
**Gaz naturel — Détermination de la
composition avec une incertitude définie
par chromatographie en phase
gazeuse —**

Partie 1:

**Lignes directrices pour l'analyse sur
mesure**
(standards.iteh.ai)

*Natural gas — Determination of composition with defined uncertainty by
gas chromatography —
Part 1: Guidelines for tailored analysis*
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b870763-771a-4b60-9879-57611c269571/iso-6974-1-2000>



PDF – Exonération de responsabilité

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 6974-1:2000](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fb870763-771a-4b60-9879-5fbb1918ad7/iso-6974-1-2000)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fb870763-771a-4b60-9879-5fbb1918ad7/iso-6974-1-2000>

© ISO 2000

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, 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'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax. + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.org
Web www.iso.org

Version française parue en 2003

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos	iv
Introduction	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	2
4 Symboles et indices	4
4.1 Symboles	4
4.2 Indices	4
5 Principes d'analyse	5
6 Matériels	5
7 Appareillage	5
8 Caractéristiques requises	6
9 Échantillonnage	6
10 Méthode d'analyse	6
11 Méthodes d'essai	8
12 Graphes de contrôle	10
13 Incertitude associée à la concentration des constituants normalisés	10
14 Rapport d'essai	10
Annexe A (informative) Caractéristiques comparatives des méthodes d'analyse types décrites dans les Parties 3 à 6 de l'ISO 6974	12
Annexe B (informative) Utilisation de graphes de contrôle	13
Bibliographie	16

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 Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 3.

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.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments de la présente partie de l'ISO 6974 peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

La Norme internationale ISO 6974-1 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 193, *Gaz naturel*, sous-comité SC 1, *Analyse du gaz naturel*.

La présente partie de l'ISO 6974 ainsi que les cinq suivantes annulent et remplacent l'ISO 6974:1984 qui ne spécifiait qu'une seule méthode.

ISO 6974-1:2000

L'ISO 6974 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Gaz naturel — Détermination de la composition avec une incertitude définie par chromatographie en phase gazeuse*:

- *Partie 1: Lignes directrices pour l'analyse sur mesure*
- *Partie 2: Caractéristiques du système de mesure et statistiques pour le traitement des données*
- *Partie 3: Détermination de l'hydrogène, de l'hélium, de l'oxygène, de l'azote, du dioxyde de carbone et des hydrocarbures jusqu'à C₈ à l'aide de deux colonnes remplies*
- *Partie 4: Détermination de l'azote, du dioxyde de carbone et des hydrocarbures C₁ à C₅ et C₆₊ pour un système de mesurage en laboratoire et en continu employant deux colonnes*
- *Partie 5: Détermination de l'azote, du dioxyde de carbone et des hydrocarbures C₁ à C₅ et C₆₊ pour l'application de processus en laboratoire et en continu employant trois colonnes*
- *Partie 6: Détermination de l'hydrogène, de l'hélium, de l'oxygène, de l'azote, du dioxyde de carbone et des hydrocarbures C₁ à C₈ en utilisant trois colonnes capillaires*

Les annexes A et B de la présente partie de l'ISO 6974 sont données uniquement à titre d'information.

Introduction

La présente partie de l'ISO 6974 donne les lignes directrices pour l'analyse «sur mesure» du gaz naturel avec pour objectif la détermination des fractions molaires des principaux constituants.

L'ISO 6974 (toutes les parties) décrit des méthodes d'analyse du gaz naturel avec des niveaux d'incertitude définissables. Cette approche est adaptée au calcul du pouvoir calorifique et d'autres propriétés physiques supplémentaires du gaz, toujours avec une incertitude définissable.

La Partie 2 de l'ISO 6974 décrit la détermination des caractéristiques du système de mesurage ainsi que l'approche statistique pour le traitement des données et le calcul des erreurs, avec pour objectif la définition des incertitudes des fractions molaires des constituants.

La Partie 3 et les parties suivantes de l'ISO 6974 décrivent, pour les analyses sur mesure, les différentes méthodologies possibles qui ne peuvent être appliquées que conjointement avec les Parties 1 et 2.

Les Parties 1 et 2 représentent le corps de l'ISO 6974. La méthode choisie à partir de la Partie 3 et des parties suivantes ou de toute autre source, requiert la conformité aux Parties 1 et 2 de l'ISO 6974.

L'annexe informative A compare les caractéristiques des méthodes types d'analyse telles qu'elles sont définies dans la Partie 3 et dans les parties suivantes de l'ISO 6974.

L'ISO 6974 (toutes les parties) est destinée au mesurage de H₂, He, O₂, N₂, CO₂ et à celui d'hydrocarbures isolés et/ou regroupés, par exemple au-delà de C₅ et définis comme étant C₆₊. L'ISO 6974 ne s'applique pas aux constituants mineurs dont la contribution aux propriétés physiques n'est pas significative ou peut être considérée comme constante. On compte parmi eux des constituants potentiellement naturels comme l'argon, l'eau et les composés sulfurés, ainsi que des constituants provenant du traitement du gaz comme le méthanol, les glycols et les amines.

La méthode décrite permet de reconnaître et de mesurer la contamination par l'air de l'échantillon en cas d'échantillonnage ponctuel et d'analyse en laboratoire, mais pas nécessairement en cas d'analyse en continu.

Bien que l'analyse «sur mesure» soit en elle-même relativement simple, elle peut produire une analyse de très haute précision si les préparations sont réalisées minutieusement, entre autres la présentation de la structure de l'analyse, la définition des gammes de travail et la mise en place de la procédure d'analyse. Toutefois, en pratique, un nombre restreint d'étapes suffit pour mettre en place la méthode répondant aux exigences d'une application spécifique. La quantité de travail et les calculs nécessaires seront donc relativement limités.

La présente partie de l'ISO 6974 décrit toutes les étapes essentielles pour mettre en place une analyse «sur mesure».

Si l'on suppose que les résultats d'analyse suivent la distribution normale, les graphes de contrôle indiquent si le système de mesurage et la méthode établie fonctionnent de manière satisfaisante. C'est pour cette raison que l'utilisation de graphes de contrôle est décrite dans l'annexe informative B de la présente partie de l'ISO 6974.

L'ISO 6974 (toutes les parties) peut être utilisée quotidiennement en laboratoire et pour les applications en continu sur le terrain et couvre les options ou autres solutions possibles suivantes.

- Courbes d'étalonnage linéaires ou polynomiales.
- Étalonnage en un point ou multiniveau.

- Recombinaison de constituants par rétrobalayage vers l'évent, recombinaison de constituants par rétrobalayage vers le mesurage ou élution directe de tous les constituants.
- Étalonnage composé par composé ou par des facteurs de réponse relatifs à un constituant de référence.
- Nécessité d'utiliser un détecteur à conductibilité thermique (TCD) complété dans certains cas par un détecteur à ionisation de flamme (FID).

Des choix sont à faire à partir de ces options lors de la mise en place d'une analyse sur mesure. Il convient d'évaluer les conséquences de la combinaison choisie. La procédure de cette évaluation est décrite dans la présente partie de l'ISO 6974. Si l'évaluation révèle que les performances sont moins bonnes que prévu, une autre combinaison peut être choisie et, dans ce cas, l'évaluation doit être répétée dans son ensemble.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6974-1:2000

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fb870763-771a-4b60-9879-5fbb1918ad7/iso-6974-1-2000>

Gaz naturel — Détermination de la composition avec une incertitude définie par chromatographie en phase gazeuse —

Partie 1: Lignes directrices pour l'analyse sur mesure

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 6974 donne les lignes directrices pour l'analyse quantitative des constituants du gaz naturel dans les limites des gammes d'application indiquées au Tableau 1.

Les différentes méthodes décrites dans la Partie 3 et dans les parties suivantes de l'ISO 6974 peuvent avoir des gammes d'application plus restreintes que celles du Tableau 1, mais elles ne dépasseront, en aucun cas, les limites des gammes indiquées ci-après.

Tableau 1 — Gammes d'application

Constituant	Gamme de fraction molaire % (mole)
Hydrogène	0,001 à 0,5
Hélium	0,001 à 0,5
Oxygène	0,001 à 5
Azote	0,001 à 60
Dioxyde de carbone	0,001 à 35
Méthane	40 à 100
Éthane	0,02 à 15
Propane	0,001 à 25
Butanes	0,000 1 à 5
Pentanes	0,000 1 à 1
Hexanes et plus lourds	0,000 1 à 0,5

2 Références normatives

Les documents normatifs suivants contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui y est faite, constituent des dispositions valables pour la présente partie de l'ISO 6974. Pour les références datées, les amendements ultérieurs ou les révisions de ces publications ne s'appliquent pas. Toutefois, les parties prenantes aux accords fondés sur la présente partie de l'ISO 6974 sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des documents normatifs indiqués ci-après. Pour les références non datées, la dernière édition du document normatif en référence s'applique. Les membres de l'ISO et de la CEI possèdent le registre des Normes internationales en vigueur.

ISO 6974-2, *Gaz naturel — Détermination de la composition avec une incertitude définie par chromatographie en phase gazeuse — Partie 2: Caractéristiques du système de mesure et statistiques pour le traitement des données.*

ISO 6974-3, *Gaz naturel — Détermination de la composition avec une incertitude définie par chromatographie en phase gazeuse — Partie 3: Détermination de l'hydrogène, de l'hélium, de l'oxygène, de l'azote, du dioxyde de carbone et des hydrocarbures jusqu'à C₈ à l'aide de deux colonnes remplies.*

ISO 6974-4, *Gaz naturel — Détermination de la composition avec une incertitude définie par chromatographie en phase gazeuse — Partie 4: Détermination de l'azote, du dioxyde de carbone et des hydrocarbures C₁ à C₅ et C₆₊ pour un système de mesurage en laboratoire et en continu employant deux colonnes.*

ISO 6974-5, *Gaz naturel — Détermination de la composition avec une incertitude définie par chromatographie en phase gazeuse — Partie 5: Détermination de l'azote, du dioxyde de carbone et des hydrocarbures C₁ à C₅ et C₆₊ pour l'application de processus en laboratoire et en continu employant trois colonnes.*

ISO 6974-6, *Gaz naturel — Détermination de la composition avec une incertitude définie par chromatographie en phase gazeuse — Partie 6: Détermination de l'hydrogène, de l'hélium, de l'oxygène, de l'azote, du dioxyde de carbone et des hydrocarbures C₁ à C₈ en utilisant trois colonnes capillaires.*

ISO 6975, *Gaz naturel — Analyse étendue — Méthode par chromatographie en phase gazeuse.*

ISO 10175, *Gaz naturel — Lignes directrices pour l'échantillonnage.*

3 Termes et définitions

Pour les besoins de la présente partie de l'ISO 6974, les termes et définitions suivants s'appliquent.

3.1 réponse

signal de sortie généré par le système de mesurage correspondant à un constituant, mesuré sous la forme d'une aire ou d'une hauteur de pic et exprimé en nombre d'impulsions

3.2 constituant de référence

constituant présent dans un mélange gazeux de référence de travail (WRM) (voir 3.9), employé pour étalonner la réponse de l'analyseur pour d'autres constituants similaires de l'échantillon non présents dans le mélange gazeux de référence de travail

NOTE Par exemple, si le mélange gazeux de référence de travail contient des hydrocarbures jusqu'au *n*-butane inclus, mais pas de pentanes ni d'hydrocarbures supérieurs, le *n*-butane contenu dans le mélange gazeux de référence de travail peut être utilisé comme constituant de référence pour la quantification des pentanes et des constituants plus lourds dans l'échantillon. Il convient que le constituant de référence ait une fonction de réponse qui soit normalement un polynôme de premier ordre passant par zéro, c'est-à-dire une droite passant par l'origine.

3.3 facteur de réponse relatif

K_j
rapport de la quantité molaire du constituant *j* à la quantité molaire du constituant de référence qui donne une réponse identique au détecteur

3.3.1 facteur de réponse relatif pour le détecteur à ionisation de flamme (FID)

rapport de l'indice de carbone du constituant de référence à l'indice de carbone du constituant de l'échantillon

NOTE Les valeurs des facteurs de réponse relatifs sont décrites dans l'ISO 6974-2.

3.3.2 facteur de réponse relatif pour le détecteur à conductibilité thermique (TCD)

facteur de réponse relatif déterminé au moyen des mélanges gazeux de référence tels qu'ils sont décrits dans l'ISO 6974-2

3.4**autres constituants**

constituants de l'échantillon de gaz qui ne sont pas mesurés par l'analyse sur mesure conformément à l'ISO 6974 (toutes les parties) et/ou qui peuvent être considérés comme étant présents avec une fraction molaire constante

NOTE La fraction molaire de ces constituants, à l'exception du méthanol et du soufre, peut être déterminée par l'analyse étendue conformément à l'ISO 6975.

3.5**groupe de constituants**

constituants ayant une fraction molaire si faible qu'il serait difficile de les mesurer individuellement ou que ce mesurage nécessiterait trop de temps, et qui sont donc mesurés en tant que groupe

NOTE Ceci peut être réalisé par des techniques particulières de chromatographie telles que le rétrobalayage, ou par le traitement de données, en intégrant une succession de constituants comme s'il s'agissait d'un seul constituant.

3.6**exactitude**

étroitesse de l'accord entre le résultat d'un mesurage et la valeur vraie du mesurande

NOTE Appliqué à une série de résultats de mesurages, le terme «exactitude» englobe un ensemble d'éléments aléatoires et une erreur systématique commune, dite erreur de justesse ou biais.

3.7**incertitude**

estimation associée à un résultat de mesurage, caractérisant l'étendue de valeurs dans laquelle est déclarée se trouver la valeur vraie de ce résultat

NOTE L'incertitude de mesure comprend, en général, plusieurs composantes. Certaines peuvent être estimées en se fondant sur la distribution statistique des résultats de séries de mesurages et peuvent être caractérisées par un écart-type expérimental. L'estimation des autres composantes ne peut être fondée que sur l'expérience acquise ou sur d'autres informations.

3.8**mélanges gazeux de référence certifiés****CRM**

mélanges utilisés pour déterminer les courbes de réponse du système de mesurage

NOTE Les mélanges gazeux de référence certifiés peuvent être préparés selon une méthode gravimétrique conformément à l'ISO 6142^[1] ou à l'ISO 13275^[2], ou certifiés et validés par comparaison aux mélanges de gaz étalons primaires de composition proche, conformément à l'ISO 6143^[3] (voir l'ISO 14111^[4]).

3.9**mélanges gazeux de référence de travail****WRM**

mélanges utilisés comme étalons de travail pour l'étalonnage régulier du système de mesurage

NOTE Les mélanges gazeux de référence de travail peuvent être préparés par méthode gravimétrique conformément à l'ISO 6142^[1] ou certifiés et validés par comparaison aux mélanges gazeux de référence certifiés de composition proche, conformément à l'ISO 6143^[3].

3.10**mesurage direct**

mesurage où les différents constituants et/ou groupes de constituants sont déterminés par comparaison avec des constituants identiques du mélange gazeux de référence de travail

3.11

mesurage indirect

mesurage où les différents constituants et/ou groupes de constituants eux-mêmes absents du mélange gazeux de référence de travail sont déterminés au moyen de facteurs de réponse relatifs à un constituant de référence du mélange gazeux de référence de travail

3.12

répétabilité

valeur en dessous de laquelle on peut s'attendre à trouver, avec une probabilité spécifiée, la différence absolue entre deux résultats de mesure distincts obtenus suivant la même méthode, sur un matériel de mesurage identique, par le même opérateur avec le même appareillage dans le même laboratoire sur une courte période de temps (conditions de répétabilité); en l'absence d'autres indications, la probabilité est de 95 %

3.13

gaz de contrôle

mélange gazeux sous haute pression, de composition connue et contenant tous les constituants présents dans le mélange gazeux de référence de travail

NOTE 1 Un gaz de contrôle peut être soit un échantillon de gaz de composition déterminée conformément à l'ISO 6143^[3], soit un mélange à plusieurs constituants préparé conformément à l'ISO 6142^[1] et à l'ISO 13275^[2]. Un gaz de contrôle est utilisé pour calculer la moyenne (μ) et l'écart-type (σ) des fractions molaires des constituants pour la préparation de graphes de contrôle pertinents.

NOTE 2 Pour l'analyse en continu, le mélange gazeux de référence de travail peut être utilisé comme gaz de contrôle.

3.14

gamme de travail

gamme restreinte des fractions molaires à l'intérieur de la gamme d'application indiquée au Tableau 1, spécifique des méthodes d'analyse sur mesure

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fb870763-771a-4b60-9879-5fbb1918ad7/iso-6974-1-2000>

4 Symboles et indices

4.1 Symboles

a_j, b_j, c_j, d_j constantes polynomiales du constituant j

K_j rapport du facteur de réponse du constituant j au facteur de réponse du constituant de référence

R réponse exprimée en nombre d'impulsions

x fraction molaire normalisée

x^* fraction molaire non normalisée

4.2 Indices

c contamination par l'air

j constituant j

mc constituants principaux à analyser par mesurage direct

oc constituants qui ne sont pas mesurés et/ou qui peuvent être considérés comme présents avec une fraction molaire constante

$rcwrm$ constituant de référence des mélanges gazeux de référence de travail

rrf	constituants ou groupes de constituants à analyser par mesurage indirect
s	échantillon
wrm	mélange gazeux de référence de travail

5 Principes d'analyse

Tous les constituants ou groupes de constituants significatifs à déterminer dans un échantillon de gaz sont séparés physiquement par chromatographie en phase gazeuse et comparés aux données d'étalonnage obtenues dans les mêmes conditions. Par conséquent, le (les) gaz d'étalonnage et l'échantillon de gaz doivent être analysés avec le même système de mesurage dans les mêmes conditions. La fraction molaire de constituants non mesurés peut influencer l'exactitude de la méthode et doit donc être connue.

Une fois que les gammes de travail de tous les constituants ont été définies, une évaluation doit être réalisée pour définir les constituants qu'il faut considérer

- comme constituants ou groupes de constituants à analyser par mesurage direct par rapport aux constituants ou groupes identiques dans les mélanges gazeux de référence de travail (x_{mc}),
- comme constituants ou groupes de constituants à analyser par mesurage indirect par rapport à un constituant de référence différent dans le mélange gazeux de référence de travail (x_{rrf}), et
- comme autres constituants qui ne sont pas à mesurer et dont la fraction molaire peut être supposée constante (x_{oc}).

La somme des fractions molaires des constituants mesurées directement et indirectement, ainsi que celles d'autres constituants, est égale à 1 conformément à ce qui suit:

$$x_{mc} + x_{rrf} + x_{oc} = 1$$

6 Matériels

6.1 Mélange gazeux de référence certifié (CRM), composé de constituants dont les fractions molaires couvrent la gamme de travail (voir 10.2.1, étape 1) et qui sont utilisés pour déterminer la courbe de réponse du système de mesurage.

Plus d'un mélange gazeux de référence certifié peut être nécessaire en fonction de la gamme de travail et de l'exactitude requise.

La gamme de travail ne doit pas nécessairement couvrir l'ensemble de la gamme d'application de la présente partie de l'ISO 6974.

6.2 Mélange gazeux de référence de travail (WRM), composé de constituants dont les fractions molaires ont une valeur se situant dans la gamme de travail à laquelle s'applique la référence de travail.

Le mélange gazeux de référence de travail doit comprendre tous les constituants mesurés par comparaison directe.

7 Appareillage

7.1 Système de mesurage, composé d'une unité d'introduction et de transfert d'échantillon, d'une unité de séparation, d'une unité de détection, d'un intégrateur et d'un système de compression de données.