

---

# Norme internationale



# 6377

---

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

---

## Oléfines légères à usage industriel — Dosage des impuretés hydrocarbonées par chromatographie en phase gazeuse — Considérations générales

*Light olefins for industrial use — Determination of hydrocarbon impurities by gas chromatography — General considerations*

Première édition — 1981-10-01

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

[ISO 6377:1981](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a65a346e-5dc1-4be4-9017-fe00f5c07db8/iso-6377-1981)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a65a346e-5dc1-4be4-9017-fe00f5c07db8/iso-6377-1981>

---

CDU 661.715.3 : 543.544

Réf. n° : ISO 6377-1981 (F)

**Descripteurs** : hydrocarbure oléfinique, analyse chimique, dosage, impureté, éthylène, propylène, butadiène, chromatographie en phase gazeuse, appareil, échantillonnage, étalonnage, généralités.

## 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 6377 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 47, *Chimie*, et a été soumise aux comités membres en octobre 1979.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

Afrique du Sud, Rép. d'	France	Pologne
Allemagne, R. F.	Hongrie	Portugal
Australie	Inde	Roumanie
Autriche	Italie	Tchécoslovaquie
Belgique	Mexique	Thaïlande
Corée, Rép. de	Pays-Bas	URSS

[ISO 6377:1981](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a65a346e-5dc1-4be4-9017-fe005c0118/iso-6377-1981)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a65a346e-5dc1-4be4-9017-fe005c0118/iso-6377-1981>

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

Suisse

# Oléfines légères à usage industriel – Dosage des impuretés hydrocarbonées par chromatographie en phase gazeuse – Considérations générales

## 1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale a pour objet de présenter des considérations générales sur le dosage, par chromatographie en phase gazeuse, des impuretés hydrocarbonées contenues dans les oléfines légères à usage industriel, et notamment dans l'éthylène (éthène), le propylène (propène) et le butadiène (butadiène-1,3).

## 2 Produits

Se référer à la Norme internationale spécifique pour le produit à analyser.

## 3 Appareillage pour la chromatographie

### 3.1 Type d'appareillage

Se référer à la Norme internationale spécifique pour le produit à analyser.

### 3.2 Dispositif d'injection

Lorsque les prises d'essai sont introduites sous forme gazeuse dans le chromatographe, celui-ci doit être muni d'un dispositif d'injection constitué par une vanne de prélèvement de gaz en acier inoxydable et par une boucle de prélèvement. Il est souhaitable que la vanne soit telle qu'elle puisse être utilisée avec des boucles de volumes différents, car la quantité injectée est fonction des géométries des orifices de la vanne et de la boucle.

Ce dispositif doit permettre l'injection de volumes gazeux constants à au moins  $\pm 1\%$ .

### 3.3 Colonnes

Des Normes internationales spécifiques pour le produit à analyser fourniront des exemples de colonnes donnant satisfaction pour le dosage considéré.

La colonne sélectionnée pour convenir à l'analyse à effectuer doit permettre de séparer les pics voisins des impuretés à doser.

La résolution pour des pics voisins est donnée par l'expression :

$$R = \frac{d_R(B) - d_R(A)}{\delta(B) + \delta(A)}$$

où

$d_R$  est la distance de rétention;

$\delta$  est la largeur à mi-hauteur mesurée à mi-distance entre la ligne de base et le sommet du pic;

(B) désigne l'une des impuretés;

(A) désigne une autre impureté donnant un pic voisin.

La condition de résolution complète se traduit par

$$R > 1$$

### 3.4 Détecteur

Un détecteur du type à ionisation de flamme convient dans la plupart des cas, mais d'autres types de détecteurs pourront être nécessaires pour certains dosages.

### 3.5 Enregistreur et/ou intégrateur

Se référer à la Norme internationale spécifique pour le produit à analyser.

## 4 Échantillonnage

L'échantillonnage des oléfines légères à usage industriel fera l'objet de l'ISO 7382.

### 4.1 Prélèvement de l'échantillon

Les échantillons d'oléfines sont généralement contenus dans des bouteilles d'échantillonnage et peuvent être soit à l'état gazeux, soit à l'état liquéfié. Dans ce dernier cas, il convient de les gazéifier avant leur introduction dans le dispositif d'injection (3.2).

## 4.2 Vaporisation des échantillons liquides

Il est recommandé d'utiliser pour cela un dispositif constitué par un serpentin capillaire en acier inoxydable (tube de 2 à 4 m de longueur et de 0,2 mm de diamètre interne) placé dans un bain d'eau à une température comprise entre 50 et 70 °C.

Ce serpentin est raccordé à la vanne de sortie de la bouteille d'échantillonnage placée dans la position indiquée sur la figure. Lorsque cette vanne est ouverte complètement, la chute de pression entraînant la vaporisation se produit à l'intérieur du capillaire.

L'extrémité libre du capillaire peut être reliée soit directement au dispositif d'injection, soit à une ampoule de prélèvement.

Dans les deux cas, il convient d'assurer une purge convenable.

La consommation de gaz, nécessaire à la purge de l'ampoule de prélèvement peut, si besoin est, être réduite en faisant appel, comme indiqué sur la figure, à une pompe à vide équipée d'un manomètre à mercure.

## 5 Mode opératoire

### 5.1 Réglage de l'appareillage

Se référer à la Norme internationale spécifique pour le produit à analyser, et en particulier préparer la colonne conformément aux indications données dans la Norme internationale particulière correspondante, et la conditionner en la maintenant au moins 12 h à une température supérieure de 20 °C à la température d'utilisation.

Si la chromatographie est effectuée dans des conditions isothermes, il convient que la température soit constante à  $\pm 1$  °C.

Le débit du gaz vecteur doit être constant, réglable et mesurable.

Avant d'effectuer un dosage, procéder aux réglages nécessaires pour rendre optimales les conditions opératoires et la réponse du détecteur. Attendre que ces conditions soient stabilisées (obtention d'une ligne de base stable).

Contrôler la linéarité de la réponse du détecteur en injectant des mélanges étalons de concentrations différentes.

### 5.2 Étalonnage

L'étalonnage, effectué avant et après chaque analyse, est le plus souvent un étalonnage externe effectué à l'aide de mélanges étalons. Ces mélanges étalons peuvent être des produits commerciaux fabriqués par des firmes spécialisées ou être préparés en laboratoire. Dans ce dernier cas, opérer conformément aux indications données dans les Normes internationales traitant de l'analyse des gaz.

Lorsque pour une impureté, un mélange étalon n'est pas facilement disponible ou n'est pas disponible du tout, il est possible d'utiliser un autre produit ayant le même nombre d'atomes de carbone que cette impureté et d'opérer par calcul.

## 5.3 Essai

### 5.3.1 Préparation de la prise d'essai

Se référer à la Norme internationale spécifique pour le produit à analyser.

### 5.3.2 Introduction de la prise d'essai

Connecter suivant les cas, soit la bouteille d'échantillonnage, soit l'extrémité libre du serpentin, soit l'ampoule de prélèvement, à la vanne d'injection. Intercaler un filtre en acier inoxydable fritté pour éviter tout entraînement de solide dans la vanne à gaz et un tube transparent pour vérifier qu'il n'arrive pas de liquide. Purger la boucle du dispositif d'injection en faisant s'écouler un volume de gaz égal à environ dix fois le volume de l'ensemble boucle-vanne-raccords. Fermer le robinet de la bouteille et laisser, si nécessaire, la pression du gaz contenu dans la boucle devenir égale à la pression atmosphérique. Ouvrir alors la vanne permettant l'injection de la prise d'essai contenue dans la boucle.

NOTE — La pression du gaz dans la bouteille d'échantillonnage ou l'ampoule de prélèvement suffit en général pour assurer l'écoulement du produit. Si cette pression est insuffisante (par exemple parce que les dosages antérieurs ont presque vidé l'ampoule de prélèvement), on peut l'élever en chauffant l'ampoule de prélèvement à l'aide d'un appareil soufflant de l'air chaud. Ne pas chauffer les robinets. Dans le cas où cette opération ne suffit pas, il peut être envisagé, en dernier ressort, et dans le cas où un autre échantillon identique n'est pas disponible, d'introduire un liquide convenable dans l'ampoule de prélèvement.

Cette dernière opération doit être effectuée avec précaution, et le liquide utilisé ne doit pas modifier les caractéristiques de l'échantillon, ni contaminer l'ampoule de prélèvement. Le mercure peut convenir tout en prenant les précautions d'usage.

### 5.4 Examen des chromatogrammes

Se référer à la Norme internationale spécifique pour le produit à analyser.

## 6 Expression des résultats

La mesure quantitative repose sur la mesure ( $A_i$ ) de la hauteur ou de l'aire du pic par la méthode choisie par l'utilisateur ou par la lecture sur l'intégrateur.

La concentration  $C_i$  du constituant  $i$  est donnée en millilitres par mètre cube (ou en milligrammes par kilogramme) par la formule :

$$C_i = C_E \times \frac{A_i}{A_E} \times \frac{E_i}{E_E} \times K_{E,i}$$

où

$C_E$  est la concentration, en millilitres par mètre cube (ou en milligrammes par kilogramme) de la substance étalon;

$A_i$  est la mesure correspondant au pic du constituant  $i$ ;

$A_E$  est la mesure correspondant au pic de la substance étalon;

$E_i$  est la position de l'atténuateur pendant le mesurage;

$E_E$  est la position de l'atténuateur pendant l'étalonnage;

$K_{E,i}$  est le coefficient de proportionnalité relatif à l'impureté  $i$  par rapport à la substance étalon.

NOTE — Si la substance étalon est identique à l'impureté  $i$ ,  $K_{E,i} = 1$ .

Si tel n'est pas le cas, si le détecteur est un détecteur à ionisation de flamme, et si les résultats sont exprimés en millilitres par mètre cube :

$$K_{E,i} \approx \frac{F_E}{F_i}$$

où

$F_i$  est le nombre d'atomes de carbone dans la molécule de l'impureté  $i$ ;

$F_E$  est le nombre d'atomes de carbone dans la molécule de la substance étalon.

## 7 Procès-verbal d'essai

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

a) toutes indications nécessaires pour l'identification complète de l'échantillon (lot, date, heure et durée de chaque prélèvement, etc.);

b) référence à la présente Norme internationale; [ISO 6377:1981](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a65a346e-5dc1-4be4-9017-fe00f5c07db8/iso-6377-1981)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a65a346e-5dc1-4be4-9017-fe00f5c07db8/iso-6377-1981>

c) concentration en chaque impureté demandée;

d) nature de l'hydrocarbure et sa concentration dans le mélange gazeux étalon;

e) indication des conditions expérimentales laissées au choix de l'utilisateur :

— description de la colonne ou combinaison de colonnes utilisées ou la mention : colonne (ou combinaison de colonnes) spécifiée dans la Norme internationale;

— nature du gaz vecteur;

— pression du gaz vecteur, en bars<sup>1)</sup>, à l'entrée de la colonne ou dans la première partie de la colonne;

— débit du gaz vecteur (en litres/heure, mesuré sous la pression atmosphérique normale);

— volume de gaz injecté à chaque essai (en millilitres, mesuré sous la pression atmosphérique normale);

— durée de l'enregistrement.

f) compte rendu de tous détails particuliers ainsi que des incidents fortuits relevés au cours de l'analyse;

g) compte rendu des opérations effectuées qui ne sont prévues ni dans la présente Norme internationale, ni dans la Norme internationale à laquelle il est fait référence, ou de toutes opérations facultatives.

1) 1 bar = 10<sup>5</sup> Pa

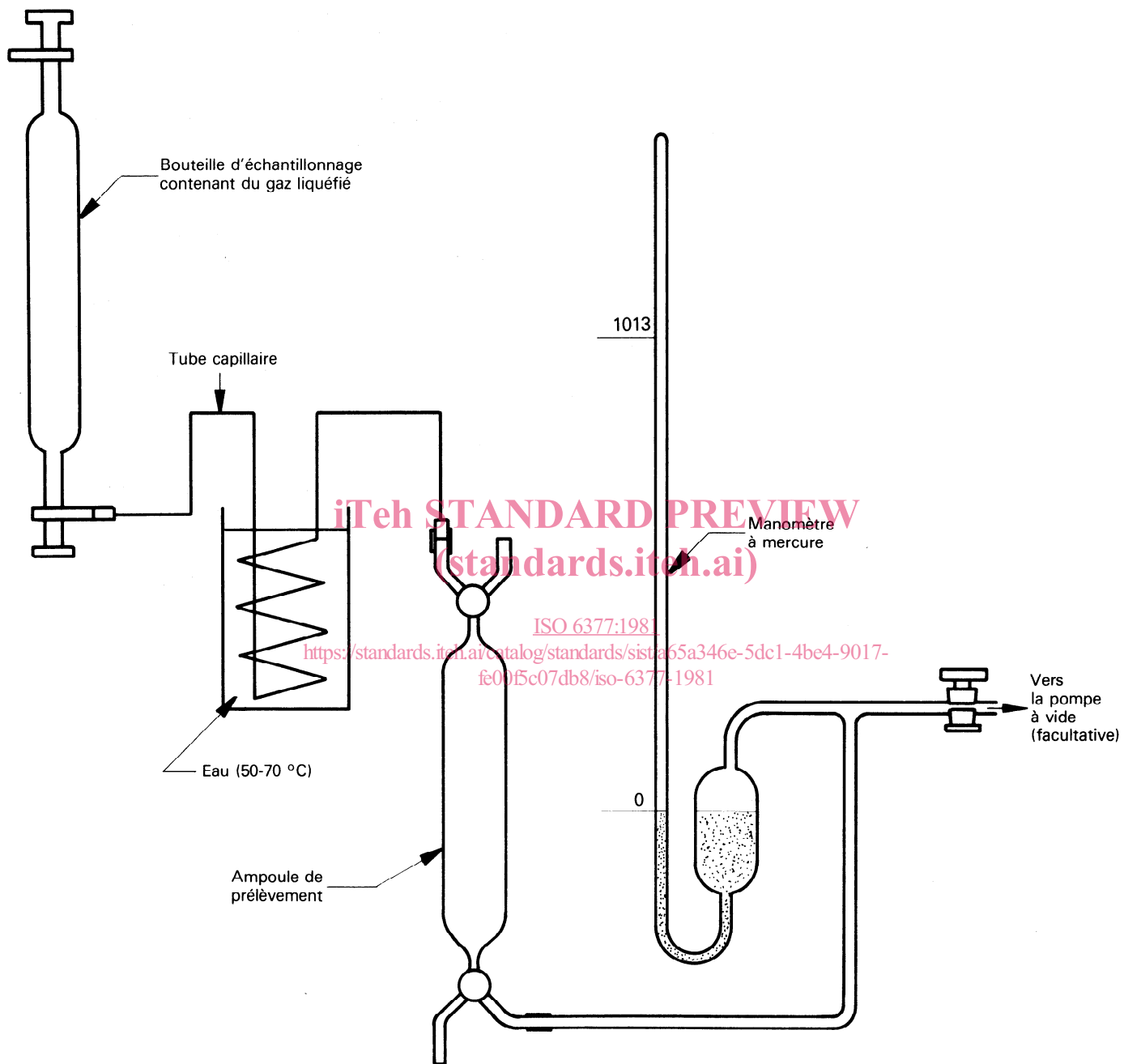


Figure — Appareillage pour la vaporisation des échantillons liquides

Page blanche

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

ISO 6377:1981

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a65a346e-5dc1-4be4-9017-fc00f5c07db8/iso-6377-1981>

Page blanche

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

ISO 6377:1981

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a65a346e-5dc1-4be4-9017-fe00f5c07db8/iso-6377-1981>