

Norme internationale



6568

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION • МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ • ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

Gaz naturel — Analyse simple par chromatographie en phase gazeuse*Natural gas — Simple analysis by gas chromatography***Première édition — 1981-09-01****iTeh STANDARD PREVIEW**
(standards.iteh.ai)ISO 6568:1981<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4a25557f-4cae-4fda-b72d-da09b55963eb/iso-6568-1981>**CDU 665.612.3 : 543.544****Réf. n° : ISO 6568-1981 (F)****Descripteurs** : analyse de gaz, gaz naturel, méthode chromatographique en phase gazeuse.

Prix basé sur 4 pages

Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique correspondant. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO, participent également aux travaux.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour approbation, avant leur acceptation comme Normes internationales par le Conseil de l'ISO.

La Norme internationale ISO 6568 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 158, *Analyse des gaz*, et a été soumise aux comités membres en mai 1980.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

Afrique du Sud, Rép. d'
Allemagne, R.F.
Australie
Belgique
Brésil

Bulgarie
Espagne
France
Italie
Mexique

ISO 6568:1981

Pays-Bas
Pologne
Roumanie
Tchécoslovaquie
URSS

Les comités membres des pays suivants l'ont désapprouvée pour des raisons techniques :

Inde
Royaume-Uni

Gaz naturel — Analyse simple par chromatographie en phase gazeuse

0 Introduction

La présente Norme internationale décrit une méthode simple d'analyse du gaz naturel; elle peut être réalisée avec tout chromatographe à détecteur par conductibilité thermique à filament, muni seulement d'une régulation isotherme et d'une seule colonne.

Cette méthode permet le dosage de l'azote, du dioxyde de carbone et des hydrocarbures comprenant de un à cinq atomes de carbone.

L'ISO 6569¹⁾ spécifie une autre méthode d'analyse rapide du gaz naturel (hydrocarbures jusqu'au butane). D'autres méthodes plus détaillées pour l'analyse du gaz naturel feront l'objet de Normes internationales ultérieures.

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode pour l'analyse d'un gaz naturel contenant moins de 1 % molaire d'hydrocarbures comprenant plus de cinq atomes de carbone (couramment appelé gaz naturel sans condensat), en tout point depuis le gisement jusqu'au centre de distribution. Elle est applicable pour le dosage

- des hydrocarbures comprenant de un à cinq atomes de carbone ²⁾;
- du dioxyde de carbone;
- de l'azote ³⁾.

Dans le cadre de la présente Norme internationale, le gaz est supposé déshydraté ou contenant moins de 2 % molaire de vapeur d'eau et ne contenant pas de sulfure d'hydrogène, d'oxysulfure de carbone ou de thiols en teneur dosable avec le détecteur utilisé.

1) ISO 6569, *Gaz naturel — Analyse rapide par chromatographie en phase gazeuse*.

2) On peut doser les hydrocarbures jusqu'à l'heptane en procédant à une programmation de température de la colonne de 70 à 150 °C, à raison de 2 °C/min.

3) Si le gaz naturel contient de l'hydrogène, de l'hélium, de l'oxygène ou du monoxyde de carbone, ces constituants ne peuvent pas être dosés par la méthode décrite et ils interfèrent sur le dosage de l'azote.

4) Compte tenu des dimensions du tube, la forme spiralée sur deux épaisseurs est recommandée et permet de monter cette colonne dans tout chromatographe courant.

5) Les valeurs spécifiées pour la teneur en phase stationnaire, la granulométrie du support et le débit du gaz vecteur correspondent aux valeurs optimales observées lors d'essais de laboratoire.

2 Appareillage et matériaux

2.1 Colonne de chromatographie.

2.1.1 Tube⁴⁾

- Longueur : 9 m
- Diamètres : diamètre intérieur : 4 mm
diamètre extérieur : 6 mm
- Matériau : par exemple, cuivre ou acier inoxydable.

2.1.2 Remplissage⁵⁾

- Masse : 80 à 100 g

2.1.2.1 Support

- Nature : Chromosorb P
- Granulométrie : 250 à 315 µm (60 à 48 mesh)
- Traitement : lavage à l'acide

2.1.2.2 Phase stationnaire

- Nature : huile de silicone DC 200 [viscosité environ 35×10^{-5} m²/s (350 cSt)]
- Taux d'imprégnation : 40 g pour 100 g de support [28 % (m/m)]
- Solvant : chloroforme

Disperser le support dans une solution d'huile de silicone dans le chloroforme, chasser ensuite le solvant dans un évaporateur, sous balayage de gaz inerte.

2.1.2.3 Tamisage après imprégnation : 250 μm à 300 μm

2.1.2.4 Conditionnement

- Température : 180 °C
- Durée : 12 h
- Gaz de balayage : azote ou hélium à 60 ml/min

2.2 Dispositif d'introduction.

- Type : robinet à gaz
- Volume de la boucle : 1 ml au max.

2.3 Gaz vecteur.

- Nature : hydrogène ou hélium
- Pureté : > 99,9 %
- Détendeur : à double détente (seconde détente entre 0 et 5 bar)

2.4 Détecteur.

- Type : à conductibilité thermique à filament

2.5 Enregistreur.

- Type : potentiométrique ou à haute impédance d'entrée
- Sensibilité : 1 mV pleine échelle
- Déviation à pleine échelle : en environ 1 s

2.6 Intégrateur.

Cet accessoire n'est pas rigoureusement indispensable mais facilite l'acquisition et l'exploitation des données chromatographiques.

Tout intégrateur électronique et traitant des signaux jusqu'à 1 V d'amplitude convient.

3 Mode opératoire

3.1 Réglage de l'appareillage

3.1.1 Colonne

Régler la température à 70 ± 2 °C et le débit du gaz vecteur à 60 ml/min, la pression effective d'entrée étant de 2 bar environ.

3.1.2 Détecteur

Régler la température à 150 °C et régler l'intensité du courant en se conformant aux indications du constructeur pour le gaz vecteur utilisé.

3.1.3 Enregistreur

3.1.3.1 Vitesse du papier

Si on pratique la triangulation des pics, choisir la vitesse de sorte que la largeur à mi-hauteur du pic le plus étroit soit au moins de 5 mm.

3.1.3.2 Réglage du zéro

Déconnecter le détecteur de l'enregistreur, mettre en court-circuit les bornes d'entrée de l'enregistreur, et amener la plume de l'enregistreur à 5 % de la pleine échelle. Reconnecter le détecteur à l'enregistreur et, le détecteur étant sous tension et à la sensibilité maximale utilisée, ramener la plume de l'enregistreur à 5 % de la pleine échelle.

Si un intégrateur n'est pas disponible, on choisira les atténuations de sorte que chaque pic ait une hauteur mesurable avec précision.

3.2 Détermination

Après vérification de la stabilité de la ligne de base à la sensibilité maximale utilisée, introduire l'échantillon pour essai dans la boucle d'échantillonnage en la balayant avec un débit d'environ 3 l/h et injecter l'échantillon (1 ml max.). Vérifier la performance de la colonne : on doit obtenir un chromatogramme semblable à celui de la figure; la hauteur de la vallée séparant les pics de l'azote et du méthane doit être inférieure ou égale à 10 % de la hauteur du pic d'azote.

3.3 Exploitation du chromatogramme

3.3.1 Analyse qualitative

Le tableau donne l'ordre d'élution des constituants ainsi qu'à titre indicatif, leur temps de rétention relatif au *n*-butane.

Durée de l'analyse : 25 min (jusqu'au *n*-pentane).

3.3.2 Analyse quantitative

3.3.2.1 Déterminer les aires (surfaces) des pics selon l'une des méthodes suivantes :

- a) exploitation manuelle : assimiler les pics à des triangles et calculer les aires par la formule

hauteur $\times$ largeur à mi-hauteur $\times$ atténuation

Mesurer la largeur à mi-hauteur à 0,1 mm près;

- b) par mesurage direct à l'aide de l'intégrateur (2.6).

3.3.2.2 Calculer les concentrations des constituants dans l'échantillon par la formule donnée dans le chapitre 4, en corrigeant les aires des pics par les facteurs de réponse. Les constituants non élués du chromatographe étant, dans le cas de cette analyse, en faible concentration, cette méthode est applicable.

L'emploi d'une table de coefficients est commode; les valeurs sont indiquées dans le tableau pour les deux gaz vecteurs proposés. Pour un étalonnage plus précis, utiliser un mélange de gaz pour étalonnage, de composition voisine de celle du gaz naturel à analyser et préparé par méthode pondérale (voir ISO 6142).¹⁾ Calculer les facteurs de réponse à employer. Si un ou plusieurs facteurs s'écartent de plus de 10 % des valeurs données dans le tableau, on recherchera l'origine de cette différence.

4 Expression des résultats

Calculer la concentration, exprimée en pourcentage molaire, de chaque constituant dans l'échantillon par la formule

$$C_i = \frac{A_i K_i}{\sum_{j=1}^n (A_j K_j)} \times 100$$

où

A_i est l'aire du pic pour le constituant i ;

K_i est le facteur de réponse pour le constituant i .

Pour ce type d'échantillon, la concentration en pourcentage molaire est assimilable à la concentration en pourcentage en volume, à condition que le facteur de compressibilité ne soit pas significativement différent de 1.

5 Fidélité

5.1 Répétabilité

Si l'intégrateur est utilisé, la répétabilité de la méthode, en valeur relative, est

- sur le méthane, de l'ordre de 0,1 %;
- sur les autres constituants en concentration supérieure à 0,5 % molaire, de l'ordre de 0,5 à 1 %;
- sur les constituants en concentration inférieure à 0,5 % molaire, de l'ordre de 5 à 20 %.

5.2 Reproductibilité

La reproductibilité de la méthode, en valeur relative, est de 1 % sur le méthane et de l'ordre de 10 % sur les autres constituants.

6 Procès-verbal d'essai

Le procès-verbal d'essai doit contenir les indications suivantes :

- a) référence de la présente Norme internationale;
- b) identification de l'échantillon;
 - origine,
 - composition présumée,
 - conditions de prélèvement : date, pression, température,
 - numéro de la bouteille;
- c) résultats : composition de l'échantillon en pourcentage molaire;
- d) tous détails particuliers relevés au cours de l'analyse;
- e) toutes opérations non prévues dans la présente Norme internationale ou considérées comme facultatives.

Tableau

Constituant	K_i Gaz vecteur : hydrogène	K_i Gaz vecteur : hélium	Temps de rétention relatif au <i>n</i> -butane
Azote (N ₂)	0,91	0,81	0,29
Méthane (CH ₄)	1	1	0,31
Dioxyde de carbone (CO ₂)	0,80	0,75	0,35
Éthane (C ₂ H ₆)	0,69	0,70	0,41
Propane (C ₃ H ₈)	0,55	0,55	0,57
<i>iso</i> -Butane (<i>i</i> -C ₄ H ₁₀)	0,48	0,43	0,82
<i>n</i> -Butane (<i>n</i> -C ₄ H ₁₀)	0,47	0,42	1
<i>néo</i> -Pentane (<i>néo</i> -C ₅ H ₁₂)	0,47	0,42	1,10
<i>iso</i> -Pentane (<i>i</i> -C ₅ H ₁₂)	0,43	0,36	1,57
<i>n</i> -Pentane (<i>n</i> -C ₅ H ₁₂)	0,42	0,34	1,84

1) ISO 6142, Analyse des gaz — Préparation des mélanges de gaz pour étalonnage — Méthodes pondérales.

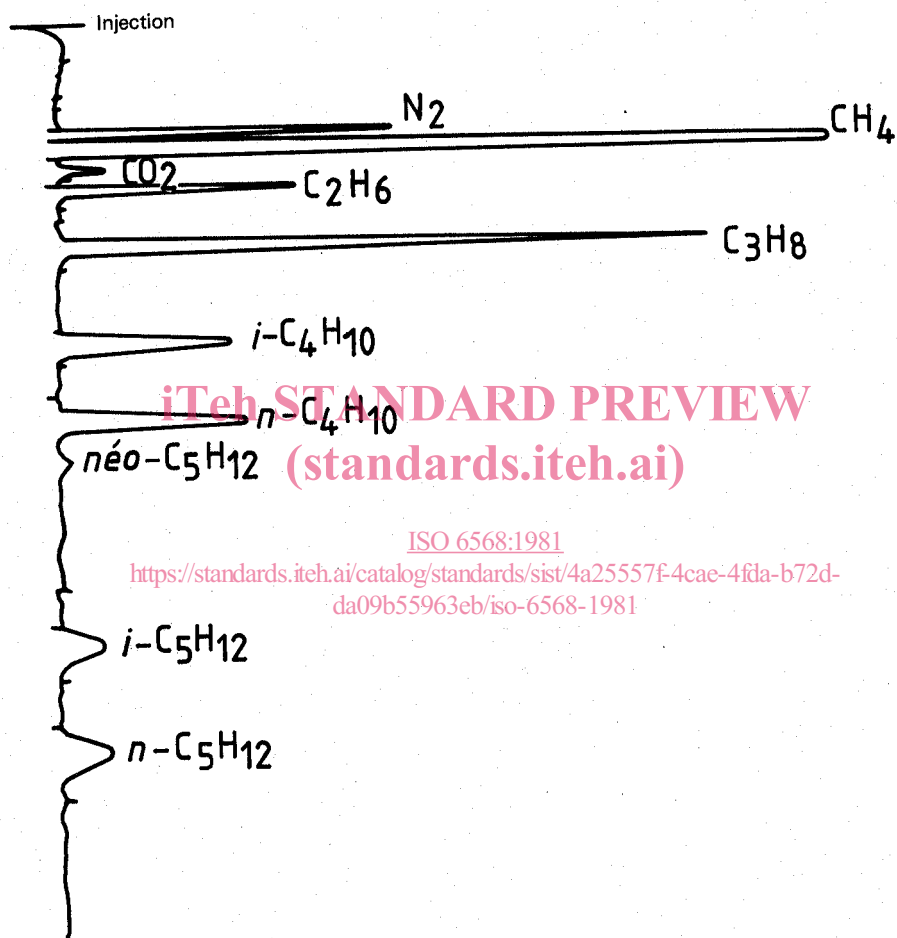


Figure — Exemple de chromatogramme

iTeh STANDARD PREVIEW **(standards.iteh.ai)**

ISO 6568:1981

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4a25557f-4cae-4fda-b72d-da09b55963eb/iso-6568-1981>

iTeh STANDARD PREVIEW **(standards.iteh.ai)**

ISO 6568:1981

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4a25557f-4cae-4fda-b72d-da09b55963eb/iso-6568-1981>