
Norme internationale



7382

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

Éthylène à usage industriel — Échantillonnage en phase liquide et en phase gazeuse

Ethylene for industrial use — Sampling in the liquid and the gaseous phase

Première édition — 1986-09-15

ITh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 7382:1986](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/35d055c0-3f8c-4e99-9f9a-0c9f49a54bf3/iso-7382-1986)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/35d055c0-3f8c-4e99-9f9a-0c9f49a54bf3/iso-7382-1986>

CDU 661.716.2 : 543.05

Réf. n° : ISO 7382-1986 (F)

Descripteurs : produit industriel, composé chimique, éthylène, échantillonnage, matériel d'échantillonnage.

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 créé à cet effet. 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. Les Normes internationales sont approuvées conformément aux procédures de l'ISO qui requièrent l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 7382 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 47, *Chimie*.

[ISO 7382:1986](#)

L'attention des utilisateurs est attirée sur le fait que toutes les Normes internationales sont de temps en temps soumises à révision et que toute référence faite à une autre Norme internationale dans le présent document implique qu'il s'agit, sauf indication contraire, de la dernière édition.

Éthylène à usage industriel — Échantillonnage en phase liquide et en phase gazeuse

AVERTISSEMENT — Pour mettre en pratique les techniques opératoires décrites dans la présente Norme internationale, il faut impérativement tenir compte de la réglementation officielle en vigueur.

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale décrit les modes opératoires et les précautions à prendre pour l'exécution de prélèvement d'échantillons représentatifs d'éthylène en phase liquide conservés à -100 °C et en phase gazeuse, en vue de leur analyse, à l'exception du dosage de l'eau des autres composés polaires et des hydrocarbures supérieurs à C_5 [pour la préparation d'échantillons pour le dosage de l'eau ou de composés polaires, utiliser l'ISO 8916 (voir chapitre 5)].

Elle établit en outre, dans l'annexe, un schéma donnant des indications sur les moyens d'éliminer la partie d'échantillon non utilisée au cours de l'analyse.

2 Échantillonnage à partir d'un réservoir rempli d'éthylène en phase liquide

2.1 Mesures de sécurité

L'éthylène doit être conservé et transporté en phase liquide à une température inférieure à -100 °C .

La température critique de l'éthylène est $9,5\text{ °C}$ et sa pression critique de $10,5\text{ MPa}$ *. Comme la température d'ébullition de l'éthylène à la pression atmosphérique est de $-103,9\text{ °C}$, il s'ensuit que l'éthylène échantillonné en phase liquide ne peut être maintenu en cet état à la température ambiante, sans tenir compte de la pression. Tout dispositif d'échantillonnage doit pouvoir résister à la pression de l'échantillon après vaporisation.

Les matériaux de construction doivent pouvoir résister à de rapides changements de température, par exemple passer de -100 °C à $+20\text{ °C}$ en 1 ou 2 min. L'acier inoxydable passivé est le matériau choisi de préférence.

À cause de la basse température du produit et respectivement du dispositif d'échantillonnage, les manipulateurs doivent porter des gants en matière plastique ou revêtus de caoutchouc, bien isolés et qui ne se fissurent pas, afin d'être préservés des brûlures. Ils doivent aussi porter des lunettes de protection à coillères étanches.

L'éthylène est extrêmement inflammable et toutes précautions doivent être prises pour éviter la formation d'une atmosphère explosive. Une ventilation appropriée est nécessaire, spécialement pendant les opérations de purge.

D'autre part, les bouteilles d'échantillonnage doivent toujours être reliées à la terre à l'aide d'une pince équipotentielle.

2.2 Appareillage et modes opératoires

Les deux appareils d'échantillonnage décrits ci-dessous ont donné entière satisfaction au cours de leur utilisation et sont disponibles dans le commerce.

2.2.1 Appareil d'échantillonnage n° 1

L'appareil est représenté à la figure 1 et il se compose des pièces suivantes:

Une bouteille d'échantillonnage éprouvée à $34,5\text{ MPa}$, d'une capacité de 0,15 à 1 litre. Cette bouteille doit être équipée d'un tube plongeur, repéré sur la bouteille, qui s'arrête à 30 % de la distance du fond et qui permet de s'assurer que la bouteille ne peut être remplie qu'à 30 % de sa capacité. Cette bouteille est munie d'une vanne d'admission A et d'une vanne de sortie B sur le tube plongeur.

Pour faciliter sa manipulation et pour éviter que l'opérateur ne ressente la brûlure du froid, la bouteille doit être équipée d'un pied et d'une ou deux poignées.

Un tube de liaison en acier inoxydable passivé de 2 m de longueur et de 4 mm de diamètre intérieur, avec raccords filetés, est raccordé au réservoir d'éthylène (vannes P et P') et à la vanne d'admission A de la bouteille d'échantillonnage.

Un raccord en T est monté dans le tube ci-dessus, aussi près que possible de la vanne A de la bouteille d'échantillonnage, pour raccorder un évent en acier inoxydable de 50 cm de longueur et 4 mm de diamètre intérieur et une vanne Q.

Un évent en acier inoxydable de 50 cm de longueur et 4 mm de diamètre intérieur est monté sur la vanne de purge B de la bouteille d'échantillonnage.

2.2.2 Mode opératoire

Ouvrir la vanne P puis la vanne P' sur le point de prélèvement et ouvrir lentement la vanne Q de l'évent, dans le but de purger la ligne de prélèvement.

* $1\text{ MPa} = 10\text{ bar}$

Éviter une purge excessive qui provoquerait la formation de glace sur ou à l'intérieur des éléments de fonctionnement de la vanne et aussi une pollution de l'atmosphère.

Dès que de l'éthylène liquide apparaît à l'évent, fermer la vanne Q.

Ouvrir complètement la vanne B.

Ouvrir lentement la vanne A et laisser remplir la bouteille d'échantillonnage.

Dès que de l'éthylène liquide apparaît au second événement, fermer la vanne A et, seulement après, la vanne B peut être fermée.

Fermer les vannes P' et P sur le point de prélèvement, ouvrir la vanne Q et débrancher la bouteille d'échantillonnage.

2.2.3 Appareil d'échantillonnage n° 2

L'appareil est représenté à la figure 2 et il se compose des pièces suivantes :

Une bouteille A de 150 ml, éprouvée à 34,5 MPa, munie d'une vanne d'admission V₁, d'une vanne de sortie V₂ et d'un système de vanne de sûreté sous charge pour opérer à 10 MPa environ.

Une enveloppe isolante disposée autour de la bouteille A pour maintenir le froid.

Une seconde bouteille B de 1 000 ml, éprouvée à 12,5 MPa, munie d'une vanne de sortie V₃ et d'un système de vanne de sûreté.

Un court conduit en acier inoxydable se trouve relié au tuyau de sortie immédiatement après la vanne de sûreté de la bouteille A, mais avant la vanne 2, et qui est relié à l'arrivée de la bouteille B. Il supporte un manomètre C de 0 à 50 MPa, une vanne V₄ et un manomètre D de 0 à 20 MPa.

2.2.4 Mode opératoire

Relier le dispositif d'échantillonnage au réservoir d'éthylène et fermer la vanne V₂, vanne de sortie de l'éthylène liquide, et ouvrir la vanne V₃, vanne de sortie de la bouteille d'échantillonnage d'éthylène en phase gazeuse. Ouvrir la vanne d'admission V₁ de la bouteille d'échantillonnage d'éthylène liquide et la contrôler de façon à obtenir durant 5 min une purge lente de vapeur d'éthylène à travers le dispositif d'échantillonnage.

Ouvrir la vanne V₂ et fermer la vanne V₃ quand la pression est juste positive à la sortie.

Quand l'éthylène liquide sort de la vanne V₂, maintenir encore la purge durant 5 min. Fermer ensuite, dans l'ordre, la vanne V₁ et la vanne V₂.

Fermer le point de prélèvement, détendre la pression et déconnecter l'appareillage.

Enlever l'enveloppe isolante de la bouteille A. Il devrait y avoir normalement une accumulation progressive de la pression, de 3,5 à 4,5 MPa mesurés sur le manomètre D. Pour compléter la vaporisation, on peut appliquer à la bouteille A un chauffage avec une rampe à vapeur.

Si la pression s'élève rapidement à 7,0 MPa mesurés sur le manomètre C, ouvrir la vanne V₁, puis la vanne V₂.

2.3 Entretien des appareils d'échantillonnage

Il a été démontré que les bouteilles d'échantillonnage d'éthylène pouvaient être contaminées par de l'huile, de l'eau ou des solvants quand elles avaient été utilisées pendant un certain temps, cela pouvant être une cause d'irrégularité dans les résultats d'analyses ultérieures. Si l'on soupçonne une contamination, la bouteille pourra être nettoyée par purge avec un courant de vapeur surchauffée suivi d'azote sec alors que la bouteille est encore chaude. Les bouteilles neuves doivent être rendues exemptes d'air en effectuant une purge avec un gaz inerte: de l'hélium, de l'argon ou de l'azote de préférence en amenant la bouteille à une pression de 10 MPa et en la purgeant; cette opération doit être effectuée trois fois.

3 Échantillonnage de l'éthylène en phase gazeuse

Bien que le prélèvement en phase liquide soit le plus couramment utilisé, il peut être parfois avantageux, lorsque les règlements de sécurité le permettent et qu'une faible partie de l'échantillon seulement est nécessaire, d'effectuer directement un prélèvement en phase gazeuse (voir schéma donné à titre indicatif sur la figure 3).

Dans ce cas, le mode opératoire est le suivant :

Effectuer le prélèvement à l'aide d'une vanne réglable. Cette vanne doit être montée sur la conduite de sortie de l'ampoule de prélèvement de gaz de façon à évacuer vers le haut.

L'ampoule de prélèvement doit être reliée au réservoir d'éthylène par un tube en silicone (ou en polytétrafluoréthylène) le plus court possible. Cette partie du tube ne doit être utilisée qu'une fois de façon à éviter tout transfert de traces d'impuretés dans les échantillons qui deviendraient non représentatifs.

Si la distance entre la vanne et l'ampoule de prélèvement ne peut être inférieure à 20 cm, utiliser un tube en verre approprié au lieu du tube en silicone.

Avant de prélever un échantillon représentatif, purger suffisamment les ampoules de prélèvement par un balayage de gaz correspondant à au moins 20 fois le volume de l'ampoule de prélèvement.

4 Procès-verbal d'échantillonnage

Un procès-verbal d'échantillonnage doit être rédigé, contenant toutes les informations essentielles se rapportant au produit échantillonné.

Il doit contenir au moins les indications suivantes :

- référence de la présente Norme internationale;
- identification précise telle que nom et numéro correspondant à celui de l'étiquette figurant sur la bouteille d'échantillonnage;

- c) date et durée de prélèvement de l'échantillon;
- d) importance approximative de la livraison;
- e) commentaires sur toutes anomalies telles que contamination éventuelle;
- f) compte rendu de toutes opérations non prévues dans la présente Norme internationale ou de toutes opérations facultatives.

5 Bibliographie

ISO 8916, *Éthylène à usage industriel — Dosage de traces d'eau et de composés polaires — Préparation d'échantillons concentrés par piégeage cryogénique.* (Actuellement au stade de projet.)

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 7382:1986](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/35d055c0-3f8c-4e99-9f9a-0c9f49a54bf3/iso-7382-1986)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/35d055c0-3f8c-4e99-9f9a-0c9f49a54bf3/iso-7382-1986>

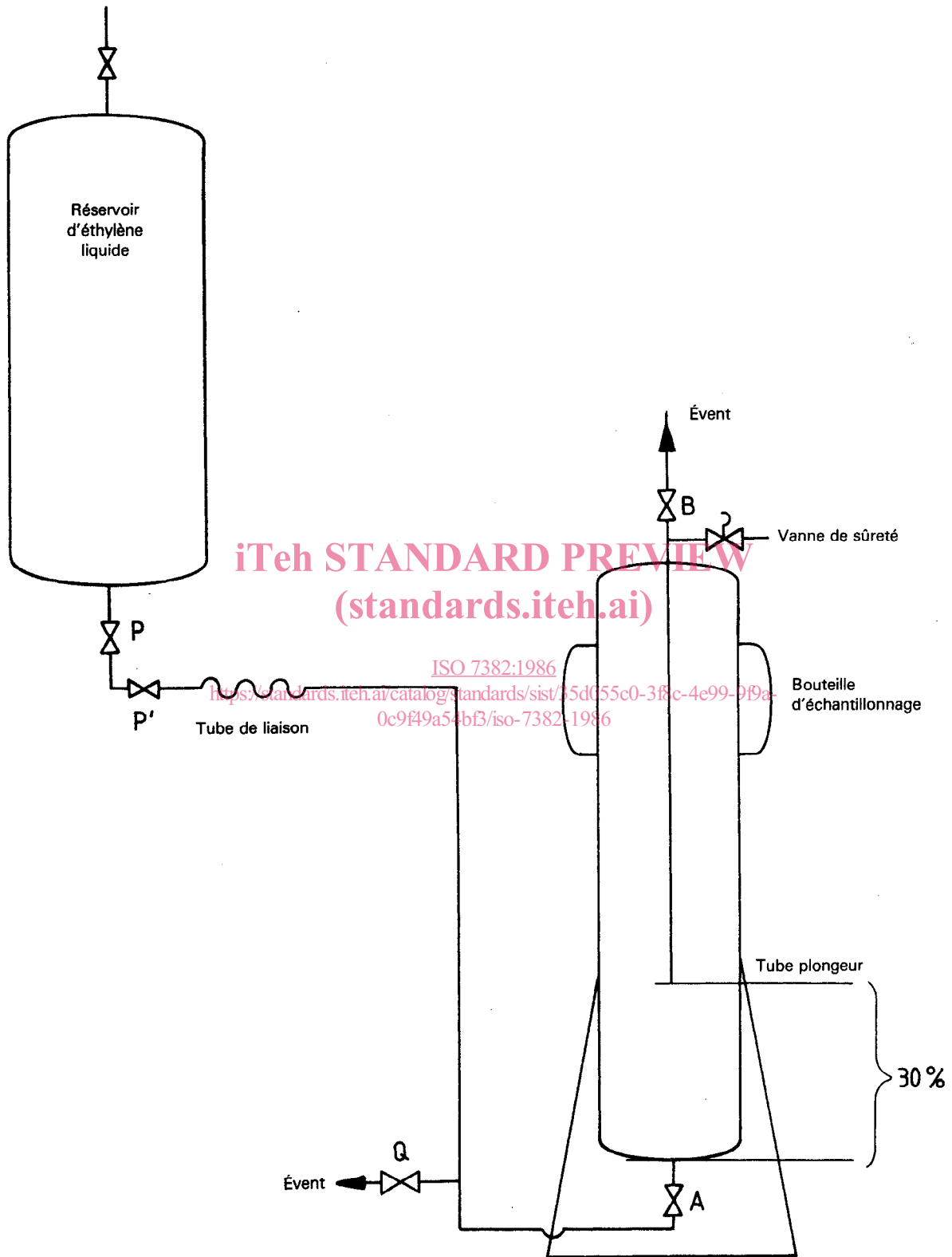


Figure 1 — Appareil d'échantillonnage n° 1 d'éthylène liquide

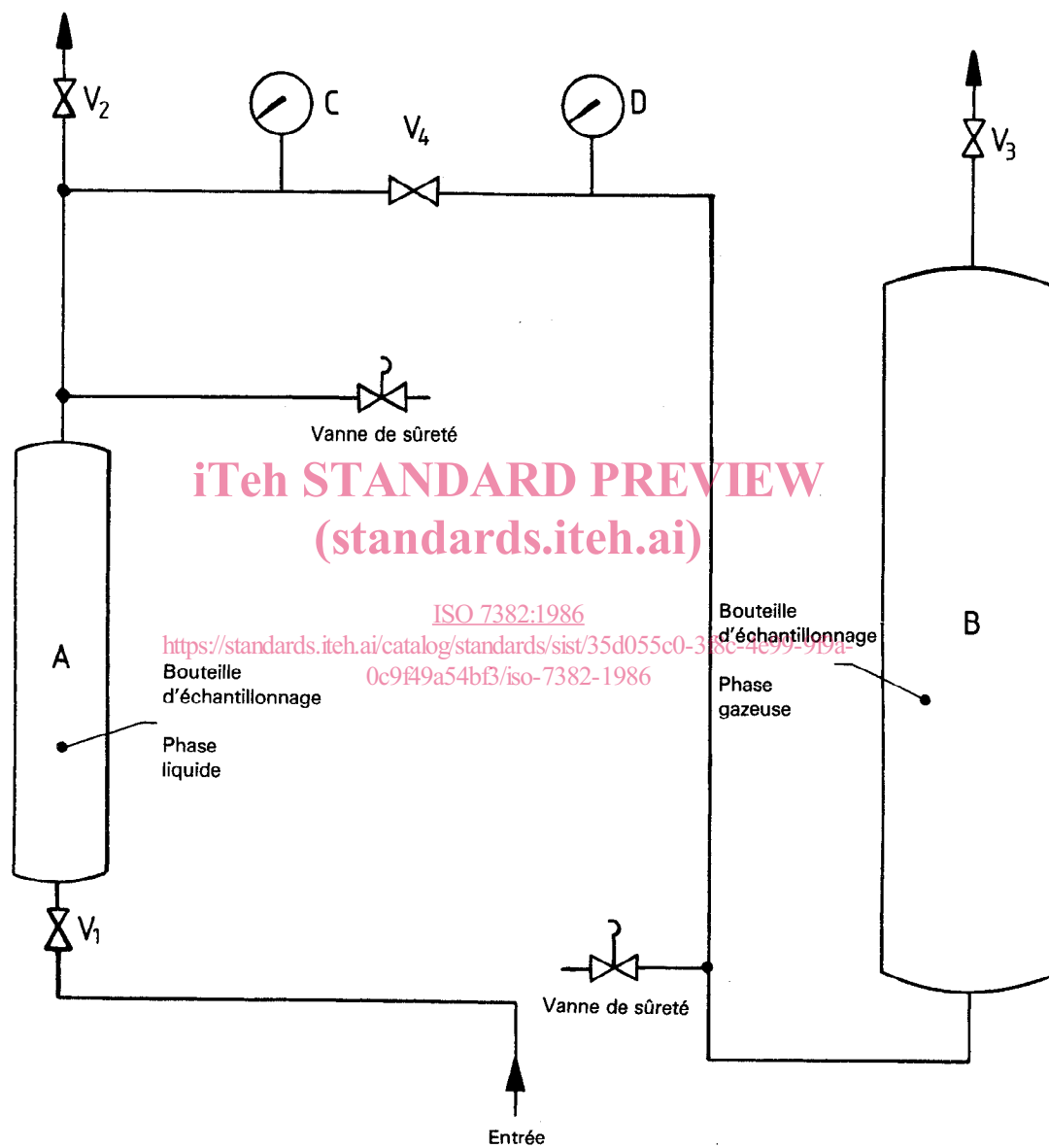


Figure 2 — Appareil d'échantillonnage n° 2 d'éthylène liquide

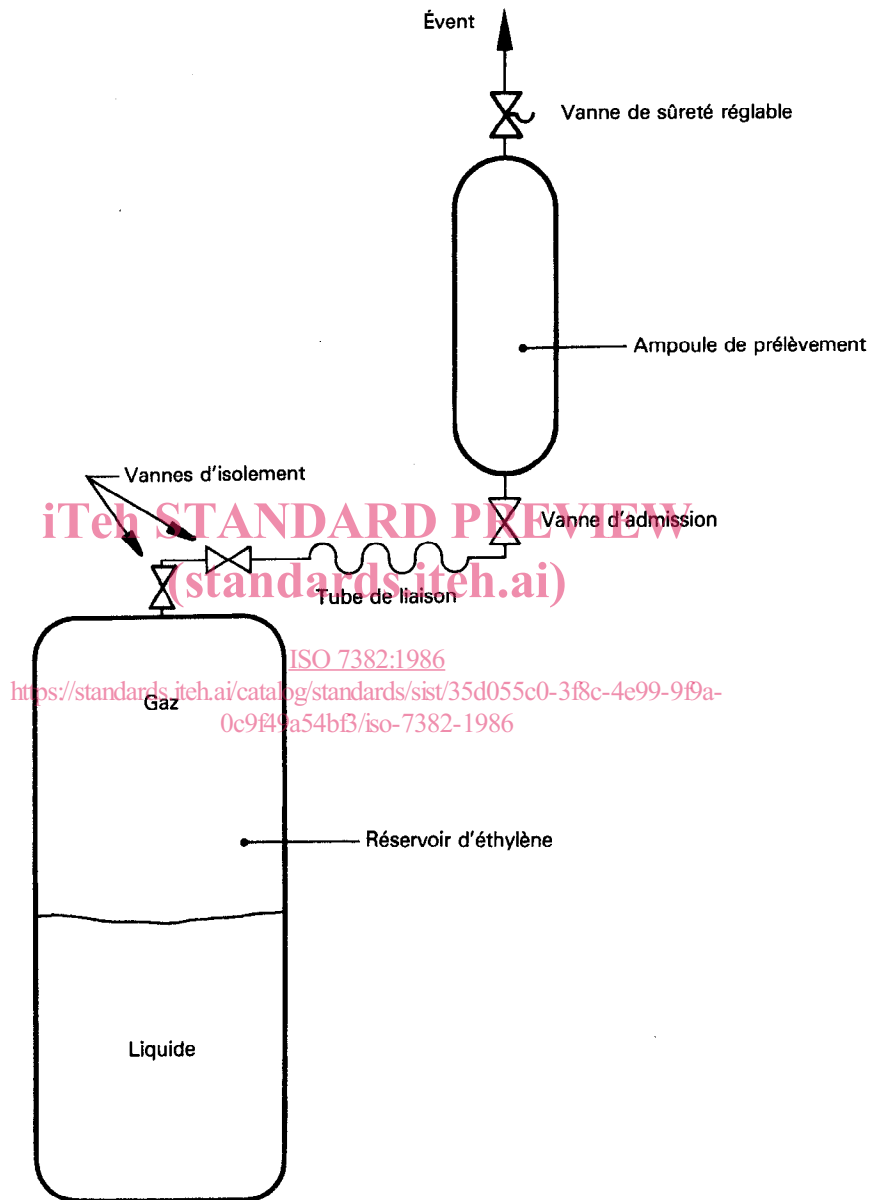


Figure 3 — Schéma d'échantillonnage d'éthylène en phase gazeuse

Annexe

Systeme d'évacuation des échantillons d'oléfines légères liquéfiées ou gazeuses

(Cette annexe fait partie intégrante de la norme.)

NOTE — Les pressions d'air et de vapeur d'eau sont données à titre indicatif.

AVERTISSEMENT — Avant de purger les bouteilles, les relier impérativement à la terre à l'aide d'une pince équipotentielle.

Systeme de purge: Raccord flexible approprié selon la bouteille d'échantillonnage utilisée.

Éjecteur à air: Modèle courant.

