

---

---

**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 C<sub>8</sub> à l'aide de deux colonnes remplies**

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/63f25c49-97d4-415e-b856-c1bb4cc65cd3/iso-6974-3-2000>

*Natural gas — Determination of composition with defined uncertainty by gas chromatography —*

*Part 3: Determination of hydrogen, helium, oxygen, nitrogen, carbon dioxide and hydrocarbons up to C<sub>8</sub> using two packed columns*



**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 6974-3:2000

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/63f25c49-97d4-415e-b856-c1bb4cc65cd3/iso-6974-3-2000>

© 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](mailto:copyright@iso.org)  
Web [www.iso.org](http://www.iso.org)

Version française parue en 2003

Publié en Suisse

## Sommaire

Page

Avant-propos .....	iv
Introduction .....	v
1 <b>Domaine d'application</b> .....	1
2 <b>Références normatives</b> .....	1
3 <b>Principe</b> .....	2
4 <b>Matériels</b> .....	2
5 <b>Appareillage</b> .....	3
6 <b>Mode opératoire</b> .....	6
7 <b>Expression des résultats</b> .....	9
8 <b>Rapport d'essai</b> .....	10
<b>Annexe A</b> (informative) <b>Systeme de chromatographie en phase gazeuse avec un seul four et deux colonnes</b> .....	11
<b>Annexe B</b> (informative) <b>Valeurs types de fidélité</b> .....	14
<b>Bibliographie</b> .....	15

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/63f25c49-97d4-415e-b856-c1bb4cc65cd3/iso-6974-3-2000>  
 (standards.iteh.ai)

## 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 6974-3 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 193, *Gaz naturel*, sous-comité SC 1, *Analyse du gaz naturel*.

Cette partie ainsi que les cinq autres parties de l'ISO 6974 annulent et remplacent l'ISO 6974:1984 qui ne spécifiait qu'une seule méthode.

ISO 6974-3:2000

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 C<sub>8</sub> à l'aide de deux colonnes remplies*
- *Partie 4: Détermination de l'azote, du dioxyde de carbone et des hydrocarbures C<sub>1</sub> à C<sub>5</sub> et C<sub>6+</sub> 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 C<sub>1</sub> à C<sub>5</sub> et C<sub>6+</sub> 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 C<sub>1</sub> à C<sub>8</sub> 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 décrit une méthode précise et exacte pour l'analyse du gaz naturel, permettant de déterminer sa composition. Les données obtenues sur la composition sont utilisées pour calculer le pouvoir calorifique, la densité relative et l'indice de Wobbe.

Cette méthode nécessite l'utilisation de deux colonnes installées dans un ou deux chromatographes en phase gazeuse. Les constituants élués de la première colonne sont détectés par un détecteur à conductivité thermique (TCD). Les constituants élués de la seconde colonne sont détectés par un TCD et un détecteur à ionisation de flamme (FID) placés en série.

Les conditions chromatographiques en phase gazeuse applicables quand les deux colonnes sont installées dans un seul chromatographe sont décrites dans l'annexe A (informative).

La présente partie de l'ISO 6974 spécifie l'une des méthodes pouvant être utilisée pour déterminer la composition du gaz naturel conformément aux Parties 1 et 2 de l'ISO 6974.

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

ISO 6974-3:2000

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/63f25c49-97d4-415e-b856-c1bb4cc65cd3/iso-6974-3-2000>

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

ISO 6974-3:2000

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/63f25c49-97d4-415e-b856-c1bb4cc65cd3/iso-6974-3-2000>

# 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 C<sub>8</sub> à l'aide de deux colonnes remplies

#### 1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 6974 décrit une méthode par chromatographie en phase gazeuse pour la détermination quantitative de la teneur en hélium, en hydrogène, en oxygène, en azote, en dioxyde de carbone et en hydrocarbures de C<sub>1</sub> à C<sub>8</sub> d'échantillons de gaz naturel, à l'aide de deux colonnes remplies. Cette méthode est applicable aux analyses réalisées dans des processus en continu ou en laboratoire. Elle est applicable à l'analyse de gaz contenant des constituants dans les limites des gammes de fractions molaires indiquées au Tableau 1 et ne contenant pas de condensat d'hydrocarbures. Ces gammes ne représentent pas les limites de détection, mais les limites à l'intérieur desquelles s'applique la fidélité spécifiée de la méthode. Même si la présence d'un ou de plusieurs constituants d'un échantillon est susceptible de ne pas être détectée, la méthode peut tout de même être applicable.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/63f25c49-97d4-415e-b856->

La présente partie de l'ISO 6974 n'est applicable que conjointement avec les Parties 1 et 2 de l'ISO 6974.

Tableau 1 — Gammes d'application

Constituant	Gamme de fractions molaires %
Hélium	0,01 à 0,5
Hydrogène	0,01 à 0,5
Oxygène	0,1 à 0,5
Azote	0,1 à 40
Dioxyde de carbone	0,1 à 30
Méthane	50 à 100
Éthane	0,1 à 15
Propane	0,001 à 5
Butanes	0,000 1 à 2
Pentanes	0,000 1 à 1
Hexanes à octanes	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 6974-1, *Gaz naturel — Détermination de la composition avec une incertitude définie par chromatographie en phase gazeuse — Partie 1: Lignes directrices pour l'analyse sur mesure*

ISO 6974-2<sup>1)</sup>, *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 7504, *Analyse des gaz — Vocabulaire*

### 3 Principe

La détermination de l'azote, du dioxyde de carbone et des hydrocarbures de C<sub>1</sub> à C<sub>8</sub> s'effectue par chromatographie en phase gazeuse à l'aide de deux colonnes de chromatographie. Une colonne de tamis moléculaire 13X reliée à un détecteur à conductibilité thermique (TCD) est utilisée pour la séparation et la détection de l'hydrogène, de l'hélium, de l'oxygène et de l'azote, et une colonne de Porapak R, reliée à un TCD et à un détecteur à ionisation de flamme (FID) placé en série, est utilisée pour la séparation et la détection de l'azote, du dioxyde de carbone et des hydrocarbures de C<sub>1</sub> à C<sub>8</sub>. Les deux analyses sont réalisées indépendamment l'une de l'autre et les résultats sont recombines.

Si la présence d'oxygène est constatée à une fraction molaire supérieure à 0,02 % lorsque l'oxygène est mesuré au moyen de la colonne de tamis moléculaire, alors la valeur de l'azote doit être obtenue à partir de l'analyse avec le tamis moléculaire. Si la fraction molaire de l'oxygène est inférieure à 0,02 % et si l'on suppose que l'échantillon de gaz est exempt d'hydrogène, la valeur de l'azote peut être obtenue à partir de l'analyse avec la colonne de Porapak R.

ISO 6974-3:2000

Des résultats quantitatifs sont obtenus en déterminant la réponse du détecteur TCD avec des mélanges gazeux de référence et en utilisant les facteurs de réponse relatifs du détecteur FID.

La composition du gaz naturel qui en résulte est normalisée à 100 %.

### 4 Matériels

**4.1 Pour la détermination de l'hélium, de l'hydrogène, de l'oxygène et de l'azote** (séparation sur la colonne de tamis moléculaire 13X), on utilise ce qui suit.

**4.1.1 Gaz vecteur argon**, pur à plus de 99,99 % et ne contenant ni oxygène ni eau.

Si la pureté du gaz est inférieure à celle spécifiée, il est essentiel de vérifier que le type de l'impureté présente ne perturbe pas l'analyse. Aussi, même si les gaz vecteurs argon et/ou hélium sont conformes aux spécifications, certaines impuretés présentes dans les gaz peuvent néanmoins perturber l'analyse. Dans ces circonstances, il est essentiel de procéder à une purification adéquate.

**4.1.2 Mélanges gazeux de référence de travail (WRM)**, se composant des mélanges suivants:

**4.1.2.1 Mélanges gazeux contenant de l'hélium et de l'hydrogène avec de l'azote ou de l'argon comme gaz matrice.**

**4.1.2.2 Mélanges gazeux contenant de l'oxygène et de l'azote avec de l'argon comme gaz matrice.**

---

1) Publié après parution de la version anglaise du présent document.

NOTE 1 Prendre les précautions nécessaires pour éviter que les mélanges gazeux n'explosent.

NOTE 2 Dans le cas d'une analyse utilisant un seul instrument, le mélange gazeux de référence de travail, avec de l'oxygène et de l'azote comme constituants et de l'argon comme gaz matrice, peut être remplacé par de l'oxygène avec de l'azote comme gaz matrice. Si l'on ajoute de l'hélium au mélange gazeux de référence de travail, ce gaz peut être utilisé aussi pour l'étalonnage quotidien.

**4.2 Pour la détermination de l'azote, du dioxyde de carbone et des hydrocarbures de C<sub>1</sub> à C<sub>8</sub>** (séparation sur la colonne de Porapak), on utilise ce qui suit.

**4.2.1 Gaz vecteur hélium**, pur à plus de 99,99 % et ne contenant ni oxygène ni eau.

**4.2.2 Mélanges gazeux de référence de travail (WRM)**, se composant de mélanges gazeux de plusieurs constituants contenant de l'azote, du dioxyde de carbone et des hydrocarbures de C<sub>1</sub> à C<sub>3</sub> (éventuellement C<sub>4</sub> en option).

Un exemple de la composition du mélange gazeux de référence de travail est donné dans le Tableau 2.

**Tableau 2 — Exemple de composition du mélange gazeux de référence de travail**

Constituant	Fraction molaire %
Azote	6
Méthane	80,5
Dioxyde de carbone	9
Éthane	4
Propane	0,5
<i>n</i> -Butane	0,5 (en option)

**4.2.3 Gaz utilisé par le FID**, se composant des éléments suivants:

Annexe Na **hydrogène**, pur à plus de 99,99 %, ne contenant pas de gaz corrosifs ni de composés organiques;

Annexe Nb **air**, ne contenant pas d'impuretés d'hydrocarbures.

## 5 Appareillage

**5.1 Système de chromatographie en phase gazeuse de laboratoire**, se composant de deux colonnes: une colonne de tamis moléculaire 13X et une colonne de Porapak, contenues dans deux fours ou pouvant être placées dans le même four.

L'échantillon de gaz est injecté dans chaque colonne au moyen d'une vanne d'échantillonnage à six voies. Les signaux de réponse des constituants de l'échantillon de gaz sont détectés au moyen des détecteurs TCD et/ou FID.

NOTE L'échantillon de gaz peut être injecté dans la colonne de Porapak et dans la colonne de tamis moléculaire placées en série, à l'aide d'une technique d'isolement des colonnes.

**5.1.1 Pour la détermination de l'hélium, de l'hydrogène, de l'oxygène et de l'azote**, on utilise les appareils spécifiques suivants.

**5.1.1.1 Chromatographe en phase gazeuse**, capable de fonctionner avec programmation de température et équipé d'un TCD et des équipement spécifiques suivants:

Annexe Na **four et régulation de température**, consistant

- **en un four**, capable de maintenir la température de la colonne à  $\pm 0,5$  °C dans une gamme de 35 °C à 350 °C;

NOTE 1 Pour obtenir une température de 35 °C lors d'essais à des températures ambiantes élevées, il peut être nécessaire de prévoir un dispositif de refroidissement, par exemple au moyen d'un système de refroidissement au dioxyde de carbone liquide ou à l'azote liquide.

NOTE 2 D'autres procédures d'analyse possibles sur la colonne de tamis moléculaire 13X sont données à l'annexe A.

- **en un régulateur de température**, se composant d'un programmeur linéaire adapté pour assurer un gradient de température de 30 °C/min dans la gamme spécifiée.

Annexe Nb **régulateur de débit**, capable de maintenir des débits adéquats du gaz vecteur.

**5.1.1.2 Système d'injection**, se composant d'un injecteur de type dérivation (vanne d'échantillonnage de gaz) ayant une capacité d'injection de 1 ml et pouvant être chauffé à une température réglée à 110 °C.

Le volume de l'échantillon doit être reproductible de façon que des essais successifs s'accordent dans la limite de 1 % pour chaque constituant.

**5.1.1.3 Colonnes**, deux avec le même type de remplissage et les mêmes dimensions.

La seconde colonne est normalement utilisée pour compenser la dérive pendant la programmation de températures. Si la dérive est compensée au moyen d'un intégrateur électronique, la seconde colonne n'est pas nécessaire.

Les colonnes doivent répondre aux exigences suivantes:

Annexe Na **tube métallique**, présentant les caractéristiques suivantes:

- nature: acier inoxydable, indice 20 (type AISI 316), propre et dégraissé
- longueur: 1 m
- diamètre: 2 mm de diamètre intérieur
- forme: en fonction du chromatographe
- rayon: en fonction du chromatographe

NOTE Si une colonne de 3 m est utilisée, augmenter la température du four à 40 °C (voir annexe A).

Annexe Nb **remplissage, tamis moléculaire 13X**, taille des particules de 150 µm à 180 µm (80 mesh ASTM à 100 mesh ASTM);

- méthode de remplissage: toute méthode de remplissage adéquate, permettant un remplissage uniforme de la colonne
- conditionnement: pendant une nuit à environ 350 °C sous un flux de gaz vecteur soigneusement desséché

NOTE Certains systèmes d'injection ne sont pas capables de supporter des températures supérieures à 250 °C et peuvent causer des problèmes pour le conditionnement.

**5.1.1.4 Détecteur à conductibilité thermique (TCD)**

**5.1.2 Pour la détermination de l'azote, du dioxyde de carbone et des hydrocarbures de C<sub>1</sub> à C<sub>8</sub>, on utilise les appareils spécifiques suivants.**

**5.1.2.1 Chromatographe en phase gazeuse**, adapté pour une application à double colonne et équipé d'un TCD et d'un FID placés en série.

Annexe Na **four et régulation de température**, consistant

- **en un four**, capable de maintenir la température de la colonne à  $\pm 0,5$  °C dans une gamme de 35 °C à 230 °C;

NOTE Pour obtenir une température de 35 °C, un système de refroidissement au dioxyde de carbone liquide ou à l'azote liquide peut être nécessaire.

- **en un régulateur de température**, se composant d'un programmeur linéaire adapté pour assurer un gradient de température de 15 °C/min dans la gamme spécifiée.

Annexe Nb **régulateur de débit**, capable de maintenir des débits adéquats du gaz vecteur.

**5.1.2.2 Système d'injection**, se composant d'un injecteur de type dérivation (vanne d'échantillonnage de gaz) ayant une capacité d'injection de 1 ml et pouvant être chauffé à une température réglée à 110 °C.

**5.1.2.3 Colonnes**, deux avec le même type de remplissage et les mêmes dimensions.

La seconde colonne est normalement utilisée pour compenser la dérive pendant la programmation de température. Si la dérive est compensée au moyen d'un intégrateur électronique, la seconde colonne n'est pas nécessaire.

(standards.iteh.ai)

Les colonnes doivent répondre aux exigences suivantes:

Annexe Na **tube métallique**, présentant les caractéristiques suivantes:

- nature: acier inoxydable, indice 20 (type AISI 316), propre et dégraissé
- longueur: 3 m
- diamètre: 2 mm de diamètre intérieur
- forme: en fonction du chromatographe
- rayon: en fonction du chromatographe

Annexe Nb **remplissage, Poropak R**, taille des particules de 150  $\mu$ m à 180  $\mu$ m (80 mesh ASTM à 100 mesh ASTM);

- méthode de remplissage: toute méthode de remplissage adéquate, permettant un remplissage uniforme de la colonne
- conditionnement: pendant une nuit à environ 230 °C sous un flux de gaz vecteur soigneusement desséché