
Norme internationale



6381

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

Éthylène et propylène à usage industriel – Dosage des traces de monoxyde et de dioxyde de carbone – Méthode par chromatographie en phase gazeuse

Ethylene and propylene for industrial use – Determination of traces of carbon monoxide and carbon dioxide – Gas chromatographic method

iTeh STANDARD PREVIEW

Première édition – 1981-10-01 (standards.iteh.ai)

[ISO 6381:1981](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/236ba7f9-77fc-4faa-b4b7-511d4991eecd/iso-6381-1981)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/236ba7f9-77fc-4faa-b4b7-511d4991eecd/iso-6381-1981>

CDU 661.715.3 : 543.544 : 543.272.61 / .62

Réf. n° : ISO 6381-1981 (F)

Descripteurs : produit industriel, éthylène, propylène, essai, détermination, monoxyde de carbone, dioxyde de carbone, 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 6381 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'	Corée, Rép. de	Philippines
Allemagne, R.F.	France	Pologne
Australie	Hongrie	Portugal
Autriche	Inde	Roumanie
Belgique	Italie	Suisse
Chine	Pays-Bas	Tchécoslovaquie

Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.

Éthylène et propylène à usage industriel — Dosage des traces de monoxyde et de dioxyde de carbone — 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 traces de monoxyde et de dioxyde de carbone dans l'éthylène et le propylène à usage industriel.

La méthode est applicable aux produits dont la concentration en monoxyde de carbone est supérieure à 0,1 ml/m³ et celle en dioxyde de carbone est supérieure à 0,5 ml/m³.

2 Référence

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

3 Principe

Séparation du monoxyde de carbone, du méthane et du dioxyde de carbone par chromatographie en phase gazeuse sur une colonne garnie de Carbosieve B ou de Porapak N. Passage sur une colonne garnie d'un catalyseur d'hydrogénation qui transforme les oxydes de carbone en méthane, ce qui permet d'utiliser un détecteur à ionisation de flamme pour effectuer les dosages finals.

4 Produits

- 4.1 Hydrogène, pur et sec.
- 4.2 Azote, pur et sec.
- 4.3 Air comprimé, sec.

4.4 Carbosieve B, 60-80 ou Porapak N, 100-120.¹⁾

Le Carbosieve B est un charbon actif spécial ne présentant pas les phénomènes d'adsorption rencontrés avec les charbons actifs usuels. Cependant, il convient d'éviter des contacts prolongés avec l'air, et le gaz éluant doit être sec et exempt d'oxygène.

NOTE — Avec le Porapak N, le dosage du monoxyde de carbone est perturbé par la présence d'air.

4.5 Chromosorb W, AW 80-100.¹⁾

4.6 Nitrate de nickel hexahydraté, [Ni (NO₃)₂.6H₂O], pour analyse.

4.7 Catalyseur à base de nickel, le préparer directement dans le tube de catalyse, comme indiqué au mode opératoire.

NOTE — D'autres catalyseurs peuvent être utilisés, par exemple, un catalyseur au ruthénium réduit.

4.8 Éthylène ou propylène pur, ne contenant aucune des impuretés à doser.

4.9 Mélange étalon, contenant 2 — 10 et 20 ml/m³ de monoxyde de carbone et de dioxyde de carbone dans l'éthylène ou le propylène pur.

5 Appareillage

5.1 Chromatographe, équipé d'un détecteur à ionisation de flamme et d'une vanne d'échantillonnage des gaz.

Les circuits gazeux sont établis suivant la figure 1.

À la sortie de la colonne de chromatographie, les gaz sont envoyés dans un four de catalyse avant de gagner le détecteur.

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).

5.2 Dispositif d'injection.

Une vanne à huit voies permet d'inverser le flux de gaz dans la colonne de chromatographie afin d'empêcher les hydrocarbures à plus de deux atomes de carbone d'atteindre le four de catalyse, dont un exemple de réalisation est illustré par la figure 2.

5.3 Colonnes.

Les colonnes décrites ci-dessous sont données à titre d'exemple. Toutes autres colonnes satisfaisant aux mêmes critères d'efficacité sont utilisables.

5.3.1 Colonne de chromatographie

- nature : Carbosieve B (ou Porapak N)
- longueur : 2 m
- diamètre du tube :
 - extérieur 3,1 mm environ
 - intérieur 2,1 mm environ
- nature du tube : acier inoxydable
- masse volumique apparente après remplissage : 0,4 g/cm³

5.3.2 Colonne de catalyse

- nature : nickel réduit sur Chromosorb W
- longueur : 0,3 m
- diamètre du tube :
 - extérieur 6,4 mm environ
 - intérieur 4,7 mm environ
- nature du tube : acier inoxydable
- masse volumique apparente après remplissage : 0,7 g/cm³

5.4 Détecteur, type à ionisation de flamme.

6 Mode opératoire

6.1 Préparation du catalyseur

Dissoudre 49,5 g de nitrate de nickel (4.6) dans 100 ml d'eau distillée et imprégner avec la solution ainsi obtenue 50 g de Chromosorb W (4.5). Faire évaporer l'eau, remplir le tube de catalyse et l'installer dans le four. Connecter au chromatographe (voir figure 1) sans relier au détecteur. Régler le débit

d'hydrogène à 30 ml/min, purger la colonne durant 1 h, puis chauffer le four à 350 °C et laisser le sel de nickel se réduire pendant au moins 3 h en raccordant la sortie de la colonne à une aspiration. Porter ensuite la température à 500 °C et la maintenir pendant 24 h pour conditionner la colonne.

6.2 Exécution de la mesure

Tenir compte des indications faisant l'objet de l'ISO 6377.

Dans les conditions indiquées ci-après, chromatographier l'échantillon plusieurs fois jusqu'à constance des hauteurs ou des surfaces des pics des impuretés à doser. Actionner la vanne d'inversion du courant du gaz vecteur après élution du dernier constituant à doser.

Chromatographier de même le mélange étalon (4.9).

Identifier les pics sur les chromatogrammes.

6.3 Conditions de chromatographie

6.3.1 Température

- de la colonne de chromatographie :
 - Carbosieve B : 100 °C,
 - Porapak N : 50 °C;

ISO 6381:1981

- de la colonne de catalyse : 500 °C;
- de l'injecteur : ambiante;
- du détecteur : 125 °C.

6.3.2 Gaz porteur

- Hydrogène, à un débit de 30 ml/min (purifié par passage sur tamis moléculaire 5A et amiante sodée ou absorbeur équivalent).

6.3.3 Gaz auxiliaires

- Azote, à 30 ml/min
- Air, à 300 ml/min

6.3.4 Quantité injectée : 1 ml

7 Expression des résultats

Voir ISO 6377.

8 Procès-verbal d'essais

Voir ISO 6377.

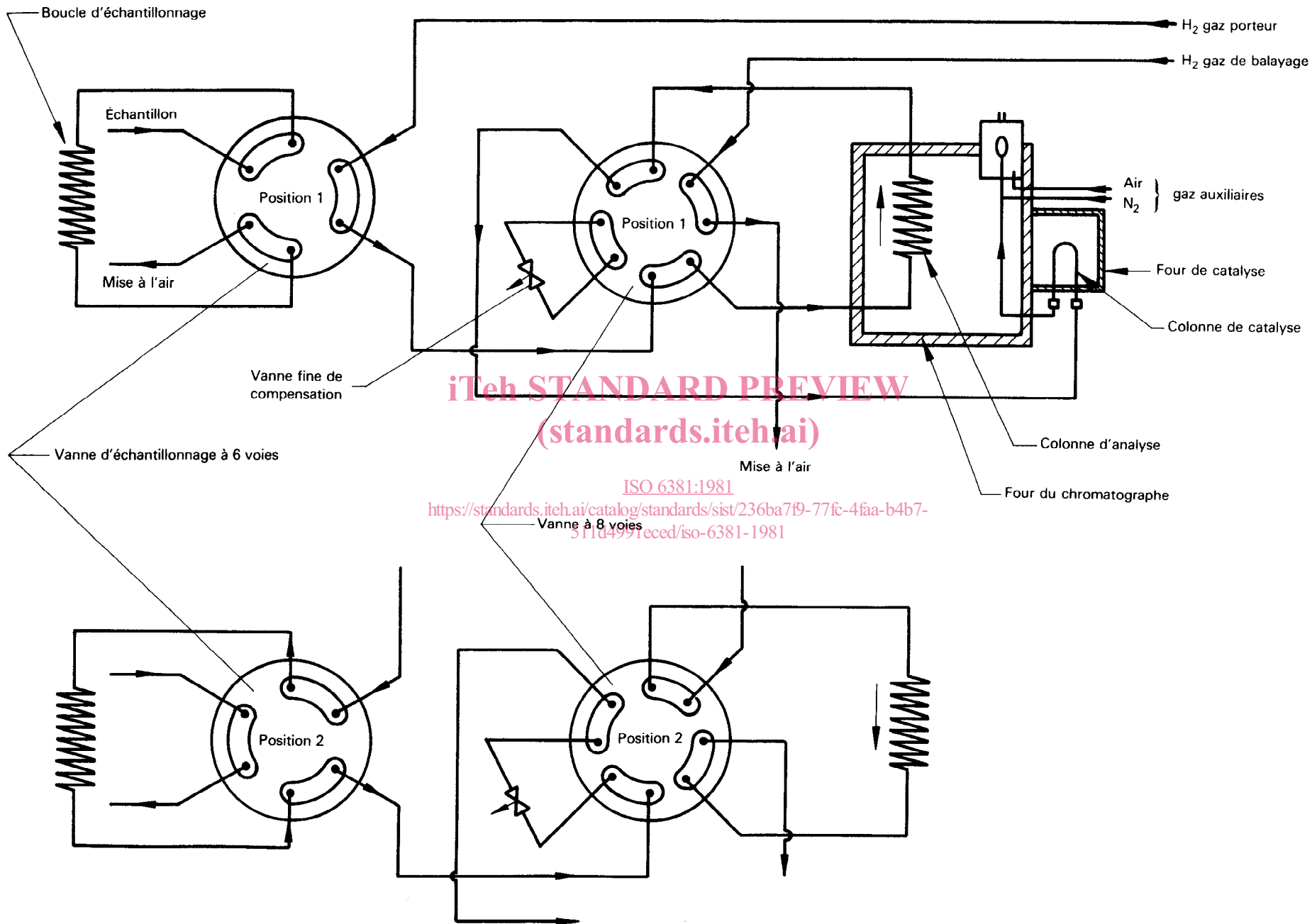


Figure 1 — Appareillage pour le dosage du monoxyde de carbone, du méthane et du dioxyde de carbone dans les gaz

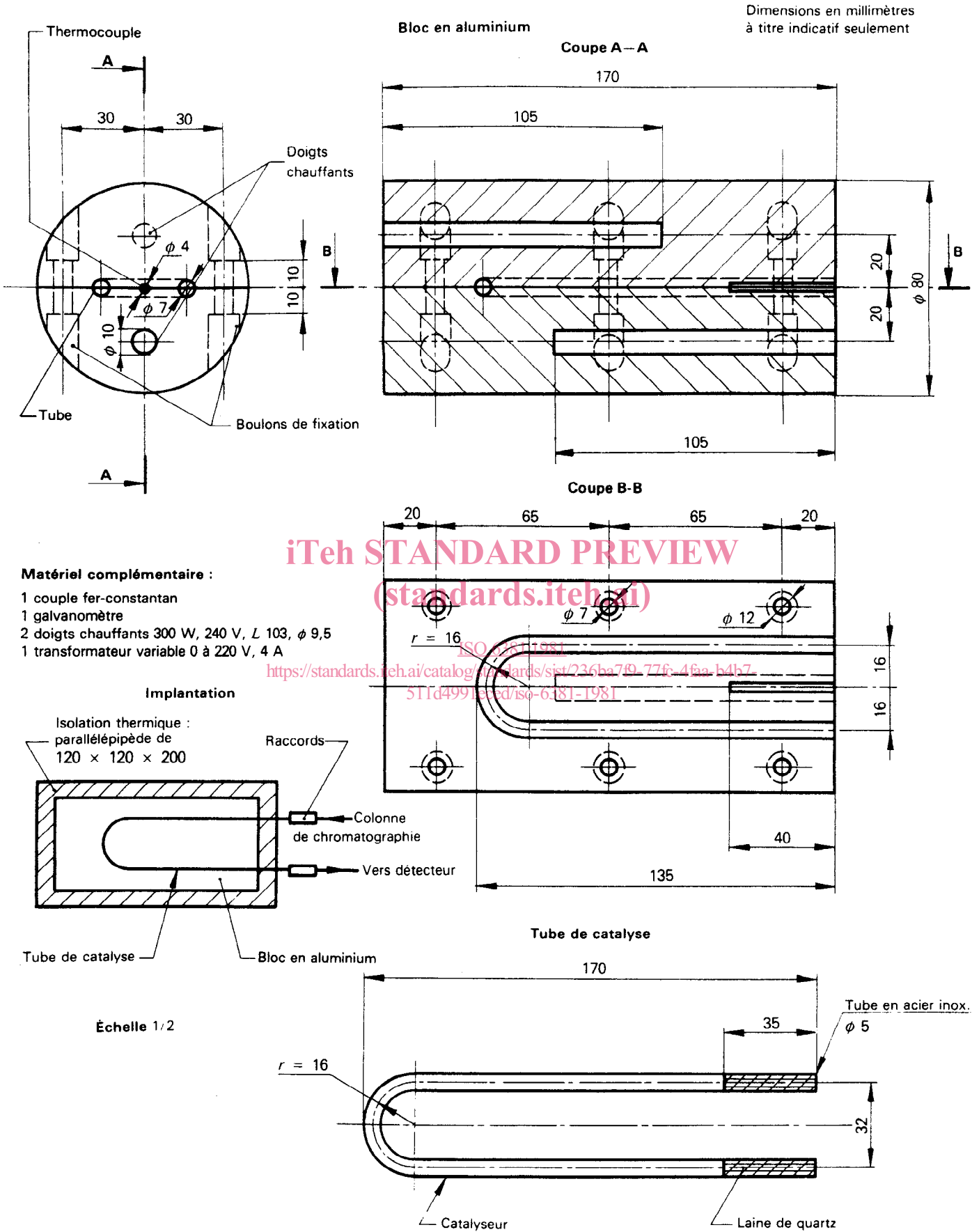


Figure 2 — Four à catalyse

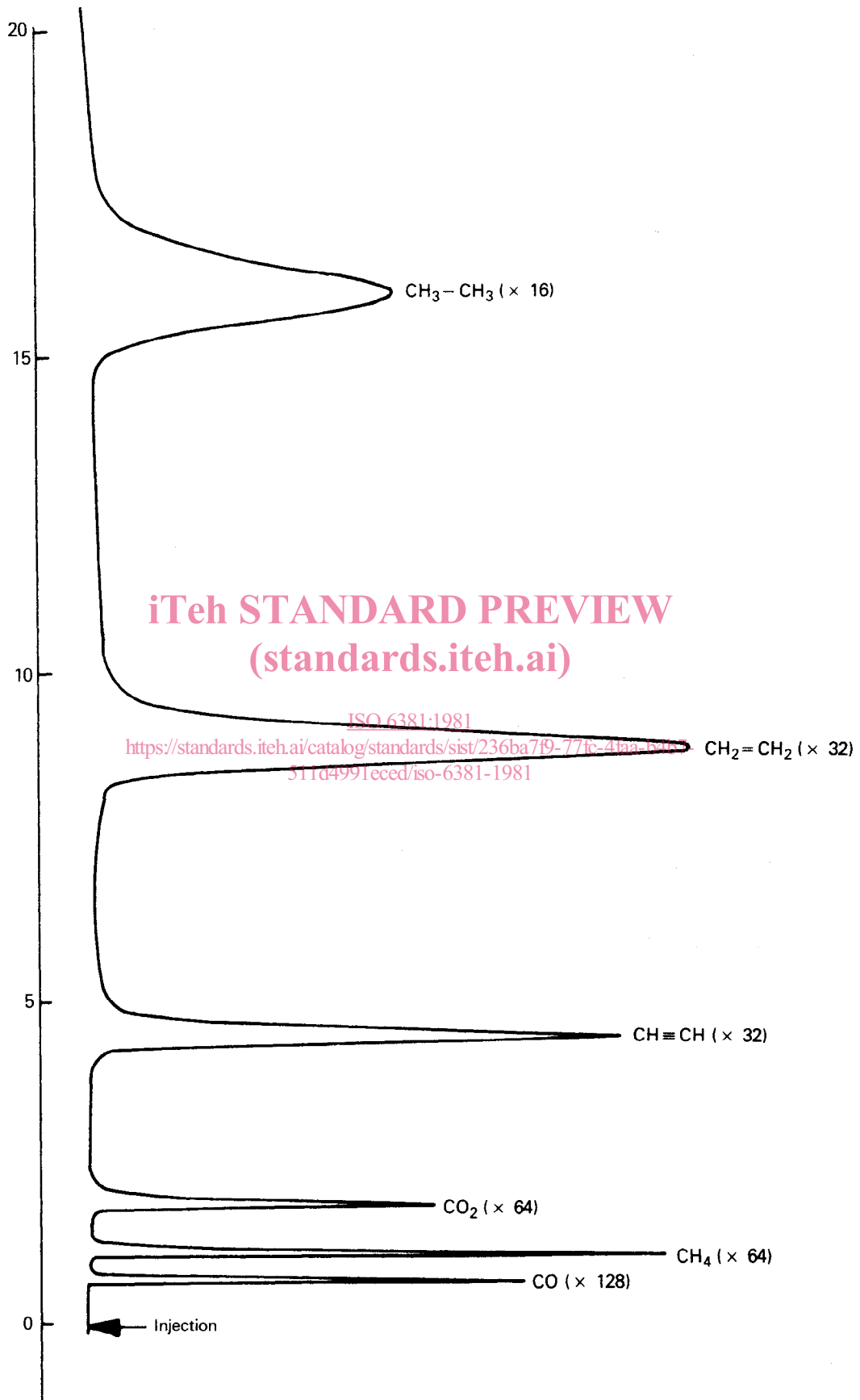


Figure 3 — Chromatogramme type sur colonne Carbosieve B

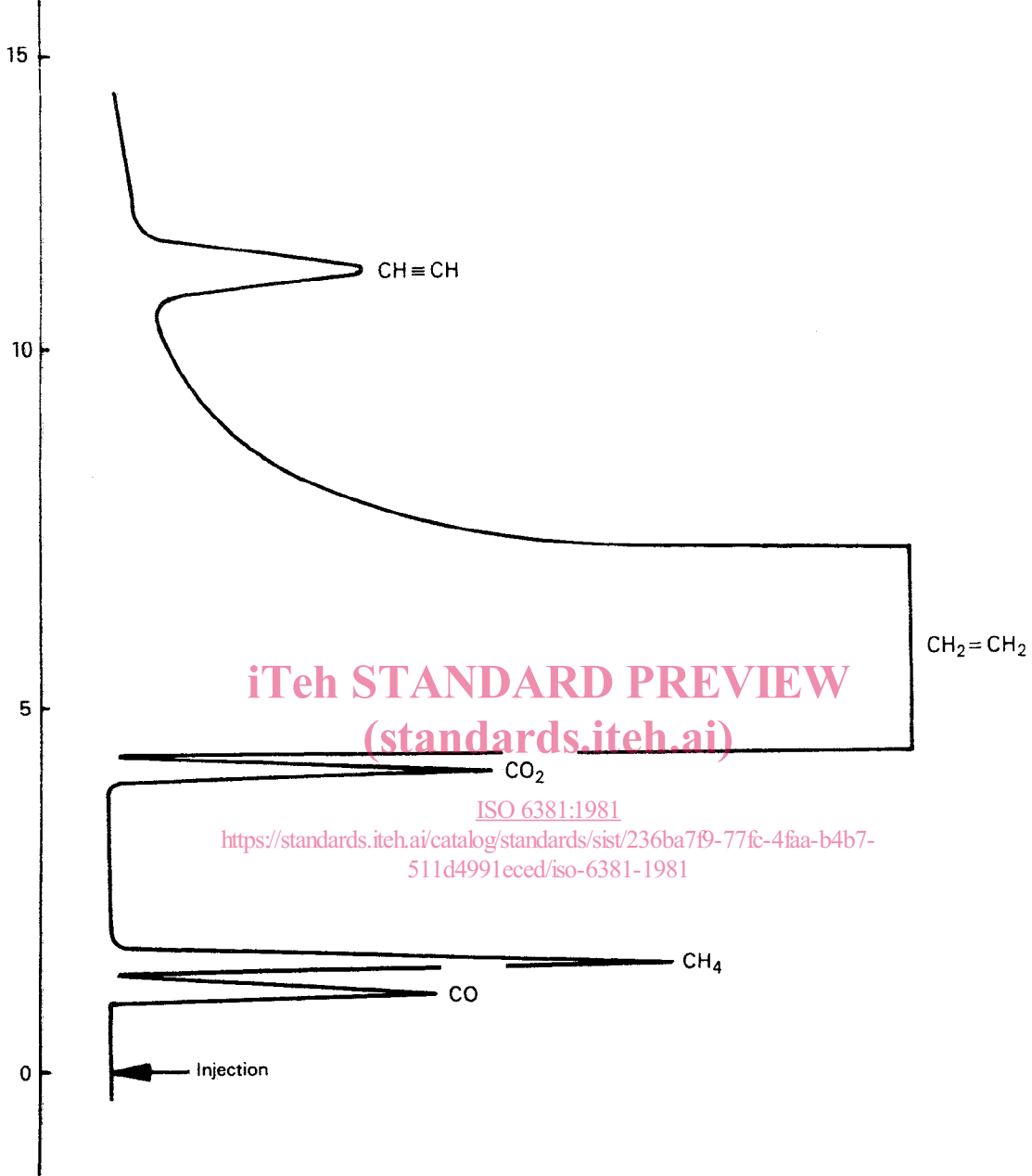


Figure 4 – Chromatogramme type sur colonne Porapak N