



PROJET DE NORME INTERNATIONALE ISO/DIS 16960

ISO/TC 193/SC 1

Secrétariat: NEN

Début de vote
2013-04-18

Vote clos le
2013-09-18

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

Gaz naturel — Détermination des composés soufrés — Détermination de la teneur totale en soufre par microcoulométrie oxydante

Natural gas — Determination of sulfur compounds — Determination of total sulfur by oxidative microcoulometry method

ICS 75.060

TRAITEMENT PARALLÈLE ISO/CEN

Le présent projet a été élaboré dans le cadre de l'Organisation internationale de normalisation (ISO) et soumis selon le mode de collaboration **sous la direction de l'ISO**, tel que défini dans l'Accord de Vienne.

Le projet est par conséquent soumis en parallèle aux comités membres de l'ISO et aux comités membres du CEN pour enquête de cinq mois.

En cas d'acceptation de ce projet, un projet final, établi sur la base des observations reçues, sera soumis en parallèle à un vote d'approbation de deux mois au sein de l'ISO et à un vote formel au sein du CEN.

Pour accélérer la distribution, le présent document est distribué tel qu'il est parvenu du secrétariat du comité. Le travail de rédaction et de composition de texte sera effectué au Secrétariat central de l'ISO au stade de publication.

To expedite distribution, this document is circulated as received from the committee secretariat. ISO Central Secretariat work of editing and text composition will be undertaken at publication stage.

CE DOCUMENT EST UN PROJET DIFFUSÉ POUR OBSERVATIONS ET APPROBATION. IL EST DONC SUSCEPTIBLE DE MODIFICATION ET NE PEUT ÊTRE CITÉ COMME NORME INTERNATIONALE AVANT SA PUBLICATION EN TANT QUE TELLE.

OUTRE LE FAIT D'ÊTRE EXAMINÉS POUR ÉTABLIR S'ILS SONT ACCEPTABLES À DES FINS INDUSTRIELLES, TECHNOLOGIQUES ET COMMERCIALES, AINSI QUE DU POINT DE VUE DES UTILISATEURS, LES PROJETS DE NORMES INTERNATIONALES DOIVENT PARFOIS ÊTRE CONSIDÉRÉS DU POINT DE VUE DE LEUR POSSIBILITÉ DE DEVENIR DES NORMES POUVANT SERVIR DE RÉFÉRENCE DANS LA RÉGLEMENTATION NATIONALE.

LES DESTINATAIRES DU PRÉSENT PROJET SONT INVITÉS À PRÉSENTER, AVEC LEURS OBSERVATIONS, NOTIFICATION DES DROITS DE PROPRIÉTÉ DONT ILS AURAIENT ÉVENTUELLEMENT CONNAISSANCE ET À FOURNIR UNE DOCUMENTATION EXPLICATIVE.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
Full standard:
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ecdc298d-5c0c-4e0b-816c-f6f8e79d664c/iso-16960-2014>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2013

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	1
3 Principe.....	1
4 Réactifs.....	1
5 Appareillage	2
5.1 Convertisseur	2
5.2 Cellule de titrage.....	2
5.3 Microcoulomètre.....	2
5.4 Régulateur de débit	2
5.5 Agitateur électromagnétique.....	2
5.6 Seringue médicale.....	2
5.7 Fiole jaugée.....	2
6 Préparation de l'essai	2
6.1 Préparation de l'électrolyte	2
6.2 Echantillon de référence.....	2
6.3 Installation de l'appareillage	3
6.4 Préparation de l'instrument.....	3
6.5 Vérification des paramètres	3
6.6 Détermination du taux de conversion du soufre.....	3
6.6.1 Echantillonnage et injection.....	3
6.6.2 Mesures	4
7 Mode opératoire.....	4
7.1 Echantillonnage.....	4
7.1.1 Echantillonnage à partir de canalisations de gaz naturel	4
7.1.2 Echantillonnage à partir de bouteilles de gaz	4
7.2 Injection d'échantillon et mesure	4
8 Calcul	4
8.1 Conversion du volume.....	4
8.1.1 Volume de l'échantillon de gaz à l'état sec	4
8.1.2 Volume de l'échantillon de gaz à l'état humide.....	5
8.2 Calcul de la concentration massique de soufre total dans le gaz d'échantillon	5
9 Précision.....	5
9.1 Généralités	5
9.2 Répétabilité	5
Bibliographie.....	7

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 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. 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 du présent document 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.

L'ISO 16960 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 193, *Gaz naturel*, sous-comité SC 1, *Analyse du gaz naturel*.

Cette deuxième/troisième/... édition annule et remplace la première/deuxième/... édition (), dont [l' (les) article(s) / le(s) paragraphe(s) / le (les) tableau(x) / la (les) figure(s) / l' (les) annexe(s) a/ont] fait l'objet d'une révision technique.

Introduction

Cette Norme internationale spécifie une méthode pour la détermination de la teneur totale en soufre dans la plage allant de 1 mg/m³ à 200 mg/m³ dans les canalisations de gaz naturel par microcoulométrie oxydante.

Trois méthodes existent déjà comme normes ISO pour la détermination de la teneur totale en soufre dans le gaz naturel :

ISO 6326-3 Gaz naturel - Détermination des composés soufrés - Partie 3 : détermination du sulfure d'hydrogène, des thiols et du sulfure de carbonyle par potentiométrie ;

ISO 6326-5 Gaz naturel - Détermination des composés soufrés - Partie 5 : méthode de combustion Lingener ;

ISO 19739 Gaz naturel - Détermination des composés soufrés par chromatographie en phase gazeuse.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Full standard:
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ecdc298d-5c0c-4e0b-816c-f6f8e79d664c/iso-16960-2014>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Full standard:
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ecdc298d-5c0c-4e0b-816c-f68e79d664c/iso-16960-2014>

Gaz naturel — Détermination des composés soufrés — Détermination de la teneur totale en soufre par microcoulométrie oxydante

1 Domaine d'application

Cette norme internationale spécifie une méthode de détermination de la teneur totale en soufre dans la plage de 1 mg/m^3 à 200 mg/m^3 dans les canalisations de gaz naturel par microcoulométrie oxydante. Le gaz naturel avec des teneurs en soufre supérieures à 200 mg/m^3 peut être analysé après dilution appropriée avec un solvant exempt de soufre.

NOTE Cette norme ne prétend pas traiter de toutes les questions de sécurité, le cas échéant, associées à son utilisation. Il est de la responsabilité de l'utilisateur de cette norme d'établir des pratiques appropriées pour la sécurité et la santé et de déterminer l'applicabilité des restrictions réglementaires avant son application.

2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 3696, *Eau pour laboratoire à usage analytique - Spécification et méthodes d'essai*

ISO 6142, *Analyse des gaz - Préparation des mélanges de gaz pour étalonnage - Méthode gravimétrique*

ISO 6144, *Analyse des gaz - Préparation des mélanges de gaz pour étalonnage - Méthode volumétrique statique*

ISO 6145, *Analyse des gaz - Préparation des mélanges de gaz pour étalonnage à l'aide de méthodes volumétriques dynamiques*

ISO 10715, *Gaz naturel - Lignes directrices pour l'échantillonnage*

3 Principe

Un échantillon de gaz contenant du soufre est mélangé avec de l'oxygène dans un four tubulaire en quartz de manière à convertir les composés soufrés en dioxyde de soufre par pyrolyse oxydante. Le dioxyde de soufre obtenu entre dans la cellule de titration avec du gaz vecteur et réagit avec l'iode qu'elle contient. L'iode consommé est complété par l'électrolyse de l'iodure de potassium. Conformément à la loi de Faraday sur l'électrolyse, la concentration de soufre dans l'échantillon de gaz peut être calculée à partir de la quantité électrique consommée par électrolyse et corrigé par rapport à un échantillon étalon de référence.

4 Réactifs

4.1 Eau d'essai : conforme aux exigences du Niveau 3 de l'ISO 3696 ;

4.2 Acide acétique glacial : réactif analytique ;

4.3 Iodure de potassium : réactif analytique ;

4.4 Oxygène : pureté minimale de 99,99 vol.-% ;

4.5 Gaz vecteur : argon, hélium ou azote avec une pureté minimale de 99,99 vol.-%.

5 Appareillage

5.1 Convertisseur

Il y a trois sections indépendantes de chauffage dans un convertisseur : la section de préchauffage ($800\text{ °C} \pm 20\text{ °C}$), la section de combustion ($900\text{ °C} \pm 20\text{ °C}$) et la section de sortie ($800\text{ °C} \pm 20\text{ °C}$).

5.2 Cellule de titrage

Installer une paire d'électrodes d'électrolyse et une paire d'électrodes indicateur-référence dans la cellule.

5.3 Microcoulomètre

L'électrolyse commence automatiquement, lorsqu'il y a diminution de la concentration de l'iode causée par la présence de dioxyde de soufre dans la cellule de titration, pour maintenir la concentration de l'iode à son niveau initial. Le microcoulomètre peut enregistrer automatiquement la durée et l'intensité de l'électrolyse et directement afficher la teneur en soufre.

5.4 Régulateur de débit

Fournit les débits spécifiés à la sortie.

5.5 Agitateur électromagnétique

Fournit les taux de rotation spécifiés dans la cellule de titration.

5.6 Seringue médicale

Seringues étanches à l'air de volumes de 0,25 mL, 1 mL, 2 mL et 5 mL. Les volumes délivrés par les seringues doivent être étalonnés par pesée de l'eau pure avant la première utilisation. Un étalonnage périodique peut être nécessaire par la suite.

5.7 Fiole jaugée

Un flacon volumétrique étalon de laboratoire, d'un volume nominal de 25 mL.

6 Préparation de l'essai

6.1 Préparation de l'électrolyte

Peser 0,5 g d'iodure de potassium, le dissoudre dans 100 mL d'eau, ajouter 5 mL d'acide acétique glacial, puis diluer le solvant à 1 L avec de l'eau. L'électrolyte doit être stocké dans un flacon de réactif brun. La période de validité est de trois mois.

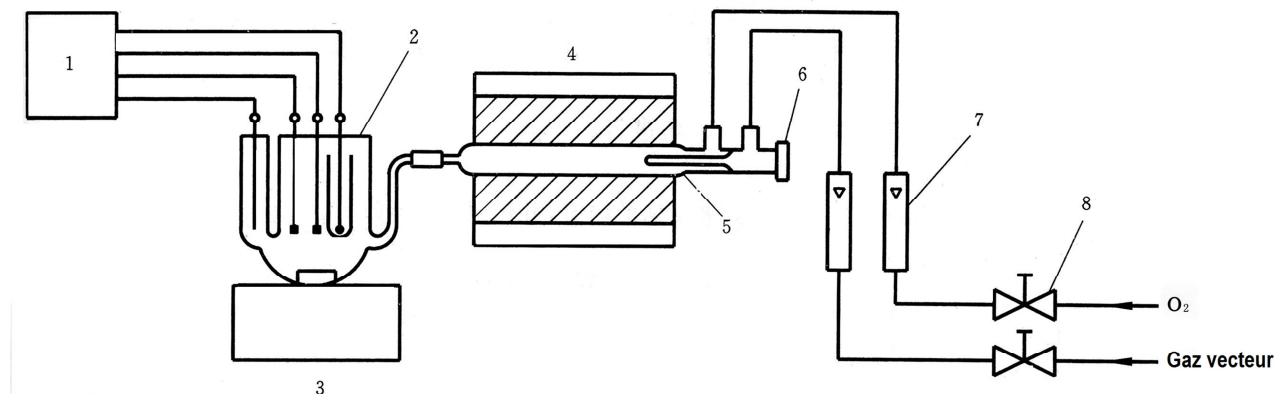
6.2 Echantillon de référence

Utiliser des mélanges gazeux d'étalonnage de composés soufrés préparés selon les normes ISO 6142, ISO 6144, ou ISO 6145. La concentration de soufre dans les mélanges gazeux d'étalonnage doit être proche de celle de l'échantillon testé.

Il est recommandé que les composés soufrés dans le mélange gazeux d'étalonnage soient du sulfure de carbone (COS) ou de sulfure d'hydrogène (H₂S).

6.3 Installation de l'appareillage

Installer l'appareil en suivant les instructions. Raccorder le tube de gaz vecteur et le tube d'oxygène. Un exemple de microcoulomètre oxydant typique est donné dans la Figure 1.



Légende

- 1 microcoulomètre
- 2 cellule de titration
- 3 agitateur électromagnétique
- 4 four de reformage
- 5 four tubulaire en quartz
- 6 orifice d'injection
- 7 débitmètre
- 8 vanne

Figure 1 — Montage microcoulométrique typique

6.4 Préparation de l'instrument

Remplacer le bouchon de caoutchouc de silicone dans l'orifice d'injection. Réguler le débit du gaz vecteur et d'oxygène aux valeurs spécifiées par l'appareil. Ensuite, ouvrir l'agitateur électromagnétique, régler la vitesse d'agitation pour produire un tourbillon léger dans l'électrolyte.

6.5 Vérification des paramètres

Régler le potentiomètre à la valeur prescrite. Vérifiez tous les paramètres de fonctionnement selon les exigences de la notice de l'instrument.

6.6 Détermination du taux de conversion du soufre

Installer le logiciel du microcoulomètre et afficher le taux de conversion automatiquement par ordinateur.

6.6.1 Echantillonnage et injection

Prélever des échantillons après rinçage de la seringue avec l'échantillon gazeux de référence à quatre ou cinq reprises. Le piston de la seringue doit être poussé à l'échelle requise par la pression du gaz dans la bouteille lors de l'échantillonnage. Insérer la seringue dans l'orifice d'injection, la vitesse d'injection est d'environ 0,15 à 0,2 mL/s, le volume d'injection est généralement de 0,25 à 5 mL.