



Publié 1981-12-01

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION · МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ · ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

Toluène — Détermination des impuretés hydrocarbonées — Méthode par chromatographie en phase gazeuse

ERRATUM

Page 1

Paragraphe 5.1, 6^e ligne : Remplacer «0,000 5 %» par «0,005 %».

Page 3

Tableau 2 : Remplacer le titre par le suivant :

«Facteurs types de réponse relative»

ITEH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 5279:1980

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/420a7f17-1d96-4ab5-8ad5-7ace8f7b332d/iso-5279-1980>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 5279:1980

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/420a7f17-1d96-4ab5-8ad5-7ace8f7b332d/iso-5279-1980>

Norme internationale



5279

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION • МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ • ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

Toluène — Détermination des impuretés hydrocarbonées — Méthode par chromatographie en phase gazeuse

Toluene — Determination of hydrocarbon impurities — Gas chromatographic method

Première édition — 1980-10-01

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 5279:1980](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/420a7f17-1d96-4ab5-8ad5-7ace8f7b332d/iso-5279-1980>

CDU 547.533 : 543.544 : 543.869

Réf. n° : ISO 5279-1980 (F)

Descripteurs : hydrocarbure aromatique, toluène, analyse chimique, dosage, hydrocarbure, impureté, méthode chromatographique en phase gazeuse.

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 confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique correspondant. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO, participent également aux travaux.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour approbation, avant leur acceptation comme Normes internationales par le Conseil de l'ISO.

La Norme internationale ISO 5279 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 78, *Hydrocarbures aromatiques*, et a été soumise aux comités membres en juillet 1979.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

Afrique du Sud, Rép. d'	France	Pologne
Allemagne, R. F.	Hongrie	Roumanie
Australie	Inde	Royaume-Uni
Autriche	Italie	Tchécoslovaquie
Chili	Jamahiriya arabe libyenne	URSS
Corée, Rép. de	Mexique	
Égypte, Rép. arabe d'	Pays-Bas	

Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.

Toluène — Détermination des impuretés hydrocarbonées — Méthode par chromatographie en phase gazeuse

1 Objet et domaine d'application

1.1 La présente Norme internationale spécifie une méthode par chromatographie en phase gazeuse pour la détermination quantitative des impuretés hydrocarbonées dans le toluène commercial. Elle est applicable à la détermination du benzène, des substances aromatiques C₈ et non aromatiques jusqu'au *n*-nonane, dans l'intervalle 0,01 à 1,00 (*m/m*).

1.2 Les matériaux et modes opératoires décrits dans la présente Norme internationale sont satisfaisants pour les analyses, mais d'autres solutions susceptibles de donner les mêmes résultats peuvent également être utilisées. Ces solutions doivent cependant aboutir à la séparation complète du groupe des substances non aromatiques jusqu'à C₉, du benzène, du *n*-décane, du toluène et du groupe des substances aromatiques C₈.

2 Référence

ISO 1995, *Hydrocarbures aromatiques — Échantillonnage*¹⁾.

3 Principe

Addition d'une quantité connue de l'étalon interne à une prise d'essai et introduction, au moyen d'une seringue, d'une partie aliquote de ce mélange dans la colonne de séparation d'un chromatographe en phase gazeuse. Balayage du mélange vaporisé à travers la colonne par un courant de gaz vecteur, détection de chaque constituant, dès qu'il émerge, par un détecteur d'ionisation de flamme et enregistrement en tant que pic sur un chromatogramme.

Identification des impuretés par leur temps de rétention relatif et détermination quantitative à partir de l'importance de l'aire de leurs pics par rapport à celle de l'étalon interne.

La réponse relative du détecteur par rapport aux divers constituants est prise en considération dans le calcul.

4 Produits

NOTE — Les produits nécessaires à la préparation de la colonne pour chromatographie sont spécifiés en 5.3.1.

4.1 **Gaz vecteur** : hélium ou hydrogène, ayant une faible teneur en oxygène [de préférence 0,000 5 % (*V/V*) max.].

PRÉCAUTIONS — L'hydrogène forme avec l'air des mélanges hautement explosifs. En conséquence, son utilisation doit toujours être accompagnée de précautions appropriées afin de s'assurer qu'aucune fuite ne permette la formation de concentrations dangereuses de ce gaz.

4.2 **Source d'air**.

4.3 **Source d'hydrogène**.

4.4 ***n*-Hexane**, de qualité pour chromatographie en phase gazeuse, sans constituants qui se coéluent avec le benzène, le *n*-décane et l'éthylbenzène.

4.5 **Étalon interne** : *n*-décane, ayant une pureté d'au moins 99 % (*m/m*).

4.6 **Produits d'étalonnage**, ayant tous une pureté d'au moins 99 % (*m/m*) :

4.6.1 **Benzène**.

4.6.2 **Éthylbenzène**.

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et notamment :

5.1 Chromatographe.

On peut utiliser n'importe quel chromatographe en phase gazeuse muni d'un détecteur d'ionisation de flamme susceptible de satisfaire aux conditions opératoires demandées. L'instrument doit avoir une sensibilité suffisante pour obtenir une hauteur de pic d'au moins deux fois le niveau de bruit lorsqu'on utilise un mélange contenant 0,000 5 % (*m/m*) d'éthylbenzène dans les conditions opératoires spécifiées.

1) Actuellement au stade de projet.

5.2 Dispositif d'injection.

L'injection à la colonne est recommandée afin d'obtenir une résolution maximale. Si le chromatographe est équipé d'un tube adducteur, le blocage de son extrémité peut entraîner une résolution médiocre.

5.3 Colonne, en acier inoxydable, cuivre ou aluminium, ou **tube de verre**, ayant une longueur de 4 m et un diamètre intérieur nominal de 2 mm.

5.3.1 Matériaux (voir aussi 1.2)

5.3.1.1 Remplissage.

5.3.1.2 Brique réfractaire rose (le support), lavée à l'acide, en particules de 180 à 250 µm.

5.3.1.3 Polyéthylène glycol 1540 (la phase stationnaire).

Dissoudre 12,5 g de polyéthylène glycol 1540 dans 50 ml d'un solvant approprié (par exemple méthanol). Ajouter, à cette solution, 37,5 g de la brique réfractaire (5.3.1.2) et agiter pour faire s'évaporer le solvant.

Il est fortement recommandé de retamiser le produit recouvert, ce qui améliore généralement l'efficacité de la colonne résultante.

5.3.2 Préparation de la colonne

Obturer l'une des extrémités du tube à l'aide d'un métal poreux ou de laine de verre, et aspirer à cette extrémité. Introduire le remplissage préparé dans le tube au moyen d'un entonnoir en tapotant ou en laissant vibrer le tube en continu afin d'en assurer une répartition régulière. Lorsque le tube est rempli (voir la note), enlever une petite quantité de remplissage et obturer l'extrémité ouverte du tube. Pour les colonnes à système d'injection, il est nécessaire de conserver, à l'entrée, un petit espace sans remplissage, et l'utilisation d'obturateurs en métal poreux doit être évitée.

NOTE — Les colonnes peuvent être garnies avant ou après enroulement. On utilise normalement environ 9 g de remplissage pour remplir la colonne. Des colonnes garnies différemment, ou des colonnes pré-garnies disponibles commercialement, peuvent également être satisfaisantes.

5.3.3 Performance de la colonne

5.3.3.1 La colonne doit permettre la séparation complète de l'étalon interne de tous les autres pics sur le chromatogramme, en opérant dans les conditions spécifiées.

NOTE — La séparation de l'étalon interne de celle des autres composants doit, si nécessaire, être réalisée en ajustant la température de la colonne jusqu'à 20 °C au-dessous ou au-dessus de la température recommandée de 100 °C.

5.3.3.2 Évaluer les performances de la colonne en préparant un mélange à 0,25 % d'éthylbenzène dans du toluène. Injecter dans le chromatographe un échantillon du mélange représentant la même quantité que celle préconisée dans le mode opératoire.

toire (voir chapitre 7), et enregistrer le chromatogramme. La hauteur de la vallée entre les deux pics, mesurée à partir de la ligne de base, ne doit pas représenter plus de 2 % du pic de l'éthylbenzène si l'on utilise l'intégration, et pas plus de 10 % si le mesurage est manuel.

La ligne de base est définie comme étant la ligne qui aurait pu être tracée par l'enregistreur en l'absence des deux pics.

5.4 Intégrateur.

Il est recommandé d'utiliser un intégrateur. Les intégrateurs électroniques doivent pouvoir arriver à une vitesse d'au moins 10 000 coups/min à plein rendement et avoir une linéarité d'au moins 0,5 % des comptages maximaux. On peut utiliser toute autre méthode d'enregistrement ou de mesurage de l'aire des pics tels que des systèmes par ordinateur, à condition qu'ils répondent aux exigences relatives à la sensibilité.

5.5 Enregistreur à bande à déroulement automatique, avec une échelle d'au moins 200 mm et un temps de réponse maximal de 1 s pour la déviation maximale.

6 Échantillonnage

Prélever un échantillon représentatif du produit à analyser, conformément à l'ISO 1995.

7 Mode opératoire

7.1 Conditions expérimentales

Les conditions expérimentales sont données dans le tableau 1.

Tableau 1 — Conditions expérimentales

Température de colonne	100 °C (voir la note à 5.3.3.1).
Débit du gaz vecteur	Ajusté afin d'obtenir un temps de rétention pour le toluène compris entre 10 et 15 min.
Gaz combustibles	Les débits d'hydrogène et d'air pour le détecteur d'ionisation de flamme doivent être réglés aux niveaux recommandés par le fabricant.
Quantité de prise d'essai	1 µl est recommandé; cependant, des prises d'essai plus importantes peuvent être utilisées à condition qu'une résolution satisfaisante soit maintenue.
Vitesse de déroulement de la bande	Pas moins de 20 mm/min si les aires des pics sont mesurées manuellement.

7.2 Étalonnage

7.2.1 Préparer un mélange d'étalonnage formé de *n*-décane (4.5), de benzène (4.6.1) et d'éthylbenzène (4.6.2) dans le *n*-hexane (4.4), conformément au mode opératoire suivant.

Introduire 10 ml du *n*-hexane dans une fiole jaugée de 25 ml propre, sèche et munie d'un bouchon. Au moyen d'une seringue, ajouter 50 µl de chacun des constituants d'étalonnage, en ayant soin de s'assurer que chaque constituant soit bien introduit dans la phase hexane avant d'en ajouter un autre, et compléter à 25 ml avec du *n*-hexane.

7.2.2 Injecter le mélange dans le chromatographe dans les conditions données dans le tableau 1 et enregistrer le chromatogramme.

7.2.3 Calculer les facteurs de réponse relative à l'aide de la formule

$$F_i = \frac{A_i}{A_0} \times \frac{0,730}{\rho_i}$$

où

F_i est le facteur de réponse relative;

A_i est l'aire du pic du constituant i ;

A_0 est l'aire du pic *n*-décane;

ρ_i est la masse volumique du constituant i (pour le benzène, $\rho = 0,879$ g/ml; pour l'éthylbenzène, $\rho = 0,867$ g/ml).

Une liste des facteurs de réponse relative types est donnée dans le tableau 2.

7.2.4 Si les facteurs de réponse relative obtenus en suivant le mode opératoire précédent diffèrent des valeurs données dans le tableau 2 de plus de 10 %, vérifier ces facteurs à l'aide d'un second mélange d'étalonnage. Les résultats doivent concorder, à 10 % près, avec les valeurs données dans le tableau 2.

Tableau 2 — Facteurs de réponse relative

Produit d'étalonnage	Facteur de réponse relative
<i>n</i> -décane	1,00
benzène	1,17
éthylbenzène	1,02

7.3 Détermination

7.3.1 Ajouter un certain volume de l'étalon interne (4.5) à la prise d'essai dans un rapport en volume de 2 pour 1 000, les quantités minimales étant respectivement 20 µl et 10 ml. Peser, à 0,2 mg près, la prise d'essai et l'étalon interne contenus dans une fiole.

7.3.2 Suivre les conditions expérimentales données dans le tableau 1. Injecter la prise d'essai dans la colonne et enregistrer le chromatogramme.

7.3.3 Déterminer les aires des pics des impuretés et de l'étalon interne, c'est-à-dire des substances non aromatiques, du benzène, du *n*-décane et des substances aromatiques C_8 .

Les aires des pics peuvent être déterminées soit par intégration, soit manuellement. Des intégrateurs ou des ordinateurs sont recommandés, particulièrement pour le mesurage des pics des substances non aromatiques. Le résidu du constituant principal peut empêcher leur utilisation s'il y a des constituants qui éluent après ce résidu dans les conditions données au tableau 1. Le mesurage manuel des aires des pics peut être effectué soit à partir de la hauteur du pic multipliée par la largeur prise à mi-hauteur pour des pics qui présentent une résolution suffisante, soit par triangulation.

Les constituants peuvent être identifiés à partir du chromatogramme type représenté sur la figure et à partir des temps de rétention relatifs respectifs donnés dans le tableau 3.

Tableau 3 — Temps de rétention relatif types

Constituant	Temps de rétention relatif
benzène	0,87
<i>n</i> -décane	1,00
toluène	1,50
éthylbenzène	2,33
<i>m</i> - et <i>p</i> -xylènes	2,42 à 2,48
<i>o</i> -xylène	3,18

8 Calcul

Les concentrations en impuretés, exprimées en pourcentages en masse, sont données par la formule

$$X_i = \frac{100 \times A_i \times m_1 \times F_1}{A_1 \times m_0 \times F_i}$$

où

X_i est la teneur, exprimée en pourcentage en masse, en la substance i de la prise d'essai;

A_i est l'aire du pic de la substance i ;

A_1 est l'aire du pic de l'étalon interne;

F_i est le facteur de réponse relative pour la substance i ;

F_1 est le facteur de réponse relative pour l'étalon interne;

m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai;

m_1 est la masse, en grammes, d'étalon interne utilisée.

NOTE — Toutes les impuretés non aromatiques sont considérées comme ayant le même facteur de réponse relative que celui du *n*-décane et toutes les impuretés aromatiques C_8 comme ayant le même que celui de l'éthylbenzène.

9 Fidélité

9.1 Répétabilité

La différence entre les résultats obtenus par un même opérateur, dans un court intervalle de temps avec le même appareillage dans des conditions constantes sur un produit identique, ne doit pas dépasser, au niveau de confiance 95 %, 10 % de la concentration déterminée ou 0,01 % (*m/m*), selon la plus grande des deux valeurs.

9.2 Reproductibilité

La différence entre les résultats obtenus par différents opérateurs, dans des laboratoires différents sur un produit identique, ne doit pas dépasser, au niveau de confiance 95 %, 20 % de la concentration déterminée ou 0,02 % (*m/m*), selon la plus grande des deux valeurs.

10 Procès-verbal d'essai

Le procès-verbal d'essai doit contenir au moins les informations suivantes :

- le type et l'identification du produit essayé;
- la référence de la présente Norme internationale;
- les résultats pour le benzène, le groupe des substances aromatiques C₈ et le groupe des substances non aromatiques, selon le cas, à 0,01 % (*m/m*) près;
- toute modification, par accord ou autrement, du mode opératoire spécifié;
- la date de l'essai.

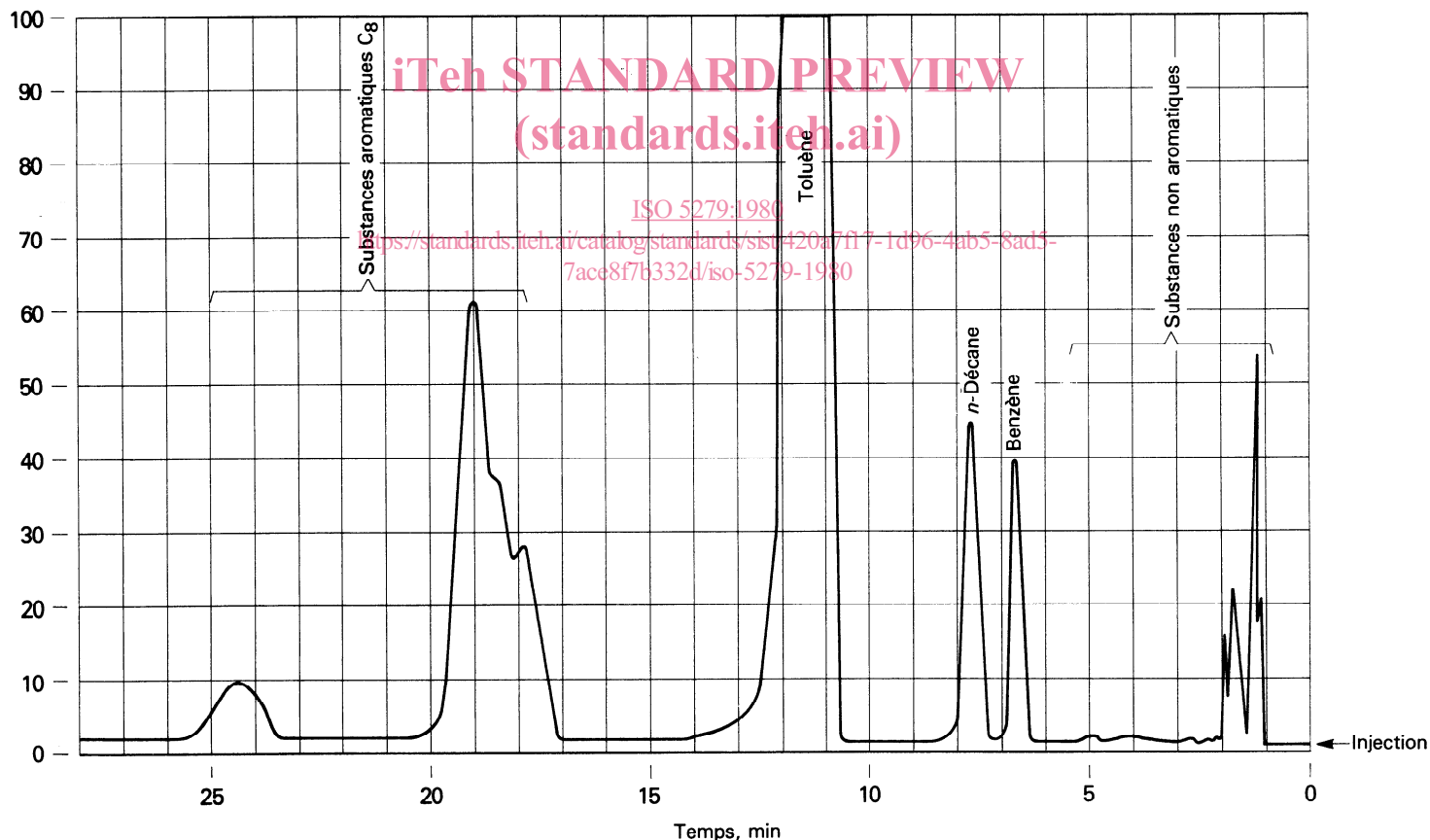


Figure — Chromatogramme type pour le toluène et les impuretés hydrocarbonées

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 5279:1980

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/420a7f17-1d96-4ab5-8ad5-7ace8f7b332d/iso-5279-1980>