
**Analyse du gaz naturel — Biométhane
— Détermination de la teneur en
terpènes par micro-chromatographie
en phase gazeuse**

*Analysis of natural gas — Biomethane — Determination of terpenes'
content by micro gas chromatography*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 2614:2023

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/db49c141-09cf-4733-96b3-e98cca5dc5a1/iso-2614-2023>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 2614:2023

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/db49c141-09cf-4733-96b3-e98cca5dc5a1/iso-2614-2023>



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
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 Principes de l'analyse	2
4.1 Considérations générales	2
4.2 Manipulation et injection des échantillons	2
4.2.1 Propreté	2
4.2.2 Échantillonnage du biométhane dans des récipients	2
4.2.3 Injection de l'échantillon	2
5 Matériels	3
5.1 Étalons de terpènes	3
5.2 Micro-chromatographe en phase gazeuse (μ GC-TCD)	3
6 Analyse	3
6.1 Conditions d'analyse	3
6.2 Prélèvement des échantillons	3
6.3 Méthode de quantification	4
7 Caractérisation des performances	4
8 Rapport d'essai	4
Annexe A (informative) Caractéristiques des terpènes et conditions analytiques	6
Bibliographie	8

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/db49c141-09cf-4733-96b3-e98cca5dc5a1/iso-2614-2023>

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).

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. 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.

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.

Introduction

Les terpènes peuvent être naturellement présents dans le biogaz et y rester sous forme de traces après traitement dans le biométhane produit. Les terpènes sont des composés odoriférants potentiellement susceptibles de masquer l'odeur de l'odorisant ajouté au biométhane avant son injection dans le réseau de gaz naturel. Pour des raisons de sécurité, il est nécessaire de surveiller ces impuretés.

Le présent document décrit une méthode permettant de réaliser l'analyse de cinq terpènes dans le biométhane. La méthode comprend des techniques de mesure en ligne et hors ligne basées sur la chromatographie et peut présenter un intérêt pour les spécifications des combustibles concernant le biométhane.

Le présent document contribue à la normalisation de la détermination des terpènes dans le biométhane. Il porte sur les bonnes pratiques pour l'injection du biométhane du réseau de gaz naturel.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 2614:2023

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/db49c141-09cf-4733-96b3-e98cca5dc5a1/iso-2614-2023>

Analyse du gaz naturel — Biométhane — Détermination de la teneur en terpènes par micro-chromatographie en phase gazeuse

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode de détermination en ligne ou hors ligne de la teneur de cinq terpènes dans le biométhane par micro-chromatographie en phase gazeuse, à savoir:

- l'alpha-pinène;
- le bêta-pinène;
- le para-cymène;
- le limonène;
- le 3-carène.

La méthode est spécifiquement développée pour ces cinq composés. Des informations sur les composés figurent à l'[Annexe A](#).

La méthode est applicable pour la détermination de fractions molaires individuelles des cinq terpènes allant de 1 µmol/mol jusqu'à 10 µmol/mol inclus. En apportant des modifications mineures, cette méthode peut également être utilisée pour des fractions molaires de terpènes supérieures à 10 µmol/mol.

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 10715, *Gaz naturel — Échantillonnage de gaz*

ISO 14532, *Gaz naturel — Vocabulaire*

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

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 les 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 terpène
produit principalement constitué d'hydrocarbures terpéniques obtenu comme sous-produit d'une huile essentielle soit par distillation, soit par concentration ou par d'autres techniques de séparation

[SOURCE: ISO 9235:2021, 3.31, modifié — L'EXEMPLE a été supprimé.]

4 Principes de l'analyse

4.1 Considérations générales

Les cinq terpènes à déterminer dans un échantillon de biométhane sont séparés physiquement par chromatographie en phase gazeuse (CG) et leurs fractions molaires sont mesurées par comparaison avec des données d'étalonnage obtenues dans les mêmes conditions de mesure. Par conséquent, le ou les gaz utilisés comme gaz pour étalonnage et le gaz échantillon doivent être analysés avec le même système de mesurage et dans les mêmes conditions.

4.2 Manipulation et injection des échantillons

4.2.1 Propreté

Lorsqu'une bouteille à gaz échantillon ou d'étalonnage doit être raccordée à une installation de gaz, toujours examiner visuellement le raccord de sortie du robinet de la bouteille. Nettoyer soigneusement toute saleté, poussière ou particules à l'aide d'un chiffon exempt de poussière. Il convient de purger toute trace d'humidité avec un gaz inerte sec.

S'assurer que toutes les lignes de transfert sont exemptes de saleté, de rouille, de graisse ou d'autres particules. Remplacer tous les tubes/raccords en cas de soupçon d'impuretés ou de dommages. Des filtres à particules peuvent être utiles mais ils doivent contenir uniquement des matériaux proposés dans l'ISO 10715 et ne doivent pas provoquer l'adsorption des terpènes.

4.2.2 Échantillonnage du biométhane dans des récipients

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

Utiliser des matériaux ou une passivation appropriés qui réduisent l'adsorption des terpènes à un niveau qui n'entraînera pas de biais analytique (par exemple, de l'acier inoxydable passivé). Il est recommandé de réduire autant que possible la longueur des lignes d'échantillonnage afin de réduire au minimum l'adsorption.

Un récipient préalablement vidangé, par exemple une bouteille à gaz ou une cartouche d'échantillon, est utilisé pour recueillir l'échantillon. Il est important que les surfaces en contact soient constituées de matériaux appropriés (ou présentent une passivation appropriée) pour empêcher l'adsorption. Cette méthode d'échantillonnage est applicable lorsque la pression du biométhane est supérieure ou inférieure à la pression atmosphérique, et que la température de la source est supérieure ou inférieure à la température du récipient d'échantillonnage.

NOTE Un exemple de méthode du cylindre vidangé est décrit dans l'ISO 10715.

4.2.3 Injection de l'échantillon

Une attention particulière doit être accordée pour éviter la condensation des composés les plus lourds lors de la manipulation de l'échantillon contenu dans le cylindre d'échantillonnage. L'ISO 16664 doit être suivie pour la mise en œuvre des gaz et des mélanges de gaz pour étalonnage.

Lorsque l'analyse du biométhane est réalisée en ligne sur site, les éléments suivants peuvent contribuer à réduire au minimum le risque de condensation:

- chauffage externe du gaz échantillon au niveau ou en amont du dispositif de réduction de pression, et
- utilisation de plusieurs dispositifs de réduction de pression pour faire baisser la pression par étapes.

L'échantillon de biométhane est contenu dans un cylindre fixé à la vanne d'échantillonnage de gaz du chromatographe ou est prélevé en continu dans une canalisation et passe par la vanne d'échantillonnage de gaz du chromatographe, qui sert à injecter un échantillon représentatif dans le chromatographe.

5 Matériels

5.1 Étalons de terpènes

Les mélanges de gaz pour étalonnage peuvent être préparés par des méthodes appropriées (voir l'ISO 6142-1 et la série ISO 6145) à partir de terpènes nominalement purs dans une matrice de méthane. Si des terpènes nominalement purs sont utilisés, leur pureté doit être analysée en se basant sur l'ISO 19229.

Des mélanges de gaz pour étalonnage contenant les terpènes pertinents (à savoir: alpha-pinène, bêta-pinène, para-cymène, limonène et 3-carène), préparés dans une matrice de méthane avec des fractions molaires comprises entre 1 $\mu\text{mol/mol}$ et 10 $\mu\text{mol/mol}$, et des incertitudes de mesure relatives élargies inférieures à 5 %, doivent être utilisés pour l'étalonnage de l'analyseur.

Pour les fractions molaires plus élevées, un ensemble de gaz étalons couvrant les fractions molaires souhaitées doit être utilisé.

5.2 Micro-chromatographe en phase gazeuse ($\mu\text{GC-TCD}$)

Un micro-chromatographe en phase gazeuse équipé d'un module contenant des pneumatiques, un injecteur, une colonne et un détecteur de conductivité thermique (TCD) est utilisé pour l'analyse. Il convient que le détecteur soit capable de détecter le limonène à une fraction molaire de 0,5 $\mu\text{mol/mol}$ avec un rapport signal-bruit d'au moins 3 pour 1. Une colonne capillaire de μGC adaptée est sélectionnée pour la séparation des analytes dans l'échantillon. Une micro-colonne apolaire contenant une phase stationnaire en diméthylpolysiloxane (PDMS) à 100 % est un exemple de colonne qui s'est avérée adaptée à l'analyse des terpènes dans le biométhane.

6 Analyse

6.1 Conditions d'analyse

Sélectionner le temps d'injection, les températures de la colonne et de l'injecteur ainsi que la pression de la colonne afin d'obtenir une bonne résolution en un minimum de temps.

6.2 Prélèvement des échantillons

Prélever le biométhane à l'aide d'un cylindre convenablement nettoyé et préparé en utilisant l'une des méthodes décrites dans l'ISO 10715. L'échantillonnage dans un cylindre de 500 ml à 1,5 bar absolu¹⁾ est approprié. Il convient que la taille de l'échantillon soit suffisante pour réaliser au moins 20 analyses. Analyser l'échantillon de biométhane dès que possible après l'échantillonnage.

Pour l'analyse en ligne, le gaz est prélevé en continu dans une canalisation et passe dans la vanne d'échantillonnage de gaz du chromatographe, qui est utilisée pour injecter un échantillon représentatif

1) 1 bar = 0,1 MPa = 10^5 Pa; 1 MPa = 1 N/mm².

dans le chromatographe. Une boucle rapide doit être installée afin de fournir à l'analyseur un échantillon de gaz de composition représentative. Les lignes directrices indiquées dans l'ISO 10715 doivent être suivies.

6.3 Méthode de quantification

Le gaz échantillon doit être analysé et la fraction molaire et l'incertitude pour les terpènes individuels dans le gaz échantillon doivent être déterminées conformément à l'ISO 6143. Analyser chacun des gaz de référence. Il est recommandé de réaliser au moins 20 analyses pour chaque gaz de référence de façon à s'assurer que la réponse moyenne des cinq dernières injections et leur incertitude-type soient déterminées avec une exactitude conforme à l'objectif recherché. Déterminer la réponse moyenne de l'analyseur à chaque composé.

7 Caractérisation des performances

Avant d'utiliser la méthode décrite dans ce document, les performances doivent être caractérisées. Il convient que la caractérisation inclue, au minimum, l'estimation de l'incertitude de mesure pour les étapes suivantes:

- échantillonnage (voir l'ISO 10715);
- étalonnage;
- analyse.

L'exactitude et la répétabilité de la méthode de mesure sont des facteurs importants qui doivent être caractérisés en vue d'évaluer les résultats et l'adéquation de la méthode à l'objectif prévu.

NOTE 1 Une validation intralaboratoire a démontré qu'une répétabilité inférieure à 5 % et une reproductibilité inférieure à 10 % peuvent être atteintes. Pour le présent document, aucune évaluation interlaboratoires de cette méthode n'a eu lieu.

De plus, les limites de détection et de quantification doivent être déterminées pour chaque terpène. Les limites de quantification doivent être inférieures à 1 $\mu\text{mol/mol}$.

L'incertitude de mesure associée au résultat doit être évaluée.

NOTE 2 Une validation intralaboratoire a démontré des incertitudes élargies inférieures à 13 % pour les fractions molaires supérieures à 2 $\mu\text{mol/mol}$ (facteur d'élargissement $k = 2$ et niveau de confiance de 95 %).

NOTE 3 Pour des recommandations supplémentaires, se référer au Guide ISO/IEC 98-3, au Guide de l'EuraChem/CITAC relatif à l'incertitude de mesure^[5] et au Guide de l'EuraChem relatif à la validation de méthode^[6].

8 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit comporter au moins les informations suivantes:

- a) une référence au présent document et la méthode d'analyse utilisée;
- b) l'objectif des mesurages;
- c) la description du flux et de l'emplacement du point d'échantillonnage;
- d) l'identification du cylindre (pour un échantillonnage ponctuel);
- e) la date et l'heure de l'échantillonnage (au début et à la fin de l'échantillonnage);
- f) les conditions d'échantillonnage (température, humidité relative, débit, durée);
- g) les limites de quantification de la méthode d'analyse;