
**Gaz naturel — Zone amont —
Détermination de la teneur en sulfure
d'hydrogène par spectroscopie par
absorption laser**

*Natural gas — Upstream area — Determination of hydrogen sulfide
content by laser absorption spectroscopy*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 20676:2018](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/02db236d-6ca2-47d6-8632-f54d5cce6774/iso-20676-2018)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/02db236d-6ca2-47d6-8632-
f54d5cce6774/iso-20676-2018](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/02db236d-6ca2-47d6-8632-f54d5cce6774/iso-20676-2018)



iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 20676:2018](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/02db236d-6ca2-47d6-8632-f54d5cce6774/iso-20676-2018)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/02db236d-6ca2-47d6-8632-f54d5cce6774/iso-20676-2018>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2018

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en œuvre, 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, ou la diffusion sur l'internet ou sur un intranet, sans autorisation écrite préalable. Une autorisation peut être demandée 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 401 • Ch. de Blandonnet 8
CH-1214 Vernier, Genève
Tél.: +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 Termes et définitions	1
4 Principe	1
4.1 Principe de fonctionnement de l'analyseur de sulfure d'hydrogène par absorption laser ...	1
4.2 Formules de calcul.....	2
5 Dispositif de mesure	3
5.1 Analyseur de sulfure d'hydrogène par laser.....	3
5.1.1 Analyseur laser.....	3
5.1.2 Générateur laser.....	3
5.2 Régulateur de pression de gaz.....	3
5.3 Débitmètre.....	3
5.4 Absorbant de sulfure d'hydrogène.....	3
6 Réactifs et matériau	3
6.1 Gaz d'étalonnage.....	3
6.2 Méthane.....	3
6.3 Solution absorbante de sulfure d'hydrogène.....	3
7 Mesurage	4
7.1 Préparation.....	4
7.2 Étalonnage de l'analyseur.....	4
7.2.1 Fréquence d'étalonnage.....	4
7.2.2 Mode opératoire d'étalonnage.....	4
7.2.3 Méthode d'étalonnage.....	4
7.3 Échantillonnage.....	5
7.4 Mesurage de sulfure d'hydrogène dans un échantillon de gaz naturel.....	5
7.5 Traitement des données.....	5
8 Répétabilité	5
9 Évaluation de l'incertitude	5
9.1 Principe.....	5
9.2 Incertitude de A_s	6
9.3 Incertitude de $A_{réf}$	6
9.4 Incertitude de $C_{réf}$	6
9.5 Incertitude du résultat.....	6
Annexe A (informative) Exemple de la procédure statistique de l'évaluation de répétabilité	7
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 (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier, de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir www.iso.org/directives).

L'attention est attirée 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. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir www.iso.org/brevets).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la nature volontaire des normes, la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir www.iso.org/avant-propos.

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 193, *Gaz naturel*, sous-comité SC 3, *Zone amont*.

Il convient que l'utilisateur adresse tout retour d'information ou toute question concernant le présent document à l'organisme national de normalisation de son pays. Une liste exhaustive desdits organismes se trouve à l'adresse www.iso.org/fr/members.html.

Introduction

Quatre méthodes pour la détermination de la teneur en soufre total dans le gaz naturel existent déjà comme Normes internationales:

- 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 16960, *Gaz naturel — Détermination des composés soufrés — Détermination de la teneur en soufre total par microcoulométrie oxydante*;
- ISO 19739, *Gaz naturel — Détermination des composés soufrés par chromatographie en phase gazeuse*;
- ISO 20729, *Gaz naturel — Détermination des composés soufrés — Détermination de la teneur en soufre total par la méthode par fluorescence UV*.

La spectroscopie par absorption laser est une méthode plus efficace que le titrage chimique car il s'agit d'une méthode optique et instrumentale. Elle offre un moyen plus pratique et plus stable d'analyser le H₂S dans le gaz naturel en amont.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 20676:2018](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/02db236d-6ca2-47d6-8632-f54d5cce6774/iso-20676-2018)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/02db236d-6ca2-47d6-8632-f54d5cce6774/iso-20676-2018>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 20676:2018

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/02db236d-6ca2-47d6-8632-f54d5cce6774/iso-20676-2018>

Gaz naturel — Zone amont — Détermination de la teneur en sulfure d'hydrogène par spectroscopie par absorption laser

AVERTISSEMENT — L'utilisation du présent document peut impliquer des matériaux, des opérations et des équipements dangereux. Le présent document ne vise pas à résoudre tous les problèmes de sécurité liés à son utilisation. Il incombe à l'utilisateur du présent document d'établir des pratiques de sécurité et de santé appropriées et de déterminer l'applicabilité de toute autre restriction avant utilisation.

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode de détermination de la teneur en sulfure d'hydrogène dans le domaine de la production de gaz naturel par spectroscopie à absorption laser. La plage analytique est de 10×10^{-6} à 20 %. Cette plage analytique peut être étendue à une teneur plus élevée avec des exigences spécifiques sur l'instrument.

2 Références normatives

Les documents suivants sont cités dans le texte de sorte qu'ils constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des exigences 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 10715, *Gaz naturel — Lignes directrices pour l'échantillonnage*

ISO 11095, *Étalonnage linéaire utilisant des matériaux de référence*

3 Termes et définitions

Aucun terme n'est défini dans le présent document.

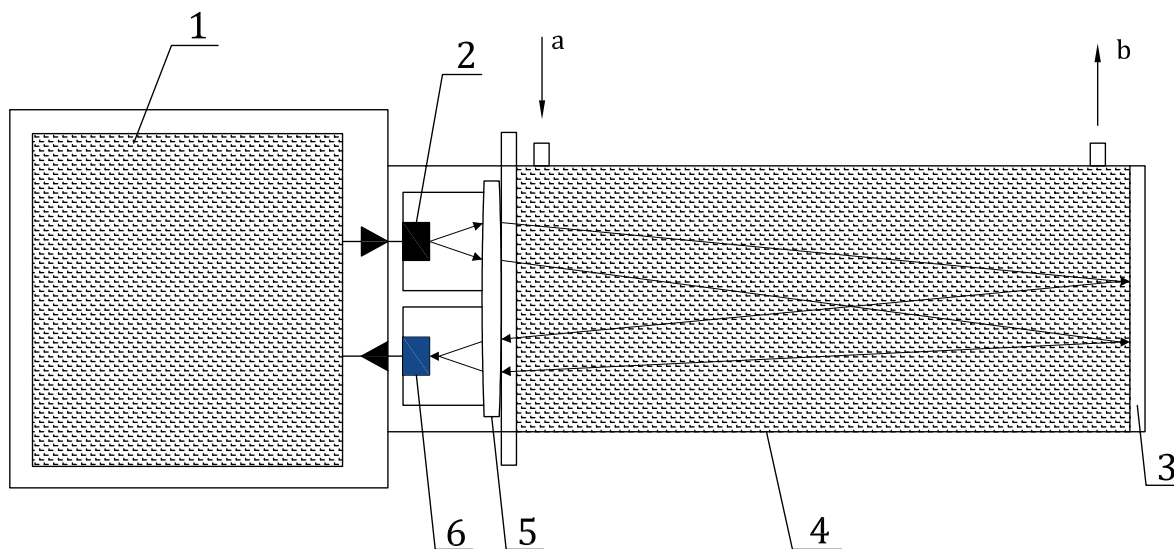
L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

- ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <https://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org/>

4 Principe

4.1 Principe de fonctionnement de l'analyseur de sulfure d'hydrogène par absorption laser

Le schéma du principe de mesure est donné à la [Figure 1](#). Un générateur laser à semi-conducteur émet un faisceau laser qui traverse à travers l'échantillon. Le laser est ensuite détecté par le capteur photoélectrique. L'énergie du faisceau laser détecté est atténuée par absorption quand il traverse l'échantillon d'essai. Cette absorbance est régie par la loi de Beer-Lambert.



Légende

- 1 groupe analytique
- 2 générateur laser
- 3 miroir
- 4 enceinte à gaz
- 5 lentille
- 6 capteur
- a Entrée de gaz.
- b Sortie de gaz.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 20676:2018

Figure 1 — Principe d'essai de l'analyseur de sulfure d'hydrogène par absorption laser

4.2 Formules de calcul

Si le signal analytique est l'absorbance, la teneur en sulfure d'hydrogène est calculée d'après la [Formule \(1\)](#):

$$C_s = \frac{A_s}{A_{ref}} C_{ref} \tag{1}$$

où

C_s est la teneur en sulfure d'hydrogène dans un échantillon de gaz naturel;

A_s est l'absorbance du sulfure d'hydrogène dans un échantillon de gaz naturel;

C_{ref} est la teneur en sulfure d'hydrogène dans un gaz d'étalonnage;

A_{ref} est l'absorbance du sulfure d'hydrogène dans un gaz d'étalonnage.

NOTE 20 °C, 101,325 kPa sont les conditions de référence les plus adaptées dans ce cas.

5 Dispositif de mesure

5.1 Analyseur de sulfure d'hydrogène par laser

5.1.1 Analyseur laser

Un type différent d'analyseur de sulfure d'hydrogène par laser est sélectionné en fonction de la teneur différente de sulfure d'hydrogène dans du gaz naturel. Il convient que le rapport signal/bruit soit supérieur à 2:1 sur toute la plage analytique. Il convient que la lumière transmise soit supérieure à 10 % avant l'essai.

5.1.2 Générateur laser

Il convient que le générateur laser soit allumé pour le réchauffer conformément aux instructions de fonctionnement de l'analyseur avant sa première utilisation et après chaque mise sous tension. Si les instructions de fonctionnement ne précisent pas de période d'allumage, il convient que le générateur soit allumé pendant au moins 48 h avant sa première mise en œuvre et pendant 1 h après chaque mise sous tension de l'analyseur.

5.2 Régulateur de pression de gaz

Il convient que le régulateur de pression de gaz ait un volume intérieur minimal. Il doit être fabriqué en acier inoxydable ou doit être désactivé; il ne présente aucun effet sur le résultat analytique du sulfure d'hydrogène.

5.3 Débitmètre

Il convient qu'un débit d'échantillonnage passant par l'analyseur soit défini conformément aux instructions de fonctionnement de l'analyseur.

5.4 Absorbant de sulfure d'hydrogène

Un bécher, une fiole, etc. rempli de solution basique peut être utilisé comme absorbant de sulfure d'hydrogène afin d'éliminer le sulfure d'hydrogène de l'échantillon de gaz naturel mesuré.

6 Réactifs et matériau

6.1 Gaz d'étalonnage

Le gaz d'étalonnage du sulfure d'hydrogène doit être certifié et en quantité suffisante pour couvrir la plage analytique de l'instrument. Le méthane est utilisé comme gaz vecteur lors de l'étalonnage.

6.2 Méthane

Il convient que la pureté du méthane soit supérieure à 999 mmol/mol. La fraction molaire de l'impureté H₂S ne doit pas dépasser 0,1 μmol/mol. Le méthane est utilisé comme gaz de point zéro et gaz de balayage.

6.3 Solution absorbante de sulfure d'hydrogène

De l'hydroxyde de sodium pur de qualité technique est utilisé pour préparer la solution à 10 % (fraction massique) qui sera utilisée comme absorbant de soufre contenu dans l'échantillon de gaz naturel contenant du soufre. D'autres absorbants de sulfure d'hydrogène peuvent également être utilisés pour préparer cette solution.

7 Mesurage

7.1 Préparation

Le gaz d'étalonnage ou l'échantillon de gaz naturel contenant du soufre est connecté à l'analyseur suivant la [Figure 2](#).

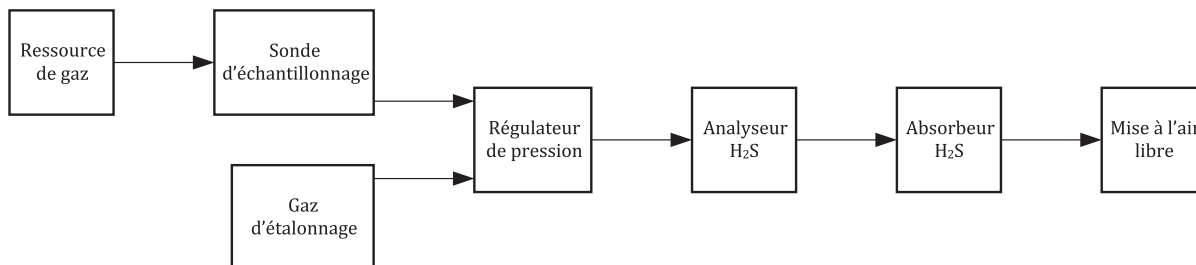


Figure 2 — Procédure analytique de mesure/d'étalonnage

7.2 Étalonnage de l'analyseur

7.2.1 Fréquence d'étalonnage

Il convient que l'analyseur de sulfure d'hydrogène par laser soit étalonné correctement. Il convient que l'analyseur de sulfure d'hydrogène soit réétalonné selon les besoins de l'utilisateur (au moins une fois par an).

7.2.2 Mode opératoire d'étalonnage

Avant que l'analyseur de sulfure d'hydrogène par laser ne soit employé pour effectuer l'analyse, le gaz d'étalonnage spécifié en [5.1](#) est utilisé pour l'étalonnage.

Connecter le gaz d'étalonnage à l'analyseur suivant la [Figure 2](#). Ajuster la pression d'entrée de 0,2 MPa à 0,4 MPa à l'aide du régulateur de pression de gaz. Maintenir un débit constant et stable. Il convient que le changement de débit soit inférieur à 10 %. Balayer l'analyseur avec un écoulement gazeux pendant au moins 2 min.

Après que le gaz d'étalonnage contenant du soufre a été utilisé, il convient qu'il passe par la solution d'absorption avant d'être mis à l'évent.

7.2.3 Méthode d'étalonnage

En utilisant l'ISO 11095, il convient que l'utilisateur choisisse une méthode d'étalonnage différente suivant l'exigence d'exactitude analytique. Les méthodes proposées et leurs exigences sont répertoriées ci-dessous:

- étalonnage d'encadrement: il convient que la différence entre le gaz d'étalonnage et le résultat analytique soit inférieure à environ 20 %;
- simulation de formule de réponse: il convient qu'au moins trois gaz d'étalonnage différents soient utilisés pour couvrir la plage analytique;
- étalonnage à un point: il convient que la différence entre le gaz d'étalonnage et le résultat analytique soit inférieure à environ 20 %.

Si la méthode est utilisée pour suivre une source fixe de gaz naturel avec une concentration H₂S constante, il convient qu'un étalonnage à un point ou un étalonnage par encadrement soit appliqué. Si la méthode est utilisée pour analyser une source de gaz naturel non constante avec une concentration variable en H₂S, il convient d'appliquer la méthode par simulation de formule de réponse soit appliquée.

7.3 Échantillonnage

L'échantillonnage doit être réalisé conformément à l'ISO 10715.

Tous les matériaux utilisés pour le matériel de prélèvement et les lignes de transfert doivent être inertes aux composés soufrés. Pour l'échantillonnage direct, il convient d'inclure le conditionnement des échantillons afin de garantir que le gaz injecté dans l'unité d'analyse ne contient pas d'eau liquide, de poussière ou d'hydrocarbures liquides.

AVERTISSEMENT — Le H₂S est toxique, il convient que l'utilisateur établisse des pratiques de sécurité et de santé appropriées.

7.4 Mesurage de sulfure d'hydrogène dans un échantillon de gaz naturel

Il convient que différents instruments soient sélectionnés suivant la teneur en sulfure d'hydrogène et l'exigence d'exactitude.

Il convient que l'analyseur soit en mode mesurage pendant le mesurage. Connecter l'échantillon de gaz à l'analyseur suivant la [Figure 2](#). Ajuster la pression d'entrée de 0,2 MPa à 0,4 MPa à l'aide du régulateur de gaz. Maintenir un débit constant et stable. Il convient que le changement de débit soit inférieur à 10 %. Balayer l'analyseur avec un écoulement gazeux pendant au moins 2 min.

Après l'essai de l'échantillon de gaz contenant du soufre, il convient de le faire passer par la solution d'absorption avant d'être mis à l'évent.

7.5 Traitement des données

Lorsque l'analyseur est en mode mesurage, si le résultat affiché est le teneur de l'analyse, il convient que le résultat d'essai soit relevé directement. Si le résultat affiché de l'analyseur est l'absorbance, la teneur en sulfure d'hydrogène doit être calculée suivant la [Formule \(1\)](#). Il convient que le résultat analytique ait trois chiffres significatifs.

8 Répétabilité

Dans la plage analytique donnée par le présent document, dans des conditions de répétabilité, il convient que l'écart entre deux résultats d'essai espacés de 30 s ne dépasse pas les valeurs indiquées dans le [Tableau 1](#) avec un niveau de confiance de 95 %. L'[Annexe A](#) donne un exemple de la procédure statistique de l'estimation de la répétabilité

Tableau 1 — Répétabilité de différentes plages de concentration

Plage de teneurs	Limites de répétabilité
10 µmol/mol – 50 µmol/mol	5 µmol/mol
50 µmol/mol – 1 mmol/mol	10 µmol/mol
1 mmol/mol – 4 mmol/mol	100 µmol/mol
4 mmol/mol – 20 mmol/mol	600 µmol/mol
20 mmol/mol – 200 mmol/mol	2,5 mmol/mol

9 Évaluation de l'incertitude

9.1 Principe

La concentration en H₂S est calculée à l'aide de la [Formule \(1\)](#). L'incertitude du résultat final est basée sur la [Formule \(1\)](#) avec un développement mathématique.