
**Analyse du gaz naturel — Biométhane
— Détermination de la teneur en
amines**

*Analysis of natural gas — Biomethane — Determination of amines
content*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO/TS 2610:2022](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5db78724-f1dc-44c2-9f06-0aef80a0e2c6/iso-ts-2610-2022)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5db78724-f1dc-44c2-9f06-0aef80a0e2c6/iso-ts-2610-2022>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO/TS 2610:2022

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5db78724-f1dc-44c2-9f06-0aef80a0e2c6/iso-ts-2610-2022>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2022

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
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 Conditions de référence	2
5 Principe	2
6 Réactifs et matériel	2
7 Échantillonnage	3
8 Préparation des tubes d'étalonnage	4
9 Analyse	4
9.1 Désorption thermique	4
9.2 Programme de température de la séparation par CG	5
9.3 Analyse des échantillons	5
9.4 Méthode de quantification	5
10 Caractéristiques de performance	6
11 Calculs	6
12 Rapport d'essai	7
Annexe A (informative) Caractéristiques des amines à quantifier	8
Bibliographie	9

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5db78724-f1dc-44c2-9f06-0aef80a0e2c6/iso-ts-2610-2022>

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 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. 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 le lien suivant: www.iso.org/iso/avant-propos.html.

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 193, *Gaz naturel*, sous-comité SC 1, *Analyse du gaz naturel*.

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/members.html.

Introduction

Le présent document a été élaboré en réponse aux spécifications relatives au biométhane telles que celles figurant dans l'EN 16723 (toutes les parties)^[2]. Dans d'autres régions, d'autres spécifications peuvent s'appliquer au biométhane.

Le processus de traitement du biogaz en biométhane utilise des alcanolamines pour éliminer les constituants soufrés et le dioxyde de carbone. C'est pourquoi des niveaux traces de ces constituants peuvent être présents dans le biométhane. La présente méthode est adaptée à la détection de ces constituants ainsi qu'à la détermination de leur concentration. Le biométhane doit répondre à des spécifications pour pouvoir être injecté dans les réseaux de gaz naturel et être utilisé comme carburant automobile. Pour les amines, la valeur limite maximale dans le biométhane est fixée à 10 mg/m³ dans l'EN 16723 (toutes les parties)^[2]. D'autres spécifications peuvent indiquer d'autres seuils.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO/TS 2610:2022](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5db78724-f1dc-44c2-9f06-0aef80a0e2c6/iso-ts-2610-2022)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5db78724-f1dc-44c2-9f06-0aef80a0e2c6/iso-ts-2610-2022>

Analyse du gaz naturel — Biométhane — Détermination de la teneur en amines

1 Domaine d'application

Le présent document traite de la détermination de la concentration en alcanolamines dans le biométhane. La méthode de mesure utilise la chromatographie en phase gazeuse à désorption thermique avec détecteurs à ionisation de flamme et/ou spectrométrie de masse (TD-CG-FID/SM). La méthode décrite est spécifiquement développée pour l'analyse de 5 composés aminés, à savoir:

- la monoéthanolamine (MEA);
- la diglycolamine (DGA);
- la diéthanolamine (DEA);
- la *N*-méthyldiéthanolamine (MDEA);
- la pipérazine (PZ).

Des informations sur les composés figurent à l'[Annexe A](#).

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 de la publication à laquelle il est fait référence s'applique (y compris tous les amendements).

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

ISO 14532, *Gaz naturel — Vocabulaire*

ISO 16000-6, *Air intérieur — Partie 6: Dosage des composés organiques (COTV, COV, COSV) dans l'air intérieur et l'air de chambre d'essai par prélèvement actif sur tubes à sorbant, désorption thermique et chromatographie en phase gazeuse avec détection MS ou MS-FID*

ISO 19229, *Analyse des gaz — Analyse de pureté et traitement des données de pureté*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions de l'ISO 14532 ainsi que les suivants s'appliquent.

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 <https://www.electropedia.org/>

3.1 amine
composé chimique de formule générale R_3N , constitué d'atomes d'azote liés à des atomes d'hydrogène et/ou de carbone

[SOURCE: ISO/TR 27912:2016, 3.5]

3.2 chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse CG-SM
méthode qui combine les caractéristiques de la chromatographie gaz-liquide et de la spectrométrie de masse pour l'analyse qualitative et quantitative des composés volatils dans un échantillon pour essai

[SOURCE: ISO/TS 16550:2014, 2.3]

4 Conditions de référence

Sauf indication contraire, tous les volumes et les concentrations figurant dans le présent document sont pour le gaz sec réel à des conditions de référence standard ISO de 15 °C et de 101,325 kPa (voir l'ISO 13443).

D'autres conditions de référence peuvent être choisies si le contexte dans lequel les mesurages sont effectués, ou les résultats à utiliser, l'imposent.

5 Principe

Un volume connu de biométhane est activement prélevé sur un tube à sorbant. Les composés aminés sont ensuite piégés sur le sorbant et les tubes sont analysés en laboratoire. L'analyse est réalisée par désorption thermique à haute température. Une fois désorbés, les composés sont envoyés sur un piège froid avant d'être transportés dans la colonne du chromatographe en phase gazeuse, puis détectés par un détecteur à ionisation de flamme et/ou par spectrométrie de masse.

6 Réactifs et matériel

6.1 Étalons.

6.1.1 Étalons d'amines, des constituants aminés purs doivent être utilisés et leur pureté doit être évaluée conformément à l'ISO 19229. Il convient que les amines (à l'exception de la DGA) aient une pureté minimale de 99 %. Pour la DGA, il convient que la pureté soit au moins de 98 %.

6.1.2 Étalon de référence, *N*-octane, d'une pureté minimale de 99 %.

6.2 Solvant de dilution, du méthanol (de qualité chromatographique) doit être utilisé comme solvant de dilution pour la préparation des étalons.

6.3 Tubes à sorbant, contenant un sorbant adapté. Il est également recommandé d'utiliser des tubes en acier inoxydable avec un traitement de revêtement approprié (les amines sont photosensibles).

EXEMPLE Polymère à base de Tenax TA^{®1} (polymère d'oxyde de 2,6-diphénylène).

1) Tenax[®] est une marque déposée de Buchem BV, Apeldoorn, Pays-Bas. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs et ne signifie nullement que l'ISO approuve l'emploi du produit ainsi désigné.

6.4 Chromatographe en phase gazeuse (CG), équipé d'un détecteur à ionisation de flamme (FID) et/ou d'un spectromètre de masse (SM). De plus, le chromatographe en phase gazeuse doit être équipé d'un système de désorption thermique associé à un piège cryogénique.

Si un FID est utilisé, la sélectivité de la méthode vis-à-vis des amines doit être établie (voir l'ISO 6974-1). La composition du biométhane en ce qui concerne les composés traces (par exemple, les terpènes) étant liée à la nature des intrants, la méthode doit être soumise à essai avec un échantillon réel de biométhane et adaptée si nécessaire pour éviter la coélution des composants.

6.5 Colonne capillaire, une colonne capillaire de CG adaptée pour la séparation des éthanolamines doit être sélectionnée.

EXEMPLES

Amines volatiles, 30 m, 0,32 mm DI, 5 µm;

Rtx-5 Amine, 30 m, 0,25 mm DI, 0,50 µm.

6.6 Système de désorption thermique (TD).

L'appareillage se caractérise par les éléments listés ci-après:

- un chargement automatique des tubes d'échantillons.
- une unité de désorption thermique capable de chauffer les tubes: il convient que la température et le temps de désorption soient ajustables, de même que le débit du gaz vecteur.
- un piège cryogénique capable de concentrer les composés désorbés et d'atteindre -30 °C à -100 °C (un système exempt de gaz cryogénique peut être utilisé à -30 °C).
- une connexion directe au chromatographe en phase gazeuse (6.4).

6.7 Seringues de précision, conçues pour le dopage des tubes, devant permettre une lecture à au moins 0,1 µl près. La capacité doit être adaptée au volume à déposer sur le sorbant.

6.8 Conditionnement des tubes à sorbant.

Les tubes à sorbant du commerce (6.3) peuvent contenir de nombreuses impuretés qui doivent être éliminées avant tout échantillonnage. Les tubes doivent donc être conditionnés à haute température sous un flux de gaz inerte avant utilisation. Le conditionnement doit être réalisé à 300 °C pendant au moins 120 min sous un flux de gaz inerte d'environ 50 ml min⁻¹ afin d'éliminer toute impureté susceptible d'être présente sur le sorbant. D'autres conditions peuvent s'appliquer, consulter la documentation des tubes à sorbant ou la littérature.

7 Échantillonnage

Les recommandations de l'ISO 10715 doivent être suivies pour l'échantillonnage du biométhane. L'échantillonnage à l'aide de tubes de désorption thermique doit être tel que décrit dans l'ISO 16000-6. Ces recommandations doivent être suivies en l'absence de méthode d'échantillonnage spécifique pour le biométhane. Les mesurages du débit doivent être réalisés à l'aide de dispositifs qui ont été étalonnés avec du méthane ou du biométhane. De plus, la méthode d'échantillonnage proposée dans le présent document est adaptée au biométhane sec.

Les tubes à sorbant doivent être conditionnés avant l'échantillonnage (6.8). Le volume de perçage des amines sur les tubes à sorbant doit être étudié pour obtenir la capacité totale des tubes à sorbant et s'adapter au volume d'échantillonnage approprié. Un volume suffisant de gaz doit être prélevé et piégé sur les tubes à sorbant pour s'assurer que les résultats d'analyse permettent d'évaluer que la concentration totale en amines est conforme à la spécification applicable. Un nombre suffisant (au moins trois) de tubes doit être échantillonné pour permettre d'analyser les répliqués.

Une attention particulière doit être portée à la présence potentielle d'amines sous forme d'aérosols. La technique d'échantillonnage doit être adaptée en conséquence.

8 Préparation des tubes d'étalonnage

8.1 Avant toute analyse des échantillons, un étalonnage de l'instrument pour les cinq amines doit être réalisé. Préparer des étalons sous forme de tubes à sorbant dopés avec des masses connues des amines concernées. Les tubes à sorbant doivent être conditionnés en amont (voir l'[Article 7](#)). Après la préparation des solutions d'étalonnage liquides contenant les cinq amines à différentes concentrations (une solution par point d'étalonnage), il convient de déposer un volume approprié (généralement inférieur à 100 µl) de solution directement sur le tube à sorbant déjà conditionné (dans le cadre du conditionnement préliminaire).

8.2 Le mode opératoire ci-après décrit la préparation des étalons pour les amines:

- a) Préparer un mélange liquide concentré contenant les quantités souhaitées de MEA, DEA, DGA, MDEA, PZ ([6.1.1](#)) et de *N*-octane ([6.1.2](#)) avec une concentration en masse/volume.
- b) Diluer ce mélange avec du méthanol de grande pureté ([6.2](#)) pour obtenir les faibles concentrations en amines souhaitées comme mélange final.
- c) Doper le mélange final sur des tubes à sorbant conditionnés ([6.3](#)) de volume connu et de masse calculée.
- d) Rincer les tubes à sorbant dopés avec de l'azote pendant au moins 20 min pour éliminer la plupart du méthanol. Les étalons de mesure pour les constituants aminés sont ensuite prêts à l'emploi.
- e) Préparer des étalons avec au moins cinq niveaux de dopage, par exemple chaque niveau contient 100 ng, 500 ng, 1 000 ng, 2 000 ng et 4 000 ng de chaque constituant aminé.

9 Analyse

9.1 Désorption thermique

Avant d'être analysés, les tubes échantillonnés sont soumis à une désorption thermique. Un exemple de conditions typiques pour la désorption des amines dopées sur des tubes à sorbant est résumé dans le [Tableau 1](#).