
Norme internationale



5918

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

Hydrocarbures chlorofluorés à usage industriel — Dosage des gaz inertes — Méthode par chromatographie en phase gazeuse — Principes généraux

Chlorofluorohydrocarbons for industrial use — Determination of inert gas content — Gas chromatographic method — General principles

iteh STANDARD PREVIEW

Première édition — 1982-11-01 (standards.iteh.ai)

[ISO 5918:1982](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/569662fe-cd4e-42bd-aaa7-1ff7dfda7e77/iso-5918-1982>

CDU 661.723 : 543.544 : 546.29

Réf. n° : ISO 5918-1982 (F)

Descripteurs : produit industriel, hydrocarbure halogène, hydrocarbure fluorochloré, analyse chimique, dosage, gaz, oxygène, azote, argon, méthane, monoxyde de carbone, 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 5918 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 47, *Chimie*, et a été soumise aux comités membres en mars 1981.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

Allemagne, R. F.	France	Pologne
Autriche	Hongrie	Portugal
Belgique	Inde	Roumanie
Brésil	Italie	Suisse
Chine	Mexique	Tchécoslovaquie
Corée, Rép. de	Pays-Bas	Thaïlande
Égypte, Rép. arabe d'	Philippines	URSS

[ISO 5918:1982](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/569662fe-cd4e-42bd-aaa7-1f7dfa7e7090/iso-5918-1982)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/569662fe-cd4e-42bd-aaa7-1f7dfa7e7090/iso-5918-1982>

Le comité membre du pays suivant l'a désapprouvée pour des raisons techniques :

Royaume-Uni

Hydrocarbures chlorofluorés à usage industriel — Dosage des gaz inertes — Méthode par chromatographie en phase gazeuse — Principes généraux

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale donne des principes généraux pour l'établissement d'une méthode par chromatographie en phase gazeuse, pour le dosage des gaz inertes dans les hydrocarbures chlorofluorés à usage industriel.

Elle est applicable aux produits dont la teneur en gaz inertes est égale ou supérieure à 0,005 % (V/V).

2 Références

ISO 2209, *Hydrocarbures halogénés liquides à usage industriel — Échantillonnage*.

ISO 3427, *Hydrocarbures halogénés gazeux (gaz liquéfiés) — Prélèvement d'un échantillon*.

3 Définition

Dans le cadre de la présente Norme internationale, la définition suivante est applicable.

gaz inertes : Gaz permanents (oxygène, azote, argon, monoxyde de carbone et méthane) présents ensemble dans un hydrocarbure chlorofluoré.

4 Principe

Détection simultanée par chromatographie en phase gazeuse des gaz inertes dans des prises d'essai prélevées dans la phase liquide ou gazeuse, dans des conditions telles qu'aucun des gaz ne soit retenu de façon irréversible par la phase stationnaire.

5 Réactifs et produits

Au cours de l'analyse, sauf indications différentes, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue.

5.1 Gaz vecteur

Hydrogène, de pureté minimale 99,9 % en volume.

AVERTISSEMENT — Très inflammable; forme des mélanges explosifs avec l'air dans l'intervalle approximatif de concentration compris entre 4 et 75 % (V/V).

5.2 Réactifs pour étalonnage

Hydrocarbures chlorofluorés purs, ne contenant pas plus de 0,005 % (V/V) de gaz inertes.

5.3 Produits pour la préparation de la colonne

Porapak Q, de granulométrie 180 à 300 µm, ou tout autre produit approprié équivalent.

6 Appareillage

NOTE — Les dimensions de la colonne, le matériau de remplissage de la colonne et les conditions opératoires ne sont généralement pas fondamentaux. Ils devraient être choisis, cependant, de sorte que le pic des gaz inertes soit complètement séparé des pics voisins.

6.1 Système de chromatographie en phase gazeuse

Tout appareil convenable de chromatographie en phase gazeuse, muni d'un détecteur à conductivité thermique, peut être utilisé.

6.1.1 Caractéristiques du système

6.1.1.1 Température de la colonne : en général 75 °C.

6.1.1.2 Température du détecteur : en général 75 °C.

6.1.2 Débit du gaz vecteur

Le débit du gaz vecteur doit être de 40,0 ml/min. Il est généralement mesuré à la sortie de la colonne et à la température ambiante.

6.2 Dispositif d'injection

Vanne d'échantillonnage à gaz en acier inoxydable, munie d'une boucle d'échantillonnage de capacité 1 ou 2 ml, fonctionnant dans les conditions suivantes :

- température : de la température ambiante à 50 °C;
- pression : atmosphérique.

6.3 Colonne

6.3.1 Construction

La colonne peut être en n'importe quel matériau approprié, par exemple verre, acier inoxydable ou cuivre, ne réagissant pas avec l'échantillon. Les dimensions sont en général les suivantes :

- a) longueur : selon la méthode d'essai utilisée mais en général 1 à 5 m;
- b) diamètres : diamètre intérieur 4 mm environ; diamètre extérieur 6 mm environ;
- c) forme : adaptée à la géométrie du four. Si elle est en serpentín, le diamètre de la spirale doit être au moins égal à 10 fois le diamètre extérieur du tube.

6.3.2 Remplissage

6.3.2.1 Nature

Porapak Q (5.3)

6.3.2.2 Méthode de remplissage

Utiliser un mode opératoire normalisé pour obtenir une colonne garnie capable de séparer en un seul pic les gaz inertes des hydrocarbures chlorofluorés.

6.3.3 Détecteur à conductivité thermique, de sensibilité telle que la hauteur du pic des gaz inertes à mesurer à la limite de détection soit au moins égale à deux fois celle du bruit de fond.

6.3.4 Enregistreur potentiométrique, ayant les caractéristiques suivantes :

- a) intervalle : compatible avec le chromatographe utilisé (généralement 0 à 1 mV, pleine échelle);
- b) largeur du diagramme : 200 mm au minimum;
- c) temps de réponse : pas plus de 1 s, pleine échelle;
- d) linéarité : meilleure que 0,5 %, pleine échelle;
- e) zone morte : inférieure à 0,2 %, pleine échelle;
- f) vitesse de déroulement du papier : variable.

NOTE — Un système électronique approprié pour l'élaboration des données peut être utilisé à la place de l'enregistreur potentiométrique.

7 Échantillonnage

S'assurer que l'échantillon pour laboratoire destiné au dosage des gaz inertes est le premier prélevé, en échantillonnant, selon les exigences, à partir d'une phase liquide ou gazeuse et suivant les indications des Normes internationales citées dans le chapitre 2.

8 Mode opératoire

8.1 Réglage du chromatographe

Régler le chromatographe comme spécifié dans le chapitre 6.

8.2 Étalonnage

8.2.1 Préparation des mélanges étalons

À l'aide d'un dispositif de mesure volumétrique, préparer des mélanges étalons contenant 0,005 à 0,5 % (V/V) de gaz inerte (air) dans les hydrocarbures chlorofluorés (5.2).

NOTE — Des modalités détaillées pour la préparation des mélanges de gaz pour l'étalonnage ne peuvent pas être décrites à cause des caractéristiques chimiques et physiques très différentes des hydrocarbures chlorofluorés (par exemple leur intervalle de distillation relativement étendu). Il n'est donc pas possible de donner un mode de préparation valable pour toute la gamme de ces produits.

On pourra avoir recours avantageusement, pour chaque cas, aux Normes publiées ou en cours d'élaboration au sein de l'ISO/TC 158, *Analyse des gaz*, concernant la préparation des mélanges de gaz pour étalonnage.

8.2.2 Détermination du coefficient d'étalonnage

Balayer le dispositif d'admission de gaz par 100 ml environ du mélange étalon (8.2.1). Pour éviter des erreurs systématiques d'échantillonnage, le débit du gaz doit être d'au moins 30 ml/min, mais pas plus de 100 ml/min, de façon à éviter le refroidissement et la condensation. Fermer la vanne d'échantillonnage, introduire le mélange étalon entraîné par le gaz vecteur (5.1) et enregistrer le chromatogramme.

À un courant de pont défini, le coefficient d'étalonnage, k_i , est donné par la formule

$$\frac{V}{A_i \times R_i}$$

où

V est la concentration en gaz inerte, exprimée en pourcentage en volume, dans le mélange étalon;

A_i est l'aire du pic, en centimètres carrés, correspondant au gaz inerte dans le mélange étalon;

R_i est l'intervalle de lecture de l'enregistreur, en millivolts, utilisé au cours de la détermination.

8.3 Mode opératoire

8.3.1 Prise d'essai

Prélever la prise d'essai, selon les exigences, à partir d'un échantillon d'une phase liquide ou gazeuse qui n'a pas été utilisé pour d'autres déterminations (voir chapitre 7).

8.3.2 Dosage

Introduire la prise d'essai (8.3.1) sous forme gazeuse en suivant le mode opératoire spécifié en 8.2.2 et enregistrer le chromatogramme.

La variation du courant de pont entre l'étalonnage et le dosage doit être inférieure à 0,1 % de la valeur ajustée.

9 Expression des résultats

La teneur en gaz inertes, exprimée en pourcentage en volume, est donnée par la formule

$$A \times R \times k_i$$

où

A est l'aire du pic, en centimètres carrés, correspondant aux gaz inertes dans la prise d'essai;

R est l'intervalle de lecture de l'enregistreur, en millivolts, utilisé au cours du dosage;

k_i est le coefficient d'étalonnage déterminé selon 8.2.2.

NOTE — Un chromatogramme type, enregistré lors de la détermination de la teneur en gaz inertes de la phase gazeuse d'un échantillon de chlorodifluorométhane (R 22), est représenté à la figure.

10 Procès-verbal d'essai

Le procès-verbal d'essai doit contenir les indications suivantes :

- a) identification de l'échantillon;
- b) référence de la méthode utilisée;
- c) résultats, ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;
- d) compte rendu de tous détails particuliers éventuels relevés au cours de l'essai;
- e) compte rendu de toutes opérations non prévues dans la présente Norme internationale ou dans les Normes internationales auxquelles il est fait référence, ou de toutes opérations facultatives.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 5918:1982](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/569662fe-cd4e-42bd-aaa7-1ff7dfda7e77/iso-5918-1982)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/569662fe-cd4e-42bd-aaa7-1ff7dfda7e77/iso-5918-1982>

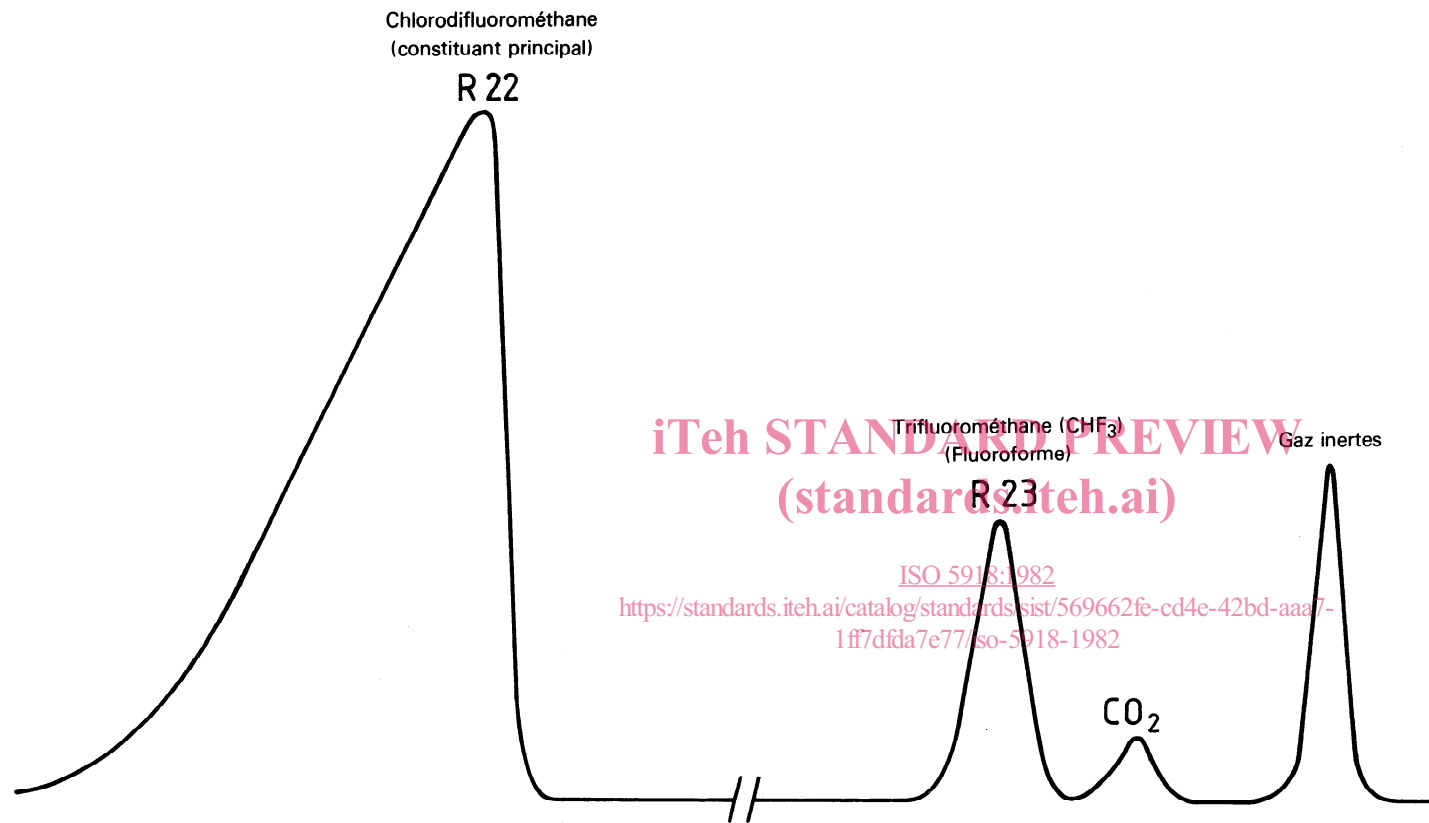


Figure – Chromatogramme type [enregistré lors de l'analyse de chlorodifluorométhane (R 22) pour la teneur en gaz inertes, en utilisant un remplissage de Porapak]

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 5918:1982

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/569662fe-cd4e-42bd-aaa7-1ff7dfda7e77/iso-5918-1982>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 5918:1982

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/569662fe-cd4e-42bd-aaa7-1ff7dfa7e77/iso-5918-1982>