
Norme internationale



6378

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

Butadiène à usage industriel — Dosage des impuretés hydrocarbonées — Méthode par chromatographie en phase gazeuse

Butadiene for industrial use — Determination of hydrocarbon impurities — Gas chromatographic method

Première édition — 1981-10-15

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 6378:1981](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/64dad7ac-e91e-4566-983e-72da1c548ad3/iso-6378-1981>

CDU 661.715.3 : 543.544

Réf. n° : ISO 6378-1981 (F)

Descripteurs : produit industriel, butadiène, analyse chimique, dosage, impureté, hydrocarbure, 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 6378 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 47, *Chimie*, et a été soumise aux comités membres en octobre 1979.

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

[ISO 6378:1981](#)

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

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/64dad7ac-e91e-4566-983e-72da1c572075/iso-6378-1981>

Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.

Butadiène à usage industriel — Dosage des impuretés hydrocarbonées — Méthode par chromatographie en phase gazeuse

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode par chromatographie en phase gazeuse pour le dosage des impuretés hydrocarbonées dans le butadiène à usage industriel.

La méthode est applicable au dosage des impuretés dont la liste est donnée en annexe B et principalement au dosage

- de l'acétylène (éthyne) ($\text{CH}\equiv\text{CH}$) à des teneurs supérieures à 5 ml/m^3 ;
- du propyne ($\text{CH}\equiv\text{C}-\text{CH}_3$) à des teneurs supérieures à 5 ml/m^3 ;
- du butyne-1 ($\text{CH}\equiv\text{C}-\text{CH}_2-\text{CH}_3$) à des teneurs supérieures à 5 ml/m^3 ;
- du butène-3-yne-1 ($\text{CH}\equiv\text{C}-\text{CH}=\text{CH}_2$) à des teneurs supérieures à 5 ml/m^3 ;
- du butadiène-1,2 ($\text{CH}_2=\text{C}=\text{CH}-\text{CH}_3$) à des teneurs supérieures à 10 ml/m^3 .

2 Référence

ISO 6377, *Oléfines légères à usage industriel — Dosage des impuretés hydrocarbonées par chromatographie en phase gazeuse — Considérations générales.*

3 Principe

Choix d'une colonne pour chromatographie en phase gazeuse permettant de séparer les impuretés à doser.

Passage de l'échantillon, à l'état gazeux, sur cette colonne, détection par ionisation de flamme et comparaison des pics obtenus à ceux résultant d'un étalonnage externe.

4 Produits

4.1 Gaz vecteur

Azote ou hélium de la meilleure qualité commerciale disponible, contenant moins de 5 ml/m^3 d'oxygène et moins de 5 ml/m^3 d'eau.

4.2 Étalons

Préparer (ou se procurer) des mélanges étalons de sorte que la concentration de chacune des impuretés à doser soit comprise dans les limites rencontrées dans le produit à doser.

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire et

5.1 Chromatographe

Utiliser un appareil de chromatographie en phase gazeuse, répondant aux conditions spécifiées ci-après et permettant d'obtenir, pour chacune des impuretés à doser à une teneur égale à celle indiquée au chapitre 1, un pic d'une hauteur correspondant au moins à cinq fois le bruit de fond.

5.1.1 Dispositif d'injection (voir ISO 6377), permettant d'introduire dans la colonne une prise d'essai d'environ 1 ml , constante à au moins $\pm 1\%$.

5.1.2 Colonnes

Un certain nombre de colonnes ayant donné satisfaction sont décrites en annexe A. Utiliser suivant les objectifs poursuivis une de ces colonnes, ou successivement plusieurs d'entre elles, ou toutes autres colonnes permettant une séparation satisfaisante.

5.1.3 Détecteur, du type à ionisation de flamme.

5.1.4 Enregistreur, dont le temps de réponse pleine échelle soit de 2 s ou moins, et dont le bruit de fond soit inférieur à $0,1\%$ de cette échelle.

6 Préparation des échantillons

Voir ISO 6377.

7 Mode opératoire

7.1 Préparation de l'appareillage

Sélectionner la colonne convenant à l'analyse à effectuer et la conditionner en la maintenant durant au moins 12 h à une tem-

pérature supérieure de 20 °C à la température d'utilisation, avec un débit de gaz vecteur égal à celui utilisé pour l'analyse.

Mettre en place cette colonne et procéder aux réglages nécessaires pour optimiser les conditions opératoires (voir annexe A). Attendre suffisamment pour que ces conditions soient stabilisées (obtention d'une ligne de base stable).

7.2 Injection de la prise d'essai

Voir ISO 6377.

7.3 Essai préliminaire

Injecter une première prise d'essai de manière à s'assurer que la séparation de pics correspondant aux impuretés à doser est adéquate. Si la détermination des teneurs doit être calculée à partir de la hauteur des pics, déterminer quelle doit être l'atténuation pour que ces pics soient les plus hauts possible, compte tenu des possibilités de l'enregistreur.

7.4 Étalonnage

Injecter successivement des mélanges étalons (4.2) de manière à disposer pour chaque impureté à doser, de trois pics correspondant à trois concentrations différentes.

7.5 Dosage

Chromatographier successivement deux prises d'essai.

7.6 Examen des chromatogrammes

7.6.1 Chromatogramme type

Voir annexe C.

7.6.2 Temps de rétention

Voir annexe B.

7.6.3 Calculs

Voir ISO 6377.

8 Expression des résultats

Pour chacune des impuretés dosées, calculer la moyenne des deux essais et exprimer le résultat en millilitres par mètre cube de produit ou en milligrammes par kilogramme de produit.

9 Procès-verbal d'essai

Voir ISO 6377.

iTeh STANDARD PREVIEW
(Standards.Iteh.ai)
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/64dad7ac-e91e-4566-983e-72da1c548ad3/iso-6378-1981>

Annexe A

Colonnes et conditions opératoires ayant donné satisfaction pour le dosage des impuretés hydrocarbonées dans le butadiène

Colonne	Sébaconitrile ¹⁾	Réoplex 400 ²⁾	Flexol 8N8 ³⁾
Longueur m	9	10	8
Diamètre intérieur mm	4	4	4
Matériau	Acier inoxydable	Acier inoxydable	Acier inoxydable
Phase stationnaire	30 % Sébaconitrile	30 % Réoplex 400	30 % Flexol 8N8
Phase support	Chromosorb P-AW 60-80	Chromosorb P-NAW 30-60	Chromosorb P-NAW 30-60
Température °C	25	22	22
Gaz vecteur	Hélium	Azote	Azote
Débit ml/min	30	50	50

(standards.iteh.ai)

ISO 6378-1981

Colonne	Squalane ⁴⁾	$\beta\beta'$ -iminodipropionitrile ⁵⁾	Propylène carbonate
Longueur m	8	20	9
Diamètre intérieur mm	4	4	2,4
Matériau	Acier inoxydable	Acier inoxydable	Acier inoxydable
Phase stationnaire	30 % Squalane	30 % $\beta\beta'$ -iminodipropionitrile	20 % propylène carbonate
Phase support	Chromosorb P-NAW 30-60	Chromosorb P-NAW 30-60	Chromosorb P-NAW 60-80
Température °C	22	22	4
Gaz vecteur	Azote	Azote	Hélium
Débit ml/min	50	65	15

1) Sébaconitrile = décane-dinitrile, $\text{NC}-(\text{CH}_2)_8-\text{CN}$

2) Réoplex 400 = propanediol-1,2-adipate

3) Flexol 8N8 = (éthyl-2-hexanamido)-2,2-diéthyl-diéthyl-2-hexoate

4) Squalane $\text{C}_{30}\text{H}_{62}$ = hexaméthyl 2,6,10,15,19,23 tétracosane5) $\beta\beta'$ -iminodipropionitrile = $\text{NC}-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{NH}-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CN}$

NOTE — Des informations sur les produits commercialisés peuvent être obtenues auprès du Secrétariat Central de l'ISO ou du Secrétariat de l'ISO/TC 47/SC 14 (AFNOR).

Colonne	Sébaconitrile et phtalate de di- <i>n</i> -propyle (deux colonnes en série)		Phtalate de diméthyle, phtalate de diéthyle et phtalate de di- <i>n</i> -propyle (deux colonnes en série)	
	9	1	12	1
Longueur m	9	1	12	1
Diamètre intérieur mm	2	2	2	2
Matériau	Acier inoxydable	Acier inoxydable	Acier inoxydable	Acier inoxydable
Phase stationnaire	30 % Sébaconitrile	17 % phtalate de di- <i>n</i> -propyle	17,5 % DMP et 7,5 % DEP	17 % phtalate de di- <i>n</i> -propyle
Phase support	Chromosorb P-AW 60-80	Alumine 100-200	Chromosorb P 60-80	Alumine 100-200
Température °C	22	22	22	22
Gaz vecteur	Azote	Azote	Azote	Azote
Débit ml/min	20	20	20	20

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6378:1981

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/64dad7ac-e91e-4566-983e-72da1c548ad3/iso-6378-1981>

Annexe B

Analyse du butadiène – Temps de rétention absolus (en minutes)

Composants	Colonne (voir annexe A)			
	Sébaconitrile	Réoplex 400	Flexol 8N8	Squalane
Méthane	3,1	2,6	2,6	2,8
Éthane	4,0*	2,9*	3,3*	4,3
Éthène	4,0*	2,9*	3,2*	3,6
Éthyne	6,4*	6,0*	4,5	3,2
Propane	4,9	3,4	5,2	8,8*
Propène	5,9	4,0*	5,6	7,8
Cyclopropane	8,6	—	8,5*	13,5
Propadiène	9,7	7,3*	8,5*	10,2
Propyne	14,8	—	10,2	8,8*
Isobutane	6,5*	4,0*	8,5*	16,4
<i>n</i> -butane	8,0	4,7	11,1	24,3
Butène-1	10,2	6,0*	11,9*	—**
Isobutène	10,8	6,0*	11,9*	—**
<i>trans</i> -butène-2	12,4	7,0*	14,2	26,2
<i>cis</i> -butène-2	14,1	7,9*	—**	29,2
Butadiène-1,3	18,0	10,5	17,0	21,0
Butadiène-1,2	22,5	14,9*	22,2*	33,2
Butyne-1	29,4*	20,3	22,2*	—**
Butène-3 yne-1	38,9	31,6	27,2	18,0
Butyne-2	—	35,4	39,0	48,9*
Diméthyl-2,2 propane	8,2	—	—	28,2
Méthyl-2 butane	13,4	7,0*	22,2*	55,6
<i>n</i> -pentane	16,2	7,9*	28,5	75,0*
Pentadiène-1,4	27,9*	14,9*	—	48,9*
Pentène-1	21,4	—	29,1	60,3
<i>trans</i> -pentène-2	24,0	—	34,8	75,0*
<i>cis</i> -pentène-2	27,2*	—	37,4	78,9

* Pics confondus.

** Élués avec butadiène-1,3.

Composants	Colonne (voir annexe A)			
	$\beta\beta'$ -iminodi-propionitrile	Propylène carbonate	Sébaconitrile + phtalate de di- <i>n</i> -propyle	DMP et DEP + phtalate de di- <i>n</i> -propyle
Méthane	8,2	—	—	—
Éthane	8,8	—	—	—
Éthène	9,3	—	—	—
Éthyne	16,9*	—	—	—
Propane	9,8	—	9	9
Propène	11,7	7,8*	11	11
Cyclopropane	16,0*	—	—	—
Propadiène	20,5*	15,3*	28	28
Propyne	38,1	32,0	44	44
Isobutane	10,9	7,8*	19	19
<i>n</i> -butane	12,1*	9,1	24	24
Butène-1	16,0*	13,0	30*	30*
Isobutène	16,9*	14,2*	30*	30*
<i>trans</i> -butène-2	18,1	15,3*	35	35
<i>cis</i> -butène-2	20,5*	18,0	41	41
Butadiène-1,3	30,0	26,3	48	48
Butadiène-1,2	36,5	34,8	67	67
Butyne-1	58,9	84,0	80	80
Butène-3 yne-1	—	124,0	100	100
Butyne-2	—	—	—	—
Diméthyl-2,2 propane	12,1	—	—	—
Méthyl-2 butane	15,3	14,3*	—	—
<i>n</i> -pentane	17,3	21,8	—	—
Pentadiène-1,4	—	—	—	—
Pentène-1	24,8	—	—	—
<i>trans</i> -pentène-2	—	—	—	—
<i>cis</i> -pentène-2	—	—	—	—

* Pics confondus.

Annexe C

Chromatogramme type sur colonne Sébaconitrile

