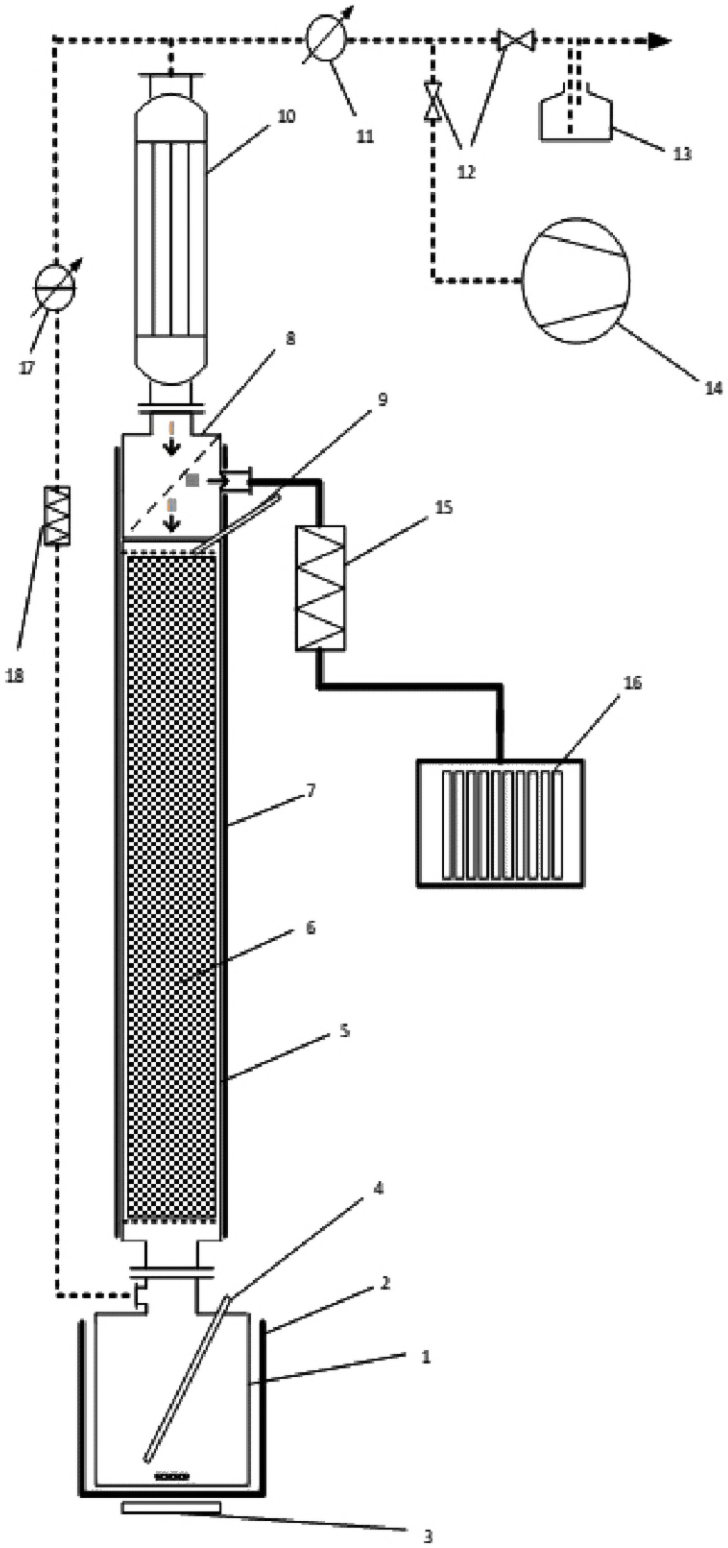
4.2 Процедура получения фракций заключается во фракционировании в ректификационной колонне методом периодической ректификации. Пробу загружают в куб 1 установки фракционирования (рисунок 1). Включают нагреватель куба 2 и нагреватель колонны фракционирования 7, перемешивающее устройство жидкости в кубе 3. Нагретые пары поднимаются по колонне 5 через слой насадки 6 и конденсируются в конденсаторе паров 10. Образующийся дистиллят I стекает во флегмоделитель 8, где разделяется на стекающую на орошение колонны флегму II и поступающий через охладитель 15 в коллектор фракций 16 поток продукта III. Для управления процессом фракционирования используют датчики, основными из которых являются датчик температуры жидкости в кубе 4, датчик температуры паров 9, датчик рабочего давления в колонне 11 и датчик перепада давления по колонне 17 с защитным охладителем 18.

Для сбора БФ используют охлаждаемые ловушки 13.

Фракционирование проводят как при атмосферном давлении, так и при пониженных давлениях (вакууме) с использованием вакуумной системы 14 и системы запорных вентилей 12. Фракции отбирают по показаниям датчика температуры паров 9.

В процессе фракционирования фиксируют показания температуры паров, давления фракционирования, перепада давления по колонне, время с начала фракционирования. В результате проведения испытаний получают массу каждой фракции и массу остатка в кубе, которые представляются в виде кривых ИТК, отображающих зависимость АЭТ отбора фракций от доли фракций (выхода фракций) в массовых или объемных процентах.

Примечание — В связи с тем, что проба может содержать воду, метанол и другие примеси технологических жидкостей, в получаемых фракциях возможно содержание указанных примесей.



1 — куб; 2 — нагреватель куба; 3 — перемешивающее устройство; 4 — датчик температуры жидкости в кубе; 5 — колонна фракционирования; 6 — насадка; 7 — нагреватель колонны фракционирования; 8 — флегмоделитель; 9 — датчик температуры паров; 10 — конденсатор паров; 11 — датчик давления в колонне; 12 — вентили; 13 — охлаждаемые ловушки для сбора БФ; 14 — вакуумная система; 15 — охладитель продукта; 16 — фракционный коллектор; 17 — датчик перепада давления по колонне; 18 — защитный охладитель датчика перепада давления;
I — поток дистиллята; II — поток флегмы; III — поток продукта

Рисунок 1 — Схема установки фракционирования

5 Точность измерений

Значения доверительных границ (при вероятности P=0,95) допускаемой абсолютной погрешности измерений массовой доли фракций в зависимости от давления фракционирования приведены в таблице 1.

Таблица 1 — Нормы точности измерений скорректированной массовой доли фракций, $x_{i\text{корр}}$, % (масс.)

Давление фракционирования, кПа (мм рт. ст.)	Доверительные границы допускаемой абсолютной погрешности ±Δ, (при P = 0,95)
Атмосферное давление	1,5
13,3 (100)	1,7
Не более 1,33 (10)	2,0
Примечания 1 Значения доверительных границ приведены в случае разделения на фракции с интервалом температур кипения не менее 10 °С. 2 Значения доверительных границ действительны для объема куба установки фракционирования от 2 до 10 дм^3.	

6 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы

6.1 Для определения фракционного состава применяют установку для фракционирования, включающую колонну фракционирования с кубом и флегмоделителем, конденсатор паров, вакуумную систему, устройство сбора продукта в приёмники фракций (фракционный коллектор) и блок управления, а также вспомогательное оборудование.

6.1.1 Колонна фракционирования должна быть изготовлена из коррозионностойкой стали по ГОСТ 5632 или термостойкого стекла. Внутренний диаметр колонны должен быть от 25 до 70 мм. Внутреннее пространство колонны должно быть заполнено нерегулярной насадкой таким образом, чтобы общая эффективность колонны составляла от 14 до 20 ТТ.

Примечание — Процедура определения эффективности колонны фракционирования приведена в Приложении А.

Основные характеристики насадки приведены в таблице 2.

Таблица 2 — Основные характеристики насадки колонны фракционирования в случае ректификации смеси н-гептан-метилциклогексан при потоке по колонне, составляющим 75 % от потока в точке захлебывания

Показатель	Значение		
Диаметр колонны, мм	25	50	70
Размер элемента насадки, мм	4	6	6
Динамическая задержка колонны, % от объема насадки	14—18		
Перепад давления, кПа/м слоя насадки	0,7—1,5		
Высота ТТ, мм	20—40	30—55	55—67

Колонна должна быть оборудована термоизоляцией и нагревателем для поддержания адиабатичности процесса фракционирования и возможность установления температуры внешней стенки колонны в процессе фракционирования на значения в диапазоне от 0 °С до 5 °С ниже температуры паров.

Конструкция колонны должна обеспечивать возможность установки датчика температуры паров в верхней части колонны.

Размеры колонны фракционирования (а также куба) определяют в соответствии с условиями процесса фракционирования в каждом конкретном случае (например, необходимый объем отбираемых фракций для последующих исследований).

6.1.2 Куб колонны фракционирования должен быть изготовлен из коррозионностойкой стали или термостойкого стекла.

Примечание — Из соображений безопасности не рекомендуется использовать для изготовления куба термостойкое стекло при объёме куба более 6 $дм^3$.

Объем куба должен быть не менее чем в два раза больше объема исследуемых проб. Куб должен иметь нагреватель и термоизоляцию для регулировки и поддержания температуры пробы, а также охладитель для эффективного охлаждения пробы в случае необходимости быстрой остановки процесса фракционирования. Конструкция куба должна обеспечивать возможность установки термодатчика для измерения температуры пробы. Измерительные элементы датчиков температуры нагревателей куба и колонны необходимо располагать на внешних поверхностях, соответственно, куба и колонны.

Куб должен быть оборудован перемешивающим устройством (мешалкой) для перемешивания пробы и иметь фланец для быстрого и герметичного соединения куба с колонной.

Соотношение размеров куба и колонны, а также конструкция нагревателя куба должны обеспечивать фракционирование в рабочем режиме.

6.1.3 Флегмоделитель, расположенный непосредственно над слоем насадки колонны, для разделения дистиллята на флегму и продукт.

Примечания

1 Для регулировки флегмового числа используют устройства периодического и непрерывного действия.

2 В устройствах периодического действия запорное устройство (кран, электромагнитный клапан) периодически в течении определенного времени направляет весь поток дистиллята на орошение колонны, затем также в течении определенного времени — на отбор продукта. Варьируя время открытия запорного устройства для каждого из потоков, можно регулировать флегмовое число. Например, если электромагнитный клапан в течение 10 с пропускает поток дистиллята на орошение потока в качестве флегмы и в течение 2 с — на отбор продукта, то флегмовое число равно 5.

3 В устройствах непрерывного действия потоки флегмы и продукта регулируют степенью открытия регулирующего устройства (например, игольчатого вентиля).

4 Установка флегмоотделителя для обеспечения разделения дистиллята на флегму и продукт в диапазоне потоков по колонне от 10 % до 90 % от $П_{макс}$, достигаемого в точке захлебывания, проводится производителем установки фракционирования.

6.1.4 Конденсатор паров должен иметь охлаждающую способность, достаточную для конденсации паров бутана и пентана и их изомеров при температуре циркулирующей в нем охлаждающей жидкости, равной минус 20 °С ± 2 °С.

Примечание — Охлаждение конденсатора паров обычно производят с помощью циркуляционного охладителя, который постоянно прокачивает охлаждающую жидкость через конденсатор паров.

6.1.5 Вакуумная система состоит из вакуумного насоса, охлаждаемой вакуумной ловушки, регулятора давления, датчиков давления и источника азота низкого давления.

Вакуумный насос должен иметь необходимую производительность, чтобы обеспечить понижение давления в установке с атмосферного давления до 0,266 кПа (2 мм рт. ст.) не более чем за 5 мин.

Вакуумная ловушка служит для защиты вакуумного насоса и датчика давления от низкокипящих компонентов пробы и должна иметь термоизоляцию и охлаждаемое до температуры минус (40 ± 2) °С пространство для конденсации низкокипящих компонентов.

Вакуумная ловушка должна иметь линию для слива сконденсировавшихся в ней углеводородов, оборудованную вакуумным запорным вентилем (краном).

Примечание — Для охлаждения вакуумной ловушки может быть использован сосуд Дьюара с изопропиловым спиртом. Для охлаждения изопропилового спирта может быть использован сухой лед, жидкий азот или погружные охладители. Вместо изопропилового спирта допускается использовать этиловый спирт, однако, следует учесть, что этиловый спирт лучше абсорбирует атмосферную влагу и быстрее обводняется.

6.1.6 Регулятор давления должен регулировать давление в установке в диапазоне от 0,266 до 13,3 кПа (от 2 до 100 мм рт. ст.) с дискретностью задания давления не более 0,013 кПа (0,1 мм рт. ст.). Предельное допускаемое отклонение от установленного значения должно быть не более значений, приведенных в таблице 3. В составе регулятора давления могут быть использованы устройства на основе игольчатых вентилей, электромагнитных клапанов, буферных емкостей и их комбинаций. Автоматические регуляторы для регулировки давления используют сигнал от СИ давления.

Азот низкого давления используют для регулирования давления в вакуумной системе, а также для быстрого повышения давления в установке (сброса вакуума).

Примечание — В некоторых конструкциях установок азот используют для охлаждения куба после завершения фракционирования.

6.1.7 Устройство сбора продукта (фракционный коллектор) должно позволять отбирать фракции в процессе фракционирования в отдельные приемники требуемого объема в соответствии с заданными температурами кипения фракций. Приемники для сбора легких фракций должны иметь термоизоляцию для снижения потерь вследствие испарения.

Примечание — Для отбора фракций при пониженном давлении (вакууме) могут быть использованы два вида фракционных коллекторов: с промежуточным сборником фракций (шлюзом) и без него. В первом случае фракцию продукта отбирают сначала в промежуточный сборник при давлении фракционирования, затем промежуточный сборник с помощью запорного вентиля отсоединяют от установки фракционирования и заполняют его инертным газом или воздухом до выравнивания в нем давления с внешним атмосферным давлением, после чего фракцию из промежуточного отборника сливают в приемник фракций, находящийся при атмосферном давлении. Во втором случае фракцию сливают в приемник фракций, находящийся при рабочем давлении в установке фракционирования.

6.1.8 Ловушки для сбора БФ необходимо охлаждать до температуры от минус 50 °С до минус 80 °С.

Примечание — Для охлаждения ловушки может быть использован сосуд Дьюара с изопропиловым спиртом. Для охлаждения изопропилового спирта может быть использован сухой лед, жидкий азот или погружные охладители. Вместо изопропилового спирта допускается использовать этиловый спирт, однако, следует учесть, что этиловый спирт лучше абсорбирует атмосферную влагу и быстрее обводняется.

Соединительные линии установки и вакуумной системы должны иметь достаточный внутренний диаметр, чтобы перепад давления в любой линии не превышал 0,013 кПа.

6.1.9 Блок управления используют для регистрации и обработки сигналов датчиков установки и управления работой исполнительных устройств (нагревателей, термостатов, электромагнитных вентилей, механических устройств и т. д.).

Примечание — В связи с необходимостью в процессе фракционирования регистрировать сигналы от множества датчиков и одновременно управлять работой большого количества исполнительных устройств рекомендуется использовать совместно с блоком управления программное обеспечение для автоматического управления работой установки фракционирования.

6.2 При определении фракционного состава применяют СИ по 6.2.1—6.2.5.

6.2.1 СИ (датчики) температуры паров, жидкости в кубе, а также нагревателей куба и колонны для измерения температуры в диапазоне от 0 °С до 400 °С с погрешностью не более 0,5 °С, временем отклика не более 175 секунд, дискретностью не более 0,1 °С. Измерительный элемент СИ температуры паров необходимо располагать над насадкой колонны вблизи флегмоделителя таким образом, чтобы исключить попадание на него дистиллята.

Примечания

1 СИ температуры могут быть изготовлены на основе платинового ТС или, в случае отсутствия такой возможности, на основе ТП.

2 Измерительный элемент СИ температуры паров необходимо располагать над насадкой колонны вблизи флегмоделителя таким образом, чтобы исключить попадание на него дистиллята.

3 Калибровка СИ температуры осуществляется производителем установки. Корректность показаний и позиционирование СИ температуры паров проверяют с периодичностью не реже одного раза в год, проводя ректификацию н-тетрадекана при атмосферном давлении. В установившимся режиме работы колонны СИ температуры паров должен показывать температуру (253,5 ± 2,0) °С. Перед проведением ректификации н-тетрадекана вытесняют из колонны воздух в течение не менее 5 минут потоком азота с целью исключения образования взрывоопасной смеси.

6.2.2 СИ давления (вакуумметры) для измерения общего давления в установке фракционирования и перепада давления по колонне. Точность измерений давления должна соответствовать значениям, приведенным в таблице 3.

Погрешность измерений давления должна соответствовать значениям, приведенным в таблице 3.

Таблица 3 — Нормы точности измерений и регулирования давления

Давление фракционирования, кПа (мм рт. ст.)	Допускаемые отклонения от установленного значения давления, %	Доверительные границы (при вероятности P = 0,95) допускаемой относительной погрешности измерений, %
Атмосферное давление	не регулируется	±1
13,333 (100,0)	±2	
Св. 0,533 (4,00) до 1,333 (10,00) включ.	±3	±2
От 0,266 (2,00) до 0,533 (4,00) включ.	±5	±3

Примечание — Рекомендуется использовать СИ давления диафрагменного типа при условии их калибровки по эталонным приборам по ГОСТ Р 8.906 или ртутным манометрам.

6.2.3 СИ времени, поверенные в установленном порядке.

6.2.4 Термометр должен соответствовать требованиям ГОСТ 28498.

6.2.5 Весы не хуже высокого (II) класса точности должны соответствовать требованиям ГОСТ OIML R 76-1.

6.3 При определении фракционного состава методами атмосферной и вакуумной перегонки применяют следующее вспомогательное оборудование, материалы и реактивы:

- азот технический с содержанием основного вещества не менее 99,6 % об.;
- изопропиловый спирт;
- толуол, ч.д.а.;
- воздух сжатый;
- н-Тетрадекан хч. с массовой долей основного вещества не менее 99 %;
- спирт этиловый;
- колбонагреватель или плита лабораторная;
- колба типа КГУ-2 должна соответствовать требованиям ГОСТ 25336;
- холодильник типа ХПТ должен соответствовать требованиям ГОСТ 25336;
- переход типа Н1 должен соответствовать требованиям ГОСТ 25336;
- стакан типа В или Н должен соответствовать требованиям ГОСТ 25336;
- ГСО фракционного состава нефти, например, (СО ФС-АРН-ПА) ГСО 11823-2021.

Примечание — Допускается использовать другие СО, СИ, оборудование, материалы и реактивы, соответствующие положения настоящего раздела, не уступающие по своим характеристикам СО, СИ, оборудованию, материалам и реактивам, перечисленным выше.

7 Обеспечение безопасности

7.1 КГН является жидким токсичным пожаровзрывоопасным газонасыщенным продуктом, находящимся под избыточным давлением.

7.2 Летучие компоненты КГН при концентрациях, снижающих содержание кислорода в воздухе рабочей зоны до 16,0 % об., вызывают удушье.

7.3 По токсикологической характеристике согласно ГОСТ 12.1.007 углеводороды, входящие в состав КГН, относят к веществам 4 класса опасности, сероводород и серосодержащие соединения — к веществам 2 и 3 классов опасности, метанол — к токсичным веществам 3 класса опасности. Компоненты КГН оказывают вредное воздействие на центральную нервную систему, вызывают раздражение кожного покрова, слизистых оболочек глаз и верхних дыхательных путей.

7.4 Предельно допустимые концентрации в воздухе рабочей зоны компонентов КГН установлены в ГОСТ 12.1.005 и СанПиН 1.2.3685-21 [2].

Максимальная разовая/среднесменная ПДК предельных алифатических углеводородов C_2—C_{10} (в пересчете на углерод) составляет 900/300 мг/м^3.

Максимальная разовая ПДК для метана составляет 7000 мг/м^3; для сероводорода в смеси с углеводородами C_1—C_5 — 3 мг/м^3; для метилмеркаптана — 0,8 мг/м^3; для этилмеркаптана — 1 мг/м^3.

Максимальная разовая/среднесменная ПДК метанола составляет 15/5 мг/м^3.

7.5 Концентрацию вредных веществ в воздухе рабочей зоны при работе с КГН определяют газоанализаторами, отвечающими ГОСТ 12.1.005.

7.6 Помещения, в которых проводят работы с КГН, должны быть обеспечены вентиляцией, в соответствии с ГОСТ 12.4.021.

7.7 Летучие компоненты КГН образуют с воздухом взрывоопасные смеси; нижний и верхний концентрационные пределы распространения пламени составляют, соответственно, 1,4 % и 9,5 % об. по ГОСТ 12.1.044. Температура самовоспламенения КГН — выше 300,0 °С, температура вспышки — ниже 0,0 °С. Температурный класс и группа/подгруппа оборудования для смеси паров КГН с воздухом — Т3 и IIA по ГОСТ 31610.20-1.

7.8 По характеристике воспламеняемости КГН относят в соответствии с ГОСТ 19433 к легковоспламеняющимся жидкостям 3-го класса.

7.9 Характеристики всех видов производственной опасности должны быть определены в технологической документации на получение, подготовку, транспортирование и переработку КГН, утвержденной в установленном порядке.

7.10 При использовании стеклянной установки для фракционирования необходимо использовать защитный экран или защитное ограждение из прозрачного органического стекла или из прозрачного материала эквивалентной прочности для защиты персонала от перегонной установки в случае возникновения аварийной ситуации.

7.11 Персонал, выполняющий различные производственные операции с КГН, должен быть снабжен специальной обувью и защитной спецодеждой для защиты от нефти и нефтепродуктов. Обувь и спецодежда должны быть выполнены в антиэлектростатическом исполнении с характеристиками не хуже, чем в ГОСТ 12.4.124.

7.12 Перед началом перегонки проба должна быть осушена до содержания воды не более 0,3 % масс. Перегонка обводнённых проб может привести к разрушению стеклянных элементов установки фракционирования, что представляет потенциальную опасность пожара.

7.13 В части соблюдения и обеспечения требований охраны труда, промышленной и пожарной безопасности необходимо руководствоваться соответствующими национальными и локальными нормативными правовыми актами. При необходимости расширения и конкретизации требований безопасности, указанных в настоящем разделе, в организации, применяющей настоящий стандарт, могут быть разработаны специальные требования или инструкции применительно к данному виду работ, не противоречащие требованиям соответствующих национальных и локальных нормативных правовых актов.

8 Охрана окружающей среды

8.1 Правила установления допустимых выбросов загрязняющих веществ, в том числе компонентов КГН, в атмосферу регламентируются ГОСТ Р 58577.

8.2 При определении фракционного состава, в соответствии с настоящим стандартом необходимо соблюдать положения национального законодательства, касающиеся вопросов охраны окружающей среды.

8.3 В части соблюдения и обеспечения исполнения требований охраны окружающей среды необходимо руководствоваться соответствующими национальными и локальными нормативными правовыми актами. При необходимости расширения и конкретизации требований охраны окружающей среды, указанных в настоящем разделе, в организации, применяющей настоящий стандарт, могут быть разработаны специальные требования или инструкции применительно к данному виду работ, не противоречащие требованиям соответствующих национальных и локальных нормативных правовых актов.

9 Квалификация персонала

Персонал, выполняющий определение фракционного состава методами атмосферной и вакуумной перегонки, должен изучить эксплуатационную документацию используемого оборудования и средств измерений, свойства применяемых химических веществ, а также положения настоящего стандарта.

10 Условия измерений

10.1 При выполнении измерений по настоящему стандарту соблюдают условия, установленные в эксплуатационной документации на применяемые СИ, испытательное и вспомогательное оборудование.

10.2 Условия выполнения измерений:
- температура окружающей среды от 18 до 25 °С;
- атмосферное давление от 84 до 105 кПа.

11 Подготовка к выполнению измерений

11.1 Подготовку установки фракционирования проводят в соответствии с руководством по эксплуатации.

11.2 Производят очистку установки фракционирования с помощью толуола.

Примечание — Допускается для очистки установки фракционирования использовать смесь толуола с этиловым спиртом в соотношении 1:1 по объему (спирто-толуольная смесь).

11.3 Проверяют установку фракционирования на герметичность и работоспособность основных ее узлов в соответствии с руководством по эксплуатации.

11.4 Взвешивают куб, ловушки для сбора БФ и приемники фракций установки для фракционирования с точностью 0,1 г.

12 Отбор проб

12.1 Пробы КГН отбирают в соответствии с ГОСТ Р 72083.

Примечание — Допускается проведение фракционирования ДК, полученного в результате сепарации в соответствии с ГОСТ Р 72083.

12.2 Отбор проб стабильного газового конденсата (в том числе и с примесью нефти), стабильных жидких углеводородных фракций углеводородного сырья газоконденсатных и нефтегазоконденсатных месторождений отбирают в соответствии с ГОСТ 2517.

12.3 Объём пробы КГН должен соответствовать объему ДК, необходимому для заполнения от половины до двух третей от объема куба установки для фракционирования.

Примечание — Допускается отбор проб из одной точки отбора в несколько пробоотборников соответствующего объёма за минимальный промежуток времени, для получения ДК необходимого для фракционирования объёма.

13 Выполнение измерений

13.1 Пробоотборник с отобранной пробой КГН взвешивают с точностью 0,1 г и дегазируют в соответствии с ГОСТ Р 57851.2. После завершения дегазации пробоотборник повторно взвешивают и определяют массу ГД $m_{ГД}$ г, по формуле

$$m_{ГД} = m_{ПКГН} - m_{ПД}, \quad (1)$$

где $m_{ПКГН}$ — масса пробоотборника с КГН до дегазации, г;

$m_{ПД}$ — масса пробоотборника после дегазации, г.

Примечание — В случае, если производится дегазация нескольких пробоотборников, масса ГД находится суммированием масс ГД каждого пробоотборника.

13.2 Оставшуюся в пробоотборнике пробу ДК переливают в подходящую емкость и перемешивают в течение 10 минут, после чего производят определение содержания воды $x_В$, % масс. Если содержание воды в пробе превышает 0,3 % масс., производят дегидратацию пробы до тех пор, пока содержание воды в пробе после дегидратации не упадет ниже этого значения. Дегидратацию допускается осуществлять любым методом, не использующим нагрев пробы (например, отстаиванием, перемешиванием пробы с небольшим количеством обезвоженного (плавленого) хлористого кальция, декантированием и т. д.) и не изменяющим ее компонентного/фракционного и/или фазового состава.

Примечание — В случае, если производилась дегазация нескольких пробоотборников, пробы ДК из всех пробоотборников переливают в соответствующую емкость и все дальнейшие операции начиная с п. 13.2 производят с данной смесью.

13.3 При необходимости определения фракционного состава в объемных процентах определяют плотность пробы при температуре 15 °С $\rho_{дк}$, г/см^3.

Примечание — Для определения плотности может быть использован метод, изложенный в ГОСТ Р 57037 или другой метод, изложенный в других нормативных документах, а также в инструкциях по эксплуатации СИ плотности.

13.4 Пробу в количестве от 1/2 до 2/3 от объема куба переливают в предварительно взвешенный с точностью 0,1 г куб установки фракционирования. Куб с пробой взвешивают с точностью 0,1 г и определяют массу пробы, взятой для фракционирования $m_{ДК}$, г, по формуле

$$m_{ДК} = m_{КДК} - m_{К}, \quad (2)$$

где $m_{КДК}$ — масса куба с дегидратированной пробой, г;

$m_{К}$ — масса пустого куба, г.

13.5 Пустой пробоотборник, в котором находилась проба КГН, промывают растворителем, сушат сжатым воздухом, взвешивают с точностью 0,1 г и определяют массу КГН $m_{КГН}$, г, по формуле

$$m_{КГН} = m_{ПКГН} - m_{ПР}, \quad (3)$$

где $m_{ПР}$ — масса пустого пробоотборника, г.

Примечания

1 В случае, если производится дегазация нескольких пробоотборников, масса $m_{КГН}$ находится суммированием масс КГН каждого пробоотборника.

2 В качестве растворителя для промывки пробоотборника используют толуол, гексан, а также лёгкие дистиллятные фракции с температурой конца кипения не выше 150 °С.

13.6 Куб с пробой герметично присоединяют к установке фракционирования, подсоединяют перемешивающее устройство, нагреватель куба, линию измерения перепада давления по колонне.

13.7 Дебутанизацию пробы при атмосферном давлении проводят по 13.7.1—13.7.6.

13.7.1 Запускают циркуляцию охлаждающей жидкости с температурой не выше минус 20 °С через конденсатор паров и охладитель продукта, подключают и охлаждают ловушки для сбора БФ до температуры от минус 50 до минус 80 °С.

13.7.2 Включают нагреватели куба и колонны, после нагрева жидкости в кубе выше 40 °С включают перемешивающее устройство. Регулируют мощность нагревателя куба таким образом, чтобы пары пробы достигли верхней части колонны за период от 20 до 50 мин, после чего регулируют нагрев таким образом, чтобы перепад давления по колонне был не менее 0,3 кПа.

Примечания.

1 В случае непрерывной регистрации температуры паров и перепада давления по колонне, резкий подъем кривой зависимости температуры паров от времени свидетельствует о достижении парами верха колонны, а по резкому повышению перепада давления можно отследить момент начала стекания флегмы и заполнения колонны жидкостью (начало орошения колонны). В случае использования стеклянной колонны эти процессы можно наблюдать визуально.

2 При использовании программного обеспечения для регистрации данных процесса фракционирования допускается использование встроенных в него СИ времени.

13.7.3 Оставляют колонну работать в безотборном режиме (без отбора продукта) до стабилизации температуры паров в течение 10—15 мин с момента начала орошения колонны. Записывают температуру паров как температуру начала кипения.

13.7.4 Выключают циркуляцию охлаждающей жидкости через конденсатор паров и, когда температура паров начнет расти и достигнет 15 °С, снова включают циркуляцию охлаждающей жидкости через конденсатор паров.

13.7.5 Если при включении циркуляции охлаждающей жидкости температура паров упадет ниже 15 °С, дают колонне поработать в безотборном режиме ещё 15 мин, после чего повторяют действия по 13.7.4. Если при включении циркуляции охлаждающей жидкости температура паров останется равной 15 °С или начнет повышаться, сбор БФ заканчивают и переходят к процессу фракционирования при атмосферном давлении.

Примечание — Выделившийся и несконденсированный в ловушках БФ газ не собирают и не учитывают при определении фракционного состава.

13.7.6 Охлаждаемую ловушку с отобранной БФ отсоединяют от установки и взвешивают с 0,1 г. При необходимости определения фракционного состава в объемных процентах после завершения отбора БФ проводят определение ее плотности при температуре 15 °С, г/см^3.

Примечание — Для определения плотности может быть использован расчётный метод, основанный на результатах хроматографического анализа БФ.

13.8 Фракционирование пробы при атмосферном давлении проводят по 13.8.1—13.8.7.

13.8.1 Устанавливают температуру охлаждающей жидкости в конденсаторе паров и охладителе дистиллята не выше минус 20 °С. Включают нагреватель колонны и устанавливают температуру нагревателя от 0 °С до 5 °С ниже температуры паров. Поддерживают данную разность температур в течение всего процесса фракционирования.

13.8.2 Регулируют мощность нагревателя куба таким образом, чтобы установить рабочий режим колонны. После установления рабочего режима колонны оставляют ее работать в безотборном режиме еще от 10 до 15 мин для стабилизации.

Примечание — Рабочий режим характеризуется значением перепада давления по колонне $\Delta p_{0,75}$, соответствующим потоку по колонне $П = 0,75 \cdot П_{макс}$, процедура определения которого приведена в приложении А. Изменение потока по колонне можно отследить по изменению перепада давления по колонне. Данные для установления требуемого потока по колонне могут быть получены из характеристик насадки в технической документации производителя насадки. При проведении фракционирования в адиабатических условиях поток по колонне примерно равен потоку отбора продукта, умноженному на увеличенное на единицу флегмовое число.

13.8.3 Начинают отбор продукта с флегмовым числом 5:1 в отдельные приемники фракций подходящего объема.

При использовании для регулировки флегмового числа устройств периодического действия общее время цикла должно находиться в пределах от 24 до 36 с.

Фракции с температурой паров ниже 65 °С отбирают в приемники фракций, охлажденные ниже 0 °С.

Примечание — Для охлаждения приемники фракций могут помещаться в термоизолированные емкости, заполненные охлаждающей жидкостью, например, водой со льдом. Допускается также использовать приемники, имеющие вакуумную рубашку, без дополнительного охлаждения.

После достижения температуры паров 65 °С в конденсаторе паров и охладителе продукта температуру охлаждающей жидкости повышают до комнатной температуры.

13.8.4 При достижении температуры паров верхней точки отбора каждой фракции регистрируют время, прошедшее с начала фракционирования, температуру паров, температуру жидкости в кубе и перепад давления по колонне.

Примечание — При использовании программного обеспечения для регистрации данных процесса фракционирования допускается использование встроенных в него средств хронометража.

13.8.5 В случае появления признаков захлебывания колонны снижают мощность нагрева куба, пока не восстановятся стабильные условия работы колонны и продолжают фракционирование. Если это произошло во время отбора фракции и часть фракции попала в фракционный коллектор, останавливают фракционирование, охлаждают установку, возвращают некорректно отобранную фракцию обратно в куб, запускают фракционирование в безотборном режиме в течение от 10 до 15 мин для стабилизации колонны и продолжают фракционирование.

Примечание — О захлебывании колонны можно судить по резкому повышению скорости отбора продукта или перепада давления по колонне. В случае, если колонна изготовлена из стекла, захлебывание можно наблюдать визуально по появлению жидкости в верхней части колонны над слоем насадки.

13.8.6 Продолжают фракционирование до достижения максимальной заданной температуры паров. Фактическая температура паров не должна превышать 210 °С, а температура жидкости в кубе — 310 °С.

Примечание — В случае наличия в пробе чувствительных к температуре компонентов (например, некоторых сернистых соединений) для предотвращения разложения компонентов пробы рекомендуется завершать фракционирование при более низкой температуре жидкости в кубе и дальнейшее фракционирование производить при давлении ниже атмосферного (при вакууме). Для стеклянных установок признаком начала разложения компонентов пробы является появление тумана, сначала в кубе, а затем и во флегмоделителе.

13.8.7 Выключают все нагреватели (куба, колонны, вспомогательные нагреватели) и устройство регулировки флегмового числа и охлаждают жидкость в кубе до 80 °С.

Примечания

1 Температура, до которой охлаждают жидкость в кубе, должна позволить начать следующий этап фракционирования при более низком давлении без начала кипения жидкости в кубе и возможного достижения колонной точки захлебывания при понижении давления до рабочего давления, при котором производится следующий этап фракционирования. Эту температуру можно примерно оценить, вычтя из последней зарегистрированной в процессе фракционирования температуры жидкости в кубе разность температуры жидкости в кубе и температуры паров во время проведения фракционирования при атмосферном давлении. На практике обычно достаточно охладить жидкость в кубе до температуры от 80 до 100 °С.

2 Для ускорения охлаждения жидкости в кубе можно использовать газообразный азот или подачу охлаждающей жидкости (воды) в погруженный в жидкость в кубе змеевик.

13.9 Фракционирование пробы при давлении 13,3 кПа (100 мм рт. ст.) проводят по 13.9.1—13.9.10.

13.9.1 Для получения фракций с более высокой температурой кипения или определения фракционного состава пробы с началом кипения выше 310 °С фракционирование пробы проводят при пониженных давлениях, чтобы избежать разложения пробы вследствие температурной деструкции.

13.9.2 Устанавливают температуру охлаждающей жидкости в конденсаторе паров и охладителе дистиллята, равную 20 °С.

Примечание — Температуру охлаждающей жидкости при необходимости корректируют таким образом, чтобы исключить выпадение парафинов в конденсаторе паров, охладителе дистиллята, приемниках и соединительных линиях установки фракционирования.

13.9.3 Включают вакуумную систему и устанавливают давление в установке фракционирования, равное 13,3 кПа (100 мм рт. ст.). Если при этом происходит вскипание жидкости в кубе, сопровождающееся резким увеличением перепада давления по колонне, то повышают давление в установке, охлаждают жидкость в кубе, после чего снова устанавливают давление 13,3 кПа (100 мм рт. ст.), контролируя отсутствие вскипания жидкости в кубе.

13.9.4 Включают нагрев куба и в безотборном режиме ждут, пока не появится поток флегмы по колонне. После этого ждут примерно 15 мин для прогрева колонны до рабочей температуры, после чего выключают нагрев куба и подают в колонну азот для быстрого повышения давления и сброса статической задержки колонны в куб.

Примечание — Появление потока флегмы по колонне предваряется резким ростом температуры паров и последующим быстрым повышением перепада давления по колонне.

13.9.5 Включают нагреватель колонны и устанавливают температуру обогревателя от 0 °С до 5 °С ниже температуры паров. Поддерживают данную разность температур в течение всего процесса фракционирования.

13.9.6 Начинают фракционирование в соответствии с 13.8.2.

13.9.7 При проведении фракционирования следят за равномерностью стекания дистиллята и продукта. Если наблюдается кристаллизация парафинов, увеличивают температуру охлаждающей жидкости.

Примечание — Для предотвращения образования парафинов в конденсаторе паров, охладителе продукта и соединительных линиях допускается использовать внешние ленточные или инфракрасные нагреватели закрытого типа.

13.9.8 При достижении температурой паров верхней точки отбора каждой фракции регистрируют время, прошедшее с начала фракционирования, температуру паров, температуру жидкости в кубе, рабочее давление в колонне, АЭТ, вычисленное в соответствии с Приложением Б, и перепад давления по колонне.

13.9.9 Продолжают фракционирование до достижения максимальной заданной температуры паров или до появления признаков начала разложения пробы в кубе. В любом случае фактическая температура паров не должна превышать 210 °С, а температура жидкости в кубе 310 °С.

13.9.10 Выключают все нагреватели (куба, колонны, вспомогательные нагреватели) и устройство регулировки флегмового числа и охлаждают жидкость в кубе до 80 °С.

13.10 Фракционирование пробы при давлениях ниже 13,3 кПа (100 мм рт. ст.) проводят по 13.10.1—13.10.9.

13.10.1 Если заданная конечная точка АЭТ не достигнута, продолжают фракционирования при более низких давлениях в интервале от 13,3 кПа (100 мм рт. ст.) до 0,266 кПа (2 мм рт. ст.).

13.10.2 Допускается использовать только одно значение давления фракционирования между 13,3 кПа (100 мм рт. ст.) и 0,266 кПа (2 мм рт. ст.).

Примечания

1 На практике обычно производят фракционирование при давлениях 1,33 кПа (10 мм рт. ст.) и/или 0,266 кПа (2 мм рт. ст.).

2 В случае необходимости достижения максимальной АЭТ 400 °С фракционирование производят при минимальном возможном давлении.

13.10.3 Устанавливают требуемое давление в установке фракционирования. Если при этом наблюдается вскипание жидкости в кубе, повышают давление в установке, охлаждают жидкость в кубе, после чего снова устанавливают требуемое значение давления, контролируя отсутствие кипения жидкости в кубе.

13.10.4 Производят фракционирование при пониженном давлении в порядке, начиная с 13.8.2.

Примечание — Вследствие существенного уменьшения потока флегмы и, соответственно, скорости отбора продукта при пониженных давлениях допускается проводить фракционирование при флегмовом числе 2:1.

13.10.5 При проведении фракционирования следят за равномерностью стекания дистиллята и продукта. Если наблюдается кристаллизация парафинов, увеличивают температуру охлаждающей жидкости.

Примечание — Для предотвращения образования парафинов в конденсаторе паров, охладителе продукта и соединительных линиях допускается использовать внешние ленточные или инфракрасные нагреватели закрытого типа.

13.10.6 После достижения заданной максимальной требуемой температуры паров (АЭТ) или предельной температуры кипения жидкости в кубе выключают устройство регулировки флегмового числа, выключают нагреватели и позволяют установке охлаждаться под вакуумом, пока температура жидкости в кубе не понизится ниже 230 °С, после чего выключают вакуумный насос и заполняют установку азотом или другим инертным газом до атмосферного давления.

Примечание — Не допускается использовать вместо азота воздух с целью исключения опасности взрыва вследствие того, что температура установки в конце фракционирования все еще является достаточно высокой.

13.10.7 Останавливают циркуляцию охлаждающей жидкости в конденсаторе паров и вспомогательном оборудовании и после охлаждения установки до комнатной температуры отсоединяют куб от установки фракционирования.

13.10.8 Определяют статическую задержку колонны, производя фракционирование небольшого количества толуола (8-10 % от объема пробы), загруженного в отдельный чистый высушенный куб, совмещая это с промывкой колонны, конденсатора паров и фракционного коллектора от остатков фракций. Толуол из фракционного коллектора и куба сливают в чистую взвешенную с точностью 0,1 г колбу для выпаривания, после чего отгоняют с прямым холодильником при температуре (110 ± 5) °С и по разности веса колбы с остатком после выпаривания и чистой колбы определяют статическую задержку колонны $m_{СЗ}$, г, по формуле

$$m_{СЗ} = m_{ОСТ} - m_{E}, \quad (4)$$

где $m_{ОСТ}$ — масса колбы с остатком после выпаривания, г;

m_{E} — масса чистой колбы, г.

Статическую задержку колонны рассматривают как отдельную фракцию или смешивают с остатком в кубе.

Примечания

1 Допускается определять статическую задержку колонны по характеристикам насадки, предоставленным производителем.

2 Плотность фракции статической задержки колонны определяют линейным экстраполированием значений плотности двух предыдущих фракций.

13.10.9 Взвешивают отобранные фракции и куб с остатком с точностью 0,1 г. Массу остатка определяют, как разность между массой куба с остатком и массой пустого куба.

При необходимости определения фракционного состава в объемных процентах определяют плотность фракций при 15 °С ρ_i, г/см^3.

Примечание — Для определения плотности может быть использован ГОСТ Р 57037 или другой метод, изложенный в нормативных документах, а также в инструкциях по эксплуатации СИ плотности.

14 Обработка результатов измерений

14.1 Массовый выход (массовая доля) фракций пробы x_i, % (масс.), вычисляют по формуле

$$x_i = 100*m_i / m_{ДК}, \quad (5)$$

где m_i — масса *i*-ой фракции, г;

$m_{ДК}$ — масса загруженной в куб установки фракционирования пробы, после дегидратации, г.

Примечание — При вычислении массового выхода (массовой доли) фракций пробы к фракциям также относят остаток в кубе, БФ и статическую задержку колонны.

14.2 Потери процесса фракционирования $x_п$, %, вычисляют по формуле

$$x_п = 100 - \Sigma x_i, \quad (6)$$

где Σx_i — суммарный массовый выход (массовая доля) всех фракций, %.

Примечание — При вычислении потерь к фракциям также относят остаток в кубе, БФ и статическую задержку колонны.

В случае, если величина потерь $x_п$ составляет более 0,4 % масс., результаты фракционирования считают неверными и анализ повторяют с новой пробой КГН.

Если величина потерь $x_п$ составляет менее 0,4 %, то их распределяют для получения скорректированного массового выхода фракций $x_{iкорр}$ следующим образом: две трети величины потерь прибавляют к массовому выходу БФ и одну треть прибавляют к фракции, следующей за БФ.

В случае отсутствия БФ потери распределяют равными долями по всем фракциям.

14.3 При необходимости массовый выход (массовую долю) фракций в КГН $x_{iКГН}$, %, определяют по формуле

$$x_{iКГН} = x_{i\ корр}*((m_{КГН}*(1 - 0{,}01*x_{ВКГН}) - m_{ГД})/(m_{КГН}*(1 - 0{,}01*x_{ВКГН}))), \quad (7)$$

где $x_{ВКГН}$ — массовая доля воды в КГН, %

Массовую долю воды в КГН % (масс.) вычисляют по формуле:

$$x_{ВКГН} = x_В*((m_{КГН} - m_{ГД})/m_{КГН}), \quad (8)$$

где $x_{ВКГН}$ — массовая доля воды в КГН, %

Примечание — При необходимости приведения состава КГН к 100 % допускается проводить нормализацию состава КГН с учётом массовой доли воды, содержащейся в КГН.

14.4 При необходимости представления фракционного состава пробы в объемных процентах, объем пробы при 15 °С $V_{ДК}$, см^3, вычисляют по формуле

$$V_{ДК} = m_{ДК}/\rho_{ДК}, \quad (9)$$

где $m_{ДК}$ — масса пробы, г;

$\rho_{ДК}$ — плотность пробы при 15 °С, г/см^3.

14.5 Скорректированный объем каждой фракции при 15 °С V_i, см^3, вычисляют по формуле

$$V_i = 0{,}01*m_{ДК}*x_{iкорр\ i}/\rho_i, \quad (10)$$

где $x_{iкорр\ i}$ — скорректированный массовый выход фракции, г;

ρ_i — плотность *i*-ой фракции при 15 °С;

14.6 Скорректированный объемный выход каждой фракции v_i, %, вычисляют по формуле

$$v_i = 100*V_i / V_{ДК}, \quad (11)$$

где V_i — объем *i*-ой фракции, см^3;

$V_{ДК}$ — объем пробы, см^3.

Результаты вычислений округляют до 0,1 % (масс.) или 0,1 % (об.) при необходимости вычисления объемного выхода.

14.7 За результат испытаний принимают среднеарифметическое значение $\overline{X}_{i\,\text{ікорр}}$, % масс., двух параллельных определений, удовлетворяющих условию приемлемости по 16.1.

При наличии трех (или более) параллельных (единичных) измерений и отсутствии причин, приводящих к неприемлемым значениям результатов измерений, за результат измерений допускается принимать их медианное значение.

Примечание — Допускается за результат испытаний принимать результаты единичного определения фракционного состава.

15 Оформление результатов измерений

В отчет о проведении испытания включают:

- массу пробы КГН, г;
- массу ГД, г;
- массу ДК до дегидратации, г;
- массу пробы, взятой для фракционирования, г;
- массовую долю воды в ДК до дегидратации, % масс.;
- массовую долю воды в пробе, взятой для фракционирования, % масс.;
- плотность пробы, взятой для фракционирования при 15 °С, г/см^3, при необходимости;
- плотности фракций пробы при 15 °С, г/см^3, при необходимости;
- массовую (при необходимости объемную) долю (выход) каждой фракции пробы, %;
- массовую долю потерь, %;
- скорректированную (с учетом потерь) массовую (при необходимости объемную) долю (выход) каждой фракции пробы, %;
- скорректированную массовую (при необходимости объемную) долю (выход) каждой фракции пробы с накопленным итогом, %;
- массовую долю каждой фракции в пробе КГН, % масс, при необходимости;
- массовую долю воды, в пробе КГН, % масс, при необходимости;
- кривые ИТК (зависимость АЭТ, °С, от скорректированной массовой (при необходимости объемной) доли (выхода) каждой фракции накопленным итогом.

16 Контроль точности результатов измерений

16.1 Результаты двух параллельных единичных измерений считают приемлемыми, если выполняется неравенство

$$\left|x_{i1} - x_{i2}\right| \le f_{0,95}^{(2)} \cdot \sigma_r, \tag{12}$$

где σ_r — допускаемое стандартное отклонение повторяемости результатов измерений, приведенное в таблице 4, %;

$f_{0,95}^{(2)}$ — значение коэффициента критического диапазона для двух результатов измерений, принимаемое равным 2,8.

При однократном нарушении неравенства (12) и наличии достаточного количества пробы выполняют дополнительное (третье) параллельное измерение. При отсутствии достаточного количества пробы для дополнительного измерения пробу заменяют и заново выполняют параллельные измерения для другой (повторной) пробы. Результаты двух последних единичных измерений контролируют по формуле (12). При повторном нарушении неравенства (12) проводят мероприятия по выяснению и устранению причин, приводящих к неприемлемым результатам измерений. При наличии одного дополнительно выполненного (единичного) измерения и отсутствии причин, многократно приводящих к неприемлемым значениям результатов измерений, за результат измерений принимают медиану трех выполненных единичных (параллельных) измерений.

При выявлении причин нарушений или многократных нарушениях неравенства (12) результаты измерений считают недействительными измерения прекращают до устранения причин неприемлемых результатов измерений.

16.2 Контроль точности результатов измерений при реализации методики в лаборатории проводят с использованием СО фракционного состава нефти, например, (СО ФС-АРН-ПА) ГСО 11823 или

аналогичный по характеристикам не хуже указанного СО. Результаты измерений сравнивают с паспортными значениями: абсолютное расхождение массовой доли *i*-ой фракции должно удовлетворять неравенству

$$\left|\overline{X}_i - X_{i\,\text{со}}\right| \le \sqrt{\Delta^2 + \Delta_{i\text{со}}^2}, \qquad (13)$$

где $\overline{X}_i$ — результат измерений массовой доли *i*-ой фракции в СО по методике;

$X_{i_{\text{со}}}$ — значение массовой доли *i*-ой фракции, приведенное в паспорте на СО;

Δ — значение доверительной границы допускаемой абсолютной погрешности (при P = 0,95), приведенное в таблице 1 для соответствующего давления фракционирования;

$\Delta_{i\text{со}}$ — значение доверительной границы погрешности (при P = 0,95) или расширенной неопределенности (при коэффициенте охвата 2), приведенное в паспорте на СО.

16.3 Периодический контроль точности результатов измерений проводят в соответствии с планом внутреннего лабораторного контроля.

16.4 При неудовлетворительных результатах контроля выясняют и, по возможности, устраняют причины отклонений, в том числе проводят проверку эффективности колонны, как это приведено в приложении А, проверяют корректность показаний датчиков температуры паров и давления. По завершении выявления и устранения причины отклонений процедуру контроля повторяют.

16.5 Допускаемые значения стандартного отклонения повторяемости приведены в таблице 4.

Таблица 4 — Допускаемые значения стандартного отклонения повторяемости результатов измерений, % масс.

Давление фракционирования, кПа (мм рт. ст.)	Стандартное отклонение повторяемости результатов измерений σ_r, % масс.
Атмосферное давление	0,35
13,3 (100)	0,45
1,33 (10) и ниже	0,50

Приложение А
(справочное)

Определение эффективности колонны фракционирования

А.1 Общие положения

Определение эффективности (числа ТТ) проводят с использованием смеси н-гептан — метилциклогексан в режиме работы колонны при атмосферном давлении без отбора фракций. После достижения колонной равновесия определяют концентрацию гептана в кубе и головной части колонны и по уравнению Фенске вычисляют число ТТ. Определенное таким способом число ТТ должно составлять от 14 до 20.

Данную процедуру проводят для верификации эффективности колонны фракционирования и для нового оборудования, а также для проверки и подтверждения достаточной эффективности рабочей колонны.

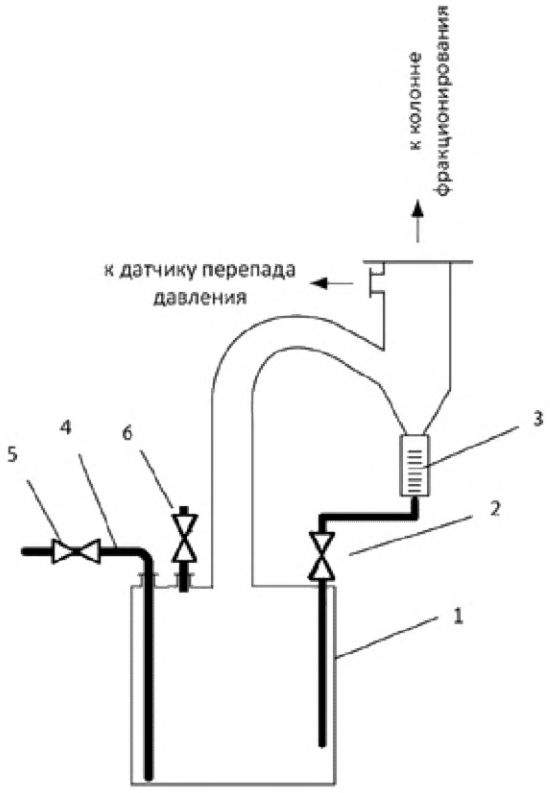
Примечание — Эффективность колонны может снижаться вследствие различных деструктивных процессов, происходящих с насадкой (окисление, закоксовывание, механические повреждения и т. д.)

В случае, если эффективность колонны оказалась ниже 14 ТТ, насадку в колонне заменяют.

А.2 Используемое оборудование и реактивы

А.2.1 Для определения эффективности колонны используют специальный куб (рисунок А.1), который имеет байпасный отвод с градуированной емкостью 3 объемом 10 см^3 и ценой деления 0,2 см^3 для измерения потока флегмы в нижней части колонны и капиллярную линию 4 с краном 5 для отбора смеси из куба.

Примечание — Поток флегмы в нижней части колонны определяют делением объема калиброванной емкости на время ее заполнения смесью при открытии крана калиброванной емкости. После определения потока смесь из калиброванной емкости сливается обратно в колонну. В случае отсутствия устройства для измерения потока флегмы в нижней части колонны допускается измерять поток флегмы в верхней части колонны, перепуская весь поток дистиллята из флегмоделителя в калиброванную емкость.



1 — куб; 2 — кран, перекрывающий поток из градуированной емкости; 3 — градуированная емкость; 4 — капиллярная линия для отбора пробы из куба; 5 — кран, 6 — кран для сброса избыточного давления в кубе

Рисунок А.1 — Схематическое изображение специального куба для определения эффективности колонны фракционирования

А.2.2 Для определения эффективности колонны используют следующие реактивы, СИ и оборудование:

- гептан нормальный хч;
- метилциклогексан хч с содержанием основного вещества не менее 98 % и показателем преломления 1,421—1,423 при 20 °С;.
- СИ времени в диапазоне от 1 до 200 секунд, не ниже 2 класса точности;
- цилиндры мерные 1-го класса точности по ГОСТ 1770.

А.3 Определение эффективности колонны фракционирования

А.3.1 Определение содержания н-гептана в смеси проводят на основании значений показателя преломления смеси по предварительно построенной градуировочной зависимости. Для этого готовят градуировочные смеси н-гептана в метилциклогексане с молярной долей н-гептана 0, 0,2, 0,4, 0,6, 0,8 и 1,0 в соответствии с таблицей А.1 и измеряют их показатель преломления при 20 °С, после чего строят градуировочную кривую зависимости показателя преломления смеси от молярной доли гептана в смеси н-гептан/метилциклогексан.

Таблица А.1 — Составы градуировочных смесей

Показатель	Значение					
Молярная доля н-гептана в смеси метилциклогексане, % мол.	0,0	0,2	0,4	0,6	0,8	1,0
Навеска н-гептана, г	0,0	25,0	67,0	75,0	80,0	100,0
Навеска метилциклогексана, г	100,0	100,0	100,0	50,0	20,0	0,0

Примечание — Вместо определения показателя преломления допускается определять содержание н-гептана в смеси посредством измерения плотности смеси при 20 °С с предварительным построением аналогичной градуировочной кривой зависимости плотности от молярной доли гептана в смеси.

А.3.2 Промывают колонну, проводя ректификацию небольшого (8-10 % от объема пробы) количества гептана при атмосферном давлении, после чего колонну сушат на воздухе.

А.3.3 Готовят смесь н-гептан/метилциклогексан в соотношении 50/50 по объему.

А.3.4 В специальный куб наливают приготовленную смесь в количестве не менее минимально допустимого для данной колонны, но не более чем 2/3 от объема специального куба и присоединяют куб к колонне.

А.3.5 Присоединяют к специальному кубу линию измерения перепада давления по колонне, включают перемешивающее устройство куба и циркуляцию теплоносителя комнатной температуры через конденсатор паров.

А.3.6 Включают нагреватель куба и доводят колонну до точки захлебывания, при которой происходит полное заполнение насадки колонны флегмой.

Примечание — Достижение точки захлебывания фиксируют по резкому увеличению перепада давления по колонне Δp. В случае использования стеклянной колонны при этом можно наблюдать появление жидкости в верхней части колонны над слоем насадки и в нижней части конденсатора паров.

А.3.7 Уменьшают мощность нагревателя куба до прекращения захлебывания колонны, затем плавно увеличивают мощность нагревателя куба, чтобы достичь состояния колонны чуть ниже точки захлебывания. Записывают перепад давления $\Delta p_{макс}$ по колонне и измеряют и записывают поток по колонне $П_{макс}$.

Примечание — Для определения потока по колонне закрывают трехходовой кран 2 и измеряют время заполнения жидкостью градуированной емкости 3. Поток по колонне вычисляют делением собранной в емкости жидкости на время ее заполнения.

А.3.8 Настраивают мощность нагревателя куба таким образом, чтобы поток флегмы в нижней части колонны П составлял примерно 200 $см^3/ч$ в пересчете на 1 $см^2$ площади поперечного сечения колонны и дают колонне работать при таких условиях в течение одного часа, после чего измеряют и записывают перепад давления и поток флегмы в нижней части колонны.

А.3.9 Быстро отбирают достаточное для проведения измерения показателя преломления количество жидкости из куба и из верхней части колонны (из флегмоделителя) и измеряют значения их показателей преломления.

А.3.10 Повторяют данную процедуру с интервалом в 30 мин до тех пор, пока значения показателя преломления не стабилизируются.

А.3.11 По градуировочной зависимости определяют молярную долю н-гептана в смеси в кубе и в верхней части колонны и по уравнению Фенске вычисляют число ТТ N по формуле

$$N = \frac{log\frac{X_в}{1-X_в} - log\frac{X_к}{1-X_к}}{log\alpha} - 1, \quad (А.1)$$

где $X_к$ — молярная доля н-гептана в смеси в кубе;

$X_в$ — молярная доля н-гептана в смеси в верхней части колонны;

α — относительная летучесть н-гептана по отношению к метилциклогексану, α = 1,075.

А.3.12 Повторяют операции по А.3.8—А.3.11 для различных значений потока флегмы в нижней части колонны П в диапазоне от минимального (200 $см^3$/ч в пересчете на 1 $см^2$ площади поперечного сечения колонны) до максимального, составляющего 0,9*$П_{макс}$. Должно быть получено не менее четырех значений потока флегмы в нижней части колонны, равномерно распределенных в диапазоне от минимального до максимального. Регистрируют значения перепада давления по колонне Δр для каждого значения потока флегмы П.

А.3.13 Строят график зависимости *N* от потока флегмы в нижней части колонны П. Проводят на графике вертикальную линию при П = 0,75·$П_{макс}$ и по пересечению с кривой определяют значение эффективности колонны фракционирования $N_{0,75.}$

А.3.14 Для определения рабочего режима строят зависимость перепада давления по колонне Δр от потока флегмы П. Проводят на графике вертикальную линию при П = 0,75·$П_{макс}$ и по пересечению с кривой определяют значение перепада давления по колонне $\Delta p_{0,75}$, соответствующее рабочему режиму.

Приложение Б
(обязательное)

Вычисление атмосферной эквивалентной температуры паров

Б.1 Общие положения

Отбор фракций в процессе фракционирования осуществляют по температурам АЭТ. Настоящее приложение описывает процедуру вычисления АЭТ по значениям измеренной температуры паров и давления в колонне.

Примечание — Процедура вычисления атмосферной эквивалентной температуры паров основана на эмпирических уравнениях Максвелла и Боннела (Maxwell and Bonnell, Industrial Engineering Chemistry, Vol 49, 1957, p.1187.).

Б.2 Вычисление атмосферной эквивалентной температуры паров

Вычисление АЭТ, °С, проводят по формуле

$$\text{АЭТ} = \frac{748.1A}{\left[1/(T + 273.15)\right] + 0.3861A - 0.00051606} - 273.15, \quad (\text{Б.1})$$

где T — измеренная температура паров °С.

A — безразмерный коэффициент, вычисленный по формулам Б.2 или Б.3

$$A = \frac{5.143222 - 0.972546 \log_{10} P}{2579.329 - 95.76 \log_{10} P}, \quad (\text{Б.2})$$

где P — рабочее давление в колонне фракционирования, кПа, (Р ≥ 0,266 кПа);

$$A = \frac{5.994295 - 0.972546 \log_{10} P}{2663.129 - 95.76 \log_{10} P}, \quad (\text{Б.3})$$

где P — рабочее давление в колонне фракционирования, мм рт. ст., (Р ≥ 2 мм рт. ст.).

Библиография

[1] Федеральный закон от 26.06.2008 г. № 102-ФЗ «Об обеспечении единства измерений»

[2] Санитарные правила и нормы СанПиН 1.2.3685-21 Гигиенические нормативы и требования к обеспечению безопасности и (или) безвредности для человека факторов среды обитания

УДК 622.692:543.06 ОКС 75.060

Ключевые слова: дегазация, конденсат газовый нестабильный, оборудование, отбор проб, пробоотборник, ректификация, флегмовое число, фракция.

Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *М.И. Першина*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 20.10.2025. Подписано в печать 28.10.2025. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 3,26. Уч.-изд. л. 2,77.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении в ФГБУ «Институт стандартизации»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru