
Norme internationale



6792

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

Butadiène à usage industriel — Dosage de l'oxygène et de l'argon dans la phase gazeuse au-dessus du butadiène liquide — Méthode par chromatographie en phase gazeuse

Butadiene for industrial use — Determination of oxygen and argon in the gaseous phase above liquid butadiene — Gas chromatographic method

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Première édition — 1982-06-15

[ISO 6792:1982](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6ff05aac-0e89-4182-97fe-28f12586d4e6/iso-6792-1982>

CDU 678.762 : 543.544 : 546.21 : 546.293

Réf. n° : ISO 6792-1982 (F)

Descripteurs : butadiène, analyse chimique, détermination, oxygène, argon, méthode chromatographique en phase gazeuse, produit industriel.

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 6792 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 47, *Chimie*, et a été soumise aux comités membres en novembre 1980.

STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

[ISO 6792:1982](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6ff05aac-0e89-4182-97fe-28f1258641e6/iso-6792-1982)

Afrique du Sud, Rép. d'	Égypte, Rép. arabe d'	Pologne
Allemagne, R. F.	France	Portugal
Australie	Hongrie	Roumanie
Autriche	Inde	Suisse
Belgique	Irlande	Tchécoslovaquie
Bésil	Italie	Thaïlande
Chine	Mexique	URSS
Corée, Rép. de	Philippines	

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

Pays-Bas

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

Butadiène à usage industriel — Dosage de l'oxygène et de l'argon dans la phase gazeuse au-dessus du butadiène liquide — 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 de l'oxygène et de l'argon dans la phase gazeuse du butadiène liquide à usage industriel.

La méthode est applicable au butadiène dont la phase gazeuse au-dessus du liquide contient plus de 100 ml d'oxygène et d'argon par mètre cube.

La méthode permet d'opérer à deux températures, soit à $-78\text{ }^{\circ}\text{C}$, soit à la température ambiante. À température ambiante, l'oxygène et l'argon ne sont pas séparés et la méthode ne permet donc que la détermination de la teneur globale en ces deux gaz. En opérant à $-78\text{ }^{\circ}\text{C}$, ces deux gaz sont séparés.

2 Références

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

3 Principe

Analyse par chromatographie en phase gazeuse à l'aide d'un détecteur à conductibilité thermique.

4 Produits

4.1. Gaz vecteur : hélium ou hydrogène de pureté $> 99,9\%$, ne contenant ni impuretés organiques, ni eau, ni dioxyde de carbone.

4.2 Mélanges étalons

Préparer ou se procurer des mélanges étalons contenant des quantités variables et connues d'oxygène (et si nécessaire d'argon) dans de l'azote pur ou purifié par un absorbeur approprié. Le domaine de concentration des étalons sera de 50 à 5 000 ml/m³.

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 Chromatographe

Utiliser un appareil de chromatographie en phase gazeuse avec un dispositif d'injection et un détecteur à conductibilité thermique.

Si l'on désire séparer l'oxygène et l'argon, il est nécessaire de maintenir la colonne à la température de la carboglace ($-78\text{ }^{\circ}\text{C}$). Pour cela, placer la colonne dans un vase Dewar rempli de carboglace et d'acétone et la connecter au chromatographe par l'intermédiaire de deux tubes capillaires en acier inoxydable; prévoir, en outre, une pré-colonne remplie de charbon actif pour la rétention des hydrocarbures. Cette pré-colonne doit être contrebalayable.

5.1.1 Dispositif d'injection

Voir ISO 6377

5.1.2 Pré-colonne

5.1.2.1 Remplissage : Charbon actif, de granulométrie 0,17 à 0,25 mm, pour chromatographie en phase gazeuse.

5.1.2.2 Tube :

- en acier inoxydable
- longueur : 80 cm
- diamètre intérieur : 4 mm

5.1.2.3 Température comprise entre 15 et 25 $^{\circ}\text{C}$, maintenue constante à $\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$.

5.1.3 Colonne de séparation

5.1.3.1 Remplissage : Tamis moléculaire 5 A (aluminosilicate de calcium, 0,17 à 0,25 mm)

5.1.3.2 Tube :

- en acier inoxydable
- longueur : 200 cm
- diamètre intérieur : 4 mm

ISO 6792:1982
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6ff05aae-0e89-4182-97fe-28f12586d4e6/iso-6792-1982>

5.1.3.3 Température : Température comprise entre 15 et 25 °C, maintenue constante à ± 1 °C, ou -78 °C (carbo-glace).

5.1.4 Détecteur : du type à conductibilité thermique

5.2 Enregistreur

6 Échantillonnage

Il convient de prendre les précautions nécessaires pour éviter l'introduction d'air au cours du prélèvement ou pendant la conservation soit par infiltration aux jonctions non étanches, soit par diffusion à travers les parois d'un tuyau. Utiliser des ampoules de prélèvement du type de celle représentée sur la figure 1 de l'ISO 6377.

Les tuyaux de raccordement doivent être aussi courts que possible et être de préférence, en verre ou en métal. Purger l'ampoule de prélèvement en y faisant passer un volume d'oléfine à échantillonner égal à environ 100 fois le volume de l'ampoule; ce courant de purge doit être aussi fort que possible. Après cette purge, fermer les robinets de manière à conserver dans l'ampoule une quantité d'oléfine telle qu'une légère surpression subsiste et élimine les risques de pénétration d'air dans l'ampoule.

7 Mode opératoire

7.1 Préparation de l'appareillage

Après remplissage avec le tamis moléculaire, porter la colonne de séparation à 310 à 320 °C sous courant d'hydrogène (environ 100 ml/min) pour éliminer l'eau, le dioxyde de carbone et les traces de produits organiques. Cela peut être fait dans le four du chromatographe s'il permet d'atteindre cette température. Le temps nécessaire à cette régénération se situe entre 1 et 4 h, suivant l'humidité. Pendant le refroidissement, le courant d'hydrogène doit être maintenu. S'il n'est pas possible de chauffer la colonne dans le chromatographe, utiliser un autre four approprié. Le changement de connexions doit être fait aussi rapidement que possible.

7.2 Introduction de l'échantillon

Injecter la prise d'essai sous forme gazeuse, en se conformant aux indications du chapitre 4 de l'ISO 6377.

7.3 Étalonnage

Injecter successivement des mélanges étalons (4.2) de manière à disposer de trois pics correspondant à trois concentrations différentes.

7.4 Dosage

Après la purge du dispositif d'injection avec le gaz d'échantillon, injecter une prise d'essai de 1 ml pour des concentrations

supérieures à 2 000 ml/m³. Pour des concentrations inférieures à 2 000 ml/m³, injecter 5 ml. Enregistrer le chromatogramme.

NOTE — Lorsque la température de la colonne est de -78 °C, il faut après dix introductions, porter la colonne de séparation à la température ambiante durant environ 20 min pour éliminer les composants retenus (azote, méthane, monoxyde de carbone). Si l'on omet cette opération, la ligne de base des chromatogrammes suivants devient irrégulière.

7.5 Calcul

Voir chapitre 6 de l'ISO 6377.

8 Expression des résultats

Exprimer la teneur en oxygène + argon, ou les teneurs en oxygène et en argon, en millilitres par mètre cube.

9 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;

c) concentration en chaque impureté demandée;

d) teneur en oxygène et en argon du 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 à l'entrée de la colonne ou dans la première partie de la colonne (en mégapascals ou en bars)¹⁾,

— 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 = 10⁵ Pa