МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 31371.4— 2008 (ИСО 6974-4:2000)

Газ природный

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОСТАВА МЕТОДОМ ГАЗОВОЙ ХРОМАТОГРАФИИ С ОЦЕНКОЙ НЕОПРЕДЕЛЕННОСТИ

Часть 4

ОПРЕДЕЛЕНИЕ АЗОТА, ДИОКСИДА УГЛЕРОДА И УГЛЕВОДОРОДОВ C_1—C_5 И C_{6+} В ЛАБОРАТОРИИ И С ПОМОЩЬЮ ВСТРОЕННОЙ ИЗМЕРИТЕЛЬНОЙ СИСТЕМЫ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ДВУХ КОЛОНОК

ISO 6974-4:2000
Natural gas — Determination of composition with defined uncertainty by gas chromatography — Part 4: Determination of nitrogen, carbon dioxide and C_1 to C_5 and C_{6+} hydrocarbons for a laboratory and on-line measuring system using two columns
(MOD)

Издание официальное

БЗ 9—2007/300

Москва
Стандартинформ
2009

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—97 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Порядок разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Открытым акционерным обществом «Газпром» и Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева» (ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева») на основе собственного аутентичного перевода стандарта, указанного в пункте 4

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 33 от 6 июня 2008 г.)

За принятие стандарта проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Азербайджан	AZ	Азстандарт
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Кыргызстан	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Российская Федерация	RU	Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Туркменистан	TM	Главгосслужба «Туркменстандартлары»
Узбекистан	UZ	Узстандарт
Украина	UA	Госпотребстандарт Украины

4 Настоящий стандарт является модифицированным по отношению к международному стандарту ИСО 6974-4:2000 «Газ природный. Определение состава методом газовой хроматографии с оценкой неопределенности. Часть 4. Определение азота, диоксида углерода и углеводородов C_1 — C_5 и C_{6+} в лаборатории и с помощью встроенной измерительной системы с использованием двух колонок» (ISO 6974-4:2000 «Natural gas — Determination of composition with defined uncertainty by gas chromatography — Part 4: Determination of nitrogen, carbon dioxide and C_1 to C_5 and C_{6+} hydrocarbons for a laboratory and on-line measuring system using two columns»). При этом дополнительные положения, включенные в текст стандарта для учета потребностей национальной экономики и/или особенностей межгосударственной стандартизации, выделены курсивом

5 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 3 декабря 2008 г. № 340-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 31371.4—2008 (ИСО 6974-4:2000) введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2010 г.

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта публикуется в указателе «Национальные стандарты».

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в указателе «Национальные стандарты», а текст изменений — в информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована в информационном указателе «Национальные стандарты»

© Стандартинформ, 2009

В Российской Федерации 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 . . . 2
3 Принцип анализа . . . 2
4 Материалы . . . 2
5 Аппаратура . . . 3
6 Методика проведения анализа . . . 4
6.1 Условия работы газового хроматографа . . . 4
6.2 Требования к аналитическим характеристикам газохроматографической системы. Разделение пиков . . . 6
6.3 Схема анализа . . . 6
7 Выражение результатов . . . 7
8 Протокол анализа . . . 7
Приложение А (справочное) Методика установки времени срабатывания крана и установка ограничения времени . . . 8
Приложение В (справочное) Установка конечного времени срабатывания . . . 9
Приложение С (справочное) Типичные значения прецизионности . . . 9
Приложение D (справочное) Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов межгосударственным стандартам . . . 10
Библиография . . . 11

Введение

Комплекс межгосударственных стандартов ГОСТ 31371.1—2008 (ИСО 6974-1:2000) — ГОСТ 31371.6—2008 (ИСО 6974–6:2002) и ГОСТ 31371.7—2008 под общим наименованием «Газ природный. Определение состава методом газовой хроматографии с оценкой неопределенности» (далее — комплекс стандартов) состоит из следующих частей:

- Часть 1. Руководство по проведению анализа;
- Часть 2. Характеристики измерительной системы и статистические оценки данных;
- Часть 3. Определение водорода, гелия, кислорода, азота, диоксида углерода и углеводородов до C_8 с использованием двух насадочных колонок;
- Часть 4. Определение азота, диоксида углерода и углеводородов C_1—C_5 и C_{6+} в лаборатории и с помощью встроенной измерительной системы с использованием двух колонок;
- Часть 5. Определение азота, диоксида углерода и углеводородов C_1—C_5 и C_{6+} в лаборатории и при непрерывном контроле с использованием трех колонок;
- Часть 6. Определение водорода, гелия, кислорода, азота, диоксида углерода и углеводородов C_1—C_8 с использованием трех капиллярных колонок;
- Часть 7. Методика выполнения измерений молярной доли компонентов.

Комплекс стандартов распространяется на измерения молярной доли компонентов природного газа хроматографическим методом с оценкой неопределенности результатов измерений.

Части 1 — 6 являются модифицированными по отношению к соответствующим международным стандартам ИСО 6974-1— ИСО 6974-6.

В части 7 приведена методика выполнения измерений молярной доли компонентов природного газа, адаптирующая положения международных стандартов ИСО 6974-1— ИСО 6974-6 с учетом потребностей национальной экономики стран СНГ и особенностей межгосударственной стандартизации.

В настоящем стандарте описан прецизионный метод определения состава природного газа. Полученные данные по составу используют для вычисления теплоты сгорания, относительной плотности и числа Воббе. Данный метод предусматривает применение двух последовательно соединенных колонок, помещенных в термостат газового хроматографа.

Комбинация из двух колонок делает возможным использование приема обратной продувки. Все компоненты регистрируются детектором по теплопроводности (ДТП).

Этот метод основан на ИСО 6568 «*Природный газ. Простой анализ методом газовой хроматографии*».

В настоящем стандарте представлен один из методов, который можно использовать для определения состава природного газа в соответствии с ГОСТ 31371.1 и ГОСТ 31371.2.

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

Газ природный

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОСТАВА МЕТОДОМ ГАЗОВОЙ ХРОМАТОГРАФИИ С ОЦЕНКОЙ НЕОПРЕДЕЛЕННОСТИ

Часть 4

ОПРЕДЕЛЕНИЕ АЗОТА, ДИОКСИДА УГЛЕРОДА И УГЛЕВОДОРОДОВ C_1—C_5 И C_{6+} В ЛАБОРАТОРИИ И С ПОМОЩЬЮ ВСТРОЕННОЙ ИЗМЕРИТЕЛЬНОЙ СИСТЕМЫ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ДВУХ КОЛОНОК

Natural gas. Determination of composition with defined uncertainty by gas chromatography method. Part 4. Determination of nitrogen, carbon dioxide and C_1 to C_5 and C_{6+} hydrocarbons for a laboratory and on-line measuring system using two columns

Дата введения — 2010—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод количественного газохроматографического определения содержания компонентов природного газа с использованием двух колонок. Метод применим к определениям, выполняемым лабораторным методом или с использованием потоковых хроматографов. Он применим для анализа газов, содержащих компоненты в диапазонах молярной доли, приведенных в таблице 1. Приведенные диапазоны могут быть уже, чем реализуемые на конкретных хроматографах, и ограничены областью, для которой оценена неопределенность. Метод может быть применен также в случае, если один или несколько компонентов этим методом не определяются.

Таблица 1 — Диапазоны молярной доли компонентов, на которые распространяется настоящий стандарт

Компонент	Диапазон молярной доли, %
Азот	0,001—15,0
Диоксид углерода	0,001—10
Метан	75—100
Этан	0,001—10,0
Пропан	0,001—3,0
Изобутан (2-метилпропан)	0,001—1,0
н-Бутан	0,001—1,0
Неопентан (2,2-диметилпропан)	0,001—0,5
Изопентан (2-метилбутан)	0,001—0,5
н-Пентан	0,001—0,5
Гексаны + сумма всех углеводородов C_6 и выше	0,001—0,2

Примечание 1 — Обычно природный газ не содержит кислорода, и он отсутствует в газовой пробе для поточного прибора. Если кислород присутствует в результате загрязнения пробы воздухом, то он будет измеряться вместе с азотом. Определение суммарного значения молярной доли (кислород + азот) по сравнению с раздельным определением этих компонентов будет давать небольшой вклад в погрешность результата измерений из-за незна-

Издание официальное

чительной разницы между откликами детектора на кислород и азот. Тем не менее, результат для смеси природный газ/воздух будет обоснованно точным, поскольку ни один из компонентов не вносит вклада в значение теплоты сгорания.

Примечание 2 — Содержание гелия и аргона предполагается пренебрежимо малым и не изменяющимся, так что нет необходимости определять эти газы [1].

Настоящий стандарт следует применять совместно с ГОСТ 31371.1 и ГОСТ 31371.2.

Настоящий стандарт следует применять как руководство для создания рабочих процедур в соответствии с ГОСТ 8.010 для конкретных измерительных задач с учетом норм точности, приведенных в ГОСТ 31371.7.

Примечание — Дополнительное положение направлено на обеспечение разработки нормативных документов по анализу компонентного состава природного газа в конкретных условиях применения, значительно отличающихся от условий, установленных в комплексе стандартов, и с учетом современного парка приборов.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 8.010—99 [2] Государственная система обеспечения единства измерений. Методики выполнения измерений. Основные положения

ГОСТ 31371.1—2008 (ИСО 6974-1:2000, MOD) Газ природный. Определение состава методом газовой хроматографии с оценкой неопределенности. Часть 1. Руководство по проведению анализа

ГОСТ 31371.2—2008 (ИСО 6974-2:2001, MOD) Газ природный. Определение состава методом газовой хроматографии с оценкой неопределенности. Часть 2. Характеристики измерительной системы и статистические оценки данных

ГОСТ 31371.7—2008 Газ природный. Определение состава методом газовой хроматографии с оценкой неопределенности. Часть 7. Методики выполнения измерений молярной доли компонентов

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов по указателю «Национальные стандарты», составленному по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Принцип анализа

Определение содержания азота, диоксида углерода, метана, этана, пропана, бутанов и пентанов проводят методом газовой хроматографии с использованием двух колонок (короткой и длинной) с DC–200 на Chromosorb PAW с использованием приема обратной продувки. Короткая колонка задерживает углеводороды тяжелее нормального пентана, которые в результате обратной продувки элюируются в виде составного пика C_{6+}. Длинную колонку используют для определения содержания азота, диоксида углерода, метана и углеводородов вплоть до нормального пентана. Определение осуществляют с помощью детектора по теплопроводности. Содержание кислорода, аргона, водорода и гелия этим методом не измеряют.

4 Материалы

4.1 Газ-носитель гелий (He) с содержанием основного компонента не менее 99,99 %.

4.2 Рабочие эталонные газовые смеси (государственные стандартные образцы — ГСО), состав которых следует выбирать близким к составу ожидаемой пробы [3].

---

[1] *Примечание 2 справедливо также для водорода.*

[2] *На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 8.563—96.*

[3] *Относительное отклонение значений молярной доли компонента в ГСО и анализируемой пробе не должно превышать значений, указанных в ГОСТ 31371.2, таблица 1.*

ГСО готовят гравиметрическим методом в соответствии с [1] и/или аттестуют и подтверждают содержание компонентов по [2]. В состав ГСО должны входить азот, диоксид углерода, метан, этан, пропан, *н*-бутан, изобутан и, при необходимости, неопентан, изопентан и *н*-пентан.

Для определения молярной доли гексана + сумма всех углеводородов C_6 и выше градуировку хроматографа проводят по н-гексану, который включают в состав ГСО природного газа, или используют бинарную смесь ГСО н-гексана в газе-носителе.

5 Аппаратура

5.1 Лабораторная газохроматографическая система, состоящая из следующих компонентов:

5.1.1 Газового хроматографа (ГХ), работающего в изотермическом режиме и оборудованного следующими устройствами:

a) термостатом колонок, обеспечивающим поддержание температуры колонок в пределах ± 0,1 °С в диапазоне от 70 °С до 150 °С;

b) термостатом для крана/кранов, обеспечивающим поддержание температуры в диапазоне от 70 °С до 150 °С, или, в качестве альтернативы, должна быть предусмотрена возможность присоединения кранов к термостату колонки;

c) регулятором потока, обеспечивающим поддержание требуемого расхода газа-носителя.

5.1.2 Устройства ввода пробы (крана-дозатора), состоящего из 10-ходового крана ввода пробы *V*1, используемого также для обратной продувки компонентов C_{6+} (для этой цели можно использовать два 6-ходовых крана).

5.1.3 Металлических колонок, заполненных неподвижной фазой 28 % DC-200 на Chromosorb PAW, удовлетворяющих требованиям эффективности, приведенным в 6.2, и содержащих сорбенты и имеющих размеры, приведенные в качестве примеров, для использования вместе с соответствующими кранами ввода пробы и детектором по теплопроводности (ДТП).

Колонки должны удовлетворять следующим требованиям:

a) металлическая трубка:
- колонка 1: длина 0,45 м, внутренний диаметр 4,75 мм;
- колонка 2: длина 9 м, внутренний диаметр 4,75 мм;

b) неподвижная фаза:
- нанесенная фаза: 28 % DC-200 (вязкость: $350 \cdot 10^{-6}$ м^2/с);
- носитель: Chromosorb PAW (45 — 60 меш);

c) метод заполнения: любой подходящий метод, обеспечивающий однородное заполнение колонки и характеристики эффективности в соответствии с 6.2. Если колонка приобретается отдельно, как часть системы, или заполняется специально, то ее эффективность должна удовлетворять требованиям спецификации. При специальном заполнении предполагается, что ее заполнение будет проведено по принятой методике.

Примечание — Используют следующий метод заполнения: закрывают выход колонки пористым диском или пробкой из стекловаты. К входу колонки подсоединяют емкость с насадкой в количестве, большем, чем нужно для заполнения ею колонки, и подают в эту емкость азот при избыточном давление 0,4 МПа. Подаче насадки в колонку способствует вибрация. После заполнения колонки медленно сбрасывают давление, затем отсоединяют емкость;

d) регенерация: на свежеприготовленных колонках можно получить более стабильные нулевые линии с помощью их кондиционирования в потоке газа-носителя в течение 8 ч при температуре, на 50 °С выше температуры применения. Если это необходимо, но трудно реализовать в газовом хроматографе, в котором предполагается использовать колонки, то их можно кондиционировать в другом термостате.

5.1.4 ДТП с постоянной времени не более 0,1 с и внутренним объемом, согласованным с размерами колонки и используемой скоростью газа.

5.1.5 Системы измерений параметров пиков с контроллером, имеющей широкий диапазон чувствительности (0 — 1 В), обеспечивающей измерение высоты/площади пиков на наклонной нулевой линии и контроль автоматического управления кранами в соответствии с выбранной оператором последовательностью.

5.1.6 Вспомогательного оборудования, состоящего из кранов, газопроводов и других приспособлений для контроля потока отбираемого в хроматограф газа и для отключения этого потока на определенный период перед вводом пробы.

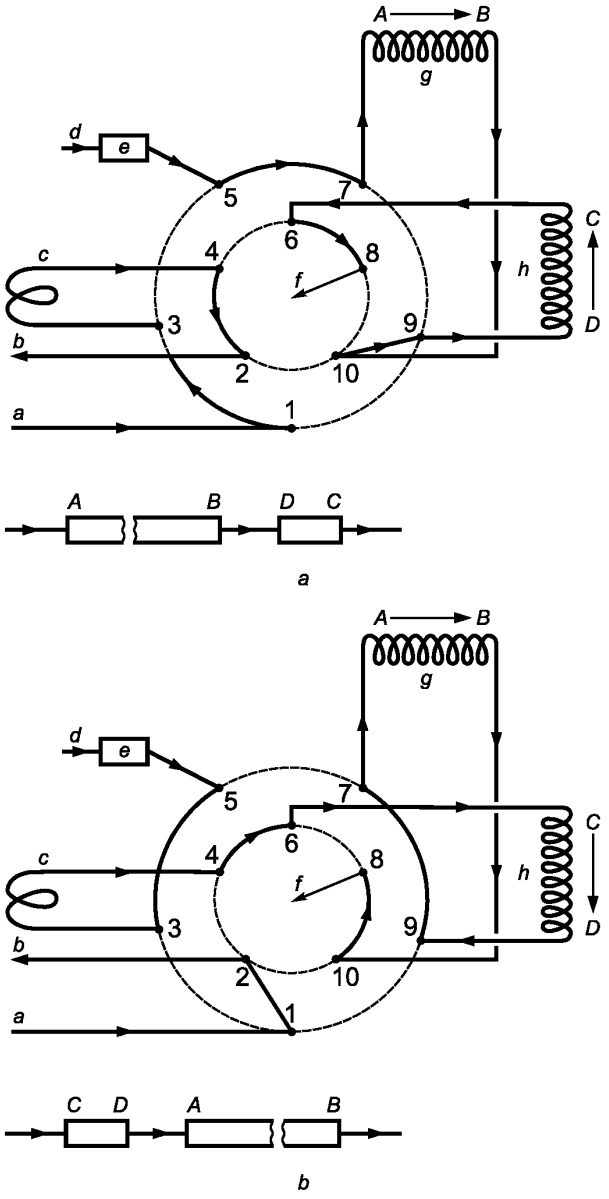
6 Методика проведения анализа

6.1 Условия работы газового хроматографа

Должны соблюдаться следующие условия работы аппаратуры (5.1):

a) термостат колонки: температура от 70 °С до 150 °С с погрешностью поддержания в пределах ± 0,1 °С;

b) скорость потока газа-носителя: для газа-носителя, протекающего от колонки 1 до колонки 2 (рисунок 1*b*), устаналивают скорость потока такой, чтобы получить среднюю линейную скорость потока азота (общая длина колонки, деленная на время удерживания) от 5 до 10 см/с, что соответствует скорости потока от 30 до 60 мл/мин;



a — проба газа; *b* — сброс; *c* — петля крана-дозатора объемом 1 мл; *d* — газ-носитель; *e* — ДТП (сравнительный канал); *f* — ДТП (канал анализа); *g* — колонка 2 (длина 9 м); *h* — колонка 2 (длина 0,45 м)

Рисунок 1 — Пример установки хроматографа

c) краны: если краны не помещены в термостат колонок, устанавливают их температуру от 70 °С до 150 °С (но не менее температуры колонки) в изотермическом режиме с погрешностью поддержания ± 2 °С;

d) детектор: ДТП

- установка температуры: от 120 °С до 200 °С;
- установка тока моста в соответствии с инструкциями изготовителя;

e) контроллер/система измерения пика: устанавливают в соответствии с инструкциями изготовителя.

Пример — Примеры конфигураций измерительных систем хроматографа показаны на рисунке 1. Измерительная система состоит из 10-портового крана ввода проб/обратной продувки. В положении 1 (рисунок 1а) петля для пробы продувается отбираемым газом. Когда кран переключают в положение 2 (рисунок 1а), проводится ввод пробы. Кран возвращают в положение 1 после того, как весь н-пентан выходит из колонки 1, но до того, как самый первый изомер C_6 выходит из колонки 1 и направляется в колонку 2.

На рисунке 2 приведена типичная хроматограмма.

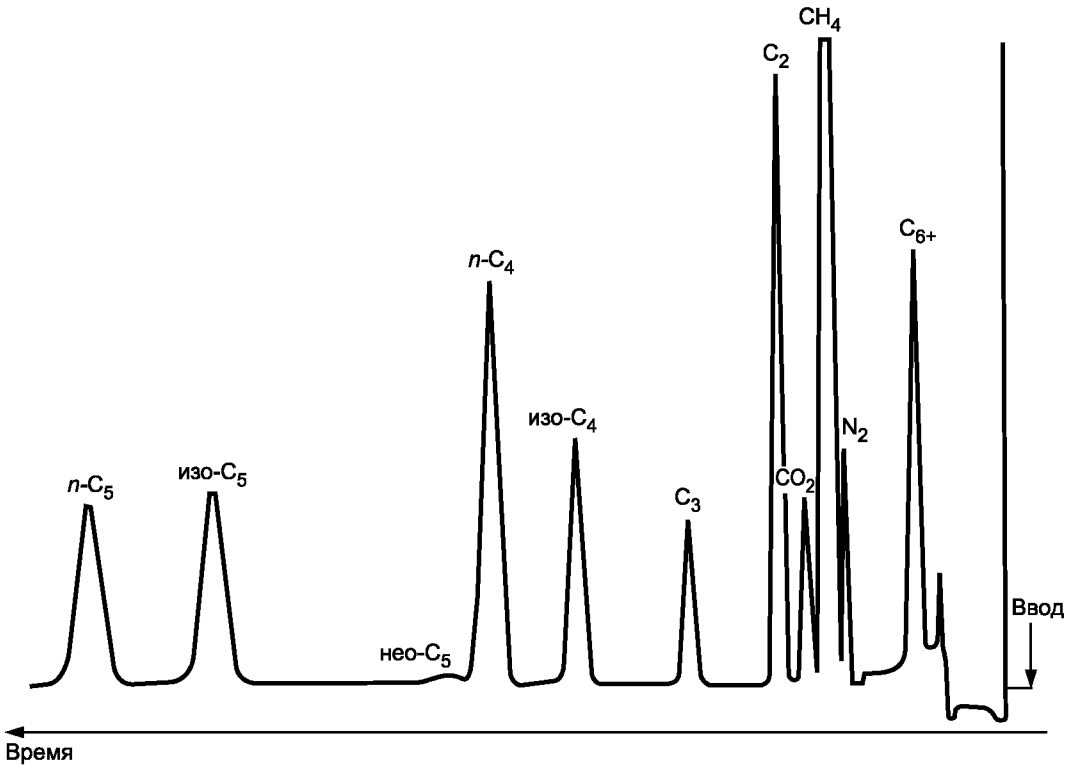


Рисунок 2 — Пример типичной хроматограммы

Условия работы газового хроматографа приведены в таблице 2.

Таблица 2 — Условия работы хроматографа

Колонки	1	2
Неподвижная фаза:		
Нанесенная фаза	28 % DC-200	28 % DC-200
Носитель	Chromosorb PAW	Chromosorb PAW
Длина, м	0,45	9
Внутренний диаметр, мм	4,75	4,75
Фракция носителя, меш	45—60	45—60
Материал колонки	Нержавеющая сталь или медь	Нержавеющая сталь или медь

Окончание таблицы 2

	Газ-носитель
Тип	He
Расход, мл/мин	40
	Газовый хроматограф
Детектор	ДТП
Интегратор	Внешний
Устройство ввода	Кран
	Установки температуры
Термостат	110 °С
Детектор	150 °С
Петля дозатора	Температура термостата
Линия подачи	Температура лабораторного помещения
Проба	Температура лабораторного помещения
Объем пробы, мл	1
Время анализа, мин	20

Методика установки времени срабатывания крана и методика установки ограничений времени описаны в приложениях А и В.

6.2 Требования к аналитическим характеристикам газохроматографической системы. Разделение пиков

Важно, чтобы все компоненты измерялись при отсутствии наложения пиков других компонентов. Возможные влияния наложения пиков можно определить при оценке с помощью определения разрешения пиков, *которое оценивают как наименьшую разность для идентификации компонента между показаниями регистрирующего или отображающего устройства, которая может быть достоверно различена.* Хотя важно разделение всех пиков, на практике для природного газа критические пары пиков отсутствуют. Однако приемлемое разделение одной пары пиков может означать приемлемое разделение других пиков.

Необходимое разрешение, вероятно, меняется в зависимости от требуемой неопределенности результата измерения содержания компонента, но в некоторых случаях и недостаточное разрешение может считаться приемлемым. При корректной реализации методики следует ожидать получения значений разрешения пиков, приведенных в таблице 3. Для получения более высокого разрешения может потребоваться изменение размеров колонок, температуры колонок и скорости потока, а также, вероятно, более продолжительного времени анализа.

Таблица 3 — Приемлемое разрешение пиков[1)]

Компонент 1	Компонент 2	Приемлемое разрешение
Изобутан	*н*-Бутан	2,2
Азот	Метан	0,7
Диоксид углерода	Этан	1,6

Проверка разрешения должна являться частью аналитического цикла, а не какой-то альтернативной дополнительной процедурой, разработанной только для определения этих параметров.

6.3 Схема анализа

Анализ выполняют следующим образом:

а) анализируют ГСО и пробу в соответствии с ГОСТ 31371.1, раздел 11. Пример типичной хроматограммы анализа приведен на рисунке 2;

[1)] *Для получения приемлемого разрешения пиков может потребоваться изменение размеров колонки, температуры и скорости потока или увеличение времени проведения анализа.*

b) измеряют содержание азота, диоксида углерода, метана, этана, пропана, бутанов и пентанов методом прямых измерений с помощью построенных градуировочных характеристик;

c) кислород, аргон, водород и гелий данным методом анализа не определяют;

d) группы компонентов определять не следует;

e) используют прием обратной продувки, чтобы проанализировать более тяжелые углеводороды в виде одного суммарного пика (C_{6+}) и проводят его градуировку с использованием ГСО[1)];

f) применяют относительный коэффициент чувствительности для определения содержания пентанов, если ГСО не содержит пентанов. В этом случае в качестве сравнительного соединения следует применять изобутан или *н*-бутан (допускается применение пропана).

7 Выражение результатов

7.1 Вычисление

Вычисления проводят в соответствии с ГОСТ 31371.1.

7.2 Прецизионность и точность

Прецизионность и точность — в соответствии с ГОСТ 31371.2.

Типичные значения прецизионности приведены в приложении С.

8 Протокол анализа

Протокол анализа оформляют в соответствии с ГОСТ 31371.1, раздел 14.

[1)] *Градуировку проводят в использованием ГСО, указанных в 4.2.*

Приложение А
(справочное)

Методика установки времени срабатывания крана и методика установки ограничений времени

А.1 Обратная продувка позволяет измерять содержание *н*-пентана посредством прямого элюирования, а содержание наиболее плохо сорбируемого из углеводородов C_6 (2,2-диметилбутан) — посредством обратной продувки. Используют газовую смесь, содержащую пентан и 2,2-диметилбутан, предпочтительно без других C_6 или более тяжелого компонента.

А.2 Устанавливают начальное время 1,5 мин (или рекомендованное изготовителем), через которое кран после ввода пробы вернется в положение 1 (рисунок 1). Вводят газовую смесь и записывают хроматограмму. Пик 2,2-диметилбутан должен появляться при обратной продувке (C_{6+}) вскоре после возвращения крана в положение 1, а пик *н*-C_5 должен появляться как прямо элюируемый. Если пик C_{6+} отсутствует, уменьшают начальное время и повторяют эту операцию.

А.3 Продолжают вводить газовую смесь, смещая время переключения крана обратной продувки (кран в положении 1) на 0,05 мин для каждого последующего ввода до тех пор, пока не начнет уменьшаться пик обратной продувки C_{6+} (в действительности, пик 2,2-диметилбутана).

А.4 Продолжают вводить газовую смесь, уменьшая время обратной продувки на 0,05 мин для каждого последующего ввода. Отмечают время, при котором площадь пика C_{6+} в первый раз становится постоянной (обозначают как $t_{back,high}$).

А.5 Продолжают вводы при последующих постепенных уменьшениях времени переключения крана обратной продувки до тех пор, пока высота пика *н*-пентана не начнет уменьшаться при одновременном росте высоты пика C_{6+}. Отмечают самое последнее время переключения крана обратной продувки, при котором площади обоих пиков все еще остаются постоянными (обозначают как $t_{back,low}$).

А.6 Определяют значение t_{back} по формуле

$$t_{back} = (t_{back,\ low} + t_{back,\ high})/2. \qquad (A.1)$$

Приложение В
(справочное)

Установка конечного времени срабатывания

Реализуют процедуру в соответствии с таблицей В.1 (рисунок 1).

Таблица В.1 — Время срабатывания для изменения положения крана

Время	Действие	Положение крана
0,01 мин	Ввод	Положение 2
t_{back}	Обратная продувка	Положение 1

Приложение С
(справочное)

Типичные значения прецизионности

Типичные значения сходимости и воспроизводимости приведены в таблице С.1

Таблица С.1 — Сходимость и воспроизводимость результатов измерений

В процентах

Молярная доля x	Сходимость		Воспроизводимость	
	абсолютная	относительная	абсолютная	относительная
$x < 0,1$	0,001	4,6	0,002	9,2
$0,1 < x \leq 1$	—	0,5	—	1
$1 < x \leq 50$	—	0,12	—	0,24
$50 < x \leq 100$	—	0,006	—	0,012

Примечание — Приведенные значения были получены экспериментально и указывают на эффективность метода. Их нельзя сравнивать со значениями по прецизионности, приведенными в приложениях других частей комплекса стандартов, поскольку они получены, исходя из качества ГСО и опыта участвовавших лабораторий.

Приложение D
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов межгосударственным стандартам

Таблица D.1

Обозначение и наименование международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование межгосударственного стандарта
ИСО 6974-2:2001 «Газ природный. Определение состава методом газовой хроматографии с оценкой неопределенности. Часть 2. Характеристики измерительной системы и статистические оценки данных»	MOD	ГОСТ 31371.2—2008 «Газ природный. Определение состава методом газовой хроматографии с оценкой неопределенности. Часть 2. Характеристики измерительной системы и статистические оценки данных»
ИСО 6974-3:2000 «Газ природный. Определение состава методом газовой хроматографии с оценкой неопределенности. Часть 3. Определение водорода, гелия, кислорода, азота, диоксида углерода и углеводородов до C_8 с использованием двух насадочных колонок»	MOD	ГОСТ 31371.3—2008 «Газ природный. Определение состава методом газовой хроматографии с оценкой неопределенности. Часть 3. Определение водорода, гелия, кислорода, азота, диоксида углерода и углеводородов до C_8 с использованием двух насадочных колонок»

Библиография[1)]

[1] ИСО 6142:2001 Газовый анализ. Приготовление калибровочных газовых смесей. Гравиметрический метод

(ISO 6142:2001) (Gas analysis — Preparation of calibration gas mixtures — Gravimetric method)

[2] ИСО 6143:2001 Газовый анализ. Определение состава калибровочных газовых смесей. Сравнительные методы

(ISO 6143:2001) (Gas analysis — Determination of the composition of calibration gas mixtures — Comparison methods)

[1)] *Переводы данных международных стандартов находятся в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов.*

УДК 662.767:658.562:006.354 МКС 75.060 Б19

Ключевые слова: природный газ, компонентный состав, хроматографический метод анализа, насадочные колонки, азот, диоксид углерода, углеводороды, встроенная измерительная система, обратная продувка

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *В.Е. Нестерова*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 23.03.2009. Подписано в печать 04.05.2009. Формат 60×84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Ариал. Печать офсетная. Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,20. Тираж 293 экз. Зак. 294.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru
Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.

gost.e-ecolog.ru