
Norme internationale



5921

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

Hydrocarbures chlorofluorés à usage industriel — Analyse par chromatographie en phase gazeuse — Principes généraux

Chlorofluorohydrocarbons for industrial use — Analysis by gas chromatography — General principles

Première édition — 1982-11-15

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 5921:1982](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c938dec6-29fd-44da-b90c-618ad3c4a24a/iso-5921-1982>

CDU 661.723 : 543.544

Réf. n° : ISO 5921-1982 (F)

Descripteurs : produit industriel, hydrocarbure halogéné, hydrocarbure fluorochloré, analyse chimique, détermination, matière volatile, 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 5921 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 47, *Chimie*, et a été soumise aux comités membres en avril 1981.

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

[ISO 5921:1982](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c938dec6-29fd-44da-b90c-618ad3c4127f/iso-5921-1982)

Afrique du Sud, Rép. d'	France	Portugal
Allemagne, R. F.	Hongrie	Royaume-Uni
Autriche	Inde	Suisse
Belgique	Italie	Tchécoslovaquie
Chine	Pays-Bas	Thaïlande
Corée, Rép. de	Philippines	URSS
Égypte, Rép. arabe d'	Pologne	

Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.

Hydrocarbures chlorofluorés à usage industriel — Analyse par chromatographie en phase gazeuse — Principes généraux

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale établit un plan normalisé pour les méthodes de dosage, par chromatographie en phase gazeuse, des composés volatils dans les hydrocarbures chlorofluorés, et donne des informations générales relatives à ces méthodes.

Elle tient compte du plan général pour les méthodes d'analyse chimique donné dans l'ISO 78/2 et des recommandations données dans l'ISO 2718.

Références

ISO 78/2, *Plans de normes — Partie 2 : Norme d'analyse chimique.*

ISO 2718, *Plan normalisé de méthode d'analyse chimique par chromatographie en phase gazeuse.*

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

Plan normalisé pour les méthodes d'analyse par chromatographie en phase gazeuse

Titre

Objet et domaine d'application

Références

Définitions

Principe

Réactifs et produits

Appareillage

Échantillonnage

Mode opératoire

Expression des résultats

Notes sur le mode opératoire, en particulier référence aux dangers

Procès-verbal d'essai

Annexes

Bibliographie

**ITeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)**

ISO 5921:1982

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c938dec6-29fd-44da-b90c-618ad3c4a24a/iso-5921-1982>

Commentaires relatifs à la mise en application du plan normalisé à une méthode générale d'analyse, par chromatographie en phase gazeuse, des hydrocarbures chlorofluorés

NOTE — Les chapitres contenus dans le plan normalisé, mais qui ne sont pas pertinents à la méthode générale, ont été omis. Il peut toutefois être nécessaire, en rédigeant une méthode spécifique, d'inclure différentes combinaisons de chapitres.

1 Objet et domaine d'application

Ce chapitre doit indiquer la (ou les) substance(s) à doser et le (ou les) intervalle(s) de concentration pour laquelle la méthode convient.

2 Principe

Ce chapitre doit donner de manière concise un résumé de la méthode utilisée.

3 Réactifs et produits

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

3.1 Gaz vecteur et gaz auxiliaires

3.1.1 Hélium, de pureté minimale 99,9 % en volume, pour utilisation avec des détecteurs de type catharomètre (à conduction thermique) ou, en alternative,

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

AVERTISSEMENT — Très inflammable; peut exploser en mélange avec l'air dans l'intervalle de concentration de 4 à 75 % (V/V) environ.

3.1.3 Azote, de pureté minimale 99,9 % en volume, pour utilisation avec des détecteurs de type catharomètre (à conduction thermique) ou à ionisation de flamme.

3.2 Gaz auxiliaires pour détecteurs à ionisation de flamme

3.2.1 Hydrogène, de pureté minimale 99,5 % en volume.

3.2.2 Air, de pureté minimale 99,5 % en volume.

3.3 Réactifs pour étalonnage, de pureté minimale 99,5 % en volume.

3.4 Étalons internes, de pureté minimale 99,5 % en volume.

4 Appareillage

4.1 Chromatographe

Tout appareil approprié peut être utilisé. Les conditions de température (isotherme ou programmée) et le type de détecteur adéquat (à conductivité thermique ou à ionisation de flamme) doivent être spécifiés.

La température, le débit et la pression du gaz et les caractéristiques électriques du chromatographe et de ses accessoires doivent, par leur performance, permettre d'obtenir

a) un temps de rétention du pic répétable à ± 2 % ou mieux;

b) des aires ou hauteurs de pic répétables à ± 2 % ou mieux.

4.2 Dispositif d'injection

4.2.1 Liquides

Une microsiringue (capacité généralement 1 à 10 μ l) est appropriée. La prise d'essai doit être injectée dans un dispositif d'injection, chauffé à au moins 20 °C au-dessus de la température d'ébullition du constituant principal.

4.2.2 Gaz

Les prises d'essai gazeuses doivent être injectées par une vanne d'échantillonnage à gaz en acier inoxydable, munie d'une boucle d'échantillonnage de capacité 0,5, 1 ou 5 ml, chauffée à une température d'au moins 75 °C.

NOTE — Pour certaines déterminations, des températures jusqu'à 150 °C peuvent être nécessaires.

4.3 Colonne

La colonne peut être en n'importe quel matériau approprié, par exemple verre, acier inoxydable ou cuivre, ne réagissant pas avec l'échantillon. Les détails suivants doivent être indiqués :

a) longueur : selon la méthode spécifiée (généralement 1 à 5 m);

b) diamètres du tube : diamètres intérieur et extérieur respectivement 4 mm et 6 mm environ;

c) forme : adaptée à la géométrie du four. Si la colonne est en serpentin, le diamètre de la spirale doit être au moins égal à 10 fois le diamètre extérieur du tube.

4.4 Détails de la colonne

Les détails suivants doivent être indiqués.

4.4.1 Matériau de remplissage, approprié à la séparation demandée (par exemple une phase stationnaire sur un support, des adsorbants, ou des billes en polymère poreux telles que «Porapak») :

a) support : nature, granulométrie et traitement préalable;

b) phase stationnaire : nature, remplissage et méthode d'imprégnation du support.

4.4.2 Remplissage et conditionnement de la colonne : Procédés spéciaux pour assurer un remplissage compact et uniforme.

4.4.3 Efficacité de la colonne, exprimée en tant que hauteur équivalente à un plateau théorique pour un constituant déterminé.

4.4.4 Débit du gaz vecteur, déterminé directement à l'aide d'un débitmètre. Il est généralement mesuré à la sortie de la colonne et à la température ambiante.

4.5 Détecteur

Les détails suivants doivent être indiqués.

4.5.1 Type de détecteur

Une cellule à conductivité thermique de sensibilité suffisante ou un détecteur à ionisation de flamme conviennent.

4.5.2 Sensibilité requise

La hauteur du plus petit pic à mesurer doit être au moins égale à deux fois celle du bruit de fond.

4.6 Enregistreur

Un enregistreur potentiométrique est généralement utilisé, dont les caractéristiques suivantes doivent être indiquées :

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

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

5 Échantillonnage

5.1 Hydrocarbures chlorofluorés liquides à la température ambiante et à la pression normale

La prise d'essai doit être prélevée à l'aide de la microseringue (4.2.1), qui peut être refroidie si nécessaire, et injectée dans le chromatographe de la façon habituelle.

NOTE — En cas de température ambiante trop élevée, transvaser l'échantillon dans un flacon refroidi entre 5 et 10 °C et refroidir la seringue et son aiguille à 0 °C environ.

5.2 Hydrocarbures chlorofluorés gazeux à la température ambiante et à la pression normale

L'échantillon pour laboratoire doit être utilisé chaque fois que c'est possible, l'échantillon étant prélevé à partir de la phase liquide.

Pour le prélèvement de l'échantillon, utiliser un cylindre du type A (voir ISO 3427).

Le gaz liquéfié doit être vaporisé par passage dans une vanne fine de contrôle et ensuite, pour assurer une volatilisation complète, soit dans un barboteur vide de 50 ml (voir la note), soit, pour les échantillons à température d'ébullition plus élevée, dans un serpentin en cuivre chauffé connecté à la vanne d'échantillonnage (voir la figure).

La température de la vanne fine de contrôle devra être inférieure à celle du cylindre à échantillonnage pour éviter une évaporation prématurée. Cela peut être obtenu en laissant s'écouler la phase liquide à travers la vanne durant un temps très court avant de connecter le cylindre à échantillonnage au serpentin chauffant.

NOTE — Le barboteur compense la variation de concentration au point d'évaporation.

Le débit du gaz traversant la vanne d'échantillonnage doit être réglé entre 100 et 200 ml/min, la vanne de contrôle doit être fermée et, après 5 s d'attente pour atteindre la pression d'équilibre, l'échantillon doit être injecté dans le chromatographe (4.1).

5.3 Hydrocarbures chlorofluorés solides à la température ambiante et à la pression normale

Le prélèvement de l'échantillon peut s'effectuer soit en réchauffant l'emballage et en transvasant ensuite dans un flacon maintenu à la même température, soit en prélevant à l'aide d'une spatule le solide qui est ensuite liquéfié. La microseringue et son aiguille doivent également être portées à la même température avant que l'échantillon soit injecté de la façon habituelle.

6 Mode opératoire

6.1 Réglage du chromatographe

Le chromatographe doit être ajusté aux conditions appropriées à la méthode particulière. Les spécifications doivent comprendre

- a) la température de la colonne est fixée en fonction de la prestation désirée du chromatographe, mais elle doit être suffisamment élevée afin d'éviter la condensation de tout composant; la température du dispositif d'injection liquide doit être d'au moins 20 °C supérieure au point d'ébullition du composant principal; la température du détecteur est généralement de 30 à 50 °C supérieure à celle du dispositif d'injection afin d'éviter des dépôts;
- b) température du système d'admission des gaz : une température spécifique entre 75 et 150 °C, à maintenir constante au cours de l'étalonnage et de l'analyse, doit être indiquée;

c) réglages des dispositifs électriques associés au détecteur;

d) débit du gaz vecteur : le débit doit être réglé à la valeur spécifiée à l'aide d'un débitmètre à bulles connecté à la sortie du détecteur, après la colonne.

6.2 Identification du pic

Les pics doivent être identifiés par comparaison avec les temps de rétention d'échantillons de référence.

7 Étalonage

7.1 Utilisation directe des coefficients de réponses absolus obtenus lors des analyses avec des étalons gazeux

7.1.1 Mode opératoire

Les mêmes conditions d'essai doivent être utilisées pour l'étalonnage et pour l'analyse. Au moins deux mesures d'étalonnage doivent être effectuées et les coefficients d'étalonnage doivent être contrôlés chaque jour.

7.1.2 Étalonage pour des concentrations élevées

Les réactifs pour étalonnage non dilués (3.3) doivent être utilisés.

7.1.3 Étalonage pour des concentrations faibles

Des dilutions connues des réactifs pour étalonnage (3.3) doivent être utilisées.

7.1.4 Données d'étalonnage (addition de gaz)

Le coefficient d'étalonnage, $k_{i(\text{gaz})}$, doit être calculé à l'aide de l'une des formules suivantes, selon le cas.

7.1.4.1 Mesure de l'aire

$$k_{i(\text{gaz})} = \frac{A_1 \times R_1 \times 100}{V_1}$$

où

A_1 est l'aire du pic correspondant à la substance pure étalonée;

R_1 est l'intervalle de lecture de l'enregistreur utilisé au cours de la mesure;

V_1 est la quantité de substance étalonée, exprimée en pourcentage en volume de l'échantillon injecté.

7.1.4.2 Mesure des données fournies par l'intégrateur (sans atténuation)

$$k_{i(\text{gaz})} = \frac{N_1 \times 100}{V_1}$$

où

N_1 est la donnée fournie par l'intégrateur pour la substance pure étalonée;

V_1 est la quantité de substance étalonée, exprimée en pourcentage en volume de l'échantillon injecté.

7.2 Étalonage interne pour les analyses des étalons liquides

Le coefficient d'étalonnage, $k_{i(\text{liquide})}$, doit être calculé à l'aide de l'une des formules suivantes, selon le cas.

7.2.1 Mesure de l'aire

$$k_{i(\text{liquide})} = \frac{A_1 \times c_0 \times R_1}{A_0 \times c_1 \times R_0}$$

où

A_1 est l'aire du pic correspondant à la substance pure étalonée;

A_0 est l'aire du pic correspondant à l'étalon interne;

c_1 est la concentration, exprimée en pourcentage en masse, en substance pure étalonée dans le mélange étalon;

c_0 est la concentration, exprimée en pourcentage en masse, en étalon interne dans le mélange étalon;

R_1 est l'intervalle de lecture de l'enregistreur correspondant à la mesure de A_1 ;

R_0 est l'intervalle de lecture de l'enregistreur correspondant à la mesure de A_0 .

7.2.2 Mesure des données fournies par l'intégrateur (sans atténuation)

$$k_{i(\text{liquide})} = \frac{N_1 \times c_0}{N_0 \times c_1}$$

où

N_1 est la donnée fournie par l'intégrateur pour la substance pure étalonée;

N_0 est la donnée fournie par l'intégrateur pour l'étalon interne;

c_1 est la concentration, exprimée en pourcentage en masse, en substance pure étalonée dans le mélange étalon;

c_0 est la concentration, exprimée en pourcentage en masse, en étalon interne dans le mélange étalon.

8 Expression des résultats — Modes de calcul

8.1 Échantillons gazeux

La teneur en substance i , exprimée en pourcentage en volume, est donnée par la formule

$$\frac{A_i \times R_i \times 100}{k_{i(\text{gaz})}}$$

où

A_i est l'aire du pic correspondant à la substance i ;

R_i est l'intervalle de lecture de l'enregistreur utilisé au cours de la mesure;

$k_{i(\text{gaz})}$ est le coefficient d'étalonnage.

8.2 Échantillons liquides

La teneur en substance i , exprimée en pourcentage en masse, est donnée par les formules

a) dans le cas de mesures de l'aire :

$$\frac{A_i \times R_i \times c_0 \times 100}{A_0 \times R_0 \times k_{i(\text{liquide})} \times (100 - c_0)}$$

ou

b) dans le cas de mesures des données fournies par l'intégrateur :

$$\frac{N_i \times c_0 \times 100}{N_0 \times k_{i(\text{liquide})} \times (100 - c_0)}$$

où

A_i est l'aire du pic correspondant à la substance i ;

A_0 est l'aire du pic correspondant à l'étalon interne;

c_0 est la concentration, exprimée en pourcentage en masse, en étalon interne dans le mélange d'essai;

$(100 - c_0)$ est la concentration, exprimée en pourcentage en masse, en échantillon dans le mélange d'essai;

$k_{i(\text{liquide})}$ est le coefficient d'étalonnage de la substance i ;

R_i est l'intervalle de lecture de l'enregistreur pour la mesure de la substance i ;

R_0 est l'intervalle de lecture de l'enregistreur pour la mesure de l'étalon interne;

N_i est la donnée fournie par l'intégrateur pour la substance i ;

N_0 est la donnée fournie par l'intégrateur pour l'étalon interne.

9 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.

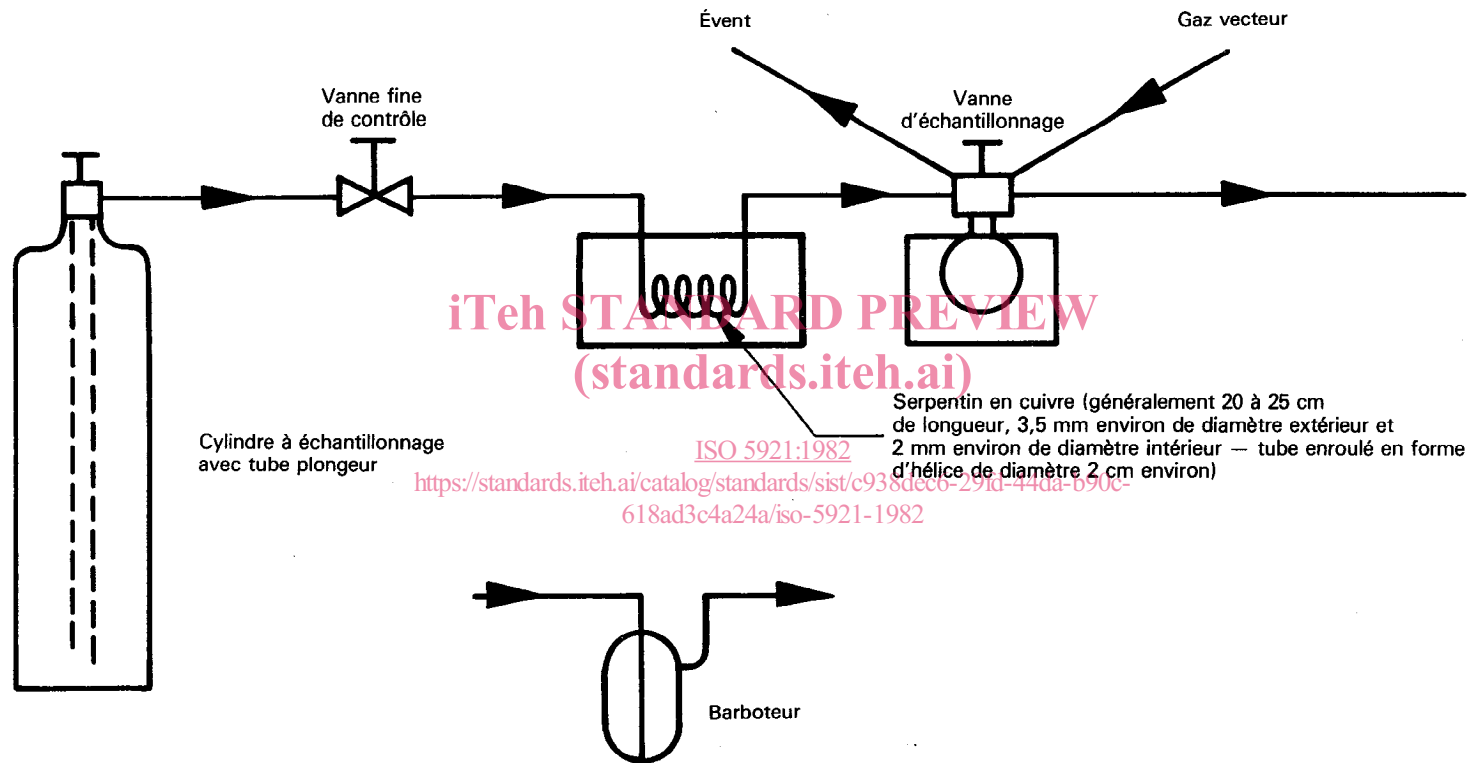


Figure — Système d'échantillonnage pour les hydrocarbures chlorofluorés gazeux à la température ambiante et à la pression normale