

NORME INTERNATIONALE

ISO
7941

Première édition
1988-08-01



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

Propanes et butanes commerciaux — Analyse par chromatographie en phase gazeuse

Commercial propane and butane — Analysis by gas chromatography

STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 7941:1988

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9c8b1ab3-2256-4e3c-a73a-d15fa133fb8e/iso-7941-1988>

Numéro de référence
ISO 7941 : 1988 (F)

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 en général 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. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

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 7941 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 28, *Produits pétroliers et lubrifiants*.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9c8b1ab3-2256-4e3c-a73a-d15fa133fb8e/iso-7941-1988>

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.

Propanes et butanes commerciaux — Analyse par chromatographie en phase gazeuse

AVERTISSEMENT: Précautions de sécurité — Lorsque des GPL sont soumis à des essais, il est essentiel d'observer les précautions de sécurité appropriées et de respecter toute réglementation applicable à l'installation, à l'appareillage et au stockage. Une attention particulière doit être portée aux points suivants:

- a) Les GPL peuvent provoquer des brûlures sérieuses par le froid et ne doivent pas être en contact avec la peau. Pendant les opérations d'échantillonnage de GPL, des lunettes et des gants doivent être portés.
- b) Le déchargement de GPL peut donner lieu à la formation d'électricité statique, et il est essentiel de mettre à la terre les récipients avant et pendant la durée d'une opération de déchargement.

Lorsque l'hydrogène est utilisé comme gaz vecteur, des précautions spéciales de sécurité doivent être prises. En particulier, l'absence de fuites sur la ligne d'hydrogène doit soigneusement être contrôlée, spécialement dans le four.

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de dosage par chromatographie en phase gazeuse des hydrocarbures présents dans les gaz de pétrole liquéfiés (GPL), à l'exclusion des constituants dont la teneur est inférieure à 0,1 % (*m/m*). Elle s'applique au propane, au butane et à leurs mélanges commerciaux qui peuvent contenir des hydrocarbures en C₂, C₃, C₄ et C₅, saturés ou non. Elle ne s'applique pas en chromatographie en continu.

2 Références

ISO 565, *Tamis de contrôle — Tissus métalliques, tôles perforées et feuilles électroformées — Dimensions nominales des ouvertures*.

ISO 4257, *Gaz de pétrole liquéfiés — Méthode d'échantillonnage*.¹⁾

3 Principe

Séparation physique des constituants d'un échantillon de GPL par chromatographie en phase gazeuse. Identification des constituants par comparaison des chromatogrammes d'un mélange étalon ou d'hydrocarbures purs ou par référence aux volumes relatifs de chromatogrammes types. Calcul des teneurs par mesure des aires de pic enregistrées et par application des coefficients de réponse.

4 Définitions

4.1 coefficient de réponse: Facteur utilisé pour tenir compte du fait que des quantités égales de constituants différents produisent des signaux inégaux dans le détecteur.

4.2 pic: Partie du chromatogramme enregistrant la réponse du détecteur pendant l'élution d'un constituant dans la colonne.

4.2.1 aire de pic: Surface limitée par le contour du pic et la ligne de base.

4.2.2 hauteur de pic: Distance entre le maximum du pic et la ligne de base.

4.2.3 largeur de pic: Portion de la ligne de base interceptée par les tangentes aux points d'inflexion sur les côtés du pic.

La **largeur à mi-hauteur du pic** est représentée par la portion d'une ligne tracée parallèlement à la ligne de base à mi-hauteur du pic, comprise entre les côtés du pic.

Si la ligne de base s'écarte de l'horizontale, les deux caractéristiques seront représentées par la projection des deux segments sur l'axe horizontal.

4.2.4 résolution de pics: Étendue qui sépare les pics de deux composants ou qui caractérise leur recouvrement. Elle est exprimée à l'aide de l'équation de 6.3.3. Les valeurs inférieures à 1 caractérisent un recouvrement, supérieures à 1, une séparation.

4.3 Rétention

4.3.1 temps [ou volume] de rétention corrigé: Temps écoulé [ou volume de gaz sorti de la colonne] entre le moment de l'élution des composants non retenus (par exemple l'air ou le méthane) et le moment de l'élution du composant considéré, ces moments étant définis par référence aux maxima des pics.

1) À publier.

Quand un détecteur à ionisation de flamme est utilisé, l'origine des temps de rétention corrigés est déterminée à partir des temps de rétention non corrigés de trois paraffines normales consécutives comme suit:

$$t_0 = \frac{t_1 t_3 - t_2^2}{t_1 + t_3 - 2t_2}$$

où

- t_0 est le temps de rétention du composant non retenu;
- t_1 est le temps de rétention du composant 1;
- t_2 est le temps de rétention du composant 2;
- t_3 est le temps de rétention du composant 3.

4.3.2 rétention relative: Rapport du temps [ou volume] de rétention corrigé d'un composant à celui d'un composant de référence normalisé.

4.4 normalisation interne: Procédure par laquelle la concentration d'un composant est déterminée en comparant son aire de pic corrigée (produit de l'aire de pic par le coefficient de réponse) à la somme d'aires de pics corrigées de tous les composants.

5 Produits nécessaires

5.1 Gaz vecteur

Hydrogène (voir **avertissement** en page 1), hélium ou azote, exempts d'hydrocarbures, oxygène et eau.

5.2 Produits étalons

Corps purs ou mélanges de corps purs de composition certifiée, de points d'ébullition compris dans la plage des points d'ébullition des GPL.

6 Appareillage

6.1 Généralités

Appareil commercial pour chromatographie en phase gazeuse comportant les principaux éléments suivants et satisfaisant aux exigences définies en 6.2 à 6.7, ou chromatographe:

- a) dispositif de réglage du débit du gaz vecteur;
- b) dispositif d'injection (voir 6.2);
- c) four et colonne appropriée;
- d) détecteur (voir 6.4);
- e) enregistreur et, généralement, intégrateur (voir 6.5).

6.2 Dispositif d'injection

Vanne d'injection en phase liquide permettant des prises d'échantillon de 0,5 à 1 µl, ou vanne d'injection en phase gazeuse permettant des prises d'échantillon allant jusqu'à 0,5 ml.

6.3 Colonnes

Les types de colonnes décrits ci-dessous ont été reconnus comme convenables et sont recommandés. D'autres types de colonnes peuvent être utilisés, à condition de satisfaire au critère de résolution indiqué en 6.3.3 et dans la mesure où les rétentions relatives des autres hydrocarbures sont bien connues.

6.3.1 Matériau des colonnes

Les colonnes peuvent être réalisées en verre, cuivre, acier inoxydable ou aluminium et doivent posséder les dimensions et formes suivantes.

6.3.1.1 Dimensions

- a) Dans le cas du propane commercial, colonne de 8 m de di-*n*-butyle maléate + 3 m de ββ'-oxy-dipropio-nitrile.
- b) Dans le cas du butane commercial, colonne de 8 m de di-*n*-butyle maléate.
- c) Pour les deux types de produits, colonne de 6 m de sébaconitrile (1-8 dicyano-octane).

Des tubes avec un diamètre extérieur de 2 mm ou 5 mm sont recommandés, en fonction des dimensions du four du chromatographe. Le diamètre externe doit être adapté au type de chromatographe.

6.3.1.2 Forme

Toute forme d'enroulement appropriée qui convient aux dimensions du four et ne présente pas de courbures aiguës.

6.3.2 Remplissage

6.3.2.1 Support solide

Chromosorb P¹⁾, lavé à l'acide et tamisé de façon à obtenir une granulométrie comprise entre 150 µm et 250 µm (voir ISO 565).

6.3.2.2 Phase stationnaire

Nature chimique:

- di-*n*-butyle maléate et ββ'-oxy-dipropio-nitrile [6.3.1.1a) et 6.3.1.1 b)]
- sébaconitrile (1-8 dicyano-octane) [6.3.1.1 c)]

1) Chromosorb P est l'appellation commerciale d'un produit disponible sur le marché. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs de la présente Norme internationale et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif du produit ainsi désigné. Des produits équivalents peuvent être utilisés s'il est démontré qu'ils conduisent aux mêmes résultats.

Taux d'imprégnation:

- 25 g de phase stationnaire pour 75 g de support pour les colonnes 6.3.1.1 a) et 6.3.1.1 b)
- 20 g de phase stationnaire pour 80 g de support pour la colonne 6.3.1.1 c).

Solvant:

- pentane pour les colonnes 6.3.1.1 a) et 6.3.1.1 b)
- dichlorométhane et toluène pour la colonne 6.3.1.1 c).

Mode d'imprégnation:

Dissoudre 25 g [ou 20 g pour la colonne 6.3.1.1 c)] de phase stationnaire dans suffisamment de solvant pour que les 75 g [ou 80 g pour la colonne 6.3.1.1 c)] de support soient recouverts entièrement par la solution.

Couvrir le support solide de solution et agiter à l'aide d'un agitateur de verre jusqu'à ce que l'excès de solvant soit évaporé ou absorbé. Transférer ensuite dans un évaporateur pour enlever les dernières traces de solvant jusqu'à ce que le support soit sec et ne présente plus cet aspect aggloméré.

Tamiser doucement le support ainsi préparé et conserver la fraction 180 µm à 250 µm.

6.3.2.4 Conditionnement de la colonne

La colonne sera maintenue à une température de 40 °C pendant 5 h avec un débit de gaz porteur, le détecteur étant déconnecté de la sortie de la colonne.

6.3.3 Résolution dans les conditions expérimentales recommandées

La qualité de résolution indiquée ci-dessous sera obtenue pour le couple propane-propylène dans le cas des propane commerciaux et pour le couple propylène-isobutane dans le cas des butanes commerciaux (voir figure 1).

$$R_{AB} = 2 \frac{[d'_{R(B)} - d'_{R(A)}]}{w_A + w_B} \geq 1,5$$

où

A, B sont les couples de composants propane-propylène ou propylène-isobutane;

R_{AB} est la résolution pour deux pics A et B;

$d'_{R(A)}$ et $d'_{R(B)}$ sont les temps de rétention corrigés pour les composants A et B, les temps étant exprimés en distances, en millimètres, sur l'enregistrement;

w_A et w_B sont les largeurs de pic des composants A et B.

6.3.2.3 Méthode de remplissage

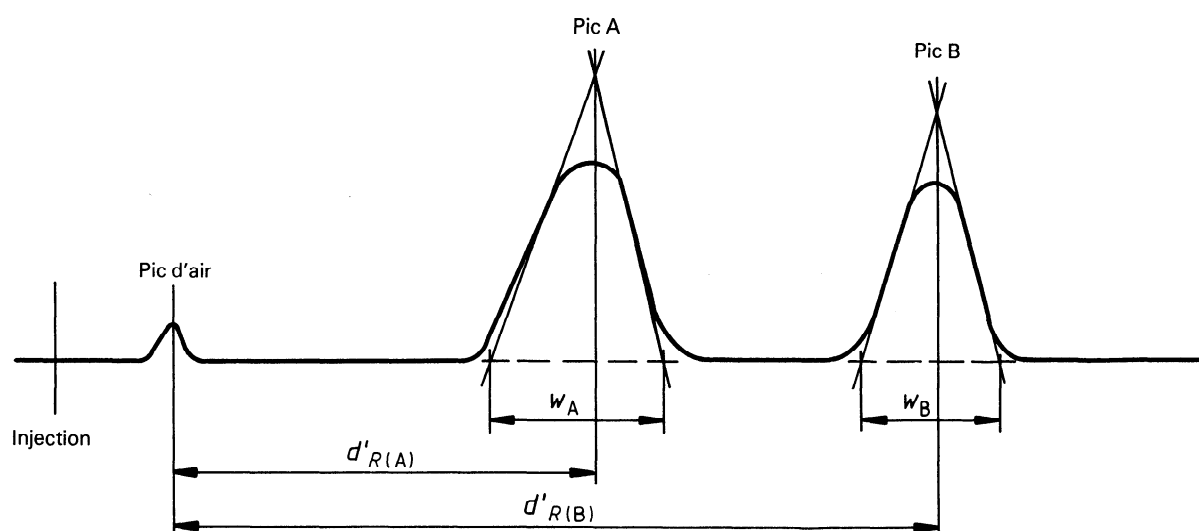
Utiliser une méthode de remplissage qui garantisse des colonnes reproductibles. L'écoulement du support dans la colonne peut être facilité par application du vide à la sortie de la colonne et un tassement régulier peut être obtenu par tapotements ou vibrations limitées.

ISO 7941:1988

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/64b10c22-220e-433c-a73a-11d15300c0iso-7941-1988>

6.4 Détecteur

Le détecteur sera à conductibilité thermique (type filament chaud ou thermistor) ou à ionisation de flamme. Le système sera capable de détecter une concentration de 0,1 % de tout composant séparé. Lorsqu'un enregistreur est utilisé et que les



Le diagramme montre le pic d'air, mais ce pic n'apparaîtra pas avec un détecteur à ionisation de flamme.

Figure 1 — Mesures pour la détermination de la résolution

pics sont mesurés, la hauteur du pic pour cette concentration sera supérieure au bruit de fond d'au moins 5 divisions de l'échelle sur une échelle de 0 à 100 divisions. Le niveau du bruit de fond ne devra pas dépasser 1 division de l'échelle. Quand il est fait appel à une intégration électronique, le signal correspondant à une concentration de 0,1 % devra être mesurable avec une précision ne dépassant pas 20 % lorsque l'échantillon est analysé.

Contrôler la linéarité de réponse de l'appareil en injectant une série de mélanges de gaz de référence à concentrations connues variant largement ou en injectant des gaz purs à des pressions partielles différentes connues.

6.5 Enregistreur et, éventuellement, intégrateur ou calculateur

Enregistreur potentiométrique possédant les caractéristiques suivantes

- a) un temps de réponse pleine échelle inférieur ou égal à 1 s;
- b) une vitesse d'entraînement telle que la largeur du premier pic à mesurer soit au moins de 3 mm à mi-hauteur.

Les aires de pics seront mesurées soit manuellement, comme décrit en 8.4.3, soit par intégration électronique. Les deux techniques ont été utilisées pour établir les résultats de fidélité figurant au chapitre 10.

L'intégrateur possédera les caractéristiques suivantes:

- a) une plage de tension d'entrée importante (0-1 V);
- b) possibilité de tracer des lignes de base et de mesurer des pics sur des lignes de base dérivant.

6.6 Atténuateur

Les hauteurs de pic sont mesurées à partir d'un enregistrement. Un détecteur à plusieurs sensibilités agissant sur le signal de sortie du détecteur est nécessaire pour maintenir les hauteurs des pics les plus grands dans la plage de l'enregistrement.

6.7 Filtre en métal fritté

Lorsqu'une vanne d'injection en phase liquide (6.2) est utilisée, il est recommandé d'intercaler avant la vanne d'injection, un filtre en métal fritté convenable pour éviter l'entraînement de particules solides métalliques dans la vanne d'injection. Ce filtre doit être placé immédiatement après la vanne de la bouteille d'échantillonnage

7 Échantillonnage

Voir ISO 4257.

8 Mode opératoire

8.1 Réglage de l'appareillage

8.1.1 Injecteur

Dans le cas de l'injection en phase liquide, régler la température de l'injecteur à 40 ± 5 °C. La vanne d'injection en phase liquide doit être à la température ambiante. Dans le cas de l'injection en phase gazeuse, il est nécessaire de chauffer la vanne et la boucle d'introduction (par exemple, 70 °C) pour éviter une condensation dans la colonne des composés de points d'ébullition les plus élevés.

8.1.2 Four

En fonction du choix de la colonne, maintenir la température du four à

- 40 ± 1 °C pour les colonnes 6.3.1.1 a) et 6.3.1.1 b);
- 20 ± 1 °C pour la colonne 6.3.1.1 c).

8.1.3 Débit du gaz vecteur

Régler le débit de gaz vecteur de façon que les conditions requises pour la résolution (voir 6.3.3) soient obtenues.

8.1.4 Détecteur

Les détecteurs à conductibilité thermique de type thermistor sont utilisés à des températures comprises entre 40 et 50 °C.

Les détecteurs à conductibilité thermique de type filament chaud sont utilisés à des températures comprises entre 100 et 150 °C.

Les détecteurs à ionisation de flamme sont utilisés à des températures comprises entre 100 et 150 °C.

8.1.5 Enregistreur

Choisir la vitesse pour satisfaire les conditions fixées en 6.5.

8.2 Étalonnage

8.2.1 Analyse qualitative

L'identification des constituants peut être faite en passant dans la colonne un mélange étalon ou des corps purs, ou par référence aux chromatogrammes types et aux rétentions relatives (voir 4.3.2) données respectivement dans les figures 2, 3 et 4 et le tableau 1.

8.2.2 Analyse quantitative

8.2.2.1 Détecteur à conductibilité thermique

La méthode d'étalonnage est une méthode d'étalonnage par normalisation interne. Les coefficients de proportionnalité

utilisés¹⁾ sont donnés dans les tableaux 2 et 3. Ils doivent être considérés seulement comme guide ou approximation; les laboratoires qui disposent de l'équipement et de l'expérience nécessaires pour préparer des mélanges de gaz étalons, ont la possibilité d'établir leur propre coefficient de réponse.

8.2.2.2 Détecteur à ionisation de flamme

Si une linéarité satisfaisante est obtenue avec le détecteur (voir 6.4), les coefficients de réponse, F_i correspondant aux concentrations massiques sont calculés selon la formule suivante:

$$F_i = \frac{(12,010 n_{Ci} + 1,008 n_{Hi}) \times 0,826\ 5}{12,01 n_{Ci}}$$

où

n_{Ci} est le nombre d'atomes de carbone du composant i ;

n_{Hi} est le nombre d'atomes d'hydrogène du composant i ;

0,826 5 est le facteur de masse du carbone dans le butane et sert uniquement à poser F_i (butane) = 1,00; les coefficients de réponse pour d'autres composants sont donnés dans le tableau 4.

8.3 Introduction de la prise d'essai

Quantité injectée: 0,5 à 1 µl pour l'injection en phase liquide, jusqu'à 0,5 ml pour l'injection en phase gazeuse.

Le volume d'échantillon choisi doit être tel que la condition de linéarité soit satisfaite (voir 6.4).

8.3.1 Injection en phase liquide (méthode préférable)

Placer la bombe d'échantillonnage ou la bouteille en position verticale, le robinet vers le bas. La raccorder à travers le filtre en métal fritté à la vanne d'injection, à l'aide d'un tuyau transparent sans plastifiant, armé (ou résistant à la pression développée) et relié à la terre (voir figure 5).

A l'aval du circuit de purge de la vanne d'injection, disposer un système de perte de charge qui évite toute vaporisation en amont lorsque l'équilibre de circulation est atteint.

Ouvrir le robinet et suivre le prélèvement à travers le tube transparent et s'assurer que celui-ci se remplit complètement de liquide.

Injecter dans le chromatographe la prise d'essai.

Fermer le robinet de sortie.

8.3.2 Injection en phase gazeuse (méthode moins souhaitable)

Utiliser l'une ou l'autre des deux procédures suivantes:

8.3.2.1 Raccorder une bombe d'échantillonnage de 2 ml de capacité (voir figure 6), placée en position verticale avec le robinet d'introduction en bas, directement à la source d'échantillon liquide ou à une bombe d'échantillonnage de capacité plus grande contenant l'échantillon liquide. Purger la bombe de 2 ml jusqu'à ce que le liquide apparaisse au robinet de sortie. Fermer le robinet de sortie, et après environ 10 min (pour permettre l'établissement de l'équilibre), fermer le robinet d'introduction. Fermer la vanne de la source d'échantillon et déconnecter la bombe de 2 ml. La maintenir en position verticale, ouvrir le robinet inférieur et la vider de 20 % environ de son contenu.

Vaporiser complètement l'échantillon dans un récipient vide d'une capacité suffisante pour contenir l'échantillon à une pression légèrement supérieure à la pression atmosphérique. Agiter soigneusement l'échantillon. Raccorder le récipient au système d'injection, balayer la boucle et injecter la prise d'essai dans la colonne.

8.3.2.2 Utiliser une bombe d'échantillonnage, en position verticale, le tube plongeant étant en haut. Raccorder une bouteille de Drechsel, contenant suffisamment d'eau pour présenter une garde d'eau de 6 mm, à la sortie de la boucle d'échantillonnage de l'injecteur. Raccorder le robinet inférieur de la bombe d'échantillonnage à l'entrée de la boucle d'échantillonnage, ouvrir celle-ci doucement et laisser les gaz balayer la boucle au rythme de deux bulles par seconde (comme indiqué sur la bouteille de Drechsel). Veiller à ne pas trop ouvrir le robinet de la bombe d'échantillonnage, afin que les hydrocarbures plus légers ne se vaporisent pas plus rapidement que les lourds, ce qui entraînerait l'injection d'une prise d'essai non représentative de la phase liquide. Balayer la boucle d'échantillonnage par environ dix fois son volume et fermer le robinet de la bombe d'échantillonnage. Laisser les vapeurs dans la boucle revenir à la pression atmosphérique et injecter la prise d'essai dans la colonne. Déconnecter la bouteille de Drechsel pour éviter une aspiration de l'eau dans le chromatogramme.

8.4 Examen des chromatogrammes

8.4.1 Chromatogrammes types

Les figures 2, 3 et 4 représentent des chromatogrammes types obtenus avec des échantillons de propane commercial, de butane commercial et d'un mélange de référence contenant des composants de GPL. Les colonnes utilisées sont celles décrites respectivement en 6.3.1.1 a), 6.3.1.1 b) et 6.3.1.1 c) dans les conditions opératoires de 8.3.1.

1) Les coefficients de réponse utilisés proviennent de la publication suivante:

KAISER, *Gas phase chromatography*, vol. III p. 91 Butterworths (1963), où les valeurs données proviennent elles-mêmes de:

VAN DE CRAATS, *Gas chromatography 1958*, Butterworths (1958) (pour l'hydrogène comme gaz vecteur);

MESSNER et ROSIE, *Analytical chemistry*, 1959, vol. 31, p. 230 (pour l'hélium comme gaz vecteur).

Les valeurs de fidélité données dans le chapitre 10 sont basées sur l'emploi de ces coefficients de réponse.

8.4.2 Analyse qualitative

8.4.2.1 Identification des composants

Identifier les composants par comparaison avec un mélange de référence ou les temps de rétention relatifs (voir 8.2.1).

8.4.2.2 Interférences

Dans les conditions recommandées dans la présente Norme internationale, il n'y a pas de séparation entre les deux constituants des couples suivants:

- air et méthane, avec les colonnes 6.3.1.1 a), b) et c);
- éthane et éthène, avec les colonnes 6.3.1.1 a), b) et c);
- 1-butène et isobutène avec les colonnes 6.3.1.1 a) et b).

8.4.3 Analyse quantitative

Évaluer la surface de pic de chaque composant (A_i) comme indiqué ci-dessous en fonction de l'usage d'un enregistreur, d'un intégrateur ou d'un calculateur.

8.4.3.1 Enregistreur

Mesurer chaque hauteur de pic et chaque largeur de pic à mi-hauteur (6.3.3) et calculer le produit pour chaque pic afin d'obtenir l'aire de pic enregistrée, ramener les surfaces de pic enregistrées à la même atténuation pour obtenir les aires de pic.

8.4.3.2 Intégrateur ou calculateur

Noter la lecture correspondant à chaque pic et l'utiliser comme aire de pic dans les calculs (chapitre 9).

9 Expression des résultats

Calculer les concentrations de chaque constituant de l'échantillon comme indiqué dans les équations suivantes.

9.1 Détecteur à conductibilité thermique

Le pourcentage en masse, x_i % (m/m), de chaque constituant i de l'échantillon est donné par l'équation

$$x_i = \frac{K_i A_i}{\sum_{i=1}^{i=n} K_i A_i} \times 100$$

où

K_i est le coefficient de réponse massique de l'aire de pic du constituant i , donné dans le tableau 2;

A_i est l'aire de pic du constituant i ;

n est le nombre de constituants du mélange.

Le pourcentage molaire, x_i % (molaire), des constituants i de l'échantillon est donné par l'équation

$$x_i = \frac{K'_i A_i}{\sum_{i=1}^{i=n} K'_i A_i} \times 100$$

où

K'_i est le coefficient de réponse molaire de l'aire de pic du constituant i , donné dans le tableau 3;

A_i est l'aire de pic du constituant i ;

n est le nombre de constituants du mélange.

Arrondir les valeurs trouvées à un dixième de la reproductibilité (voir tableau 5).

9.2 Détecteur à ionisation de flamme

Le pourcentage en masse, x_i % (m/m), du constituant i de l'échantillon est donné par l'équation

$$x_i = \frac{F_i A_i}{\sum_{i=1}^{i=n} F_i A_i} \times 100$$

où

F_i est le coefficient de réponse massique, en détection par ionisation de flamme, de l'aire de pic du constituant i , donné dans le tableau 4;

A_i est l'aire de pic du constituant i ;

n est le nombre de constituants du mélange.

Le pourcentage molaire, x_i % (molaire), du constituant i de l'échantillon est donné par l'équation

$$x_i = \frac{A_i / n_{Ci}}{\sum_{i=1}^{i=n} (A_i / n_{Ci})}$$

où

n_{Ci} est le nombre d'atomes de carbone du constituant i ;

A_i est la surface de pic du constituant i ;

n est le nombre de constituants du mélange.

Arrondir les valeurs trouvées à un dixième de la reproductibilité (voir tableau 5).

10 Fidélité

La fidélité de la méthode obtenue après dépouillement statistique de résultats d'essais interlaboratoires est la suivante.

10.1 Répétabilité

La différence entre deux résultats d'essais 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 correctement et normalement la méthode, dépasser plus d'une fois sur vingt les valeurs indiquées dans le tableau 5.

10.2 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 indiquées dans le tableau 5.

11 Procès-verbal d'essai

Le procès-verbal d'essai doit contenir au moins les indications suivantes :

- type et identification du produit essayé ;
- référence à la présente Norme internationale ;
- résultat de l'essai ;
- tout écart, convenu par accord ou autre disposition, par rapport à la procédure spécifiée ;
- date de l'essai.

Tableau 1 — Temps de rétention relatifs (par rapport au *n*-butane)

Constituant	Temps de rétention relatif		
	Colonne de di- <i>n</i> -butyle maléate	Colonne de di- <i>n</i> -butyle maléate + $\beta\beta'$ -oxy-dipropionitrile	Colonne de sébaconitrile
Air + méthane	0	0	0
Éthane	0,11	0,16	0,11
Éthène	0,11	0,16	0,11
Propane	0,33	0,37	0,32
Propène	0,42	0,59	0,52
Isobutane	0,68	0,69	0,64
<i>n</i> -butane	1	1	1
Butène-1	1,20	1,44	1,50
Isobutène	1,20	1,44	1,61
<i>trans</i> butène-2	1,55	1,75	1,95
<i>cis</i> butène-2	1,77	2,05	2,31
Butadiène-1,3	1,96		3,17
Isopentane	2,21		2,19
<i>n</i> -pentane	2,86		2,83

NOTE — Ces valeurs ne sont pas applicables pour des mélanges normalisés et doivent être confirmées à l'aide de mélanges soigneusement préparés.

Tableau 2 — Détecteur à conductibilité thermique — Coefficients de réponse massiques

Constituant	Coefficient de réponse massique	
	Gaz porteur hydrogène	Gaz porteur hélium
Méthane	0,56	0,65
Éthane	0,74	0,86
Éthène	0,74	0,84
Propane	0,89	0,97
Propène	0,90	0,94
Isobutane	1,03	1,02
<i>n</i> -butane	1	1
Butène-1	1,00	1,00
Isobutène	1,01	1,00
<i>trans</i> butène-2	0,99	0,96
<i>cis</i> butène-2	0,99	0,94
Butadiène-1,3	1,01	0,99
Isopentane	1,14	1,05
<i>n</i> -pentane	1,10	1,01

NOTE — Ces valeurs ne sont pas applicables pour des mélanges normalisés et doivent être confirmées à l'aide de mélanges soigneusement préparés.

Tableau 3 — Détecteur à conductibilité thermique — Coefficients de réponse molaires

Constituant	Coefficient de réponse molaire	
	Gaz porteur hydrogène	Gaz porteur hélium
Méthane	2,03	2,37
Éthane	1,44	1,66
Éthène	1,52	1,74
Propane	1,17	1,28
Propène	1,24	1,29
Isobutane	1,03	1,02
<i>n</i> -butane	1	1
Butène-1	1,03	1,03
Isobutène	1,04	1,04
<i>trans</i> butène-2	1,02	1,00
<i>cis</i> butène-2	1,02	0,98
Butadiène-1,3	1,08	1,07
Isopentane	0,92	0,85
<i>n</i> -pentane	0,89	0,82

NOTE — Ces valeurs ne sont pas applicables pour des mélanges normalisés et doivent être confirmées à l'aide de mélanges soigneusement préparés.