

DIN EN ISO 2615



ICS 75.060

Einsprüche bis 2023-12-27

Entwurf

Siehe Anwendungsbeginn

**Erdgas –
Analyse von Biomethan –
Bestimmung des Gehalts an Verdichteröl (ISO/DIS 2615:2023);
Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 2615:2023**

Analysis of natural gas –
Biomethane –
Determination of the content of compressor oil (ISO/DIS 2615:2023);
German and English version prEN ISO 2615:2023

Analyse du gaz naturel –
Biométhane –
Détermination de la teneur en huile de compresseur (ISO/DIS 2615:2023);
Version allemande et anglaise prEN ISO 2615:2023

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2023-10-27 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

Weil die beabsichtigte Norm von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses Entwurfs besonders zu vereinbaren.

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal von DIN unter www.din.de/go/entwuerfe bzw. für Norm-Entwürfe der DKE auch im Norm-Entwurfs-Portal der DKE unter www.entwuerfe.normenbibliothek.de, sofern dort wiedergegeben;
- oder als Datei per E-Mail an nagas@din.de möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/go/stellungnahmen-norm-entwuerfe oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter www.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder in Papierform an den DIN-Normenausschuss Gastechnik (NAGas), 53058 Bonn, Postfach 14 03 62 oder Josef-Wirmer-Str. 1 - 3, 53123 Bonn.

Es wird gebeten, mit den Kommentaren zu diesem Entwurf jegliche relevanten Patentrechte, die bekannt sind, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 35 Seiten

DIN-Normenausschuss Gastechnik (NAGas)
DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 2615:2023) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 193 „Natural gas“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 408 „Biomethan zum Einsatz im Transportwesen und zur Einspeisung in Erdgasrohrleitungen“ erarbeitet, dessen Sekretariat von AFNOR (Frankreich) gehalten wird.

Das zuständige deutsche Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 032-03-08 AA „Biogas“ im DIN-Normenausschuss Gas (NAGas).

Es gibt keine Vorgängerausgabe.

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

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 6976	siehe	DIN EN ISO 6976
ISO 14532	siehe	DIN EN ISO 14532

Aktuelle Informationen zu diesem Dokument können über die Internetseiten von DIN (www.din.de) durch eine Suche nach der Dokumentennummer aufgerufen werden.

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 6974-1, *Erdgas — Bestimmung der Zusammensetzung und der zugehörigen Unsicherheit durch Gaschromatographie — Teil 1: Allgemeine Leitlinien und Berechnung der Zusammensetzung*

DIN EN ISO 6974-2, *Erdgas — Bestimmung der Zusammensetzung und der zugehörigen Unsicherheit durch Gaschromatographie — Teil 2: Unsicherheitsberechnungen*

DIN EN ISO 6974-3, *Erdgas — Bestimmung der Zusammensetzung und der zugehörigen Unsicherheit durch Gaschromatographie — Teil 3: Präzision und Bias*

DIN EN ISO 6976, *Erdgas — Berechnung von Brenn- und Heizwert, Dichte, relativer Dichte und Wobbeindex aus der Zusammensetzung*

DIN EN ISO 14532, *Erdgas — Begriffe*

Titel de: Erdgas — Analyse von Biomethan — Bestimmung des Gehalts an Verdichteröl (ISO/DIS 2615:2023)

Titel en: Analysis of natural gas — Biomethane — Determination of the content of compressor oil (ISO/DIS 2615:2023)

Titel fr: Analyse du gaz naturel — Biométhane — Détermination de la teneur en huile de compresseur (ISO/DIS 2615:2023)

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	3
Vorwort	4
Einleitung	5
1 Anwendungsbereich	6
2 Normative Verweisungen	6
3 Begriffe	6
4 Kurzbeschreibung	7
5 Chemikalien und Werkstoffe	7
5.1 Verdichteröle	7
5.2 Verdünnungslösemittel	8
5.3 Extraktionslösemittel	8
5.4 Probenahmefilter	8
5.5 Absicherungsfilter	8
5.6 Kalibrierstandards	8
6 Prüfeinrichtung	8
6.1 Gaschromatograph	8
6.2 Kapillarsäule	8
6.3 Ultraschallbad	8
6.4 Gerät für die Lösemitlextraktion unter Druck	9
6.5 Filtergehäuse	9
6.6 Rotationsverdampfer, Gerät zur Probeneinengung	9
6.7 Laborglasgeräte	9
7 Probenahme	9
7.1 Probenahmegerät	9
7.2 Probenahmeschritte	9
8 Verfahren zur Rückgewinnung des Öls aus dem Puffertank	10
9 Extraktionsverfahren für Koaleszenzfilter	10
9.1 Verfahren 1: Ultraaschalleextraktion – Stickstoffspülung	10
9.2 Verfahren 2: Lösemitlextraktion unter Druck	11
10 Analyse	11
10.1 GC/MS-Analyse	11
10.2 GC/FID-Analyse	11
11 Berechnungen	12
12 Prüfbericht	13
Anhang A (informativ) Beispiel eines für ein Verdichteröl erhaltenen GC/MS-Chromatogramms	14
Anhang B (informativ) Beispiel eines für ein Verdichteröl erhaltenen GC/FID-Chromatogramms	15
Anhang C (informativ) Verschieden Öltypen	16
Literaturhinweise	17

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 2615:2023) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 193 „Natural gas“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 408 „Biomethan zum Einsatz im Transportwesen und zur Einspeisung in Erdgasrohrleitungen“ erarbeitet, dessen Sekretariat von AFNOR gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur parallelen Umfrage vorgelegt.

Rückmeldungen oder Fragen zu diesem Dokument sollten an das jeweilige nationale Normungsinstitut des Anwenders gerichtet werden. Eine vollständige Liste dieser Institute ist auf den Internetseiten von CEN abrufbar.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO/DIS 2615:2023 wurde von CEN als prEN ISO 2615:2023 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung nationaler Normungsorganisationen (ISO-Mitgliedsorganisationen). Die Erstellung von Internationalen Normen wird üblicherweise von Technischen Komitees von ISO durchgeführt. Jede Mitgliedsorganisation, die Interesse an einem Thema hat, für welches ein Technisches Komitee gegründet wurde, hat das Recht, in diesem Komitee vertreten zu sein. Internationale staatliche und nichtstaatliche Organisationen, die in engem Kontakt mit ISO stehen, nehmen ebenfalls an der Arbeit teil. ISO arbeitet bei allen elektrotechnischen Themen eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) zusammen.

Die Verfahren, die bei der Entwicklung dieses Dokuments angewendet wurden und die für die weitere Pflege vorgesehen sind, werden in den ISO/IEC-Directives, Teil 1 beschrieben. Es sollten insbesondere die unterschiedlichen Annahmekriterien für die verschiedenen ISO-Dokumentenarten beachtet werden. Dieses Dokument wurde in Übereinstimmung mit den Gestaltungsregeln der ISO/IEC-Directives, Teil 2 erarbeitet (siehe www.iso.org/directives).

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. ISO ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren. Details zu allen während der Entwicklung des Dokuments identifizierten Patentrechten finden sich in der Einleitung und/oder in der ISO-Liste der erhaltenen Patenterklärungen (siehe www.iso.org/patents).

Jeder in diesem Dokument verwendete Handelsname dient nur zur Unterrichtung der Anwender und bedeutet keine Anerkennung.

Eine Erläuterung zum freiwilligen Charakter von Normen, der Bedeutung ISO-spezifischer Begriffe und Ausdrücke in Bezug auf Konformitätsbewertungen sowie Informationen darüber, wie ISO die Grundsätze der Welthandelsorganisation (WTO) hinsichtlich technischer Handelshemmnisse (TBT) berücksichtigt, enthält der folgende Link: www.iso.org/iso/foreword.html.

Dieses Dokument wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 193, *Natural gas*, Unterkomitee SC 1, *Analysis of natural gas* erarbeitet.

Rückmeldungen oder Fragen zu diesem Dokument sollten an das jeweilige nationale Normungsinstitut des Anwenders gerichtet werden. Eine vollständige Auflistung dieser Institute ist unter www.iso.org/members.html zu finden.

Einleitung

Dieses Dokument unterstützt die Umsetzung von Spezifikationen (Festlegungen) für Biomethan und Biogas, wie z. B. ISO 15403-1 [2] oder EN 16723 (alle Teile [3, 4]), bei der Verwendung in Erdgasnetzen und als Transportkraftstoff. Die Umsetzung dieser Spezifikationen erfordert gebrauchstaugliche Messverfahren mit bekanntem Leistungsverhalten und annehmbarer messtechnischer Rückführbarkeit, um den Handel mit erneuerbaren Gasen und die Konformitätsbewertung zu unterstützen.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument enthält einen allgemeinen Leitfaden für die Probenahme und gaschromatographische Analyse von Verdichteröl in Biomethan oder komprimiertem Erdgas (CNG, en: compressed natural gas). Der Massenanteil des Verdichteröls wird durch Probenahme auf Koaleszenzfiltern unter festgelegten Betriebsbedingungen (die ersten beiden Kubikmeter Gas, die unter Standardbedingungen an einer Tankstelle abgegeben werden) bestimmt.

Verdichteröle sind Schmiermittel, die in mechanischen Geräten verwendet werden und deren Zweck es ist, das Volumen von Gasen zu reduzieren und deren Druck zu erhöhen, um sie für eine Vielzahl von Anwendungen zu nutzen.

Das Verfahren ist ausschließlich auf komprimiertes Gas ($p > 18$ MPa) anwendbar.

Der Gehalt an Verdichteröl wird als Massenanteil angegeben. Der Anwendungsbereich dieses Verfahrens liegt zwischen 3 mg/kg und 30 mg/kg.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente werden im Text in solcher Weise in Bezug genommen, dass einige Teile davon oder ihr gesamter Inhalt Anforderungen des vorliegenden Dokuments darstellen. 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 6974-1, *Natural gas — Determination of composition and associated uncertainty by gas chromatography — Part 1: General guidelines and calculation of composition*

ISO 6974-2, *Natural gas — Determination of composition and associated uncertainty by gas chromatography — Part 2: Uncertainty calculations*

ISO 6974-3, *Natural gas — Determination of composition and associated uncertainty by gas chromatography — Part 3: Precision and bias*

ISO 6976, *Natural gas — Calculation of calorific values, density, relative density and Wobbe indices from composition*

ISO 14532, *Natural gas — Vocabulary*

ISO/IEC Guide 98-3, *Uncertainty of measurement — Part 3: Guide to the expression of uncertainty in measurement (GUM:1995)*

ISO 8573-5, *Compressed air — Part 5: Test methods for oil vapour and organic solvent content*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Begriffe nach ISO 14532, ISO/IEC Guide 98-3 und die folgenden Begriffe.

ISO und IEC stellen terminologische Datenbanken für die Verwendung in der Normung unter den folgenden Adressen bereit:

- ISO Online Browsing Platform: verfügbar unter <http://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: verfügbar unter <http://www.electropedia.org/>

3.1

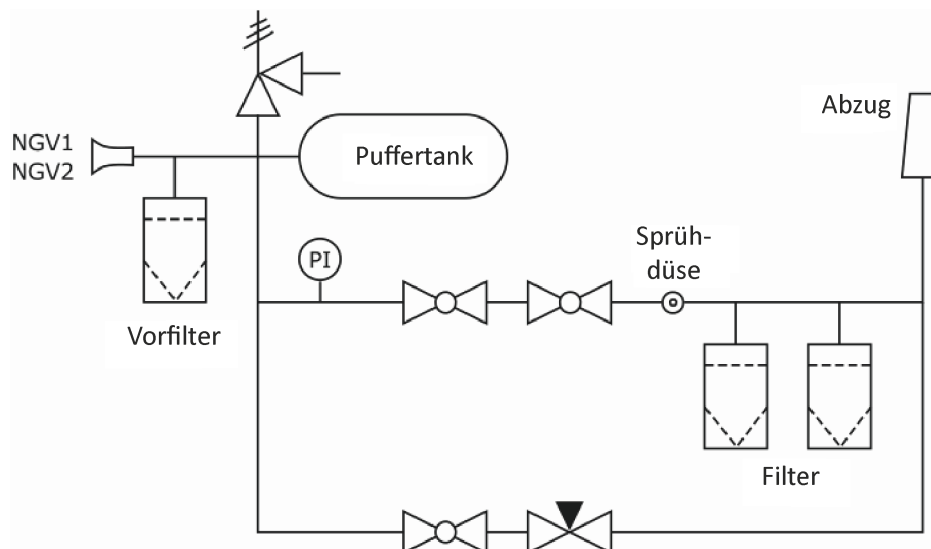
Ansprechverhalten

Ausgangssignal des Messsystems für einen Bestandteil, gemessen als Peakfläche oder Peakhöhe

4 Kurzbeschreibung

Dieses Verfahren beruht auf der Probenahme eines ausreichend großen Gasvolumens und dem Kondensieren des Verdichteröls auf einem Koaleszenzfilter, wobei das Gas über einen Sprühdüse entspannt wird. Das so gesammelte Verdichteröl wird mittels Gaschromatographie analysiert. Der Gaschromatograph wird mit Kalibriersubstanzen kalibriert, wobei idealerweise ein Verdichteröl der gleichen Marke verwendet wird. Bei dem Verfahren wird ein Flammenionisationsdetektor (FID) oder ein Massenspektrometer (MS) verwendet.

Der Druck des zu analysierenden komprimierten Gases wird drastisch verringert, indem das Gas gezwungen wird, durch eine Sprühdüse mit begrenztem Lochdurchmesser zu strömen (was bedeutet, dass auch die Temperatur des Gases sinkt), so dass das Öl in Form von Tröpfchen kondensiert und sich auf einem Koaleszenzfilter ablagert. Zwei Filter sind in Reihe geschaltet, ein Hauptfilter und ein Absicherungsfilter. Das Öl, das sich im Puffertank ablagert, wird ebenfalls rückgewonnen. Bezüglich einer typischen Probenahmeanordnung siehe Bild 1.



Legende

NGV1 NGV1 Behälter für die Betankung von Kraftfahrzeugen

NGV2 NGV2 Behälter für die Betankung von LKW/Bussen

PI Druckanzeiger

Bild 1 — Probenahmegerät für Verdichteröl

5 Chemikalien und Werkstoffe

5.1 Verdichteröle

Für Kalibrierzwecke müssen Proben aller an der Tankstelle verwendeten Verdichteröle oder anderer Öle, die in dem zu analysierenden Gas vorhanden sein können, getrennt gesammelt werden, um sie für die Herstellung der Kalibrierstandards zu verwenden. Es ist zu beachten, dass die Referenzöle idealerweise aus der gleichen Produktionscharge stammen sollten wie die Öle, die tatsächlich an der Tankstelle verwendet werden.

Wenn dies nicht möglich ist, sollte die Kalibrierung mit gleichwertigen Ölen erfolgen. Je ähnlicher die Eigenschaften des für die Kalibriersubstanzen verwendeten Öls und des im Gas vorhandenen Öls sind, desto besser ist das Leistungsverhalten des Verfahrens.

5.2 Verdünnungslösemittel

Dichlormethan oder Hexan, analysenrein, zur Herstellung von Öl-Kalibrierstandards. Dieses Lösemittel sollte von ausreichender Reinheit sein, um sicherzustellen, dass es bei der Analyse nicht zu Störungen führt. Es werden nur Lösemittel von anerkannter analytischer Qualität verwendet.

5.3 Extraktionslösemittel

Dichlormethan, Pentan oder ein anderes geeignetes organisches Lösemittel von chromatographischer Qualität. Dieses Lösemittel sollte von ausreichender Reinheit sein, um sicherzustellen, dass es bei der Analyse nicht zu Störungen führt. Es werden nur Lösemittel von anerkannter analytischer Qualität verwendet.

5.4 Probenahmefilter

Bei den Probenahmefiltern handelt es sich um hochwirksame Koaleszenzfilter aus Borosilicatglas-Mikrofasern mit perfluoriertem Kohlenstoffharz als Bindemittel mit einem Wirkungsgrad von mehr als 99,99 % bei 0,01 µm. Die Durchflussmenge durch den Probenahmefilter darf die Empfehlung des Herstellers für den Prüfdruck nicht überschreiten.

5.5 Absicherungsfilter

Dieser Filter ist identisch mit dem Probenahmefilter und fängt im Falle einer Fehlfunktion des Probenahmefilters das Öl auf, das durch ihn hindurchgeht.

5.6 Kalibrierstandards

Müssen durch Verdünnen des Öls auf Konzentrationen von 1 mg/ml bis 10 mg/ml hergestellt werden.

6 Prüfeinrichtung

6.1 Gaschromatograph

Dieser ist mit einem Massenspektrometer (GC/MS) im Elektronenstoß-Ionisationsmodus (EI-Modus), oder einem Flammenionisationsdetektor (GC/FID) ausgestattet. Die flüssige Probe wird mit einer automatischen Mikrospritze durch ein Septum in eine Öffnung am Kopf der Säule injiziert.

6.2 Kapillarsäule

Für die Gaschromatographie: Quarzglas, beschichtet mit einer unpolaren gebundenen Phase, die 5 % Diphenyl-95 % Dimethylpolysiloxan entspricht.

6.3 Ultraschallbad

Mit Start bei Umgebungstemperatur. Der Temperaturanstieg durch die Ultraschallbehandlung darf vernachlässigt werden.

6.4 Gerät für die Lösemittlextraktion unter Druck

Bestehend aus Extraktionszellen, die bei einem statischen Druck von bis zu 10 MPa auf 150 °C erhitzt werden müssen. Das Gerät sollte hinsichtlich Temperatur, Dauer und Anzahl der Extraktionszyklen programmierbar sein. Die Zellen müssen mit dem Extraktionslösemittel gespült werden.

6.5 Filtergehäuse

Ausgestattet mit einem Einlass für Gas (Stickstoff, hoher Reinheitsgrad) und einem Auslass für Gas und Flüssigkeit am Boden des Filtergehäuses.

6.6 Rotationsverdampfer, Gerät zur Probeneinengung

Ausgelegt, um die Reduzierung des Lösemittlextrakts von mehr als 300 ml auf 10 ml bis 20 ml zu ermöglichen.

6.7 Laborglasgeräte

6.7.1 Stehkolben, Fassungsvermögen 500 ml

6.7.2 Messzylinder, Fassungsvermögen 500 ml oder gleichwertiges Glasgerät, groß genug, um ein ganzes Filter einzuweichen

6.7.3 Becherglas, Fassungsvermögen 50 ml

7 Probenahme

7.1 Probenahmegerät

Das Probenahmegerät besteht aus einem NGV1-Anschluss, einer 1/2"-Schlauchleitung, einem Druckmessgerät, drei Kugelventilen (Oasis Engineering Ltd. oder ähnlich), einem 12,5-Liter-Puffertank und zwei EU37/25-Filtergehäusen (mit Koaleszenzfiltern), die hinter einer Sprühdüse mit einem Lochdurchmesser von 0,3 mm in Reihe geschaltet sind, und T-Stücken als Verbindungsstücke (siehe Bild 1).

7.2 Probenahmeschritte

Das Probenahmegerät ist über den Anschluss NGV1 mit der Zapfsäule verbunden. Eine Betankung wird gestartet und (bei Bedarf) manuell gestoppt, wenn der Druck in der Gasflasche mindestens 18 MPa erreicht hat (was einer entnommenen Gasmenge von 2,1 m³ bis 2,6 m³ entspricht). Das Probenahmegerät wird dann von der Zapfsäule getrennt und beiseite gestellt.

ANMERKUNG 1 Sofern nicht anders festgelegt, beziehen sich die in diesem Dokument angegebenen Gasmengen auf Standardbedingungen. Wenn nicht anders festgelegt, sind die Standardbedingungen in ISO 13443 [1] aufgeführt.

Die Gasprobe wird durch den Abzug abgelassen, indem ein Kugelventil geöffnet wird, bis der Druck in der Flasche 18 MPa¹ erreicht hat (dieser Druck wurde gewählt, da er vermutlich in allen Tankstellen erreicht werden kann, auch in denen, die mit etwas niedrigeren Drücken als dem Durchschnitt arbeiten). Der Druck wird abgelesen, wenn die Temperatur in der Gasflasche einen Gleichgewichtszustand erreicht hat (der Druck ist dann stabil). Das Gas wird anschließend durch die Koaleszenzfilter geleitet, indem die beiden anderen Kugelventile geöffnet werden. Wenn das Gas zuerst durch die Öffnung der Düse strömt, sinkt der Druck, was zu einem Temperaturabfall führt, und das Öl wird auf dem Filter aufgefangen.

¹ 0,1 MPa = 10⁵ Pa; 1 MPa = 1 N/mm²