
**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
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2b4e9154-b718-47ab-ba9d-0624d2c6dd53/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*



iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 6974-5:2014

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2b4e9154-b718-47ab-ba9d-0624d2c6dd33/iso-6974-5-2014>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2014

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, 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, l'affichage sur l'internet ou sur un Intranet, sans autorisation écrite préalable. Les demandes d'autorisation peuvent être adressées à l'ISO à l'adresse ci-après ou au 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

Publié en Suisse

Sommaire

	Page
Avant-propos	iv
Introduction	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	2
3 Principe	2
4 Matériels	4
5 Appareillage	4
6 Schéma de configuration	6
7 Mode opératoire	7
7.1 Contrôle de l'appareillage.....	7
7.2 Fonctionnement de l'appareillage.....	8
8 Expression des résultats	11
8.1 Précision et exactitude.....	11
8.2 Rapport d'essais.....	11
Annexe A (informative) Exemple d'application	12
Annexe B (informative) Procédure de réglage des temps de commutation des vannes et des restrictions	22
Bibliographie	24

[ISO 6974-5:2014](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2b4e9154-b718-47ab-ba9d-0624d2c6dd33/iso-6974-5-2014)
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2b4e9154-b718-47ab-ba9d-0624d2c6dd33/iso-6974-5-2014>

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 procédures utilisées pour élaborer ce document et celles destinées à la poursuite de son entretien sont décrites dans les Directives ISO/CEI, Partie 1. En particulier, les différents critères d'approbation nécessaires pour les différents types de documents de l'ISO devraient être notés. Ce document a été rédigé en conformité avec les règles de rédaction des directives ISO/CEI, Partie 2 www.iso.org/directives.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle. L'ISO ne saurait être tenue responsable de l'identification ou de toutes ces droits de brevet. Les détails de tous les droits de brevets identifiés lors de l'élaboration du document seront dans l'introduction et/ou dans la liste ISO des déclarations de brevet reçues www.iso.org/patents

Toute marque de commerce utilisée dans ce document est une information donnée pour la commodité des utilisateurs et ne constitue pas une approbation.

Pour une explication sur la signification des termes spécifiques de l'ISO et des expressions liées à l'évaluation de la conformité, ainsi que des informations sur l'adhésion de l'ISO aux principes de l'OMC dans les obstacles techniques au commerce (OTC), voir l'adresse suivante: Foreword - Supplementary information
standards.iteh.ai

Le comité technique responsable de ce document est l'ISO/TC 193, *Gaz naturel*, sous-comité SC 1, *Analyse du gaz naturel*.
ISO 6974-5:2014

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2b4e9154-b718-47ab-ba9d-613412661823/iso-6974-5>

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 6974-5:2000).

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 générales et calculs de la composition*
- *Partie 2: Calculs d'incertitude*
- *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 laboratoire et un système de mesure en continu employant deux colonnes*
- *Partie 5: Méthode isotherme pour l'azote, le dioxyde de carbone, les hydrocarbures C₁ à C₅ et C₆₊*
- *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*

Introduction

La présente partie de l'ISO 6974 décrit une méthode d'analyse du gaz naturel qui est couramment utilisée pour traiter les applications de procédés en ligne, mais qui peut être appliquée à des instruments de laboratoire. Les données de composition obtenues sont utilisées pour le calcul du pouvoir calorifique, de la masse volumique et de l'indice de Wobbe.

On suppose que le gaz naturel ne contient pas d'oxygène à la source et que tout l'oxygène qui peut être présent est dû à une contamination au cours de l'échantillonnage.

La principale utilisation de cette méthode chromatographique est le calcul du pouvoir calorifique (CV) selon l'ISO 6976. Elle est basée sur une technique de commutation de colonne dans laquelle des colonnes multiples, choisies pour leur capacité de séparation pour des groupes particuliers de constituants, sont commutées de façon automatique.

Une seule injection est nécessaire et la première phase de la méthode consiste en un rétrobalayage accéléré des C₆₊ (qui sont mesurés en tant que "pseudo constituant" recombinaison plutôt que par la somme des mesures des composants individuels). Les composants plus légers (azote, méthane, dioxyde de carbone et éthane) sont stockés sur la colonne de séparation appropriée, tandis que les plus lourds, les hydrocarbures C₃ à C₅ sont élués. Les composants les plus légers sont ensuite séparés par redirection par le gaz vecteur sur la colonne appropriée.

Un détecteur de conductivité thermique (TCD) est utilisé pour la mesure des composants ci-dessus.

Lorsque le procédé est d'abord mis en place, la répétabilité de la mesure est déterminée par l'analyse répétitive d'une bouteille de gaz d'essai, habituellement un gaz naturel type. Pour chaque composant, une carte de contrôle indiquant la valeur moyenne, et les bornes représentant 2 et 3 écarts-types est établie. Par la suite, ce gaz d'essai est analysé après chaque étalonnage de l'analyseur, et les résultats sont comparés avec les données des cartes de contrôle. La performance de l'analyseur est évaluée selon cette procédure.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2b4e9154-b718-47ab-ba9d-667d121e1133/iso-6974-5-2014>

Tout changement dans la configuration de la méthode peut donner lieu à des différences de réponse des composants et donc (où ils sont appliqués) à des incertitudes calculées. Dans ces circonstances, l'ajustement des données à une carte de contrôle existante n'est pas une procédure appropriée, et les opérations qui ont été effectuées lorsque la méthode a d'abord été mise en place doivent être répétées.

Cette partie de l'ISO 6974 fournit l'une des méthodes qui peuvent être utilisées pour déterminer les compositions de gaz naturel conformément à l'ISO 6974-1 et l'ISO 6974-2.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6974-5:2014

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2b4e9154-b718-47ab-ba9d-0624d2c6dd33/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₊

1 Domaine d'application

La présente partie de la Norme internationale décrit une méthode chromatographique en phase gazeuse pour la détermination quantitative de la teneur en azote, du dioxyde de carbone et des hydrocarbures C₁ à C₅ individuellement, et une mesure composite des C₆₊ qui représente tous les hydrocarbures de 6 atomes de carbone et plus dans des échantillons de gaz naturel. Elle est applicable à l'analyse des gaz contenant des constituants dans les plages de travail données dans le [Tableau 1](#).

Tableau 1 — Plages de travail des constituants

Constituant	Formule chimique	Fraction molaire %.	
		Min.	Max.
Azote	N ₂	0,1	22
Dioxyde de carbone	CO ₂	0,05	15
Méthane	CH ₄	34	100
Ethane	C ₂ H ₆	0,1	23
Propane	C ₃ H ₈	0,05	10
iso-Butane	i-C ₄ H ₁₀	0,01	2,0
n-Butane	n-C ₄ H ₁₀	0,01	2,0
néo-Pentane	neo-C ₅ H ₁₂	0,005	0,35
iso-Pentane	i-C ₅ H ₁₂	0,005	0,35
n-Pentane	n-C ₅ H ₁₂	0,005	0,35
Hexanes +	C ₆₊	0,005	0,35

NOTE 1 Les plages de travail dans le [Tableau 1](#) sont celles pour lesquelles la méthode s'est révélée satisfaisante, et sont données à titre indicatif. Cependant, il n'y a aucune raison pour que des plages plus larges ne soient pas utilisées, à condition qu'un mesurage réussi dans ces plages plus larges ait été démontré.

NOTE 2 Les hydrocarbures supérieurs au n-pentane sont exprimés comme un "pseudo-composant" C₆₊ qui est mesuré par un pic composite et calibré en tant que tel. Les propriétés des C₆₊ sont calculées à partir d'une analyse approfondie des hydrocarbures C₆ et supérieurs à C₆.

NOTE 3 L'oxygène n'est pas un constituant normal du gaz naturel et ne devrait pas être présent dans le gaz échantillonné sur un instrument en ligne. Si de l'oxygène est présent en tant que résultat de la contamination par l'air, il sera mesuré avec l'azote. La valeur résultante mesurée (azote + oxygène) sera erronée dans une faible mesure en raison de la légère différence entre les réponses du détecteur pour l'oxygène et l'azote.

NOTE 4 La teneur en hélium est supposée être suffisamment faible et invariable pour que l'hélium ne soit pas analysé.

NOTE 5 L'échantillon de gaz ne doit pas contenir de condensat d'hydrocarbure et/ou d'eau.

2 Références normatives

Les documents suivants, tout ou en partie, sont normativement référencés dans le présent document et sont indispensables pour son application. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence (y compris les éventuels amendements) s'applique.

ISO 6974-1, *Gaz naturel — Détermination de la composition et de l'incertitude associée par chromatographie en phase gazeuse — Partie 1: Lignes directrices générales et calcul de la composition*

ISO 6974-2, *Gaz naturel — Détermination de la composition et de l'incertitude associée par chromatographie en phase gazeuse — Partie 2: Calculs d'incertitude*

3 Principe

La [Figure 1](#) est un organigramme montrant les étapes concernées dans le processus analytique. Il est basé sur des organigrammes plus détaillés des ISO 6974-1 et ISO 6974-2, simplifiés pour représenter la procédure décrite dans cette partie. Les références sont indiquées à chaque étape de la clause appropriée dans cette partie et, le cas échéant, aux clauses pertinentes des ISO 6974-1 et ISO 6974-2.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 6974-5:2014](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2b4e9154-b718-47ab-ba9d-0624d2c6dd33/iso-6974-5-2014>

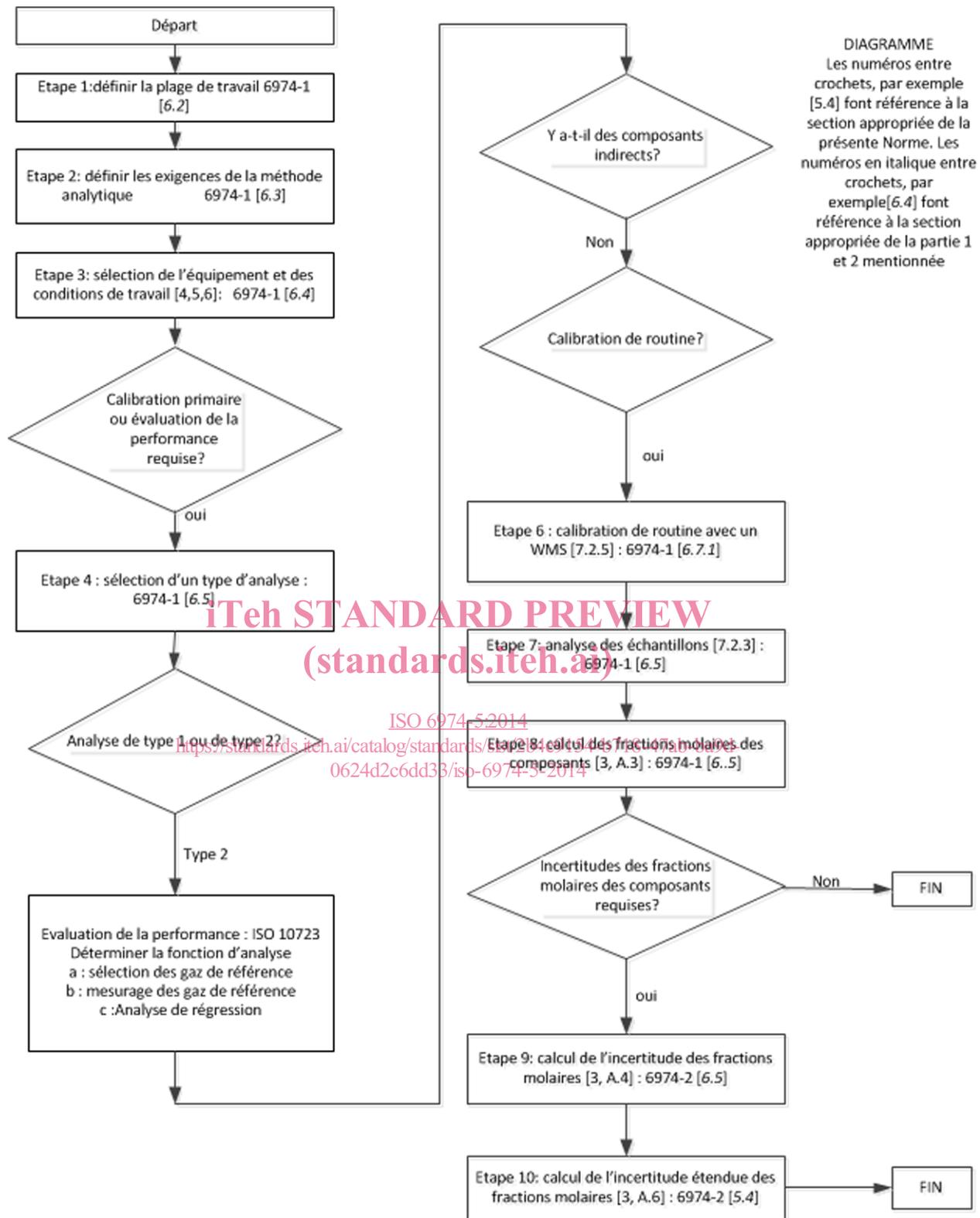


Figure 1 — Diagramme opérationnel

NOTE Les étapes visées à la Figure 1 sont identiques aux étapes des diagrammes A et B de l'ISO 6974-1. L'étape 5 se réfère à l'utilisation de facteurs de réponse relatifs pour les composants mesurés indirectement. Les composants indirects ne sont pas utilisés dans cette partie de l'ISO 6974, donc l'étape 5 n'est pas utilisée.

La méthode chromatographique utilise une disposition commutation de colonne/rétrobalayage, configurée comme le montre la Figure 2. L'échantillon est injecté dans la colonne de séparation selon le

point d'ébullition qui est divisée en une section courte et une section longue (colonnes 1 et 2). La section longue (colonne 2) assure la séparation des hydrocarbures C₃ à C₅ tandis que les hydrocarbures C₆ et C₆₊ sont retenus dans la section courte (colonne 1), d'où ils sont rétrobalayés et mesurés par le détecteur en tant que pic unique. Deux vannes à six voies peuvent être utilisées pour l'injection de l'échantillon et les opérations de rétrobalayage, ou ils peuvent être traités ensemble par une seule vanne à dix voies.

L'azote, le dioxyde de carbone, le méthane et l'éthane passent rapidement sans résolution de la colonne de séparation selon le point d'ébullition à une colonne de perles de polymère poreux (colonne 3), adaptée à leur séparation. Une vanne six voies soit connecte cette colonne, soit la bipasse lors de la mesure des composants C₃ à C₅.

Les séparations qui ont lieu dans les colonnes se répartissent comme suit:

- | | |
|-----------|---|
| Colonne 1 | retient les constituants C ₆₊ prêts pour le rétrobalayage comme un seul pic composite. |
| Colonne 2 | sépare le propane, l'iso-butane, le n-butane, le néo-pentane, l'iso-pentane et le n-pentane (qui sont élués une fois que le C ₆₊ a quitté la colonne 1). |
| Colonne 3 | retient et sépare l'azote, le méthane, le dioxyde de carbone et l'éthane qui sont élués une fois que le n-pentane a quitté la colonne 2. |

4 Matériels

4.1 Gaz vecteur, Hélium (He), ≥99,995 % et ne contenant ni oxygène, ni eau.

4.2 Gaz auxiliaires, air comprimé, pour la commande des vannes (si la consommation est faible, le gaz vecteur peut être utilisé comme une alternative pour la commande des vannes).

4.3 Matériaux de référence

ISO 6974-5:2014

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2b4e9154-b718-47ab-ba9d-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2b4e9154-b718-47ab-ba9d-0624d2c6dd33/iso-6974-5-2014)

4.3.1 Gaz de référence, selon l'ISO 6974-1.

4.3.2 Mélange de gaz contenant du n-Pentane et 2,2-Di-Me-butane, utilisé pour vérifier les temps des vannes (voir [Annexe B](#)).

5 Appareillage

5.1 Chromatographe en phase gazeuse, capable de fonctionner de manière isotherme et équipé d'un TCD.

5.2 Four de colonne, capable d'être maintenu à ± 0,1 °C dans une gamme de température de 70 °C à 105 °C;

5.3 Four de vannes, capable d'être maintenu dans la gamme de température de 70 °C à 105 °C ou bien ayant la possibilité de mettre en place les vannes dans le four de colonne.

5.4 Régulateur de pression, pour donner des débits de gaz vecteur convenables.

5.5 Dispositif d'injection, V1, vanne d'injection de l'échantillon à six voies.

5.6 Vanne de rétrobalayage, V2, six voies, pour permettre un rétrobalayage rapide des composants C₆₊. Comme il est indiqué dans la [section 3](#), une seule vanne dix voies peut être utilisée pour l'ensemble de ces tâches. Le principe de fonctionnement est le même.

5.7 Vanne d'isolement de la colonne, V3, six voies. Elle dirige le gaz vecteur vers une colonne de perles de polymère poreux (colonne 3) ou la bipasse.

5.8 Colonnes, Les colonnes doivent satisfaire aux exigences de performance énoncées au 7.2.4. Il convient que les dimensions de la colonne et les matériaux de garnissage, donnés comme exemples, soient satisfaisants, pour une utilisation avec des vannes d'injection et des TCD classiques facilement accessibles. Une autre combinaison équivalente de colonnes donnant des séparations similaires et répondant aux exigences de performances peut être utilisée. Des micro colonnes garnies ou même des colonnes capillaires peuvent être choisies avec des systèmes d'injection et de détection dimensionnés comme il convient; dans ce cas, les détails du garnissage et du film du revêtement seraient différents.

5.9 Tube et garnissage

5.9.1 Configuration 1

5.9.1.1 Colonne 1, 28 % DC200/500 sur 45/60 mesh chromosorb P-AW, 0,75 m (2,5 ft) de long, diamètre intérieur de 2 mm (1/8 in)

5.9.1.2 Colonne 2, 28 % DC200/500 sur 45/60 mesh chromosorb P-AW, 5,2 m (17 ft) de long, diamètre intérieur de 2 mm (1/8 in)

5.9.1.3 Colonne 3, 15 % DC200/500 sur 50/80 mesh Porapak N, 2,4 m (8 ft) de long, diamètre intérieur de 2 mm (1/8 in)

iTeh STANDARD PREVIEW

5.9.2 Configuration 2

(standards.iteh.ai)

5.9.2.1 Colonne 1, oxy-dipropionitrile sur Porasil Q, 0,3 m (1 ft) de long, diamètre intérieur de 0,75 mm (1/16 in)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2b4e9154-b718-47ab-ba9d-0624d2c6dd33/iso-6974-5-2014>

5.9.2.2 Colonne 2, 20 % SF-96 sur 80-100 mesh chromosorb W, 2,1 m (7 ft) de long, diamètre intérieur de 0,75 mm (1/16 in)

5.9.2.3 Colonne 3, HayeSep N, 2,1 m (7 ft) de long, diamètre intérieur de 0,75 mm (1/16 in)

5.10 Méthode de garnissage, toute méthode conduisant à un garnissage uniforme de colonne peut être utilisée.

NOTE La méthode de garnissage suivante convient.

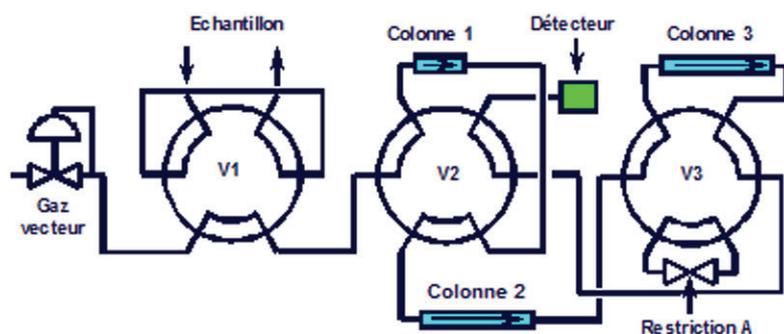
Fermer la sortie de la colonne avec un disque fritté ou un bouchon en laine de verre. Brancher, à l'entrée, un réservoir contenant un peu plus de garnissage que nécessaire pour remplir la colonne et appliquer une pression de 0,4 MPa d'azote à ce réservoir. Le flux de garnissage dans la colonne est assisté par vibration. Lorsque la colonne est remplie, faire baisser lentement la pression avant de débrancher le réservoir.

5.11 Détecteur de conductibilité thermique (TCD), avec une constante de temps ne dépassant pas 0,1 s et un volume interne adéquat pour la taille des colonnes et le débit utilisés.

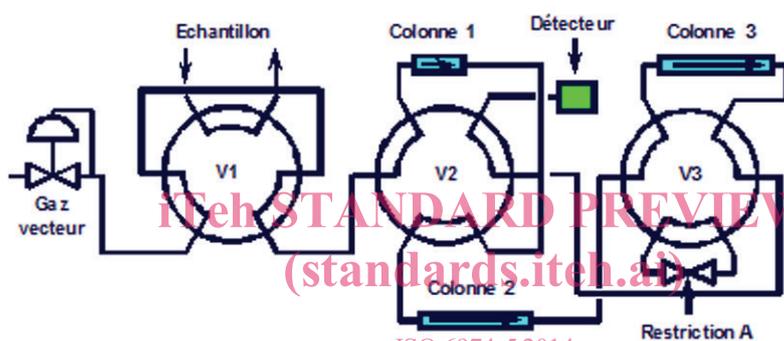
5.12 Contrôleur/système de mesurage de pics, présentant une large étendue de sensibilité (0 V à 1 V), capable de mesurer des pics sur une ligne de base en pente et de contrôler le fonctionnement automatique des vannes selon une séquence sélectionnée par l'utilisateur.

5.13 Vannes auxiliaires, tubes et autres accessoires, afin de contrôler le débit de gaz échantillon vers le chromatographe et pour couper ce débit pour une période de temps définie avant l'injection.

6 Schéma de configuration

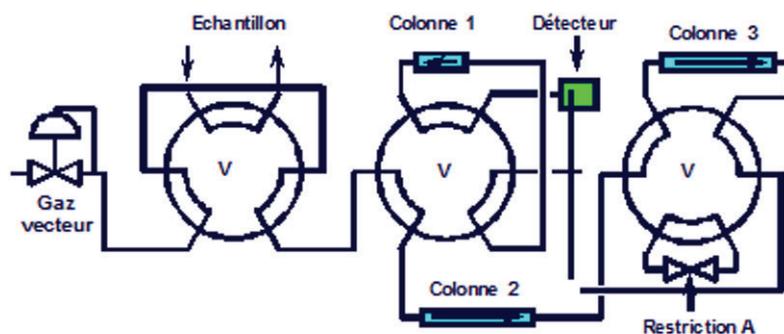


a) Configuration initiale: toutes les vannes en position 1



ISO 6974-5:2014
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2b4e9154-b718-47ab-ba9d-0624d2c6dd33/iso-6974-5-2014>

b) Injection d'échantillon: V1 en position 2



c) Rétrobalayage C₆+ : V2 en position 2