
Norme internationale



6379

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

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

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

Première édition — 1981-10-15

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 6379:1981](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1eaffc2c-7406-40a2-95bf-968b5f0adaa6/iso-6379-1981>

CDU 661.715.3 : 543.544

Réf. n° : ISO 6379-1981 (F)

Descripteurs : produit industriel, éthylène, essai, détermination, 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 6379 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 :

[ISO 6379:1981](#)

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

Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.

Cette Norme internationale a également été approuvée par l'Union internationale de chimie pure et appliquée (UICPA).

Éthylène 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 l'éthylène à usage industriel.

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

- du méthane (CH_4) à des teneurs supérieures à 5 ml/m³;
- de l'éthane ($\text{CH}_3 - \text{CH}_3$) à des teneurs supérieures à 5 ml/m³;
- de l'acétylène (éthyne) ($\text{CH} \equiv \text{CH}$) à des teneurs supérieures à 1 ml/m³;
- du propane ($\text{CH}_3 - \text{CH}_2 - \text{CH}_3$) à des teneurs supérieures à 2 ml/m³;
- du propylène (propène) ($\text{CH}_2 = \text{CH} - \text{CH}_3$) à des teneurs supérieures à 2 ml/m³.

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 avec 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/m³ d'oxygène et de 5 ml/m³ 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 à au moins 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 de 1 à 5 ml, constante à $\pm 1\%$.

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 au plus égal à 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, chapitre 4.

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, chapitre 5.

7.3 Essai préliminaire

Injecter une première prise d'essai de manière à s'assurer que la séparation des 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, chapitre 7.

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, chapitre 9.

STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 6379:1981
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1eaffe2c-7406-40a2-95bf-968b5f0adaa6/iso-6379-1981>

Annexe A

Colonnes et conditions opératoires ayant donné satisfaction pour le dosage des impuretés hydrocarbonées dans l'éthylène

Colonne	Squalane ¹⁾	Alumine
Longueur, m	11	3
Diamètre intérieur, mm	4 à 5	2
Matériau	Acier inoxydable	Acier inoxydable
Phase stationnaire	30 % (m/m) squalane	Néant
Phase support	Chromosorb P 60/80	Alumine 100/200
Température, °C	50	60 pendant 5 min, 10 °C/min jusqu'à 300 °C
Gaz vecteur	Hélium	Azote
Débit, ml/min	42	15

1) Squalane C₃₀H₆₂ = hexaméthyl-2, 6, 10, 15, 19, 23 tétracosane.

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

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6379:1981

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1eaffe2c-7406-40a2-95bf-968b5f0adaa6/iso-6379-1981>

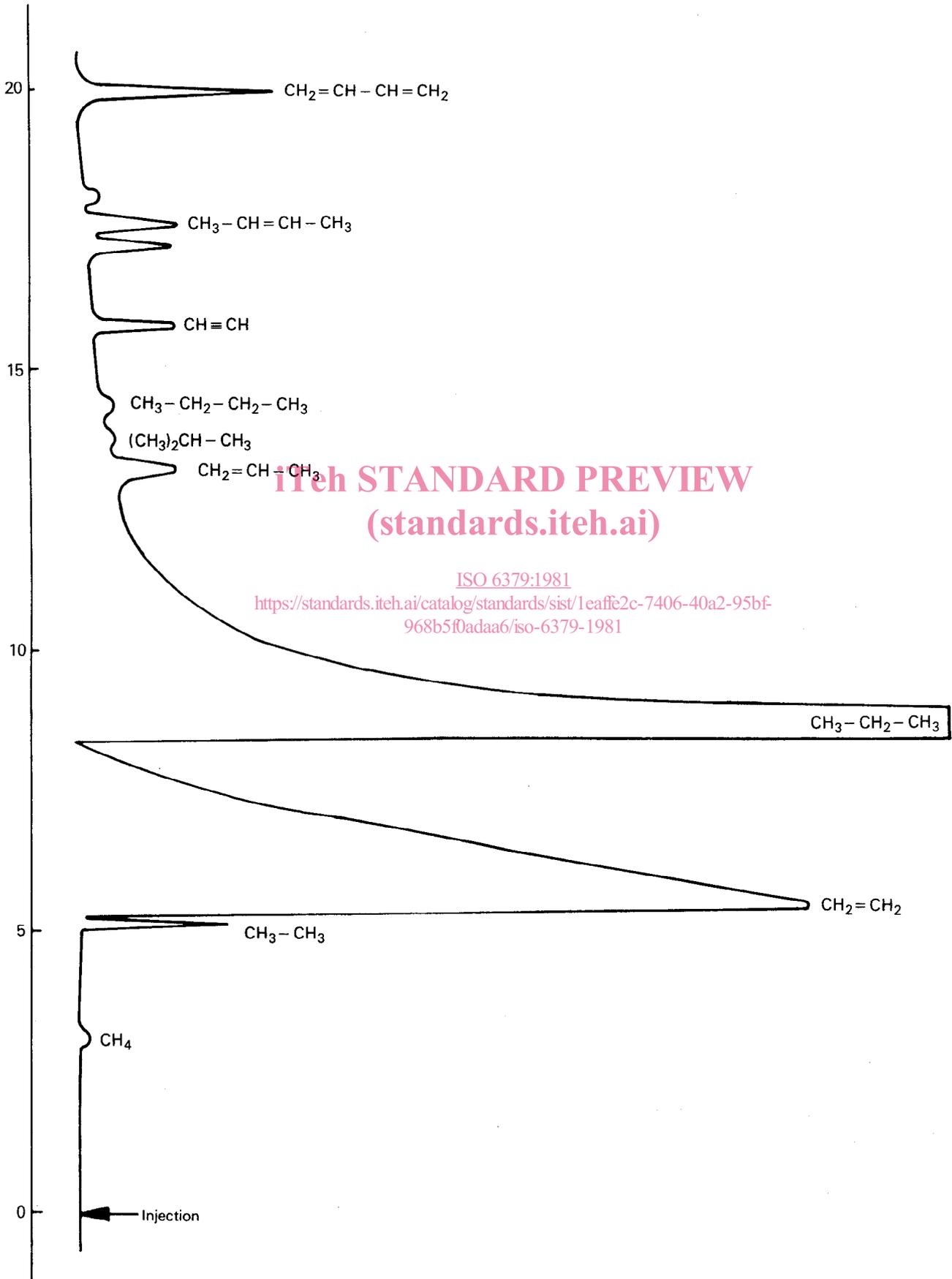
Annexe B

Temps de rétention absolus (en minutes)

Colonne	Squalane	Alumine
Méthane	6,75	3
Éthane	11,5	5
Acétylène (éthyne)	7,6	15,7
Propane	19,6	9,5
Propylène (propène)	17,6	13
iso-butane (méthyl-2 propane)	38,9	13,6
n-butane	53,1	14,2
Butène-2	56,8	17
Butadiène-1,3	56,8	19,7

Annexe C

Chromatogramme type sur colonne alumine



iteh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6379:1981

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1eaffe2c-7406-40a2-95bf-968b5f0adaa6/iso-6379-1981>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6379:1981

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1eaffe2c-7406-40a2-95bf-968b5f0adaa6/iso-6379-1981>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6379:1981

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1eaffe2c-7406-40a2-95bf-968b5f0adaa6/iso-6379-1981>