
Norme internationale



6380

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

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

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

Première édition — 1981-10-15

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 6380:1981](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9328c3b5-6105-488b-ac93-a53d6fa35c0e/iso-6380-1981)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9328c3b5-6105-488b-ac93-a53d6fa35c0e/iso-6380-1981>

CDU 661.715.3 : 543.544

Réf. n° : ISO 6380-1981 (F)

Descripteurs : produit industriel, composé chimique, hydrocarbure aliphatique, propylène, 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 6380 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 6380:1981](#)

Afrique du Sud, Rép. d'
Allemagne, R.F.
Australie
Autriche
Belgique
Bulgarie
Chine

Corée, Rép. de
France
Hongrie
Inde
Italie
Pays-Bas
Philippines

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9328c3b5-6105-488b-ac93-a53d6fa38025-iso-6380-1981>

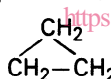
Pologne
Portugal
Roumanie
Suisse
Tchécoslovaquie
URSS

Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.

Propylène 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 propylène à usage industriel. Elle est applicable au dosage des impuretés suivantes à des teneurs supérieures à la valeur indiquée :

— méthane (CH ₄)	5 ml/m ³
— éthane (CH ₃ —CH ₃)	5 ml/m ³
— éthylène (éthène) (CH ₂ =CH ₂)	5 ml/m ³
— acétylène (éthyne) (CH≡CH)	5 ml/m ³
— propane (CH ₃ —CH ₂ —CH ₃)	5 ml/m ³
— propadiène (CH ₂ =C=CH ₂)	5 ml/m ³
— propyne (CH ₃ —C≡CH)	5 ml/m ³
— cyclopropane 	5 ml/m ³
— C ₄ saturés	20 ml/m ³
— butadiène-1,3 (CH ₂ =CH—CH=CH ₂)	10 ml/m ³
— butènes totaux	20 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

Passage de l'échantillon, à l'état gazeux, sur des colonnes pour chromatographie en phase gazeuse permettant de séparer les impuretés à doser; détection par ionisation de flamme et comparaison des pics obtenus à ceux résultant d'un étalonnage externe.

Deux types de colonnes sont utilisés, l'un pour le dosage du méthane, de l'éthane, de l'éthylène et de l'acétylène (chromatographie d'adsorption), et l'autre pour le dosage des autres impuretés (chromatographie de partage gaz-liquide).

Les volumes et les gaz vecteurs choisis doivent permettre de séparer les pics voisins des impuretés à doser comme spécifié en 5.1 de l'ISO 6377.

4 Produits

4.1 Gaz vecteur

Azote, hydrogène 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) les mélanges étalons suivants :

— azote-méthane ou azote-éthane pour le dosage du méthane, de l'éthane, de l'éthylène et de l'acétylène;

— azote-propyne ou azote-propadiène pour le dosage de ces deux impuretés relativement peu stables;

— azote-propane pour le dosage du propane, à cause de la pluralité des gammes de teneurs en cette impureté;

— azote-*n*-butane pour le dosage de toutes les autres impuretés.

L'azote utilisé pour la préparation de ces mélanges devra être à 99,98 % au moins, sa teneur en oxygène et sa teneur en eau étant inférieures chacune à 5 ml/m³.

NOTE — L'azote peut être remplacé par de l'hélium ou de l'argon de même pureté.

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 Four, permettant d'obtenir pour les colonnes une température inférieure à 30 °C, stable à ± 2 °C et uniforme.

5.1.2 Dispositif d'injection.

Voir ISO 6377, paragraphe 3.1.

5.1.3 Colonnes.

La combinaison de colonnes et leurs remplissages décrits ci-après sont donnés à titre d'exemple. Toute colonne ou combinaison de colonnes, satisfaisant aux mêmes critères minimaux d'efficacité, est utilisable.

5.1.3.1 Nombre

Pour la chromatographie d'adsorption, une colonne.

Pour la chromatographie de partage, deux colonnes placées en série qui ne diffèrent que par la longueur et par la nature de la phase stationnaire.

5.1.3.2 Tube

Pour la chromatographie d'adsorption, le tube constitutif de la colonne est en aluminium ou en acier inoxydable; sa longueur est 2 m, son diamètre extérieur est 6,4 mm, son diamètre intérieur est environ 4 mm.

Pour la chromatographie de partage, le tube constitutif des colonnes est en acier inoxydable. La longueur de la première colonne (placée du côté du dispositif d'injection) est 6 m. La longueur de la seconde est 3 m. Le diamètre extérieur est 3,3 mm. Le diamètre intérieur est environ 2 mm.

5.1.3.3 Support¹⁾

Pour la chromatographie d'adsorption, le remplissage doit être du Spherosil XGB 075.²⁾

Pour la chromatographie de partage, le support doit être du Chromosorb P/AW ou de la brique C22 de granulométrie 0,25 à 0,18 mm.

Après avoir été amenée à cette granulométrie, la brique C22 est lavée avec une solution d'hydroxyde de potassium [*c* (KOH) ≈ 5 mol/l], avec une solution d'acide chlorhydrique [*c* (HCl) ≈ 5 mol/l], puis à l'eau distillée et enfin séchée à l'étuve à 180 °C environ durant 24 h.

5.1.3.4 Phase stationnaire (pour la chromatographie de partage)

Dans la première colonne (6 m côté injecteur), la phase stationnaire doit être le maléate de di-*n*-butyle; dans la seconde (3 m), le phthalate de diéthyle.

Le taux d'imprégnation commun aux deux phases stationnaires doit être de 30 % (30 g de phase stationnaire pour 70 g de support). Pour effectuer cette imprégnation, dissoudre 30 g de phase stationnaire dans suffisamment d'isopentane ou de chlorure de méthylène (pour chromatographie) pour que l'ensemble de la solution recouvre entièrement les 70 g de support; évaporer le solvant en plaçant l'ensemble dans un évaporateur rotatif sous courant d'azote et sans chauffage. Retamiser après imprégnation et conserver la fraction 0,25 à 0,18 mm.

5.1.3.5 Méthode de remplissage et masse introduite

Le remplissage des colonnes se fait verticalement par vibration de leur support en faisant le vide sur l'extrémité inférieure bouchée par un tampon poreux : la masse du support imprégné utilisée est 2,15 g/m environ en chromatographie de partage et 5,5 g/m environ de Spherosil en chromatographie d'adsorption.

5.1.4 Détecteur, du type à ionisation de flamme.

5.1.5 **Système d'enregistrement** : enregistreur ou intégrateur ou calculateur, etc.

6 Préparation des échantillons

Voir ISO 6377, chapitre 4.

7 Mode opératoire

7.1 Préparation de l'appareillage

Pour les deux chromatographies, conditionner la colonne en la maintenant durant au moins 12 h à la température d'utilisation, avec un débit de gaz vecteur égal à celui utilisé pour l'analyse.

Mettre en place la colonne et procéder aux réglages nécessaires pour optimiser les conditions opératoires :

- température de l'injecteur : température ambiante;
- température de la colonne : choisie par l'utilisateur, inférieure à 30 °C et stable à ± 2 °C;
- débit du gaz vecteur : choisi par l'utilisateur pour obtenir une résolution convenable;
- température du détecteur : au moins égale à 100 °C pour éviter la condensation d'eau.

7.2 Injection de la prise d'essai

Voir ISO 6377, chapitre 5.

7.3 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.

7.4 Dosage

Chromatographier successivement deux prises d'essai.

1) 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).

2) Le Spherosil XGB 075 est de la silice pure se présentant sous forme de grains sphériques de 100 à 200 µm de diamètre.

La quantité injectée, la même pour la prise d'essai et le mélange étalon, dépend des caractéristiques de la vanne d'injection utilisée.

Poursuivre l'enregistrement du chromatogramme d'adsorption de la prise d'essai jusqu'à l'apparition du pic du cyclopropane ou jusqu'à l'écoulement du temps de rétention correspondant à ce corps (à titre indicatif, voir tableau 1).

Poursuivre l'enregistrement du chromatogramme de partage jusqu'à l'apparition du pic du butadiène-1,3 ou jusqu'à l'écoulement du temps de rétention correspondant (à titre indicatif, voir tableau 2).

Poursuivre l'enregistrement du chromatogramme du mélange étalon pendant la même durée effective que l'enregistrement du chromatogramme de la prise d'essai.

7.5 Examen des chromatogrammes

7.5.1 Chromatogrammes types

Voir figures 1 et 2.

7.5.2 Temps de rétention

Le tableau 1 ci-dessous donne, pour la colonne de chromatographie d'adsorption décrite au paragraphe 5.1.3, l'ordre d'élu-tion des constituants et à titre indicatif les temps de rétention relatifs; le tableau 2 donne les mêmes renseignements pour la combinaison de colonnes de chromatographie de partage décrite au même paragraphe.

Tableau 1

Méthane	0,33
Éthane	0,49
Éthylène	0,77
Propane	1
Acétylène	1,74
Cyclopropane	2,19
Propylène	2,90

Tableau 2

Méthane	0,31
Éthane et éthylène	0,63
Propane	0,92
Propylène	1
Isobutane	1,43
Cyclopropane	1,67
Propadiène	1,79
n-butane	1,94
Butène-1 et isobutène	2,26
Propyne	2,49
trans butène-2	2,74
cis butène-2	3,17
Butadiène-1,3	3,41

7.5.3 Calculs

Voir ISO 6377, chapitre 7.

8 Expression des résultats

8.1 Résultats

Pour chacune des impuretés dosées, calculer la moyenne des deux essais et exprimer les résultats en millilitres par mètre cube de produit.

8.2 Répétabilité

La différence entre deux résultats obtenus par le même opérateur, avec le même appareillage, dans des conditions opératoires identiques et sur un même produit, ne doit pas dans une longue série d'essais effectués en appliquant normalement et correctement la méthode, dépasser plus d'une fois sur vingt les valeurs données dans le tableau 3 ci-après.

8.3 Reproductibilité

La différence entre deux résultats uniques et indépendants obtenus par des opérateurs différents dans des laboratoires différents, sur un produit identique, ne doit pas dans une longue série d'essais, effectués en appliquant correctement et normalement la méthode, dépasser plus d'une fois sur vingt les valeurs données dans le tableau 3 ci-après.

Tableau 3 — Données relatives au dosage du propadiène et du propyne

Teneur en ml/m ³	Répétabilité ml/m ³	Reproductibilité ml/m ³
10 à 20	2	5

9 Procès-verbal d'essai

Voir ISO 6377, chapitre 9.

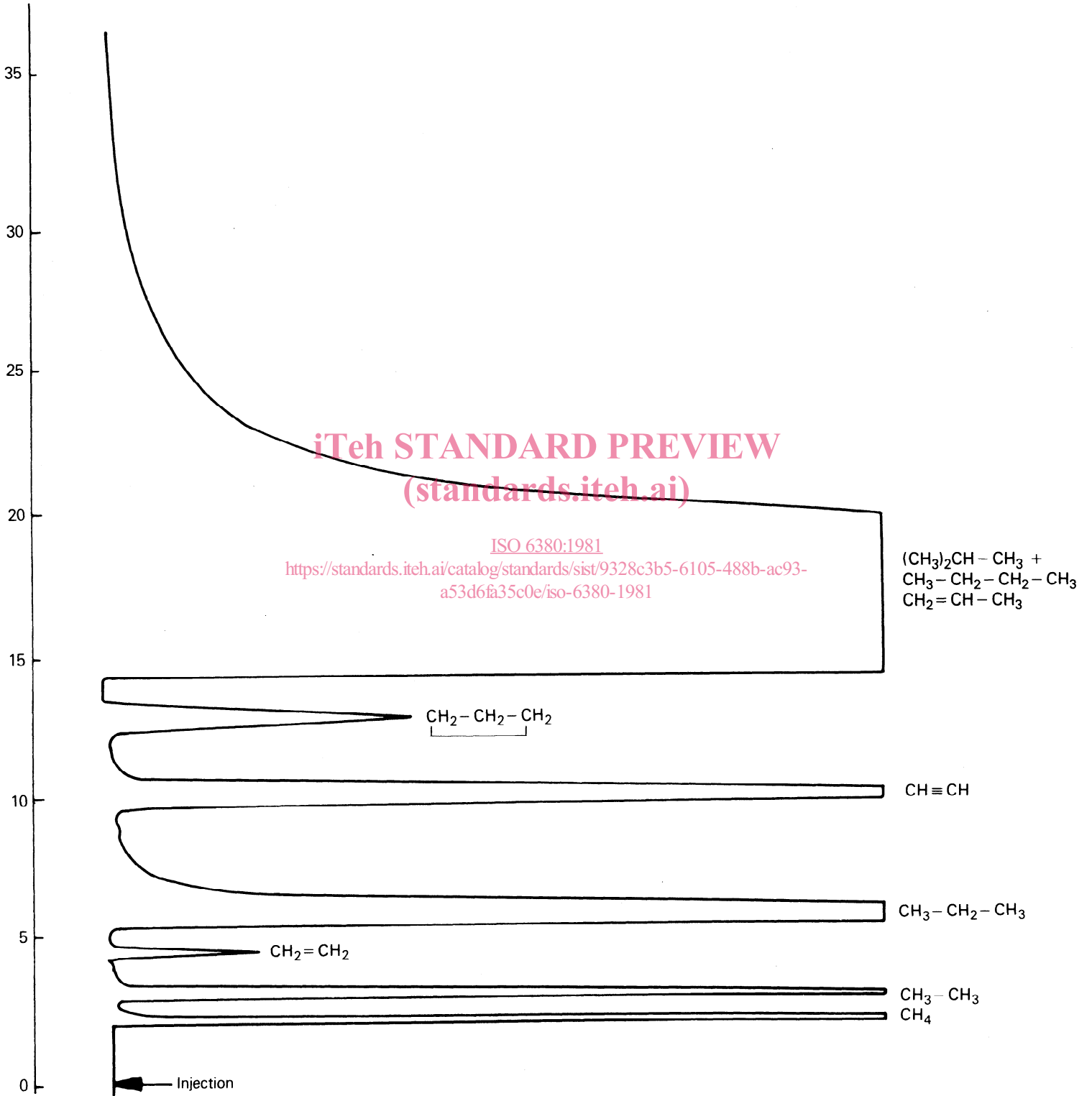


Figure 1 – Chromatogramme type sur colonne Spherosil

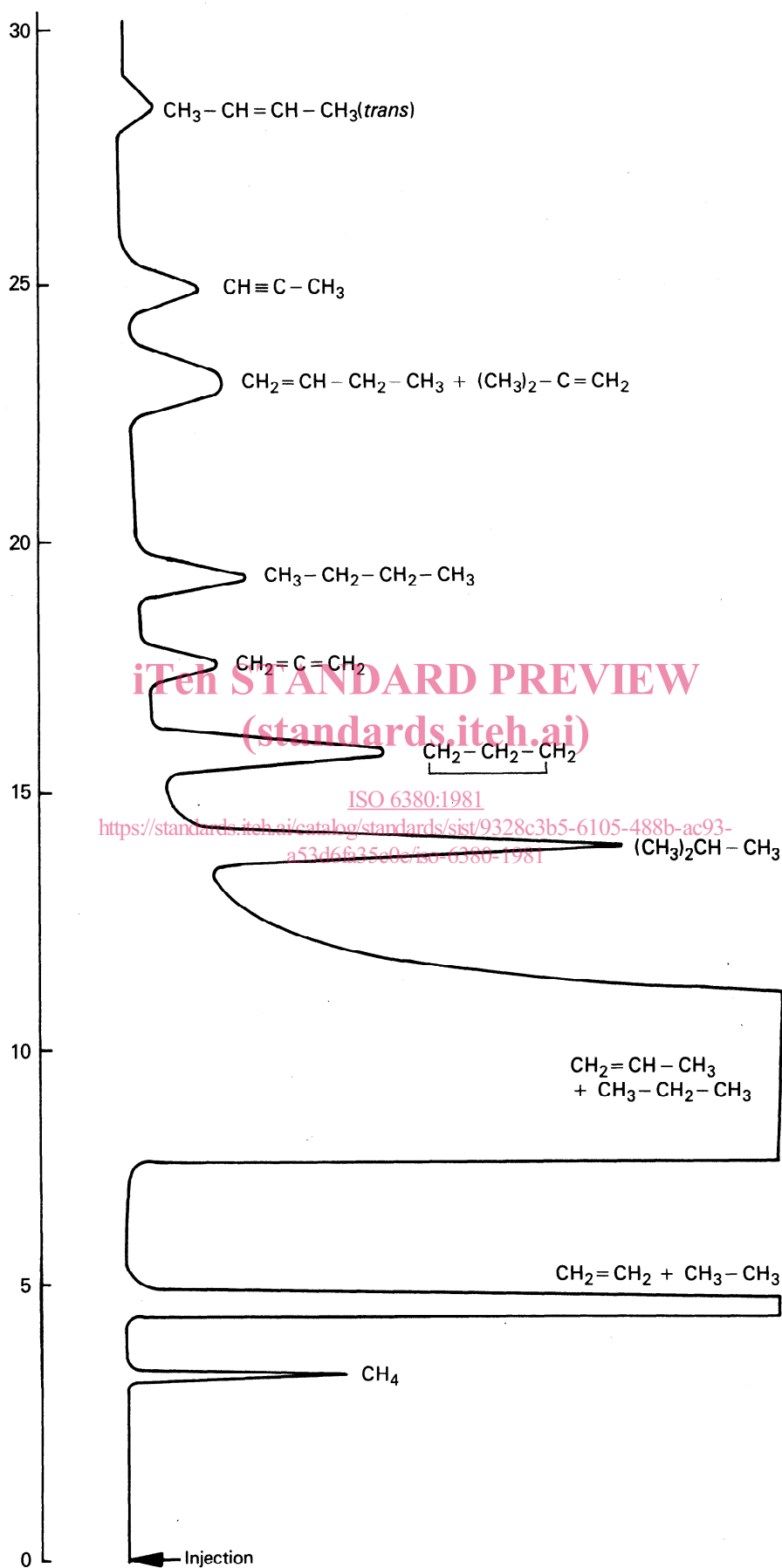


Figure 2 — Chromatogramme type sur colonnes maléate de di-*n*-butyle et phtalate de diéthyle

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6380:1981

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9328c3b5-6105-488b-ac93-a53d6fa35c0e/iso-6380-1981>