

NORME
INTERNATIONALE

ISO
6978

Première édition
1992-09-01

Gaz naturel — Détermination de la teneur en mercure

iTeh *Natural gas — Determination of mercury*
STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6978:1992

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1f9b7de4-de9c-4bbe-838b-1cc0aa845bf1/iso-6978-1992>



Numéro de référence
ISO 6978:1992(F)

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 en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 6978 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 193, *Gaz naturel*, sous-comité SC 1, *Analyse du gaz naturel*.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1f9b7de4-de9c-4bbe-838b-1cc0aa845bf1/iso-6978-1992>

© ISO 1992

Droits de reproduction réservés. Aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

Organisation internationale de normalisation
Case Postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse

Imprimé en Suisse

Gaz naturel — Détermination de la teneur en mercure

AVERTISSEMENT — Le mercure constitue un danger pour la santé s'il est manipulé de façon incorrecte. Éviter toute inhalation prolongée de la vapeur. Le mercure répandu doit être enlevé immédiatement, même dans les endroits difficiles d'accès.

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit deux méthodes, A et B, permettant de déterminer en mercure, y compris le mercure élémentaire, le mercure diméthylé et le mercure diéthylé dans le gaz naturel.

La méthode A prescrit un échantillonnage à la pression atmosphérique par absorption dans une solution de permanganate de potassium suivie d'une réduction des ions mercure et d'une analyse par spectrométrie d'absorption atomique sans flamme. La limite inférieure de détection est $0,05 \mu\text{g}/\text{m}^3$ pour une durée d'échantillonnage de 2 h. Il peut y avoir interférence des hydrocarbures aromatiques. S'il y a des hydrocarbures aromatiques, il est recommandé d'utiliser la méthode B.

La méthode B prescrit un échantillonnage à la pression atmosphérique ou à une pression supérieure par adsorption de mercure sur argent/or suivie d'une désorption et d'une analyse par spectrométrie d'absorption atomique sans flamme. La limite inférieure de détection est $3 \times 10^{-4} \mu\text{g}/\text{m}^3$ pour une pression minimale de 3 MPa (30 bar) et une durée d'échantillonnage de 2 h.

La méthode A est recommandée pour les gaz naturels à teneur en mercure élevée ($> 0,5 \mu\text{g}/\text{m}^3$) tandis que la méthode B est préférable pour des concentrations de mercure plus faibles ($10^{-3} \mu\text{g}/\text{m}^3$ à $1 \mu\text{g}/\text{m}^3$).

2 Références normatives

Les normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la pré-

sente Norme internationale. Au moment de la publication, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des normes indiquées ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 641:1975, *Verrerie de laboratoire — Assemblages sphériques rodés interchangeables.*

ISO 3696:1987, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai.*

ISO 4793:1980, *Filtres frittés de laboratoire — Échelle de porosité — Classification et désignation.*

3 Principe

3.1 Méthode A: Détermination de la teneur en mercure par échantillonnage à la pression atmosphérique

Le gaz traverse un flacon laveur de gaz rempli d'une solution d'acide sulfurique-potassium permanganate de potassium. Le mercure présent dans le gaz s'oxyde en ions mercure(II). L'excédent de permanganate est réduit par une solution de chlorure d'hydroxylamine et les ions mercure(II) sont réduits par une solution de chlorure d'étain(II) pour former du mercure élémentaire qui est entraîné dans un courant d'azote. Le courant d'azote passe à travers une cuve d'absorption (épaisseur 175 mm) placée dans un spectromètre d'épaisseur d'absorption atomique. On détermine le mercure en mesurant l'absorbance de la raie de résonance du mercure à 253,7 nm.

3.2 Méthode B: Détermination de la teneur en mercure par échantillonnage à la pression atmosphérique ou à une pression supérieure

Le gaz traverse un tube en silice contenant de la grenaille d'argent placée dans un récipient à haute pression en acier inoxydable. Le mercure présent dans le gaz est piégé quantitativement par l'argent, puis il est libéré par chauffage du tube dans un four à 850 °C sous un courant d'air. La vapeur de mercure est piégée dans un second tube en silice rempli de fil d'or, tandis que les hydrocarbures et autres contaminants sont oxydés et traversent le tube. Le tube contenant du fil d'or est chauffé dans un four à 850 °C sous un courant d'air. La vapeur de mercure passe à travers une cuve d'absorption et le mercure est déterminé par spectrométrie d'absorption atomique sans flamme à une longueur d'onde de 253,7 nm.

4 Méthode A: Détermination de la teneur en mercure par échantillonnage à la pression atmosphérique

4.1 Réactifs et produits

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique reconnue et avoir une teneur en mercure la plus faible possible. Chaque fois que l'eau est mentionnée, utiliser de l'eau de pureté appropriée; l'ISO 3696 décrit différents types d'eau.

4.1.1 Eau régale, solution de lavage.

Mélanger 3 volumes d'acide chlorhydrique concentré ($\rho_{20} = 1,19$ g/ml) et 1 volume d'acide nitrique concentré ($\rho_{20} = 1,40$ g/ml).

4.1.2 Acide sulfurique, solution à 65 % (m/m).

Ajouter avec précaution 1 volume d'acide sulfurique concentré ($\rho_{20} = 1,84$ g/ml) à 1 volume d'eau.

4.1.3 Permanganate de potassium, solution à 4 % (m/m).

Dissoudre 40 g de permanganate de potassium dans 1 litre d'eau et laisser décanter le liquide clair. Ajouter 5 g de dioxyde de manganèse. Secouer vigoureusement la solution pendant 30 min. Laisser reposer la solution jusqu'au lendemain et enlever le dioxyde de manganèse par centrifugation. Stocker dans un flacon brun.

4.1.4 Permanganate de potassium, solution d'absorption.

Mélanger 1 volume de la solution de permanganate de potassium (4.1.3), 1 volume de la solution d'acide sulfurique (4.1.2) et 2 volumes d'eau.

4.1.5 Chlorure d'étain(II), solution à 10 % (m/m).

Dissoudre 20 g de chlorure d'étain(II) dihydraté dans 40 ml d'acide chlorhydrique concentré chaud. Purger la solution avec de l'azote sans mercure ou à l'air à un débit d'environ 50 l/h pendant 5 min et diluer à 200 ml avec de l'eau.

NOTE 1 La procédure d'épuration est destinée à enlever toute trace de mercure de la solution de chlorure d'étain(II).

4.1.6 Chlorure d'hydroxylamine, solution à 10 % (m/m).

Dissoudre 10 mg de chlorure d'hydroxylamine dans de l'eau et diluer à 100 ml.

AVERTISSEMENT — Le chlorure d'hydroxylamine attaque la peau et peut provoquer une dermatite. Éviter tout contact avec la peau et les yeux.

4.1.7 Mercure, solution étalon à 1,0 g/l.

Dissoudre 1,353 g de chlorure de mercure(II) (HgCl_2) dans de l'eau, ajouter 5 ml d'acide nitrique et diluer à 1 000 ml avec de l'eau en fiole jaugée.

NOTE 2 La solution peut également être préparée avec du nitrate de mercure(II).

4.1.8 Mercure, solution étalon à 1 mg/l.

Prélever, à l'aide d'une pipette 10 ml de la solution étalon de mercure (4.1.7), les introduire dans une fiole jaugée de 1 000 ml, ajouter 5 ml d'acide nitrique et diluer au trait repère avec de l'eau. Prélever à l'aide d'une pipette 10 ml de cette solution, l'introduire dans une fiole jaugée de 100 ml, ajouter 5 ml d'acide nitrique et diluer au trait repère avec de l'eau.

Préparer une nouvelle solution chaque semaine.

4.1.9 Azote, pur.

4.2 Appareillage

4.2.1 Spectromètre d'absorption atomique.

Tout spectromètre d'absorption atomique sans flamme peut être utilisé à condition qu'il soit muni d'une cuve d'absorption de gaz appropriée, c'est-à-dire mesurant dans la plage 0 à 100 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ dans le courant de gaz de purge à 253,7 nm.

NOTE 3 Il existe dans le commerce des appareils de contrôle de la vapeur de mercure spécialement adaptés à cette méthode.

4.2.2 Enregistreur ou intégrateur électronique, adapté au spectromètre d'absorption atomique (4.2.1).

4.2.3 Deux flacons laveurs de gaz, d'une capacité de 100 ml, avec un filtre en verre fritté P 160 (100 μm à 160 μm — voir ISO 4793), pouvant être chauffés s'ils doivent être utilisés à des températures inférieures à 10 °C.

4.2.4 Deux soupapes chauffées, en acier inoxydable (voir figure 1).

4.2.5 Deux débitmètres, pouvant mesurer des débits d'air jusqu'à 150 l/h.

4.2.6 Compteur à gaz, de type hydraulique, 1 litre par tour.

4.2.7 Compteur à gaz, de type à soufflets, pouvant mesurer un débit d'air de 2,5 m³/h, comprenant un thermomètre.

4.3 Échantillonnage et analyse

Toute connexion de l'équipement d'échantillonnage au point d'échantillonnage doit être en acier inoxydable, aussi courte que possible et doit être de préférence chauffée à la température de la canalisation.

Chaque fois que la distance du point d'échantillonnage à l'équipement d'échantillonnage est trop longue, il faut prendre des mesures spéciales (par exemple utiliser une boucle rapide de dérivation).

Nettoyer toute la verrerie à utiliser avec de l'eau régale (4.1.1). Vérifier par des essais à blanc fréquents que la verrerie, l'air, l'azote et les réactifs ne sont pas contaminés par du mercure.

Vérifier régulièrement que le mercure traverse bien la solution de permanganate de potassium dans le flacon laveur de gaz, surtout dans le cas de gaz qui ont été traités. Pour réaliser cela, connecter en série deux flacons laveurs de gaz et vérifier la teneur en mercure du second flacon.

AVERTISSEMENT — S'assurer que la procédure d'échantillonnage est conforme aux réglementations locales en matière de sécurité.

4.3.1 Montage de l'appareillage

Mettre 40 ml de la solution de permanganate de potassium (4.1.4) dans un flacon laveur de gaz (4.2.3) et monter l'appareillage comme représenté à la figure 1. Placer la soupape (B) dans un contenant approprié rempli d'eau chaude (> 80 °C) et connecter la soupape (A) au point d'échantillonnage.

NOTES

4 Les soupapes peuvent également être chauffées par d'autres moyens (chauffage par trace, etc.).

5 Si la pression du gaz est inférieure à 1 MPa (10 bar), on peut ne pas monter la soupape chauffée (B).

4.3.2 Absorption du mercure

Ouvrir complètement la soupape (A) et régler la soupape (B) de manière à obtenir un débit d'échantillon de 50 l/h à 140 l/h. Faire passer une quantité mesurée de gaz de façon à absorber environ 0,1 μg à 5 μg de mercure. Si la solution n'est plus violette après absorption, répéter l'essai en utilisant un volume plus petit de gaz ou plus grand de solution d'absorption. Relever le volume traversant le compteur à gaz et mesurer la température.

4.3.3 Mesurage spectrométrique

Transférer une partie de la solution obtenue en 4.3.2 dans un flacon laveur de gaz, puis ajouter de la solution de chlorure d'hydroxylamine (4.1.6) goutte à goutte jusqu'à réduction de tout le permanganate de potassium. Diluer à 40 ml avec de l'eau, ajouter 2 ml de la solution de chlorure d'étain(II) (4.1.5) et mélanger en faisant tourner la solution. Connecter le flacon au spectromètre comme représenté à la figure 2. Extraire le mercure de la solution avec un courant d'azote à un débit de 75 l/h et enregistrer la hauteur ou l'aire du pic.

4.3.4 Étalonnage

NOTE 6 Pour améliorer la précision de la méthode, il est recommandé que la solution d'essai contienne une quantité de mercure aussi proche que possible de celle contenue dans la solution étalon de mercure (4.1.8). À cet égard, un étalonnage multipoint peut être avantageux.

Déconnecter le flacon laveur rempli de solution de permanganate de potassium comme prescrit en 4.3.1 et ajouter 100 μl de la solution étalon de mercure (4.1.8), équivalant à 0,1 μg de mercure, au contenu du flacon.

Ajouter de la solution de chlorure d'hydroxylamine (4.1.6) goutte à goutte jusqu'à réduction de tout le permanganate de potassium, puis procéder comme prescrit en 4.3.3.

NOTE 7 Une procédure d'ajout dosé peut également être utilisée.

4.3.5 Essai à blanc

Effectuer un essai à blanc en utilisant les mêmes quantités de réactifs et d'eau que pour la détermination en 4.3.3. Mesurer la hauteur ou l'aire du pic.

NOTE 8 Il convient que l'essai à blanc sur 10 ml de liquide d'absorption donne un résultat équivalant à moins de 5 ng de mercure. Si l'essai à blanc donne une valeur plus élevée, la verrerie ou les réactifs peuvent être contaminés. Dans ce cas, nettoyer à nouveau à l'eau régale et étudier la contamination du réactif si nécessaire.

4.3.6 Expression des résultats

4.3.6.1 Calculer le volume V de gaz qui a traversé l'absorbeur, en mètres cubes à 0 °C et 101,325 kPa (1 013,25 mbar), au moyen de l'équation suivante:

$$V = V_1 \times \frac{273,15}{273,15 + t} \times \frac{p}{101,325}$$

où

V_1 est le volume de gaz, en mètres cubes, relevé sur le compteur;

t est la température, en degrés Celsius, du gaz au niveau du compteur;

p est la pression barométrique, en kilopascals.

4.3.6.2 Calculer la teneur en mercure ρ_{Hg} du gaz, en microgrammes par mètre cube de gaz à 0 °C et 101,325 kPa (1 013,25 mbar), au moyen de l'équation suivante:

$$\rho_{\text{Hg}} = \frac{h_s - h_b}{h_c \cdot V} \times F \cdot m$$

où

h_s est la hauteur ou l'aire de pic de l'échantillon, en divisions d'échelle;

h_b est la hauteur ou l'aire de pic de l'essai à blanc, en divisions d'échelle;

h_c est la hauteur ou l'aire de pic de l'étalonnage, en divisions d'échelle;

F est le rapport du volume du liquide d'absorption au volume de la partie de solution transférée en 4.3.3;

m est la masse, en microgrammes, de mercure ajoutée à partir du mélange d'étalonnage (ici 0,1 µg);

V est le volume de gaz, en mètres cubes, calculé en 4.3.6.1.

5 Méthode B: Détermination de la teneur en mercure par échantillonnage à la pression atmosphérique ou à une pression supérieure

5.1 Réactifs et produits

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique reconnue et avoir une teneur en mercure la plus faible possible. Chaque fois que l'eau est mentionnée, utiliser de l'eau de pureté appropriée; l'ISO 3696 décrit différents types d'eau.

5.1.1 Acétone (Propanone-2), si nécessaire.

5.1.2 Air comprimé, exempt d'huile et d'eau. Appliquer le filtre à mercure (5.2.11) à la canalisation d'alimentation pour enlever tout le mercure présent.

5.1.3 Fil d'or, d'un diamètre approximatif de 0,5 mm, d'une pureté minimale de 99,99 % (m/m).

5.1.4 Iso-octane (Triméthyl-2,2,4 pentane), si nécessaire.

5.1.5 Mercure, d'une pureté minimale de 99,9 % (m/m).

5.1.6 Grenaille d'argent, d'environ 0,05 mm × 0,4 mm, d'une pureté minimale de 99,99 % (m/m).

5.1.7 Eau régale, solution de lavage.

Mélanger 3 volumes d'acide chlorhydrique concentré ($\rho_{20} = 1,19$ g/ml) et 1 volume d'acide nitrique concentré ($\rho_{20} = 1,40$ g/ml).

5.2 Appareillage

5.2.1 Spectromètre d'absorption atomique.

Tout spectromètre d'absorption atomique sans flamme peut être utilisé à condition qu'il soit muni d'une cuve d'absorption de gaz appropriée, c'est-à-dire mesurant dans la plage 0 à 100 µg/m³ dans le courant de gaz de purge à 253,7 nm et d'une pompe aspirante d'échantillon incorporée.

5.2.2 Enregistreur ou intégrateur électronique, adapté au spectromètre d'absorption atomique (5.2.1).

5.2.3 Four à combustion, avec contrôleur de température, capable de maintenir une température de 850 °C ± 25 °C, d'un diamètre interne de 20 mm et d'une longueur de 120 mm.

5.2.4 Deux tubes en silice, d'un diamètre externe de 12 mm et d'une longueur de 300 mm, fournis avec deux joints sphériques S13/5 (billes) (voir ISO 641) avec des joints toriques et deux séries de trois entailles, comme représenté à la figure 3.

5.2.5 Récipient à haute pression (tel que représenté schématiquement à la figure 6), en acier inoxydable, pression de régime 8 MPa (80 bars), muni d'une dérivation ayant une soupape à pointeau en acier inoxydable et d'un manomètre, par exemple de type Bourdon, avec une plage de 0 MPa à 10 MPa (0 bar à 100 bar), avec une division tous les 0,1 MPa (1 bar) ou moins. Le tube d'arrivée doit être muni d'un raccord pour la connexion à un tube en silice (5.2.4). Un dispositif de sécurité doit être utilisé

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6978:1992

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/19b7de44-de9c-4bbe-838b-1cc0aa845bfl/iso-6978-1992>

pour purger à une pression de 8 MPa (80 bar) du côté de l'entrée du récipient.

NOTE 9 Il est également possible d'utiliser des pressions de régime plus élevées. Dans ce cas, il convient que tous les équipements soient adaptés à cette pression plus élevée.

5.2.6 Deux soupapes chauffées, en acier inoxydable (voir figure 6).

5.2.7 Deux débitmètres, par exemple de type rotamètre, pouvant mesurer des débits d'air jusqu'à 75 l/h et jusqu'à 8 m³/h, respectivement.

5.2.8 Compteur à gaz, de type à soufflets, pouvant mesurer un débit d'air de 8 m³/h, respectivement.

5.2.9 Deux flacons à sérum, d'une capacité de 50 ml, munis d'un bouchon métallique à vis avec un trou et un diaphragme en caoutchouc.

5.2.10 Seringue, d'une capacité de 1 ml, pour l'injection des gaz.

5.2.11 Filtre à mercure, par exemple tube de verre rempli de grenaille d'argent (5.1.6), avec les raccords appropriés au montage sur la canalisation, d'arrivée d'air (voir figures 2 et 7).

5.2.12 Raccordement en T, en verre, muni de raccords et d'une ouverture d'injection avec un diaphragme en caoutchouc silicone (voir figure 5).

5.2.13 Tubes, en acier inoxydable, d'un diamètre interne de 1,4 mm et d'un diamètre externe de 2,0 mm, ou **aiguilles pour seringues**, à utiliser dans le montage d'étalonnage (voir figure 4).

5.3 Échantillonnage et analyse

Toute connexion de l'équipement d'échantillonnage au point d'échantillonnage doit être aussi courte que possible et de préférence chauffée à la température de la canalisation.

Chaque fois que la distance du point d'échantillonnage à l'équipement d'échantillonnage est trop longue, il faut prendre des mesures spéciales (par exemple utiliser une boucle rapide de dérivation).

Nettoyer toute la verrerie à utiliser avec de l'eau régale (5.1.7). Vérifier par des essais à blanc fréquents que la verrerie, l'air, l'azote et les réactifs ne sont pas contaminés par le mercure.

Vérifier régulièrement que le mercure ne traverse pas le tube en silice contenant la grenaille d'argent, surtout dans le cas de gaz qui ont été traités. Pour réaliser cela, connecter en série deux tubes en silice contenant de l'argent et vérifier la teneur en mercure du second tube.

AVERTISSEMENT — S'assurer que la procédure d'échantillonnage est conforme aux réglementations locales en matière de sécurité.

5.3.1 Remplissage du tube en silice avec de la grenaille d'argent

Connecter l'extrémité A d'un tube en silice (5.2.4) (voir figure 3) à une source aspirante et introduire la grenaille d'argent (5.1.6) à l'autre extrémité (C) du tube de façon à remplir la section B. Ne pas trop comprimer le tube.

NOTE 10 À titre d'information, une quantité de 3 g de matériau par tube est suffisante.

5.3.2 Remplissage du tube en silice avec du fil d'or

Avec le fil d'or (5.1.3), faire des boucles d'une longueur de 5 mm et d'un diamètre de 2 mm et les introduire dans l'extrémité C de l'autre tube en silice (5.2.4) (voir figure 3). Remplir la section B du tube environ jusqu'à la moitié.

5.3.3 Nettoyage des tubes en silice remplis

Régler la température du four à combustion (5.2.3) à 850 °C et y placer l'un des tubes en silice (5.3.1 ou 5.3.2). Appliquer un courant d'air de 60 l/h pendant quelques minutes. Laisser le tube se refroidir et répéter cette procédure au moins trois fois. Connecter le tube à l'appareillage de détermination de la vapeur de mercure, comme représenté schématiquement à la figure 8, et vérifier que le signal de mercure est à zéro.

Répéter la procédure ci-dessus avec l'autre tube en silice rempli.

5.3.4 Étalonnage

NOTE 11 Pour améliorer la précision de la méthode, il est recommandé que la solution d'essai contienne une quantité de mercure aussi proche que possible de celle contenue dans l'échantillon d'étalonnage. À cet égard, un étalonnage multipoint peut être avantageux.

Introduire quelques gouttelettes de mercure (5.1.5) dans deux flacons à sérum de 50 ml (5.2.9), les fermer avec un bouchon à vis et son diaphragme et les connecter à la tubulure en acier inoxydable [ou bien à la tubulure en poly(chlorure de vinyle) avec des aiguilles pour seringues aux deux extrémités] (5.2.13) et réaliser un montage comme représenté à la figure 4.

Connecter le raccordement en T avec une ouverture d'injection (5.2.12) à une alimentation en air comme représenté à la figure 5 et fixer le tube en silice contenant du fil d'or. Régler le débit d'air à 60 l/h. Vidanger la seringue au moins trois fois. Prélever 1 ml d'échantillon d'étalonnage dans l'espace libre

du flacon à sérum et l'injecter dans le système. Mesurer la température à 1 °C près et relever la concentration de mercure en nanogrammes par millilitre, à l'aide du tableau 1. Conserver les flacons à sérum et la seringue à température constante. Procéder comme prescrit en 5.3.7. Répéter au moins trois fois.

Tableau 1 — Concentration saturée de mercure dans l'air à différentes températures

Température °C	Concentration saturée de mercure dans l'air ng/ml
16	9,4
18	11,2
20	13,2
22	15,6
24	18,3
26	21,5
28	25,2
30	29,5
32	34,4
34	40,1
36	46,6
38	54,0
40	62,5

5.3.5 Adsorption du mercure

5.3.5.1 Placer un tube en silice rempli de grenaille d'argent dans le récipient à haute pression (5.2.5) et monter l'appareillage comme représenté à la figure 6. Placer les soupapes (B et D) dans des conteneurs appropriés remplis d'eau chaude (> 80 °C) et connecter la soupape (A) au point d'échantillonnage.

NOTES

12 Les soupapes peuvent également être chauffées par d'autres moyens (chauffage par trace, etc.)

13 Si la pression du gaz est inférieure à 8 MPa (80 bar), on peut ne pas monter la soupape chauffée (B).

5.3.5.2 Ouvrir la soupape de déviation (C) et la soupape d'alimentation (A) et laisser passer le gaz dans le récipient à haute pression via la soupape (B) jusqu'à ce que la pression atteigne la valeur de la pression au point de prélèvement. Régler soigneusement les soupapes (B et D) afin d'obtenir un débit d'échantillon exprimé en mètres cubes par heure à la pression atmosphérique, égal numériquement à la pression absolue dans le récipient à haute pression, en mégapascals (ou 0,1 de

la pression absolue en bars). Veiller à ce que l'on ne dépasse pas la pression maximale de l'appareil.

5.3.5.3 Fermer la soupape de dérivation (C) et, en même temps, lire la valeur du compteur à gaz (5.2.8). Mesurer la température du gaz à proximité du compteur, à 1 °C près. Faire passer entre 0,1 m³ et 6 m³ de gaz par le système afin de recueillir 2 ng à 100 ng de mercure.

5.3.5.4 Ouvrir la soupape de dérivation (C) et, en même temps, lire la valeur du compteur à gaz. Fermer la soupape (A). Dès que l'on atteint à nouveau la pression atmosphérique, lire la valeur du compteur à gaz, déconnecter le récipient à haute pression et retirer le tube en silice. Fermer les deux extrémités avec des bouchons en caoutchouc. Calculer le volume qui a traversé le compteur et relever la température au niveau du compteur.

NOTE 14 Si l'on dispose de gaz à la pression atmosphérique, la procédure d'échantillonnage peut être simplifiée comme représenté à la figure 9. Le débit maximal traversant le tube en silice est de 0,1 m³/h.

5.3.6 Désorption du mercure

5.3.6.1 Retirer les bouchons du tube chargé contenant de la grenaille d'argent, le connecter au tube en silice contenant du fil d'or et réaliser le montage pour la phase d'épuration comme représenté à la figure 7; cependant, ne pas insérer la partie du tube contenant la grenaille d'argent dans le four. Il convient que le tube chargé soit connecté de façon que le courant d'air s'écoule dans la direction opposée au flux pendant le chargement.

IMPORTANT — Dans le cas d'un gaz naturel riche en condensat, il est recommandé de rincer le tube avec de l'iso-octane (5.1.4) et de l'acétone (5.1.1) afin d'enlever la plupart des hydrocarbures avant l'analyse. Sécher le tube sous un courant d'air.

5.3.6.2 Amener la température du four à 850 °C et régler le courant d'air à 60 l/h. Chauffer le tube chargé en glissant lentement dans le four chaud. Maintenir le tube à cette température pendant 10 min.

5.3.7 Mesurage spectrométrique

Déconnecter le tube en silice chargé rempli de fil d'or et le connecter à l'appareillage de détermination de la vapeur de mercure au moyen de tubes en PVC (voir figure 8). Mettre l'appareillage en position d'attente (pompe éteinte) et placer le tube dans le four à 850 °C. Après 30 s, mettre l'appareillage en marche au régime choisi (la pompe est alors mise en marche automatiquement) et le signal de mercure sera présent sur l'enregistreur (5.2.2). Mesurer la hauteur ou l'aire du pic.

NOTES

15 Pour mesurer l'aire de pic, un intégrateur analogique ou numérique convient. Si l'on mesure l'aire de pic à la main, soit géométriquement, soit avec un planimètre, utiliser une vitesse élevée d'entraînement de support de diagramme sur l'enregistreur afin d'obtenir un pic large.

16 À la place d'une pompe à aspiration, on peut également utiliser un courant d'azote ou d'argon pour transporter le mercure du tube en silice chauffé au spectromètre.

5.3.8 Expression des résultats

5.3.8.1 Calculer le volume V de gaz qui a traversé le récipient à haute pression, en mètres cubes à 0 °C et 101,325 kPa (1 013,25 mbar), au moyen de l'équation suivante:

$$V = V_1 \times \frac{273,15}{273,15 + t} \times \frac{p}{101,325}$$

où

V_1 est le volume de gaz, en mètres cubes, calculé en 5.3.5.4;

t est la température, en degrés Celsius, du gaz au niveau du compteur;

p est la pression barométrique, en kilopascals.

5.3.8.2 Calculer la teneur en mercure ρ_{Hg} du gaz, en microgrammes par mètre cube de gaz à 0 °C et 101,325 kPa (1 013,25 mbar), au moyen de l'équation suivante:

$$\rho_{\text{Hg}} = \frac{A_s \cdot m}{A_c \cdot V}$$

où

A_s est la hauteur ou l'aire de pic de l'échantillon, en unités arbitraires;

A_c est la hauteur ou l'aire de pic moyenne des pics d'étalonnage, en unités arbitraires;

m est la masse, en microgrammes, de mercure ajoutée lors de l'étalonnage;

V est le volume de gaz, en mètres cubes, calculé en 5.3.8.1.

6 Fidélité

On ne dispose d'aucun critère justifiable statistiquement. À partir d'un nombre limité de données considérées, il est apparu que les résultats obtenus en double par le même opérateur ne diffèrent pas normalement entre eux de plus de 6 % par rapport à leur moyenne à un niveau de mercure de 10 ng, en utilisant la méthode B.

7 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes:

- a) date et durée d'échantillonnage;
- b) endroit où l'échantillon a été prélevé;
- c) état du gaz au point de prélèvement, avec la température, la pression et le débit;
- d) référence à la méthode d'échantillonnage utilisée (comprenant la taille du cylindre);
- e) référence à la méthode utilisée pour analyser l'échantillon;
- f) concentrations déterminées;
- g) si possible, fidélité de la détermination, comprenant le nombre de déterminations;
- h) toute caractéristique inhabituelle notée lors de la détermination;
- i) référence à la présente Norme internationale.