

---

---

**Analyse du gaz naturel — Biométhane  
— Détermination de la teneur  
en ammoniac par spectroscopie  
d'absorption laser à diode accordable**

*Analysis of natural gas — Biomethane — Determination of ammonia  
content by tuneable diode laser absorption spectroscopy*

iTeh Standards

(<https://standards.iteh.ai>)

Document Preview

[ISO 2612:2023](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ed9590d4-f425-4872-bb4b-a225eac73165/iso-2612-2023)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ed9590d4-f425-4872-bb4b-a225eac73165/iso-2612-2023>



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

[ISO 2612:2023](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ed9590d4-f425-4872-bb4b-a225eac73165/iso-2612-2023)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ed9590d4-f425-4872-bb4b-a225eac73165/iso-2612-2023>



**DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT**

© ISO 2023

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>Mesures de sécurité</b> .....	<b>3</b>
<b>5</b> <b>Principe</b> .....	<b>3</b>
<b>6</b> <b>Appareillage</b> .....	<b>4</b>
6.1    Analyseur de NH <sub>3</sub> .....	4
6.2    Système de distribution de gaz .....	4
6.3    Capteur de température .....	4
6.4    Capteur de pression .....	4
6.5    Matériel d'étalonnage .....	4
6.5.1    Généralités .....	4
6.5.2    Détendeurs pour les bouteilles de NH <sub>3</sub> .....	4
6.5.3    Régulateur de débit .....	4
6.5.4    Débitmètre .....	5
6.5.5    Dispositif de dilution .....	5
6.5.6    Collecteur de sortie .....	5
<b>7</b> <b>Réactifs et composés</b> .....	<b>5</b>
7.1    Méthane .....	5
7.2    Gaz pour étalonnage .....	5
7.3    Gaz inerte .....	6
<b>8</b> <b>Échantillonnage</b> .....	<b>6</b>
8.1    Généralités .....	6
8.2    Matériaux de construction .....	6
8.3    Propreté .....	6
8.4    Installation de la bouteille de gaz pour étalonnage .....	6
8.5    Régulation de la pression .....	6
8.6    Purge du détendeur et des lignes de transfert .....	7
8.7    Régulation du débit .....	7
8.8    Contrôle de l'étanchéité .....	7
<b>9</b> <b>Étalonnage</b> .....	<b>7</b>
9.1    Modes opératoires d'étalonnage .....	7
9.2    Fréquence de l'étalonnage .....	8
9.2.1    Étalonnage multipoint .....	8
9.2.2    Étalonnage du zéro et du point d'échelle .....	8
<b>10</b> <b>Interférences</b> .....	<b>8</b>
10.1    Absorbants interférents .....	8
10.2    Gaz matrice .....	8
10.3    Effets spectroscopiques de niveau secondaire: Température du gaz, pression du gaz, homogénéité spatiale .....	8
10.4    Humidité et dioxyde de carbone .....	9
<b>11</b> <b>Mode opératoire de mesure</b> .....	<b>9</b>
<b>12</b> <b>Expression des résultats</b> .....	<b>9</b>
12.1    Quantités et unités .....	9
12.2    Incertitude .....	9
<b>13</b> <b>Rapport d'essai</b> .....	<b>10</b>

Annexe A (informative) Caractéristiques des performances des analyseurs par spectroscopie pour l'analyse du NH <sub>3</sub> dans le biométhane.....	11
Bibliographie.....	12

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

[ISO 2612:2023](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ed9590d4-f425-4872-bb4b-a225eac73165/iso-2612-2023)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ed9590d4-f425-4872-bb4b-a225eac73165/iso-2612-2023>

## 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 technique CEN/TC 408, *Biométhane pour utilisation dans les transports et injection dans le réseau de gaz naturel*, du Comité européen de normalisation (CEN) conformément à l'Accord de coopération technique entre l'ISO et le CEN (Accord de Vienne).

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

L'ammoniac est une impureté couramment présente à l'état de traces dans le biométhane. Il s'agit d'un produit issu de la digestion anaérobie de la biomasse, formé par la décomposition des acides aminés lors de la production de biogaz. En tant qu'impureté dans le biogaz et le biométhane, l'ammoniac est corrosif lorsqu'il se dissout en présence d'eau, ce qui endommage les matériels de production, et entraîne une augmentation du caractère antidétonants dans les moteurs à combustion lorsqu'il est utilisé comme carburant pour les véhicules. L'ammoniac est nocif pour l'environnement et, en tant que polluant atmosphérique, il forme des particules qui nuisent à la santé publique. De plus, lors de la combustion du biométhane, l'ammoniac peut entraîner la formation d'oxydes d'azote ( $\text{NO}_x$ ), qui sont des polluants réglementés car ils sont toxiques et affectent la qualité de l'air. Par conséquent, la présence d'ammoniac dans le biogaz et le biométhane est indésirable pour les distributeurs de gaz et leurs clients.

Le mesurage de la teneur en ammoniac dans les mélanges de méthane à l'état de traces (c'est-à-dire en  $\text{mg m}^{-3}$ ) est techniquement difficile en raison de sa tendance à s'adsorber facilement. Les mesures spectrales du  $\text{NH}_3$ , en particulier, peuvent être fortement perturbées par les interférences spectrales des constituants de la matrice gazeuse, ce qui augmente encore la complexité de ces mesurages. Les mesurages dans le biogaz ou le biométhane sont également dangereux en raison de la nature potentiellement explosive du méthane, lorsque celui-ci est mélangé avec un oxydant tel que l'air ambiant.

La présente méthode vient à l'appui de la mise en œuvre de spécifications relatives au biométhane et au biogaz telles que l'EN 16723-1<sup>[8]</sup> et l'EN 16723-2<sup>[9]</sup> lorsqu'ils sont utilisés dans les réseaux de gaz naturel et comme carburant destiné au transport. La mise en œuvre de ces spécifications nécessite des méthodes de mesure adaptées à l'objectif, avec des performances connues et une traçabilité métrologique acceptable afin de soutenir le marché des gaz renouvelables ainsi que l'évaluation de la conformité. À l'heure actuelle, des méthodes sont référencées dans des normes telles que l'EN 16723-1 qui n'ont pas été validées dans le cadre d'une utilisation avec le biométhane et le biogaz. La présente norme décrit des méthodes de mesure qui répondent à ces exigences et peuvent être mises en œuvre par les laboratoires et l'industrie, y compris ceux qui souhaitent obtenir une accréditation sur la base, par exemple, de l'ISO/IEC 17025.

Les méthodes décrites sont fondées sur des analyseurs par spectroscopie disponibles dans le commerce, spécifiques au mesurage de l'ammoniac. Il a été démontré que leurs performances sont d'un niveau acceptable pour la quantification de la teneur en ammoniac du biométhane au niveau de  $10 \text{ mg m}^{-3}$ , comme spécifié dans l'EN 16723-1 par exemple.

# Analyse du gaz naturel — Biométhane — Détermination de la teneur en ammoniac par spectroscopie d'absorption laser à diode accordable

**AVERTISSEMENT** — L'utilisation du présent document peut impliquer la mise en œuvre de composés, d'opérations et de matériels dangereux. Le présent document n'a pas pour objectif de traiter de toutes les questions de sécurité associées aux composés spécifiés. Il incombe à l'utilisateur du présent document d'établir des pratiques appropriées en matière de santé et de sécurité, et de déterminer l'applicabilité de toute autre restriction éventuelle avant utilisation.

## 1 Domaine d'application

Le présent document décrit plusieurs méthodes d'essai permettant de mesurer la fraction molaire d'ammoniac dans le gaz naturel et le biométhane à l'état de traces ( $\mu\text{mol mol}^{-1}$ ). Il décrit la manipulation et l'échantillonnage appropriés de mélanges sous pression d'ammoniac dans le méthane appliqués à plusieurs systèmes de mesure de l'ammoniac différents. Les systèmes de mesure comprennent des analyseurs par spectroscopie commerciaux facilement disponibles qui sont spécifiques à l'ammoniac. Ces analyseurs de  $\text{NH}_3$  sont considérés comme une boîte noire en ce qui concerne leur fonctionnement, qui dépend des instructions du fabricant. Le présent document décrit les stratégies d'étalonnage et de mesurage appropriées pour la quantification de l'ammoniac dans le (bio)méthane aux environs et au-dessus du niveau de  $10 \text{ mg m}^{-3}$  ( $14 \mu\text{mol mol}^{-1}$ ) et s'applique à l'analyse dans des plages de pression absolue de 1 bar à 2 bar, des températures de  $0 \text{ }^\circ\text{C}$  à  $40 \text{ }^\circ\text{C}$  et une humidité relative  $< 90 \%$ .

Des références sont également faites à des normes supplémentaires qui s'appliquent soit à l'analyse du gaz naturel, soit aux mesures de la qualité de l'air. Dans le présent document, le gaz de la matrice est toujours le méthane ou le biométhane et le mesurande est la fraction molaire de  $\text{NH}_3$ .

NOTE 1 bar = 0,1 Mpa =  $10^5$  Pa; 1 Mpa = 1 N/mm<sup>2</sup>. 2023

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ed9590d4-f425-4872-bb4b-a225eac73165/iso-2612-2023>

## 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 6143, *Analyse des gaz — Méthodes comparatives pour la détermination et la vérification de la composition des mélanges de gaz pour étalonnage*

ISO 6145-1, *Analyse des gaz — Préparation des mélanges de gaz pour étalonnage à l'aide de méthodes dynamiques — Partie 1: Aspects généraux*

ISO 7504, *Analyse des gaz — Vocabulaire*

ISO 9169, *Qualité de l'air — Définition et détermination des caractéristiques de performance d'un système automatique de mesure*

ISO 10715, *Gaz naturel — Échantillonnage de gaz*

ISO 10723, *Gaz naturel — Évaluation des performances des systèmes d'analyse*

ISO 14912, *Analyse des gaz — Conversion des données de composition de mélanges gazeux*

ISO 14532, *Gaz naturel — Vocabulaire*

ISO 16664, *Analyse des gaz — Mise en oeuvre des gaz et des mélanges de gaz pour étalonnage — Lignes directrices*

IEC 61207-7, *Expression des performances des analyseurs de gaz — Partie 7: Analyseurs de gaz laser à semiconducteurs accordables*

## 3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions donnés dans l'ISO 6143, l'ISO 7504, l'ISO 9169, l'ISO 10715, l'ISO 10723, l'ISO 14532, l'IEC 61207-7, 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 diode laser

laser semiconducteur constitué d'un dispositif à jonction p-n et alimenté par courant électrique injecté

[SOURCE: IEC 61207-7:2013, 3.2]

### 3.2 spectrométrie ultraviolet-visible UV-visible

spectroscopie où le rayonnement est un rayonnement électromagnétique avec des longueurs d'onde dans les domaines de l'ultraviolet et/ou du visible

[SOURCE: ISO/TS 80004-6:2021, 5.6, modifiée – Le second terme était à l'origine «spectroscopie UV-visible».]

### 3.3 gaz de réglage du gain

gaz ou mélange de gaz utilisé pour régler et vérifier le point d'échelle sur la ligne de réponse du système de mesure

Note 1 à l'article: Cette fraction molaire est souvent choisie autour de 70 % à 90 % de la pleine échelle.

[SOURCE: ISO 12039:2019, 3.15]

### 3.4 point d'échelle

valeur de la grandeur de sortie (signal mesuré) du système automatique de mesurage pour les besoins de l'étalonnage, de l'ajustage, etc., représentant une valeur mesurée correcte générée par le matériau de référence

[SOURCE: ISO 13199:2012, 3.14]

### 3.5 caractéristique de performance

une des grandeurs attribuées à l'équipement analytique afin de définir ses performances

[SOURCE: ISO 13199:2012, 3.9, modifiée – La phrase «à l'équipement» a été remplacée par «à l'équipement analytique» et la Note 1 à l'entrée a été supprimée.]



### 3.6

#### **temps de réponse**

intervalle entre l'instant où un signal d'entrée est soumis à un changement brusque spécifié et le moment où le signal de sortie atteint dans des limites spécifiées sa valeur finale en régime établi et s'y maintient, déterminé comme la somme du temps mort et du temps de montée en mode montée, et la somme du temps mort et du temps de descente en mode descente

[SOURCE: ISO 9169:2006, 2.2.4]

### 3.7

#### **interférence**

effet positif ou négatif sur la réponse du système de mesurage du fait d'un composant de l'échantillon qui n'est pas le mesurande

[SOURCE: ISO 13199:2012, 3.4]

### 3.8

#### **substance interférente**

substance présente dans l'échantillon examiné, différente de l'analyte, qui a un effet sur la réponse

[SOURCE: ISO 9169:2006, 2.1.12, modifiée – «masse d'air» a été remplacé par «échantillon», «mesurande» a été remplacé par «analyte» et le terme «interférent» a été supprimé.]

### 3.9

#### **système de mesure**

ensemble complet des instruments de mesure et du matériel associé utilisé pour déterminer un mesurande spécifié

[SOURCE: ISO 11771:2010, 2.4]

## 4 Mesures de sécurité

La manipulation et l'échantillonnage de bouteilles de méthane à haute pression sont potentiellement dangereux pour le personnel, le laboratoire et les environs immédiats du laboratoire. Se reporter à l'ISO 10715:2022, Article 4. S'assurer que les détendeurs des bouteilles sont en bon état de fonctionnement et qu'ils sont construits avec des matériaux recommandés par le producteur du gaz pour étalonnage.

## 5 Principe

Un échantillon de biométhane ou un mélange d'étalonnage est introduit dans un système de mesure qui comprend un système de distribution/de mise à l'évent de gaz et un analyseur par spectroscopie de  $\text{NH}_3$ .

Le biométhane pouvant présenter une absorption non négligeable, par exemple dans la région infrarouge du spectre, il doit être confirmé qu'un analyseur/une configuration technique particuliers ne présentent pas d'interférences inacceptables.

L'analyseur par spectroscopie est spécifique à la détection du  $\text{NH}_3$  et est caractérisé par des matériaux d'étalonnage certifiés spécifiés pour répondre aux exigences des normes pertinentes, par exemple l'EN 16723-1<sup>[8]</sup>.

Le gaz étalon et le gaz échantillon sont analysés en utilisant le même système de mesure et les mêmes conditions de mesurage.

La fraction molaire de  $\text{NH}_3$  dans l'échantillon est déterminée à partir d'une fonction d'étalonnage, par exemple selon l'ISO 6143.

## 6 Appareillage

### 6.1 Analyseur de NH<sub>3</sub>

L'analyseur doit être un équipement spécifique au NH<sub>3</sub>, basé sur la détection et la quantification du NH<sub>3</sub> par spectrométrie d'absorption. L'analyseur doit être capable de mesurer des traces de NH<sub>3</sub> dans une matrice de méthane. Voir l'[Annexe A](#) pour des exemples de caractéristiques de performance de l'analyseur.

### 6.2 Système de distribution de gaz

Un système de distribution de gaz doit être construit pour acheminer en toute sécurité le gaz des sources d'alimentation à l'analyseur de NH<sub>3</sub>. Le système doit comporter des lignes de mise à l'évent, avant et après l'analyseur, pour permettre l'évacuation en toute sécurité des mélanges de gaz échantillon/d'étalonnage et de purge du système de mesure. Il est recommandé d'inclure un rotamètre à la sortie de l'analyseur comme dispositif de surveillance externe du débit à travers l'analyseur en cas de dysfonctionnement du débitmètre (voir [6.5.4](#)). La conception doit tenir compte des matériaux de construction (voir [8.2](#)).

### 6.3 Capteur de température

Capteur de température qui est capable de mesurer la température du gaz échantillon à ±1 °C. Cet élément est généralement présent dans les analyseurs commerciaux.

### 6.4 Capteur de pression

Capteur de pression qui est capable de mesurer la pression du gaz échantillon à ±1 kPa. Cet élément est généralement présent dans les analyseurs commerciaux.

### 6.5 Matériel d'étalonnage

#### 6.5.1 Généralités

Il existe deux méthodes pour l'étalonnage multipoint des analyseurs de NH<sub>3</sub>:

- l'utilisation de bouteilles étalons certifiées individuelles de NH<sub>3</sub> pour chaque fraction molaire nécessaire;
- l'utilisation d'une bouteille étalon certifiée de NH<sub>3</sub>, dilué le cas échéant avec du méthane, pour obtenir les diverses fractions molaires d'étalonnage nécessaires.

Ces méthodes nécessitent l'équipement suivant.

#### 6.5.2 Détendeurs pour les bouteilles de NH<sub>3</sub>

Un détendeur à deux niveaux avec des manomètres d'entrée et de sortie sera nécessaire pour la bouteille étalon de NH<sub>3</sub>. Prévoir des détendeurs pour chaque bouteille si des bouteilles individuelles doivent être utilisées pour des points d'étalonnage individuels. S'assurer que les bouteilles possèdent un diaphragme non réactif et une pression de sortie appropriée. Consulter le fournisseur auprès duquel les bouteilles de gaz vont être obtenues afin de connaître la taille correcte du raccord de bouteille requis pour le détendeur.

#### 6.5.3 Régulateur de débit

Le régulateur de débit peut être constitué de tout dispositif (vanne) capable d'ajuster et de réguler le débit du mélange de gaz pour étalonnage: si la méthode par dilution est utilisée pour l'étalonnage, un deuxième dispositif est nécessaire pour le méthane. Si la méthode par dilution est utilisée, un deuxième