



**Norme  
internationale**

**ISO 2611-1**

**Analyse du gaz naturel — Teneur en  
halogènes du biométhane —**

**Partie 1:  
Détermination de la teneur en HCl  
et HF par chromatographie ionique**

*Analysis of natural gas — Halogen content of biomethane —  
Part 1: HCl and HF content by ion chromatography*

**Première édition  
2024-04**

[ISO 2611-1](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/d37ac78e-12c3-476a-aac0-8abf3a87b6ea/iso-2611-1)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/d37ac78e-12c3-476a-aac0-8abf3a87b6ea/iso-2611-1>

iTeh Standards  
(<https://standards.iteh.ai>)  
Document Preview

[ISO 2611-1](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/d37ac78e-12c3-476a-aac0-8abf3a87b6ea/iso-2611-1>



**DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT**

© ISO 2024

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

Publié en Suisse

## Sommaire

Page

Avant-propos .....	v
Introduction .....	vi
<b>1</b> <b>Domaine d'application</b> .....	<b>1</b>
<b>2</b> <b>Références normatives</b> .....	<b>1</b>
<b>3</b> <b>Termes et définitions</b> .....	<b>2</b>
<b>4</b> <b>Symboles et abréviations</b> .....	<b>2</b>
4.1    Symboles .....	2
4.2    Abréviations .....	2
<b>5</b> <b>Principe</b> .....	<b>3</b>
<b>6</b> <b>Réactifs et consommables</b> .....	<b>3</b>
6.1    Généralités .....	3
6.2    Eau .....	3
6.3    Solutions aqueuses .....	3
6.4    Solutions étalons mères d'anions chlorure et fluorure .....	3
6.5    Solutions étalons d'anions chlorure et fluorure .....	3
6.6    Solutions d'étalonnage d'anions chlorure et fluorure .....	4
6.7    Blanc .....	4
6.8    Éluants .....	4
6.9    Filtres à quartz .....	4
6.10   Filtres à seringue .....	4
6.11   Tubes adsorbants .....	4
<b>7</b> <b>Appareillage</b> .....	<b>4</b>
7.1    Généralités .....	4
7.2    Système de chromatographie ionique .....	4
7.3    Exigences de qualité pour la colonne de séparation .....	5
<b>8</b> <b>Échantillonnage et prétraitement de l'échantillon</b> .....	<b>5</b>
8.1    Généralités .....	5
8.2    Matériel d'échantillonnage .....	5
8.2.1    Filtre .....	5
8.2.2    Cartouches .....	6
8.2.3    Pompe .....	6
8.3    Échantillonnage .....	6
8.3.1    Méthode par filtres .....	6
8.3.2    Méthode par cartouches .....	6
8.3.3    Mesure du volume de gaz .....	6
8.4    Prétraitement des échantillons .....	6
8.4.1    Méthode par filtres .....	6
8.4.2    Méthode par cartouches .....	7
<b>9</b> <b>Mode opératoire</b> .....	<b>7</b>
9.1    Généralités .....	7
9.2    Étalonnage .....	7
9.3    Mesurage .....	7
<b>10</b> <b>Calcul</b> .....	<b>8</b>
<b>11</b> <b>Expression des résultats</b> .....	<b>9</b>
<b>12</b> <b>Caractéristiques de performance</b> .....	<b>9</b>
12.1   Contrôle de l'étalonnage .....	9
12.2   Données de performance .....	9
<b>13</b> <b>Rapport d'essai</b> .....	<b>9</b>
<b>Annexe A (informative) Caractéristiques de la méthode</b> .....	<b>10</b>

<b>Annexe B (informative) Génération dynamique de HCl et HF</b> .....	<b>12</b>
<b>Bibliographie</b> .....	<b>13</b>

**iTeh Standards**  
**(<https://standards.itih.ai>)**  
**Document Preview**

[ISO 2611-1](https://standards.itih.ai/catalog/standards/iso/d37ac78e-12c3-476a-aac0-8abf3a87b6ea/iso-2611-1)

<https://standards.itih.ai/catalog/standards/iso/d37ac78e-12c3-476a-aac0-8abf3a87b6ea/iso-2611-1>

## 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](http://www.iso.org/directives)).

L'ISO attire l'attention sur le fait que la mise en application du présent document peut entraîner l'utilisation d'un ou de plusieurs brevets. L'ISO ne prend pas position quant à la preuve, à la validité et à l'applicabilité de tout droit de brevet revendiqué à cet égard. À la date de publication du présent document, l'ISO n'avait pas reçu notification qu'un ou plusieurs brevets pouvaient être nécessaires à sa mise en application. Toutefois, il y a lieu d'avertir les responsables de la mise en application du présent document que des informations plus récentes sont susceptibles de figurer dans la base de données de brevets, disponible à l'adresse [www.iso.org/brevets](http://www.iso.org/brevets). L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié tout ou partie de tels droits de propriété.

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](http://www.iso.org/avant-propos).

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 193, *Gaz naturel*, sous-comité SC 1, *Analyse du gaz naturel*, en collaboration avec le Comité Européen de Normalisation (CEN) Comité Technique CEN/TC 408, *Biométhane pour utilisation dans les transports et injection dans le réseau de gaz naturel*, conformément à l'accord de coopération technique entre l'ISO et le CEN (Accord de Vienne).

Une liste de toutes les parties de la série ISO 2611 se trouve sur le site web de l'ISO.

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](http://www.iso.org/fr/members.html).

## Introduction

La méthode décrite pour mesurer le chlorure d'hydrogène (HCl) et le fluorure d'hydrogène (HF) dans le biométhane repose sur l'absorption de ces composants sur un filtre en fibre de quartz imprégné d'alcali. Les anions chlorure et fluorure sont ensuite analysés par chromatographie ionique (IC) avec détection conductimétrique. Les concentrations sont exprimées en équivalent d'acide chlorhydrique et d'acide fluorhydrique aux conditions de référence appropriées.

iTeh Standards  
(<https://standards.iteh.ai>)  
Document Preview

[ISO 2611-1](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/d37ac78e-12c3-476a-aac0-8abf3a87b6ea/iso-2611-1)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/d37ac78e-12c3-476a-aac0-8abf3a87b6ea/iso-2611-1>

# Analyse du gaz naturel — Teneur en halogènes du biométhane —

## Partie 1: Détermination de la teneur en HCl et HF par chromatographie ionique

### 1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode pour la détermination de la concentration d'acide chlorhydrique (HCl) et d'acide fluorhydrique (HF) dans le biométhane, après absorption sur un filtre en fibre de quartz imprégné d'alcali ou dans un piège adsorbant, par chromatographie ionique (CI) avec détection conductimétrique.

Cette méthode est applicable au biométhane pour des niveaux de concentration allant de 0,07 mg/m<sup>3</sup> à 35 mg/m<sup>3</sup> pour HCl et de 0,07 mg/m<sup>3</sup> à 20 mg/m<sup>3</sup> pour HF.

Sauf indication contraire, toutes les concentrations figurant dans le présent document sont données dans des conditions de référence normalisées (voir l'ISO 13443). D'autres conditions peuvent être appliquées.

Cette méthode s'applique également au biogaz. Elle est destinée à aider à l'évaluation de la conformité du biométhane et du biogaz conformément aux spécifications, par exemple celles de la série des EN 16723.

### 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 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*

ISO 6974-3, *Gaz naturel — Détermination de la composition et de l'incertitude associée par chromatographie en phase gazeuse — Partie 3: Fidélité et biais*

ISO 6976, *Gaz naturel — Calcul des pouvoirs calorifiques, de la masse volumique, de la densité relative et des indices de Wobbe à partir de la composition*

ISO 14532, *Gaz naturel — Vocabulaire*

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

ISO 10304-1, *Qualité de l'eau — Dosage des anions dissous par chromatographie des ions en phase liquide — Partie 1: Dosage du bromure, chlorure, fluorure, nitrate, nitrite, phosphate et sulfate*

### 3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions donnés dans 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

##### analyte

élément, ion ou substance à déterminer par une méthode analytique

[SOURCE: EN 16687:2015, 4.1.11]

### 4 Symboles et abréviations

#### 4.1 Symboles

Symbole	Description	Unité
$\rho_{(x)}$	Concentration de chlorure d'hydrogène ou de fluorure d'hydrogène gazeux dans le biométhane	$\mu\text{g}/\text{m}^3$
$\rho_{(x-)}$	Concentration en ions chlorures ou fluorures	$\mu\text{g}/\text{l}$
$M_{(x-)}$	Masse molaire des ions chlorures ou fluorures	$\text{g}/\text{mol}$
$M_{(x)}$	Masse molaire du chlorure d'hydrogène ou du fluorure d'hydrogène	$\text{g}/\text{mol}$
$m_{(x)}$	Masse des chlorures ou des fluorures gazeux recueillis	$\mu\text{g}$
$V_S$	Volume de la solution d'extrait	$\text{l}$
$V_{\text{gaz}}$	Volume du gaz prélevé	$\text{m}^3$
$q_V$	Débit volumétrique du gaz pendant l'échantillonnage	$\text{ml}/\text{min}$
$p_0$	Pression aux conditions de référence	$\text{kPa}$
$p_{\text{gaz}}$	Pression aux conditions d'échantillonnage	$\text{kPa}$
$t$	Durée de l'échantillonnage	$\text{min}$
$T_0$	Température aux conditions de référence	$\text{K}$
$T_{\text{gaz}}$	Température aux conditions d'échantillonnage	$\text{K}$
$Z$	Facteur de compressibilité	$1$

#### 4.2 Abréviations

DC	détecteur coulométrique
HCl	acide hydrochlorique
HF	acide hydrofluorique
HPLC	chromatographie en phase liquide à haute performance
CI	chromatographie ionique
SI	système international d'unités



## 5 Principe

L'acide chlorhydrique (HCl) et l'acide fluorhydrique (HF) contenus dans le biométhane sont piégés sur un filtre en fibre de quartz imprégné d'alcali. Les halogénures inorganiques adsorbés sont élués par extraction aqueuse avec une étape de sonification.

NOTE Lorsque le terme «biométhane» est utilisé, il est sous-entendu qu'il couvre également le biogaz.

L'analyse instrumentale des chlorures et des fluorures dans les extraits est réalisée par chromatographie ionique avec un détecteur conductimétrique (DC).

Lors de l'utilisation de DC, il est essentiel que les éluants présentent une conductivité suffisamment faible. C'est pourquoi les DC sont habituellement associés à un dispositif suppresseur (échangeur de cations), qui réduit la conductivité de l'éluant et transforme les espèces de l'échantillon en leurs acides respectifs.

## 6 Réactifs et consommables

### 6.1 Généralités

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue. Peser les réactifs selon une incertitude relative élargie de  $\pm 1\%$  ( $k = 2$ ) de la masse nominale, sauf indication contraire.

### 6.2 Eau

L'eau utilisée dans cette méthode doit être de qualité 1 conformément à l'ISO 3696.

### 6.3 Solutions aqueuses

Solution de carbonate de sodium,  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  avec une concentration massique de 50 g l<sup>-1</sup>.

Solution de bicarbonate de sodium,  $\text{NaHCO}_3$  avec une concentration en quantité de matière de 0,002 4 mol l<sup>-1</sup>.

### 6.4 Solutions étalons mères d'anions chlorure et fluorure

Les solutions doivent avoir une concentration massique de  $\rho_x = 1\,000\text{ mg l}^{-1} \pm 10\text{ mg l}^{-1}$  ( $k = 2$ ) chacune.

Des solutions mères constituées d'une seule espèce d'anion et d'un mélange d'anions ayant les spécifications adaptées et exigées sont disponibles dans le commerce. Ces solutions sont stables durant plusieurs mois. Les solutions utilisées doivent respecter des concentrations certifiées avec une traçabilité métrologique acceptable et une incertitude déclarée.

### 6.5 Solutions étalons d'anions chlorure et fluorure

En fonction des concentrations attendues, préparer des solutions étalons simples ou mixtes des anions chlorure et fluorure à partir de la solution étalon mère (6.4). Conserver les solutions étalons dans des flacons de polyéthylène.

Les équipements utilisés (par exemple les balances et les récipients jaugés en verre) doivent être étalonnés, ou leurs performances vérifiées. Le calcul de la ou des concentrations de la ou des solutions étalons doit comprendre l'évaluation de l'incertitude de mesure associée à la concentration.

NOTE Des recommandations relatives à l'évaluation de l'incertitude de mesure sont données dans la référence [3].

Par exemple, une solution étalon mixte d'anions chlorure et fluorure,  $\rho_x = 10\text{ mg l}^{-1}$  chacune, est obtenue en pipettant, à l'aide d'une pipette jaugée, 1,0 ml de chacune des solutions étalons mères (6.4) dans une fiole jaugée de 100 ml et en complétant la fiole au volume avec de l'eau (6.2).

Ces solutions doivent être conservées à l'abri de la lumière, entre 2 °C et 8 °C dans des flacons de polyéthylène, et doivent être utilisées jusqu'à une semaine après leur préparation.

## 6.6 Solutions d'étalonnage d'anions chlorure et fluorure

En fonction des concentrations attendues dans l'échantillon, utiliser la solution étalon (6.5) pour préparer, par exemple, 5 à 10 solutions d'étalonnage réparties aussi uniformément que possible dans la plage de travail. La plage de travail doit être suffisamment large pour permettre l'interpolation des concentrations des extraits envisagés préparés à partir d'échantillons de biométhane (voir Article 9).

**EXEMPLE** Pour la plage allant de 0,05 mg l<sup>-1</sup> à 0,5 mg l<sup>-1</sup>: pipetter les volumes suivants dans une série de fioles jaugées de 20 ml, à l'aide d'une micropipette étalonnée: 100 µl, 200 µl, 300 µl, 400 µl, 500 µl, 600 µl, 700 µl, 800 µl, 900 µl ou 1 000 µl de la solution étalon (6.5) et diluer au volume requis avec de l'eau (6.2).

Les concentrations nominales des anions dans ces solutions d'étalonnage sont les suivantes: 0,05 mg l<sup>-1</sup>, 0,1 mg l<sup>-1</sup>, 0,15 mg l<sup>-1</sup>, 0,2 mg l<sup>-1</sup>, 0,25 mg l<sup>-1</sup>, 0,3 mg l<sup>-1</sup>, 0,35 mg l<sup>-1</sup>, 0,4 mg l<sup>-1</sup>, 0,45 mg l<sup>-1</sup> ou 0,5 mg l<sup>-1</sup>, respectivement.

Préparer les solutions d'étalonnage le jour de leur utilisation.

## 6.7 Blanc

Remplir une fiole jaugée (par exemple, une fiole de 100 ml) avec de l'eau (6.2).

## 6.8 Éluants

Dégazer la totalité de l'eau utilisée pour la préparation de l'éluant. Afin de réduire au minimum le développement de bactéries ou d'algues, préparer des éluants frais si les éluants actuels datent de plus de trois jours.

Le choix de l'éluant (par exemple, hydroxyde de potassium, KOH) dépend de la colonne choisie. Consulter la documentation de la colonne ou demander conseil au fournisseur de la colonne. La combinaison choisie de la colonne de séparation et de l'éluant doit satisfaire aux exigences de résolution énoncées en 7.3.

## 6.9 Filtres à quartz

Filtres en fibre de quartz adaptés à l'échantillonnage gazeux des gaz acides d'un diamètre approprié dans une cassette de prélèvement, de porosité 2,5 µm. [ISO 2611-1](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/d37ac78e-12c3-476a-aac0-8abf3a87b6ea/iso-2611-1)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/d37ac78e-12c3-476a-aac0-8abf3a87b6ea/iso-2611-1>

## 6.10 Filtres à seringue

Filtre à seringue en nylon d'un diamètre de 0,45 µm.

## 6.11 Tubes adsorbants

Cartouches de gel de silice activé, spécialement nettoyées, adaptées au prélèvement actif de l'air (gaz). Taille des particules: 20 mailles – 40 mailles.

## 7 Appareillage

### 7.1 Généralités

Appareillage de laboratoire courant et, en particulier, ce qui suit:

### 7.2 Système de chromatographie ionique

En général, il est constitué des composants suivants (voir Figure 1):

- réservoir d'éluant et une unité de dégazage
- pompe pour HPLC sans partie métallique