

ILNAS

Institut luxembourgeois de la normalisation
de l'accréditation, de la sécurité et qualité
des produits et services

ILNAS-EN ISO 2613-1:2023

Analyse von Erdgas - Siliziumgehalt von Biomethan - Teil 1: Bestimmung des Gesamtsiliziumgehalts durch AES (ISO 2613-1:2023)

Analysis of natural gas - Silicon content
of biomethane - Part 1: Determination of
total silicon by atomic emission
spectroscopy (AES) (ISO 2613-1:2023)

Analyse du gaz naturel - Teneur en
silicium du biométhane - Partie 1:
Détermination de la teneur totale en
silicium par spectrométrie d'émission

05/2023



Nationales Vorwort

Diese Europäische Norm EN ISO 2613-1:2023 wurde als luxemburgische Norm ILNAS-EN ISO 2613-1:2023 übernommen.

Alle interessierten Personen, welche Mitglied einer luxemburgischen Organisation sind, können sich kostenlos an der Entwicklung von luxemburgischen (ILNAS), europäischen (CEN, CENELEC) und internationalen (ISO, IEC) Normen beteiligen:

- Inhalt der Normen beeinflussen und mitgestalten
- Künftige Entwicklungen vorhersehen
- An Sitzungen der technischen Komitees teilnehmen

<https://portail-qualite.public.lu/fr/normes-normalisation/participer-normalisation.html>

DIESES WERK IST URHEBERRECHTLICH GESCHÜTZT

Kein Teil dieser Veröffentlichung darf ohne schriftliche Einwilligung weder vervielfältigt noch in sonstiger Weise genutzt werden - sei es elektronisch, mechanisch, durch Fotokopien oder auf andere Art!

ILNAS-EN ISO 2613-1:2023
EUROPÄISCHE NORM **EN ISO 2613-1**

EUROPEAN STANDARD

NORME EUROPÉENNE

Mai 2023

ICS 75.060

Deutsche Fassung

Analyse von Erdgas - Siliziumgehalt von Biomethan - Teil 1: Bestimmung des Gesamtsiliziumgehalts durch AES (ISO 2613-1:2023)

Analysis of natural gas - Silicon content of biomethane -
Part 1: Determination of total silicon by atomic
emission spectroscopy (AES) (ISO 2613-1:2023)

Analyse du gaz naturel - Teneur en silicium du
biométhane - Partie 1: Détermination de la teneur totale
en silicium par spectrométrie d'émission atomique
(SEA) (ISO 2613-1:2023)

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 3. Mai 2023 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 CEN-CENELEC-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, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, der Republik Nordmazedonien, Rumänien, Schweden, der Schweiz, Serbien, der Slowakei, Slowenien, Spanien, der Tschechischen Republik, der Türkei, Ungarn, dem Vereinigten Königreich und Zypern.



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

CEN-CENELEC Management-Zentrum: Rue de la Science 23, B-1040 Brüssel

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	3
Vorwort	4
Einleitung	5
1 Anwendungsbereich	6
2 Normative Verweisungen	6
3 Begriffe	6
4 Kurzbeschreibung	7
5 Reagenzien und Laborgeräte	7
5.1 Absorptionsmittel	7
5.2 Derivatisierungsmittel	8
5.3 Wasser, entsprechend Qualität 1 nach ISO 3696	8
5.4 Reine Siloxanverbindungen:	8
5.5 Farbfixierte pH-Indikatorstreifen, pH-Wertbereich von 0 bis 14, oder alternativ ein pH-Messgerät mit gegen HF beständiger Elektrode	9
5.6 Kalibrierlösungen	9
5.7 Qualitätssteuerung	10
6 Prüfeinrichtung	11
6.1 Ausrüstung für Probenahme und Derivatisierung	11
6.2 MWP/ICP-AES-Gerät	12
6.3 Analysenwaage, mit der das Wiegen auf 0,01 mg möglich ist	12
7 Probenahme	13
8 Derivatisierung	14
9 Analyseverfahren	15
9.1 Aufbau der Ausrüstung	15
9.2 Kalibriergerade	15
9.3 Analyse unbekannter Proben und Qualitätskontrollproben	16
10 Berechnung	16
11 Angabe der Ergebnisse	17
12 Präzision des Verfahrens	17
13 Messunsicherheit	17
14 Prüfbericht	17
Literaturhinweise	18

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (EN ISO 2613-1:2023) 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.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis November 2023, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis November 2023 zurückgezogen werden.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. CEN ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Dieses Dokument wurde im Rahmen eines Normungsauftrages erarbeitet, den die Europäische Kommission und die Europäische Freihandelszone CEN erteilt haben.

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.

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

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO 2613-1:2023 wurde von CEN als EN ISO 2613-1:2023 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung nationaler Normungsinstitute (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 Normungsthemen 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.

Für eine Erläuterung des freiwilligen Charakters von Normen, der Bedeutung ISO-spezifischer Begriffe und Ausdrücke in Bezug auf Konformitätsbewertungen sowie Informationen darüber, wie ISO die Grundsätze der Welthandelsorganisation (WTO, en: World Trade Organization) hinsichtlich technischer Handelshemmnisse (TBT, en: Technical Barriers to Trade) berücksichtigt, siehe www.iso.org/iso/foreword.html.

Dieses Dokument wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 193, *Natural gas*, Unterkomitee SC 1, *Analysis of natural gas*, in Zusammenarbeit mit dem Europäischen Komitee für Normung (CEN), Technisches Komitee CEN/TC 408, *Biomethan zum Einsatz im Transportwesen und zur Einspeisung in Erdgasrohrleitungen*, in Übereinstimmung mit der Vereinbarung zur technischen Zusammenarbeit zwischen ISO und CEN (Wiener Vereinbarung) 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 beschreibt ein Verfahren für die Messung der Gesamtkonzentration von Silizium in Biomethan, Biogas und ähnlichen gasförmigen Matrices, die in den Erdgasnetzen eingesetzt und als Transportkraftstoff verwendet werden. Das Verfahren beruht auf der Anwendung eines Flüssigimpingers, um das Silizium aus einer Gasprobe zu sammeln, gefolgt von einer instrumentellen Analyse.

Aufgrund der umfangreichen Nutzung von Siloxanverbindungen, deren Flüchtigkeit und deren großer Affinität gegenüber apolaren Umgebungen werden Siloxane als eine der wichtigsten Verunreinigungen in Biogas angesehen. Sie sind unerwünscht, da sie ein Potenzial für die Bildung von abrasivem SiO_2 als Verbrennungsprodukt haben, wodurch Motoren und Geräte beschädigt werden können. Darüber hinaus stellen einige dieser Verbindungen ein Gesundheitsrisiko dar.

Für die Anwendung dieses Dokuments wird der gemessene Siliziumspezies-Gehalt als Gesamt-Siliziumgehalt angegeben. Der gemessene Siliziumgehalt stammt aus Siloxanverbindungen, die aus der Gasphase in flüssigen Medien eingefangen und in eine analytische Form von Hexafluorsilicat- (SiF_6^{2-})-Ionen derivatisiert werden, welche bei der Analyse in der Lösung bleiben.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument ist für die Messung des Gesamt-Siliziumgehalts in gasförmigen Matrices wie Biomethan und Biogas anwendbar. Silizium liegt in einer Gasphase vor, die vorwiegend in Siloxanverbindungen, Trimethylsilan und Trimethylsilanol enthalten ist. Die analytische Form des in der Flüssigphase gemessenen Siliziums nach Durchführung des Probenahme- und Derivatisierungsverfahrens sind lösliche Hexafluorsilicat-Anionen, die in leicht angesäuerten Medien stabil sind. Der Gesamt-Siliziumgehalt wird als Masse des im analysierten Gasvolumen vorhandenen Siliziums angegeben.

Dieses Dokument ist für festgelegte gasförmige Matrices mit Siliziumkonzentrationen bis 5 mg/m^3 anwendbar, und ist vorwiegend für die Biomethan-Matrices mit einer Si-Massenkonzentration von $0,1 \text{ mg/m}^3$ bis $0,5 \text{ mg/m}^3$ Si vorgesehen.

Mit einer Anpassung zur Sicherstellung eines angemessenen Absorptionsgrades kann es auch für höhere Konzentrationen angewendet werden. Die Nachweisgrenze des Verfahrens wird auf $0,05 \text{ mg/m}^3$ abgeschätzt, basierend auf einem Gasprobenvolumen von $0,020 \text{ m}^3$. Alle Verbindungen, die in der Gasphase vorliegen, sind bei der Absorptions- und Derivatisierungstemperatur flüchtig, und gasförmige Siloxane werden in Absorptionsmedien eingefangen und in eine analytische Form von Silizium derivatisiert, welche mit diesem Verfahren gemessen wird. Die Siliziumkonzentration wird in verdünnten Derivatisierungsmitteln mittels Atomemissionsspektrometrie mit Atomisierung/Ionisation in Mikrowellen- oder induktiv gekoppeltem Plasma gemessen.

Sofern nicht angegeben, beziehen sich alle Volumina und Konzentrationen auf Normbedingungen (Temperatur, 273 K, und Druck, 101,325 kPa).

ANMERKUNG Bei Anwendung geeigneter Verdünnungsfaktoren kann das Verfahren auch für Siliziumkonzentrationen über 5 mg/m^3 angewendet werden.

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 3696, *Water for analytical laboratory use — Specification and test methods*

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

ISO 14532, *Natural gas — Vocabulary*

ISO 10715, *Natural gas — Gas sampling*

ISO 14912, *Gas analysis — Conversion of gas mixture composition data*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Begriffe nach ISO 14532 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 <https://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: verfügbar unter <https://www.electropedia.org/>