

DIN EN ISO 6975

ICS 75.060

**Erdgas –
Erweiterte Analyse –
Gaschromatographisches Verfahren (ISO 6975:1997);
Deutsche Fassung EN ISO 6975:2005**

Natural gas –
Extended analysis –
Gas-chromatographic method (ISO 6975:1997);
German version EN ISO 6975:2005

Gaz naturel –
Analyse étendue –
Méthode par chromatographie en phase gazeuse (ISO 6975:1997);
Version allemande EN ISO 6975:2005

Gesamtumfang 34 Seiten

Normenausschuss Materialprüfung (NMP) im DIN
Normenausschuss Bergbau (FABERG) im DIN
Normenausschuss Gastechnik (NAGas) im DIN

Nationales Vorwort

Diese Norm enthält die deutsche Übersetzung der Internationalen Norm ISO 6975:1997, die im Technischen Komitee ISO/TC 193/SC 1 „Analyse von Erdgas“ (Sekretariat: NEN) ausgearbeitet wurde. Das zuständige nationale Gremium ist der Arbeitsausschuss NMP 573 „Gasanalyse und Gasbeschaffenheit“ des Normenausschusses Materialprüfung (NMP).

Für die in diesem Dokument zitierten Dokumente wird im Folgenden auf die entsprechenden Internationalen Normen hingewiesen:

ISO 5725-1	siehe DIN ISO 5725-1
ISO 6143	siehe DIN ISO 6143
ISO 6326-1	siehe E DIN EN ISO 6326-1
ISO 6326-3	siehe DIN EN ISO 6326-3
ISO 6326-4	siehe E DIN EN ISO 19739
ISO 6326-5	siehe DIN EN ISO 6326-5
ISO 6570	siehe DIN EN ISO 6570
ISO 6974-1	siehe DIN EN ISO 6974-1
ISO 6974-2	siehe DIN EN ISO 6974-2
ISO 6974-3	siehe DIN EN ISO 6974-3
ISO 6974-4	siehe DIN EN ISO 6974-4
ISO 6974-5	siehe DIN EN ISO 6974-5
ISO 10715	siehe DIN EN ISO 10715
ISO 14111	siehe DIN EN ISO 14111

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

E DIN EN ISO 6326-1, *Erdgas — Bestimmung von Schwefelverbindungen — Teil 1: Allgemeine Einleitung*

DIN EN ISO 6326-3, *Erdgas — Bestimmung von Schwefelverbindungen — Teil 3: Bestimmung von Schwefelwasserstoff, Mercaptanschwefel und Kohlenstoffoxidsulfidschwefel durch Potentiometrie*

DIN EN ISO 6326-5, *Erdgas — Bestimmung von Schwefelverbindungen — Teil 5: Verbrennung nach dem Lingener-Verfahren*

DIN EN ISO 6570, *Erdgas — Bestimmung des potentiellen Gehaltes an flüssigem Kohlenwasserstoff — Gravimetrische Verfahren*

DIN EN ISO 6974-1, *Erdgas — Bestimmung der Zusammensetzung mit definierter Unsicherheit durch Gaschromatographie — Teil 1: Richtlinien für die maßgeschneiderte Analyse*

DIN EN ISO 6974-2, *Erdgas — Bestimmung der Zusammensetzung mit definierter Unsicherheit durch Gaschromatographie — Teil 2: Messsystemcharakteristiken und Statistiken für die Datenverarbeitung*

DIN EN ISO 6974-3, *Erdgas — Bestimmung der Zusammensetzung mit definierter Unsicherheit durch Gaschromatographie — Teil 3: Bestimmung von Wasserstoff, Helium, Sauerstoff, Stickstoff, Kohlenstoffdioxid und Kohlenwasserstoffen bis zu C₈ mit zwei gepackten Säulen*

DIN EN ISO 6974-4, *Erdgas — Bestimmung der Zusammensetzung mit definierter Unsicherheit durch Gaschromatographie — Teil 4: Bestimmung von Stickstoff, Kohlenstoffdioxid und C₁- bis C₅- und C₆+-Kohlenwasserstoffen für ein Labor- und Online-Messsystem mit zwei Säulen*

DIN EN ISO 6974-5, *Erdgas — Bestimmung der Zusammensetzung mit definierter Unsicherheit durch Gaschromatographie — Teil 5: Bestimmung von Stickstoff, Kohlenstoffdioxid und C₁- bis C₅- und C₆+-Kohlenwasserstoffen für eine Labor- und online-Prozessanwendung mit drei Säulen*

DIN EN ISO 10715, *Erdgas — Probenahmerichtlinien*

DIN EN ISO 14111, *Erdgas — Leitlinien für die Rückführbarkeit in der Analytik*

E DIN EN ISO 19739, *Erdgas — Bestimmung von Schwefelverbindungen mittels Gaschromatographie*

DIN ISO 5725-1, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen — Teil 1: Allgemeine Grundlagen und Begriffe*

DIN ISO 6143, *Gasanalyse — Vergleichsverfahren zur Bestimmung und Überprüfung der Zusammensetzung von Kalibriergasgemischen*

— Leerseite —

Deutsche Fassung

**Erdgas —
Erweiterte Analyse —
Gaschromatographisches Verfahren
(ISO 6975:1997)**

Natural gas —
Extended analysis —
Gas-chromatographic method
(ISO 6975:1997)

Gaz naturel —
Analyse étendue —
Méthode par chromatographie en phase gazeuse
(ISO 6975:1997)

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 17. April 2005 angenommen.

Die CEN-Mitglieder sind gehalten, die CEN/CENELEC-Geschäftsordnung zu erfüllen, in der die Bedingungen festgelegt sind, unter denen dieser Europäischen Norm ohne jede Änderung der Status einer nationalen Norm zu geben ist. Auf dem letzten Stand befindliche Listen dieser nationalen Normen mit ihren bibliographischen Angaben sind beim Management-Zentrum oder bei jedem CEN-Mitglied auf Anfrage erhältlich.

Diese Europäische Norm besteht in drei offiziellen Fassungen (Deutsch, Englisch, Französisch). Eine Fassung in einer anderen Sprache, die von einem CEN-Mitglied in eigener Verantwortung durch Übersetzung in seine Landessprache gemacht und dem Management-Zentrum mitgeteilt worden ist, hat den gleichen Status wie die offiziellen Fassungen.

CEN-Mitglieder sind die nationalen Normungsinstitute von Belgien, Dänemark, Deutschland, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Schweden, der Schweiz, der Slowakei, Slowenien, Spanien, der Tschechischen Republik, Ungarn, dem Vereinigten Königreich und Zypern.



EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG
EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION
COMITÉ EUROPÉEN DE NORMALISATION

Management-Zentrum: rue de Stassart, 36 B-1050 Brüssel

Inhalt

	Seite
Vorwort	3
Einleitung.....	4
1 Anwendungsbereich	5
2 Normative Verweisungen.....	6
3 Begriffe	7
4 Kurzbeschreibung	9
5 Analyse und analytische Anforderungen.....	9
6 Verfahren	12
7 Kalibrierung und Kontrollkarten	12
8 Berechnungen.....	16
9 Präzision	18
10 Prüfbericht.....	19
Anhang A (informativ) Ermittlung der Responsekurven für die Hauptkomponenten in einer Probe....	20
Anhang B (informativ) Detaillierte Darstellung der in Anhang A verwendeten Matrizen.....	27
Anhang C (informativ) Verzeichnis der Retentionsindizes	28
Anhang D (informativ) Literaturhinweise	30

Vorwort

Der Text von ISO 6975:1997 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 193 „Erdgas“ der Internationalen Organisation für Normung (ISO) erarbeitet und als EN ISO 6975:2005 durch CMC übernommen.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis November 2005, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis November 2005 zurückgezogen werden.

Entsprechend der CEN/CENELEC-Geschäftsordnung sind die nationalen Normungsinstitute der folgenden Länder gehalten, diese Europäische Norm zu übernehmen: Belgien, Dänemark, Deutschland, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, Niederlande, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Schweden, Schweiz, Slowakei, Slowenien, Spanien, Tschechische Republik, Ungarn, Vereinigtes Königreich und Zypern.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO 6975:1997 wurde vom CEN als EN ISO 6975:2005 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Einleitung

Diese Norm beschreibt die Anforderungen, denen ein genaues Verfahren zur vollständigen und erweiterten Erdgasanalyse genügen soll.

Die analytischen Verfahren beinhalten die Injektion von Erdgas auf gepackte oder Kapillar-Säulen in einem oder mehreren Gaschromatographen. Nach Durchlaufen der Säule werden die einzelnen Komponenten mittels Wärmeleitfähigkeitsdetektoren (TCD) oder Flammenionisationsdetektoren (FID) nachgewiesen.

Verglichen mit anderen analytischen Methoden liefert die erweiterte gaschromatographische Analyse in beträchtlichem Umfang Kenntnisse über die individuellen Komponenten in einem Erdgasgemisch. Dies macht quantitative Messungen einzelner Komponenten der C_{6+} -Fraktion und die Berechnung physikalischer Eigenschaften möglich. Obwohl die höheren Kohlenwasserstoffe physikalische Eigenschaften wie Brennwert und Dichte zu weniger als 0,3 % bzw. 0,004 % beeinflussen, ist deren Kenntnis für die Errechnung der Pseudo-Werte für die C_{6+} -Fraktion erforderlich.

Außerdem werden für Berechnungen des Gasphasengleichgewichts häufig detaillierte Angaben zur Gaszusammensetzung benötigt, insbesondere für die Kohlenwasserstoffe mit Kohlenstoffzahlen größer als 6.

Gaskonsumenten, die Erdgas als Rohstoff in chemische Prozesse einspeisen, sind auf die gleichzeitige Bestimmung von Benzol und anderen Aromaten angewiesen, da sich diese Komponenten auf bestimmte Prozesse störend auswirken.

1 Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm beschreibt die Anforderungen für die quantitative Analyse der folgenden Erdgas-komponenten:

Helium
Wasserstoff
Argon
Sauerstoff
Stickstoff
Kohlenstoffdioxid
gesättigte Kohlenwasserstoffe von C₁ bis C₅
Kohlenwasserstofffraktionen ab C₆ aufwärts
aromatische Verbindungen wie Benzol und Toluol.

Die gaschromatographischen Verfahren bestimmen diese Komponenten in den folgenden Gehaltsbereichen:

Sauerstoff:	0,001 % (n/n)	bis	0,5 % (n/n)
Helium:	0,001 % (n/n)	bis	0,5 % (n/n)
Wasserstoff:	0,001 % (n/n)	bis	0,5 % (n/n)
Argon:	0,001 % (n/n)	bis	0,5 % (n/n)
Stickstoff:	0,001 % (n/n)	bis	40 % (n/n)
Kohlenstoffdioxid:	0,001 % (n/n)	bis	40 % (n/n)
Methan:	0,001 % (n/n)	bis	100 % (n/n)
Ethan:	0,02 % (n/n)	bis	15 % (n/n)
Propan:	0,001 % (n/n)	bis	5 % (n/n)

höhere Kohlenwasserstoffe: Das Verfahren kann Kohlenwasserstoffkomponenten ab einer Konzentration von 10^{-6} (n/n) bis zur jeweiligen Maximalkonzentration messen, was mit der Anforderung in Einklang steht, dass das Gas bei beliebigem Druck im Bereich zwischen 1×10^2 kPa und 7×10^3 kPa frei von Kohlenwasserstoffkondensaten ist.

Dieses Verfahren ist nicht dazu ausgelegt, Sauerstoff- (Wasserdampf, Methanol, Glykole) und Schwefelverbindungen zu bestimmen.

Die Möglichkeit zur eindeutigen Identifizierung von Kohlenwasserstoffen oberhalb C₆ ist nicht gegeben. Selbst wenn durch das „Spiking“ eines Gases mit bekannten Komponenten aufgezeigt werden kann, an welcher Stelle deren Elution stattfindet, kann nicht mit Sicherheit behauptet werden, dass diese Komponente die einzige mit der jeweils in Rede stehenden Retentionszeit ist. Nicht identifizierte Komponenten werden entsprechend jener Kohlenstoffzahl klassifiziert, die aufgrund der Analyse als angemessen anzusehen ist. Dies stellt zwar eine notwendige Vereinfachung dar, erlaubt jedoch die Gewinnung vernünftiger quantitativer Werte.

Dieses Verfahren ist für den Einsatz in Fällen vorgesehen, in denen eine Analyse der Hexane und höheren Kohlenwasserstoffen und/oder die komplette Analyse gewünscht werden.

Das Verfahren ist weder für Gase dichter Phase konzipiert, deren Druck den Cricondenbar (kritischen Kondensationsdruck) überschreitet, noch für Gasproben, die Kohlenwasserstoffkondensat, Wasser im flüssigen Zustand oder Prozessflüssigkeiten wie Methanol oder Glykole (vergleiche ISO 6570-1 und ISO 10715) in messbaren Konzentrationen enthalten.

Gase, die für eine Leitungstransport konditioniert wurden, enthalten mit hoher Wahrscheinlichkeit keine Kohlenwasserstoffe oberhalb C_{12} in detektierbaren Konzentrationen. Gasproben, die näher zur Gasquelle und vor Erreichen von Gasaufbereitungsanlagen entnommen werden, können Kohlenwasserstoffe bis C_{16} oder darüber enthalten.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden zitierten Dokumente sind für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

ISO 5725-1:1994, *Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 1: General principles and definitions*

ISO 6142:1981, *Gas analysis — Preparation of calibration gas mixtures — Gravimetric method*

ISO 6143:1981, *Gas analysis — Comparison methods for determining and checking the composition of calibration gas mixtures*

ISO 6326-1:1989, *Natural gas — Determination of sulfur compounds — Part 1: General introduction*

ISO 6326-2:1981, *Gas analysis — Determination of sulphur compounds in natural gas — Part 2: Gas chromatographic method using an electrochemical detector for the determination of odoriferous sulphur compounds*

ISO 6326-3:1989, *Natural gas — Determination of sulfur compounds — Part 3: Determination of hydrogen sulfide, mercaptan sulfur and carbonyl sulfide sulfur by potentiometry*

ISO 6326-4:1994, *Natural gas — Determination of sulfur compounds — Part 4: Gas chromatographic method using a flame photometric detector for the determination of hydrogen sulfide, carbonyl sulfide and sulfur-containing odorants^{N1)}*

ISO 6326-5:1989, *Natural gas — Determination of sulfur compounds — Part 5: Lingener combustion method*

ISO 6570-1:1983, *Natural gas — Determination of potential hydrocarbon liquid content — Part 1: Principles and general requirements^{N2)}*

ISO 6974-1:—¹⁾, *Natural gas — Determination of composition with defined uncertainty by gas chromatography — Part 1: Guidelines for tailored analysis^{N3)}*

ISO 6974-2:—²⁾, *Natural gas — Determination of composition with defined uncertainty by gas chromatography — Part 2: Measuring-system characteristics and statistics for processing of data^{N4)}*

1) Zu veröffentlichen (Überarbeitung in Teilen von ISO 6974:1984)

2) Zu veröffentlichen (Überarbeitung in Teilen von ISO 6974:1984)

N1) Nationale Fußnote: Inzwischen wurde ISO 6326-4:1994 zurückgezogen. Ersatz: ISO 19739:2004, *Natural gas — Determination of sulfur compounds using gas chromatography*.

N2) Nationale Fußnote: Inzwischen wurde ISO 6570-1:1983 zurückgezogen. Ersatz: ISO 6570:2001, *Natural gas — Determination of potential hydrocarbon liquid content — Gravimetric methods*.

N3) Nationale Fußnote: Inzwischen ist ISO 6974-1 mit Ausgabe 2000-04 erschienen.

N4) Nationale Fußnote: Inzwischen ist ISO 6974-2 mit Ausgabe 2001-02 erschienen.

ISO 6974-3:—²⁾, *Natural gas — Determination of composition with defined uncertainty by gas chromatography — Part 3: Determination of hydrogen, helium, oxygen, nitrogen, carbon dioxide and hydrocarbons up to C₈ using two packed columns*^{N5)}

ISO 6974-4:—²⁾, *Natural gas — Determination of composition with defined uncertainty by gas chromatography — Part 4: Determination of nitrogen, carbon dioxide and C₁ to C₅ and C₆₊ hydrocarbons for a laboratory and on-line measuring system using two columns*^{N6)}

ISO 6974-5:—²⁾, *Natural gas — Determination of composition with defined uncertainty by gas chromatography — Part 5: Determination of nitrogen, carbon dioxide and C₁ to C₅ and C₆₊ hydrocarbons for a laboratory and on-line process application using three columns*^{N7)}

ISO 10715:1997, *Natural gas — Sampling guidelines*

ISO 14111:1997, *Natural gas — Guidelines to traceability in analysis*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieser Internationalen Norm gelten die folgenden Begriffe.

3.1

Auflösung

Kenngroße für die Trennung zweier benachbarter Peaks und wird gemessen als das Doppelte des Abstandes zwischen den Maxima der bezeichneten Peaks dividiert durch die Summe jener Abschnitte auf der Basislinie, die durch die Schnittpunkte von auf halber Höhe an die Peaks angelegten Tangenten mit der Basislinie begrenzt werden (siehe Bild 1). Die Auflösung R_{AB} kann durch folgende Gleichung ausgedrückt werden:

$$R_{AB} = 2 \times \frac{d_R(B) - d_R(A)}{w(B) + w(A)}$$

Dabei ist

$d_R(A)$ und $d_R(B)$ die Retentionsabstände der eluierten Komponenten A und B;

$w(A)$ und $w(B)$ die Weiten der entsprechenden Peaks an ihrer Basis.

3.2

Hauptkomponenten

der Stickstoff, das Kohlenstoffdioxid und die gesättigten Kohlenwasserstoffe von Methan bis *n*-Pentan, die in einer Erdgasprobe enthalten sind

3.3

assoziierte Komponenten

das Helium, der Wasserstoff, das Argon und der Sauerstoff, die in einer Erdgasprobe enthalten sind

3.4

Spurenkomponenten

die Kohlenwasserstoffe und/oder Gruppen von Kohlenwasserstoffen von *n*-Pentan an aufwärts, die in einer Erdgasprobe enthalten sind

2) Siehe Seite 6

N5) Nationale Fußnote: Inzwischen ist ISO 6974-3 mit Ausgabe 2000-04 erschienen

N6) Nationale Fußnote: Inzwischen ist ISO 6974-4 mit Ausgabe 2000-04 erschienen.

N7) Nationale Fußnote: Inzwischen ist ISO 6974-5 mit Ausgabe 2000-04 erschienen.