

STN	Zemný plyn Stanovenie zloženia a priradenej neistoty plynovou chromatografiou Časť 5: Izotermická metóda na stanovenie dusíka, oxidu uhličitého, uhľovodíkov C₁ až C₅ a uhľovodíkov C₆ a vyšších (ISO 6974-5: 2014)	STN EN ISO 6974-5 38 6111
------------	---	---

Natural gas. Determination of composition and associated uncertainty by gas chromatography.
Part 5: Isothermal method for nitrogen, carbon dioxide, C1 to C5 hydrocarbons and C6+ hydrocarbons

Gaz naturel. Détermination de la composition et de l'incertitude associée par chromatographie en phase gazeuse.
Partie 5: Méthode isotherme pour l'azote, le dioxyde de carbone, les hydrocarbures C1 à C5 et C6+

Erdgas. Bestimmung der Zusammensetzung und der zugehörigen Unsicherheit durch Gaschromatographie.
Teil 5: Isothermes Verfahren für Stickstoff, Kohlenstoffdioxid, C1- bis C5-Kohlenwasserstoffe und C6+- Kohlenwasserstoffe

Táto norma je slovenskou verziou európskej normy EN ISO 6974-5: 2014.
Preklad zabezpečil Úrad pre normalizáciu, metrológiu a skúšobníctvo Slovenskej republiky.
Táto norma má rovnaké postavenie, ako majú oficiálne verzie.

This standard is the Slovak version of the European Standard EN ISO 6974-5: 2014.
It was translated by Slovak Office of Standards, Metrology and Testing.
It has the same status as the official versions.

Nahradenie predchádzajúcich noriem

Táto norma nahrádza anglickú verziu STN EN ISO 6974-5 z apríla 2015, ktorá od 1. apríla 2015 nahradila STN EN ISO 6974-5 z marca 2004 v celom rozsahu.

122260

Úrad pre normalizáciu, metrológiu a skúšobníctvo SR, 2016
Podľa zákona č. 264/1999 Z. z. v znení neskorších predpisov sa môžu slovenské technické normy rozmnožovať a rozširovať iba so súhlasom Úradu pre normalizáciu, metrológiu a skúšobníctvo SR.

Národný predhovor

Obrázky v tejto norme sú prevzaté z elektronických podkladov dodaných z CEN, © 2014 CEN, ref. č. EN ISO 6974-5: 2014 E.

Norma obsahuje jednu národnú poznámku.

Normatívne referenčné dokumenty

Nasledujúce dokumenty, celé alebo ich časti, sú v tomto dokumente normatívnymi odkazmi a sú nevyhnutné pri jeho používaní. Pri datovaných odkazoch sa použije len citované vydanie. Pri nedatovaných odkazoch sa použije najnovšie vydanie citovaného dokumentu (vrátane všetkých zmien).

EN ISO 6974-1 zavedená v STN EN ISO 6974-1 Zemný plyn. Stanovenie zloženia a priradenej neistoty plynovou chromatografiou. Časť 1: Všeobecné pokyny a výpočet zloženia (ISO 6974-1) (38 6111)

EN ISO 6974-2 zavedená v STN EN ISO 6974-2 Zemný plyn. Stanovenie zloženia a priradenej neistoty plynovou chromatografiou. Časť 2: Výpočty neistoty (ISO 6974-2) (38 6111)

Vypracovanie normy

Spracovateľ: EKOREX SK, s r. o., Bratislava, Ing. Gabriela Katuščáková, prom. chem. Natália Kočanová

Technická komisia: TK 50 Ropa, plynné a kvapalné palivá, ostatné výrobky z ropy a palivá z obnoviteľných zdrojov

TK 51 Plynárenstvo. Spotrebiče na horľavé plyny

Zemný plyn
Stanovenie zloženia a priradenej neistoty plynovou chromatografiou
Časť 5: Izotermická metóda na stanovenie dusíka, oxidu uhličitého,
uhľovodíkov C₁ až C₅ a uhľovodíkov C₆ a vyšších
(ISO 6974-5: 2014)

Natural gas

Determination of composition and associated uncertainty by gas chromatography
Part 5: Isothermal method for nitrogen, carbon dioxide, C1 to C5 hydrocarbons and C6+ hydrocarbons
(ISO 6974-5: 2014)

Gaz naturel – Détermination de la composition et de l'incertitude associée par chromatographie en phase gazeuse – Partie 5: Méthode isotherme pour l'azote, le dioxyde de carbone, les hydrocarbures C1 à C5 et C6+ (ISO 6974-5: 2014)

Erdgas – Bestimmung der Zusammensetzung und der zugehörigen Unsicherheit durch Gaschromatographie – Teil 5: Isothermes Verfahren für Stickstoff, Kohlenstoffdioxid, C1- bis C5-Kohlenwasserstoffe und C6+-Kohlenwasserstoffe (ISO 6974-5: 2014)

Túto európsku normu CEN schválil 28. júna 2014.

Členovia CEN sú povinní plniť vnútorné predpisy CEN/CENELEC, v ktorých sú určené podmienky, za ktorých sa tejto európskej norme bez akýchkoľvek zmien priznáva postavenie národnej normy. Aktualizované zoznamy a bibliografické odkazy týkajúce sa takýchto národných noriem možno na požiadanie dostať od Riadiaceho strediska CEN-CENELEC alebo od každého člena CEN.

Táto európska norma existuje v troch oficiálnych verziách (anglickej, francúzskej, nemeckej). Verzia v akomkoľvek inom jazyku, ktorú na vlastnú zodpovednosť vydal člen CEN v preklade do národného jazyka a oznámil to Riadiacemu stredisku CEN-CENELEC, má rovnaké postavenie, ako majú oficiálne verzie.

Členmi CEN sú národné normalizačné organizácie Belgicka, Bulharska, Bývalej juhoslovanskej republiky Macedónsko, Cypru, Česka, Dánska, Estónska, Fínska, Francúzska, Grécka, Holandska, Chorvátska, Írska, Islandu, Litvy, Lotyšska, Luxemburska, Maďarska, Malty, Nemecka, Nórska, Poľska, Portugalska, Rakúska, Rumunská, Slovenska, Slovinska, Spojeného kráľovstva, Španielska, Švajčiarska, Švédska, Talianska a Turecka.

CEN

Európsky výbor pre normalizáciu
European Committee for Standardization
Comité Européen de Normalisation
Europäisches Komitee für Normung

Riadiace stredisko CEN-CENELEC: Avenue Marnix 17, B-1000 Brusel

Obsah

strana

Predhovor	5
Úvod	5
1 Predmet normy.....	6
2 Normatívne odkazy	6
3 Podstata skúšky	7
4 Materiály	8
5 Aparatúra	8
6 Schéma usporiadania	10
7 Postup skúšky	11
7.1 Nastavenie zariadenia	11
7.1.1 Kondicionovanie kolóny	11
7.2 Prevádzka zariadenia	12
7.2.1 Analytická metóda	12
7.2.2 Dávkovanie vzorky	13
7.2.3 Analýza	13
7.2.4 Rozlíšenie píkov	14
7.2.5 Kalibrácia	14
8 Vyjadrenie výsledkov	15
8.1 Neistota	15
8.2 Protokol o skúške	15
Príloha A (informatívna) – Príklad použitia	16
A.1 Všeobecné úvahy	16
A.2 Kalibrácia.....	18
A.3 Výpočet molových zlomkov	20
A.3.1 Metóda normalizácie priemeru (pozri 6.9.2 normy ISO 6974-1: 2012)	20
A.3.2 Metóda priebežnej normalizácie (pozri 6.9.3 normy ISO 6974-1: 2012)	22
A.4 Výpočet neistoty molových zlomkov	25
A.4.1 Metóda normalizácie priemeru (pozri 5.3.2 normy ISO 6974-2: 2012)	25
A.4.2 Metóda priebežnej normalizácie (pozri 5.3.3 normy ISO 6974-2: 2012)	25
A.5 Porovnanie postupov normalizácie priemeru a priebežnej normalizácie	26
A.6 Protokolovanie výsledkov	26
A.7 Tabuľkový procesor excel	26
Príloha B (informatívna) – Postup časového nastavenia ventilov a nastavenia škrtiaceho ventilu	27
Literatúra	29

Predhovor

Tento dokument (EN ISO 6974-5: 2014) vypracovala technická komisia ISO/TC 193 Zemný plyn.

Tejto európskej norme sa musí priznať postavenie národnej normy buď vydaním identického textu, alebo oznámením najneskoršie do januára 2015 a národné normy, ktoré sú s ňou v rozpore, musia sa zrušiť najneskoršie do januára 2015.

Upozorňuje sa na možnosť, že niektoré časti tohto dokumentu môžu byť predmetom patentových práv. CEN [a/alebo CENELEC] nezodpovedajú za identifikáciu ktoréhokoľvek alebo všetkých takýchto patentových práv.

Tento dokument nahrádza EN ISO 6974-5: 2001.

V súlade s vnútornými predpismi CEN-CENELEC sú túto európsku normu povinné prevziať národné normalizačné organizácie týchto krajín: Belgicka, Bulharska, Bývalej juhoslovanskej republiky Macedónsko, Cypru, Česka, Dánska, Estónska, Fínska, Francúzska, Grécka, Holandska, Chorvátska, Írska, Islandu, Litvy, Lotyšska, Luxemburska, Maďarska, Malty, Nemecka, Nórska, Poľska, Portugalska, Rakúska, Rumunská, Slovenska, Slovinska, Spojeného kráľovstva, Španielska, Švajčiarska, Švédsko, Talianska a Turecka.

Oznámenie o schválení

Text medzinárodnej normy ISO 6974-5: 2014 CEN schválil ako EN ISO 6974-5: 2014 bez akýchkoľvek modifikácií.

Úvod

Táto časť normy ISO 6974 opisuje metódu na analýzu zemného plynu, ktorá sa bežne používa na priame aplikácie vo výrobe, ale môže sa používať aj s laboratórnymi prístrojmi. Získané údaje o zložení sa používajú na výpočet kalorickej hodnoty, relatívnej hustoty a Wobbeho indexu.

Predpokladá sa, že zdroj zemného plynu neobsahuje nijaký kyslík. Akýkoľvek prítomný kyslík pochádza z kontaminácie pri odbere vzorky.

Táto chromatografická metóda sa používa hlavne na výpočet kalorickej hodnoty (CV) podľa ISO 6976. Je založená na technike automatického prepínania kolón, pri ktorej sa automaticky prepína niekoľko kolón zvolených na základe schopnosti deliť konkrétne skupiny zložiek.

Je potrebné len jedno dávkovanie a prvá fáza metódy zahŕňa zrýchlené spätné eluovanie C_6 a vyšších (ktoré sa merajú skôr ako rekombinovaná „pseudozložka“ než ako súčet jednotlivých meraní zložky). Ľahšie zložky (dusík, metán, oxid uhličitý a etán) sa uchovávajú na vhodnej deliacej kolóne, zatiaľ čo ťažšie zložky ako C_3 až C_5 uhľovodíky sa eluujú. Ľahšie zložky sa potom delia presmerovaním nosného plynu na vhodnú kolónu.

Na meranie vyššie uvedených zložiek sa používa tepelnovodivostný detektor (TCD).*

Keď sa metóda nastavuje po prvý raz, opakovateľnosť meraní sa určí opakovanými stanoveniami valca skúšobného plynu, zvyčajne bežného zemného plynu. Pre každú zložku sa zakreslí regulačný diagram znázorňujúci priemernú hodnotu a medze predstavujúce dve a tri smerodajné odchýlky. Potom sa skúšobný plyn analyzuje po každej kalibrácii analyzátoru a výsledky sa porovnávajú s údajmi v regulačných diagramoch. Týmto postupom sa hodnotí účinnosť analyzátoru.

Akákoľvek zmena nastavenia metódy môže spôsobiť zväčšenie rozdielov odoziev zložiek a tým (ak sa použijú) vypočítaných neistôt. Za týchto okolností dopĺňanie údajov do jestvujúceho regulačného diagramu nie je vhodný postup a musia sa zopakovať úkony, ktoré sa vykonali pri prvom nastavení metódy.

Táto časť normy ISO 6974 poskytuje jednu z metód, ktorá sa môže používať na určovanie zloženia zemného plynu v súlade s normami ISO 6974-1 a ISO 6974-2.

* NÁRODNÁ POZNÁMKA. – Skratka TCD je odvodená z anglického výrazu „Thermal Conductivity Detector“.

1 Predmet normy

Táto časť medzinárodnej normy opisuje plynovochromatografickú metódu na kvantitatívne stanovenie obsahu dusíka, oxidu uhličitého a C₁ až C₅ uhľovodíkov ako jednotlivých zložiek a zmesi C₆ a vyšších uhľovodíkov, ktorá predstavuje všetky uhľovodíky s počtom uhlíkov 6 a väčším vo vzorkách zemného plynu. Táto metóda je použiteľná na analýzu plynov obsahujúcich zložky v pracovnom rozsahu molových zlomkov uvedených v tabuľke 1.

Tabuľka 1 – Pracovný rozsah zložiek

Zložka		Molový zlomok	
		[%]	
		Min.	Max.
Dusík	N ₂	0,1	22
Oxid uhličitý	CO ₂	0,05	15
Metán	CH ₄	34	100
Etán	C ₂ H ₆	0,1	23
Propán	C ₃ H ₈	0,05	10
2-Metylpropán (izobután)	i-C ₄ H ₁₀	0,01	2,0
Bután (n-bután)	n-C ₄ H ₁₀	0,01	2,0
2,2-Dimetylpropán (neopentán)	neo-C ₅ H ₁₂	0,005	0,35
2-Metylbután (izopentán)	i-C ₅ H ₁₂	0,005	0,35
Pentán (n-pentán)	n-C ₅ H ₁₂	0,005	0,35
Hexány a vyššie uhľovodíky	C ₆₊	0,005	0,35

POZNÁMKA 1. – V tabuľke 1 sa uvádzajú ako pracovné tie rozsahy, pre ktoré sa ukázala metóda uspokojivá a ponúka sa ako návod. Nie je však nijaký dôvod nepoužiť širšie rozsahy za predpokladu, že sa preukázalo, že meranie takéhoto širšieho rozsahu je úspešné.

POZNÁMKA 2. – Uhľovodíky vyššie ako pentán sa vyjadrujú ako „pseudozložka“ C₆ a vyššie uhľovodíky, ktoré sa analyzujú ako jeden zložený pík a takto sa aj kalibrujú. Vlastnosti C₆ a vyšších uhľovodíkov sa vypočítajú rozsiahlejšou analýzou individuálnych C₆ a vyšších uhľovodíkov.

POZNÁMKA 3. – Kyslík nie je bežnou zložkou zemného plynu a neočakáva sa, že sa bude vyskytovať v plyne odoberanom do trvale pripojeného prístroja. Ak sa nejaký kyslík vyskytuje ako výsledok kontaminácie vzduchom, stanovuje sa spolu s dusíkom. Výsledná hodnota (dusík + kyslík) bude do malej miery chybná v dôsledku nepatrného rozdielu medzi odozvami detektora na kyslík a dusík.

POZNÁMKA 4. – Predpokladá sa, že obsah hélia a argónu je zanedbateľný a nemenný, preto nie je nutné ho analyzovať.

POZNÁMKA 5. – Vzorka plynu nesmie obsahovať nijaký kondenzát uhľovodíkov alebo vodu.

2 Normatívne odkazy

Nasledujúce dokumenty, celé alebo ich časti, sú v tomto dokumente normatívnymi odkazmi a sú nevyhnutné pri jeho používaní. Pri datovaných odkazoch sa použije len citované vydanie. Pri nedatovaných odkazoch sa použije posledné vydanie citovaného dokumentu (vrátane všetkých zmien).

ISO 6974-1 *Natural gas – Determination of composition and associated uncertainty by gas chromatography – Part 1: General guidelines and calculation of composition.* [Zemný plyn. Stanovenie zloženia a priradenej neistoty plynovou chromatografiou. Časť 1: Všeobecné pokyny a výpočet zloženia.]

ISO 6974-2 *Natural gas – Determination of composition and associated uncertainty by gas chromatography – Part 2: Uncertainty calculations.* [Zemný plyn. Stanovenie zloženia a priradenej neistoty plynovou chromatografiou. Časť 2: Výpočty neistoty.]

koniec náhľadu – text ďalej pokračuje v platenej verzii STN