
Norme internationale



8173

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

Oléfines légères à usage industriel — Dosage de l'oxygène moléculaire en phase gazeuse — Méthode électrochimique avec une cellule à membrane

Light olefins for industrial use — Determination of molecular oxygen in gaseous phase — Electrochemical method with a membrane-covered cell

Première édition — 1986-11-15 (standards.iteh.ai)

ISO 8173:1986

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/197c09ae-16c9-4ac7-aa39-ca4d56378ed0/iso-8173-1986>

CDU 661.725 : 543.5 : 546.21

Réf. n° : ISO 8173-1986 (F)

Descripteurs : produit industriel, hydrocarbure oléfinique, analyse chimique, dosage, oxygène, appareil, méthode électrochimique.

Prix basé sur 5 pages

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 8173 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 47, *Chimie*.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/197c09ae-16c9-4ac7-aa39-cad056378ed0/iso-8173-1986>

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.

Oléfines légères à usage industriel — Dosage de l'oxygène moléculaire en phase gazeuse — Méthode électrochimique avec une cellule à membrane

0 Introduction

Pour la détermination des traces d'oxygène moléculaire dans les oléfines en phase gazeuse, seule une méthode électrochimique avec un électrolyte aqueux à la température ambiante peut être mise en œuvre. La méthode mesurant la susceptibilité magnétique de la phase gazeuse n'est pas applicable à cause du manque de sensibilité de la méthode dans le domaine des teneurs proches du millilitre par mètre cube.

La méthode mesurant la force électromotrice d'une pile de concentration avec un électrolyte solide en zirconium ne doit pas être utilisée car elle exige des températures comprises entre 700 et 850 °C.

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode électrochimique de dosage de l'oxygène moléculaire dans les oléfines légères en phase gazeuse au moyen d'une cellule électrochimique à membrane contenant un électrolyte aqueux gélifié.

La méthode est applicable à des oléfines légères dont la teneur en oxygène est supérieure à 1 ml/m³.

2 Références

ISO 6349, *Analyse des gaz — Préparation des mélanges de gaz pour étalonnage — Méthode par perméation.*

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

ISO 6711, *Analyse des gaz — Vérification des mélanges de gaz pour étalonnage par une méthode de comparaison.*

ISO 7382, *Éthylène à usage industriel — Échantillonnage en phase liquide et en phase gazeuse.*

ISO 8563, *Propylène et butadiène à usage industriel — Échantillonnage en phase liquide.*

3 Principe

Après échantillonnage et préparation de l'échantillon pour laboratoire, passage d'une prise d'essai gazéifiée à un débit donné dans une cellule électrochimique préalablement étalonnée par rapport à l'air ou avec des mélanges de gaz pour étalonnage contenant une quantité connue d'oxygène, puis mesurage de la concentration d'oxygène dans l'oléfine gazéifiée.

NOTE — Le mesurage de la concentration en oxygène est basée sur le principe suivant:

Réduction électrochimique spécifique de l'oxygène moléculaire après diffusion à travers une membrane en matériau diffusant polymérisé recouvrant la cathode poreuse.

Le courant total débité par la cellule galvanique est fonction du mode de diffusion de l'oxygène moléculaire.

Le courant débité est proportionnel à la pression partielle de l'oxygène dans la phase gazeuse adjacente, ce qui signifie qu'il est proportionnel à la concentration d'oxygène dans la phase gazeuse sous une pression totale constante.

4 Réactions

Les réactions électrochimiques sont les suivantes:

- Réaction à la cathode
$$\text{O}_2 + 2\text{H}_2\text{O} + 4e^- \rightarrow 4\text{OH}^-$$
- Réaction à l'anode
$$4\text{OH}^- + 2\text{Pb} \rightarrow 2\text{PbO} + 2\text{H}_2\text{O} + 4e^-$$
- Réaction globale
$$2\text{Pb} + \text{O}_2 \rightarrow 2\text{PbO}$$

5 Produits

5.1 Eau déionisée et désoxygénée.

5.2 Azote, dont la teneur en oxygène est inférieure à 5 ml/m³.

5.3 Mélanges étalons, contenant des quantités exactement connues d'oxygène dans l'un des gaz inertes tel que l'argon ou l'azote.

Ceux-ci peuvent être commercialement disponibles ou peuvent être préparés (voir 8.3).

NOTE — L'étalonnage est souhaitable dans des cas spéciaux pour une détermination exacte de valeurs absolues. Normalement, un étalonnage par rapport à l'air atmosphérique est suffisant.

6 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

6.1 Analyseur d'oxygène, pour échantillons gazeux comportant un capteur sans polarisation externe, un amplificateur, un dispositif de compensation de la température de la cellule et un dispositif indicateur ou enregistreur du courant électrique ayant une précision de 1 % en pleine échelle sur une plage linéaire d'au moins 5¹⁰. La limite de détection des appareils commerciaux doit être inférieure à 1 ml/m³.

La cathode doit être fabriquée en un métal convenablement non réactif tel que l'argent, l'or ou le platine, et l'anode doit être fabriquée en plomb ou en zinc.

La cellule électrochimique (voir figure 1) contient un électrolyte aqueux gélifié qui est maintenu en condition humide (voir 8.4).

6.2 Débitmètre, permettant de mesurer des débits de 0,1 à 1 l/min dans des conditions normales de température et de pression.

6.3 Serpentin capillaire, en acier inoxydable, pour la vaporisation des échantillons liquides (voir ISO 6377, paragraphe 4.2).

6.4 Humidificateur (voir figure 2): Récipient en verre contenant un cylindre en plastique sur lequel est enroulé 1 m environ de tuyau en silicone de diamètre intérieur 1 mm et de diamètre extérieur 2,5 mm.

Avant de remplir avec l'eau (5.1) l'humidificateur assemblé, le purger durant 1 min environ avec un courant d'azote entrant par l'ouverture du capuchon muni d'un septum et purger également de la même manière le tuyau en silicone.

Remplir complètement l'humidificateur avec l'eau (5.1) (voir figure 2) et visser le capuchon muni d'un septum.

L'eau ayant diffusé à travers la paroi du tuyau en silicone et ayant disparu doit être renouvelée par périodes de 6 semaines environ par introduction d'eau (5.1) à l'aide d'une seringue à travers le septum.

6.5 Éjecteur à air (voir ISO 7382).

7 Échantillonnage

Voir ISO 6377 (chapitre 4), ISO 7382 et ISO 8563.

8 Mode opératoire

AVERTISSEMENT — Les opérations prescrites doivent être effectuées sous une hotte bien ventilée et dans un endroit exempt de flamme et les échantillons analysés doivent être repris par l'éjecteur à air (6.5).

8.1 Assemblage de l'appareil (voir figure 3)

8.1.1 Précautions à prendre pour optimiser les mesurages

Éviter toute fuite permettant à l'air atmosphérique de pénétrer dans le circuit où circule l'échantillon. Les tuyaux de raccordement doivent être en acier inoxydable. À la sortie du dispositif de mesurage doit être fixé un tube capillaire pour éviter les rentrées de traces d'oxygène par diffusion de l'air atmosphérique.

8.1.2 Cas des échantillons gazeux sous pression

Relier l'analyseur d'oxygène (6.1) à la bouteille d'échantillonnage ou à la ligne d'échantillonnage à l'aide d'un tube capillaire en acier inoxydable et de raccords étanches.

NOTE — Si un régulateur de pression est nécessaire, utiliser un régulateur avec une membrane métallique soudée.

Placer le débitmètre (6.2) à la sortie de l'appareil comportant le capteur et le prolonger par un tube capillaire en acier inoxydable de longueur 50 cm pour éviter les rentrées d'oxygène par diffusion de l'air atmosphérique.

8.1.3 Cas des échantillons liquides (propylène, butadiène) sous pression ou refroidis

Dans le cas des échantillons liquides sous pression, effectuer leur vaporisation à l'aide du serpentin capillaire (6.3) conformément aux prescriptions données dans le chapitre 4 de l'ISO 6377 et produire un flux continu de l'échantillon sous forme gazeuse.

Dans le cas des échantillons liquides maintenus à basses températures dans des pièges réfrigérés, les introduire dans un tube capillaire à l'aide d'azote sous une pression réglée à 1 bar* environ, celle-ci ne présentant pas de dangers pour le piège en verre.

Dans ces deux cas, relier l'analyseur d'oxygène (6.1) à la sortie du capillaire de vaporisation (6.3) à l'aide de raccords étanches.

Placer le débitmètre (6.2) et le capillaire de garde comme indiqué en 8.1.2.

* 1 bar = 10⁵ Pa

8.2 Contrôle de l'appareil

Pour déceler une fuite éventuelle dans les raccords du circuit gazeux, un courant gazeux à un débit d'environ le double de celui à utiliser pour la détermination, est nécessaire. Dans le cas d'une variation éventuelle de la valeur initiale de la teneur en oxygène, l'étanchéité du circuit gazeux est alors imparfaite (il y a introduction de l'oxygène de l'air atmosphérique).

NOTE — Puisque la diffusion par perméation de l'oxygène à travers la membrane de la cellule électrochimique dépend uniquement de sa pression partielle, la variation de débit ne doit pas influencer les résultats.

8.3 Étalonnage

Étalonner avec l'air atmosphérique ou avec un mélange de gaz pour étalonnage commercial (5.3).

La plupart des analyseurs d'oxygène actuels ont une réponse linéaire garantie sur une plage de 6^{10} , d'où l'étalonnage avec l'air atmosphérique est suffisant.

En cas de doutes ou dans des cas spéciaux, il est souhaitable d'utiliser des mélanges de gaz pour étalonnage (5.3) en appliquant une méthode de comparaison (voir ISO 6711).

La préparation du flux de gaz pour étalonnage contenant une concentration d'oxygène moléculaire constante est facilement effectuée avec la méthode par perméation (voir ISO 6349).

L'étalonnage doit être réalisé à la pression atmosphérique et à un débit approximativement identique à celui retenu pour la détermination.

NOTE — Généralement, les étalonnages sont nécessaires après une période de 1 mois environ.

Néanmoins, lors de la première utilisation d'un appareil, seul l'étalonnage devrait être effectué plus souvent pour contrôler sa réponse.

8.4 Détermination

L'appareil étant installé selon 8.1, introduire l'échantillon gazeux à un débit donné (compris dans le domaine recommandé par le fabricant de l'appareil) pendant le temps nécessaire pour obtenir une valeur constante de la concentration durant une période de 2 min au moins.

Avant et après la détermination, l'analyseur d'oxygène (6.1) doit être maintenu en état de fonctionnement en faisant passer dans la cellule électrochimique du capteur un courant compris entre 1 et 2 l/h d'azote humidifié avec l'humidificateur (6.4) en vue de réhumidifier l'électrolyte aqueux gélifié.

NOTE — À un débit de 1,5 l/h à 23 °C, la teneur en eau du courant gazeux est de 1 % (V/V) environ.

9 Expression des résultats

9.1 Mode d'expression

Exprimer la teneur en oxygène en millilitres par mètre cube.

9.2 Répétabilité

Les résultats obtenus avec des échantillons identiques, en utilisant le même appareillage, ne doivent pas différer de plus de 2 % de la valeur moyenne.

10 Procès-verbal d'essai

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

- tous renseignements nécessaires à l'identification complète de l'échantillon (lot, date, heure et durée de chaque prélèvement, etc.);
- référence à la présente Norme internationale;
- indication des conditions expérimentales laissées au choix de l'utilisateur, telles que description de la cellule électrochimique;
- résultats, ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;
- compte rendu de tous détails particuliers éventuels relevés au cours de l'essai;
- compte rendu de toutes opérations non prévues dans la présente Norme internationale ou dans les Normes internationales auxquelles il est fait référence, ou de toutes opérations facultatives.

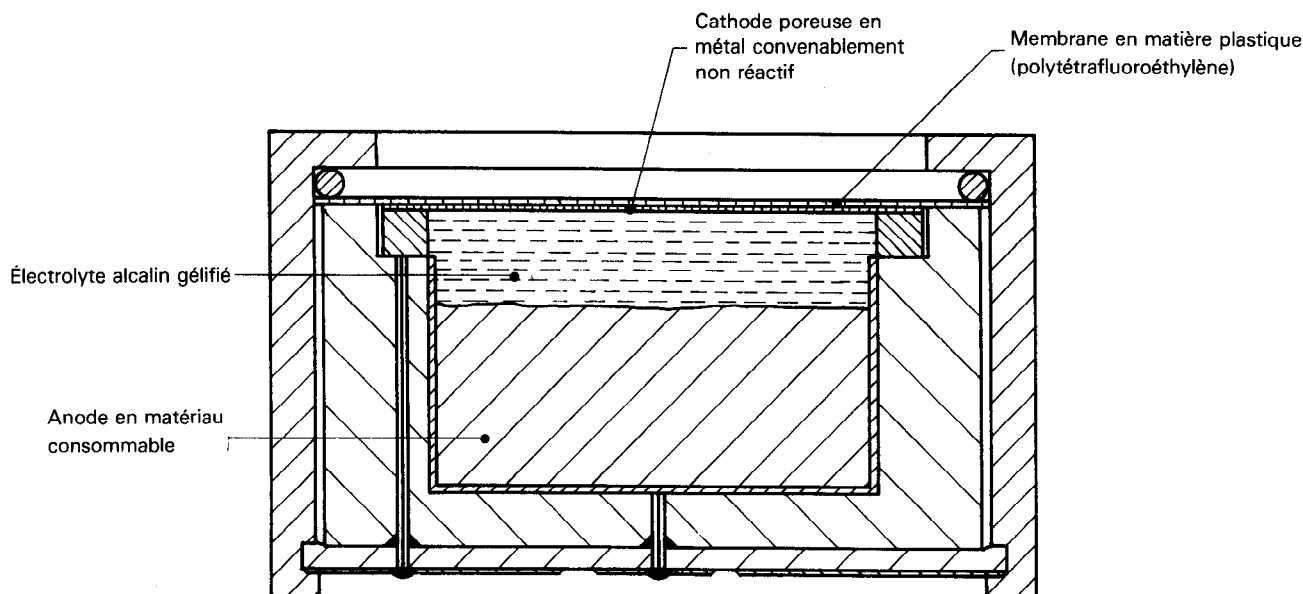


Figure 1 — Coupe transversale d'une cellule électrochimique type

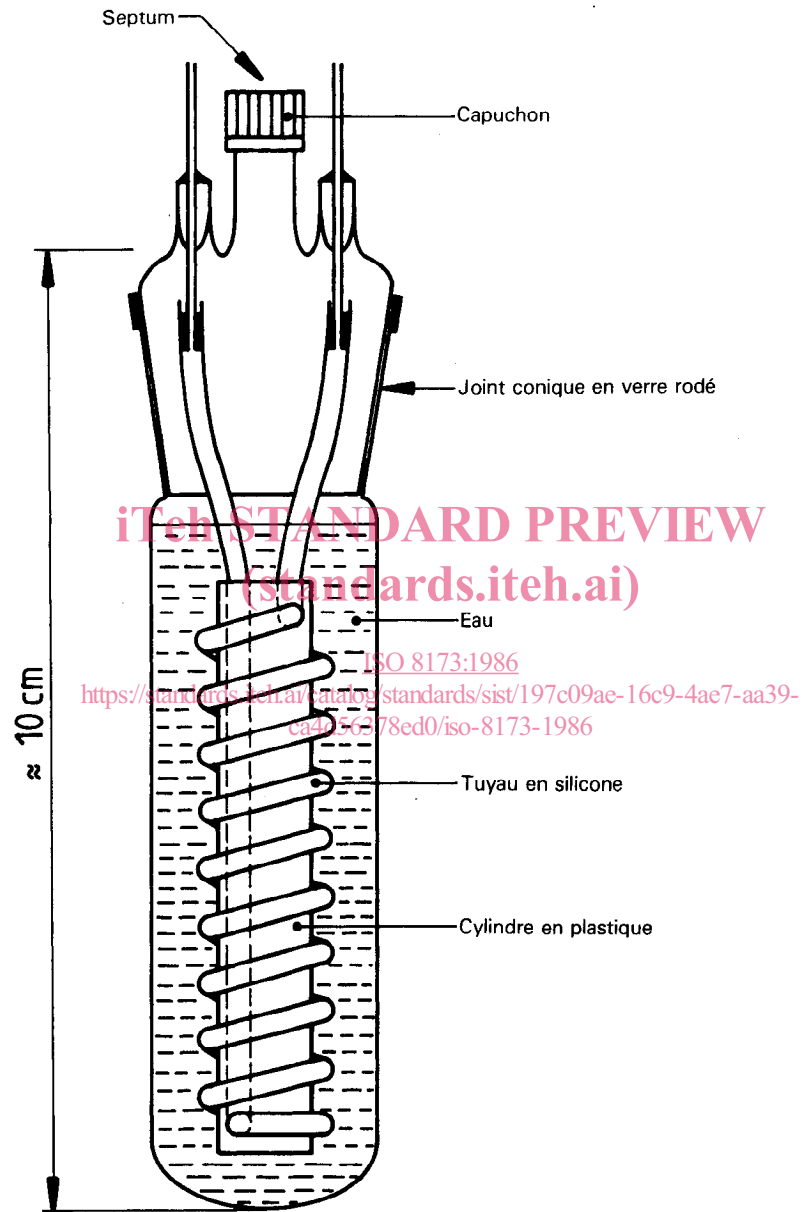


Figure 2 – Humidificateur

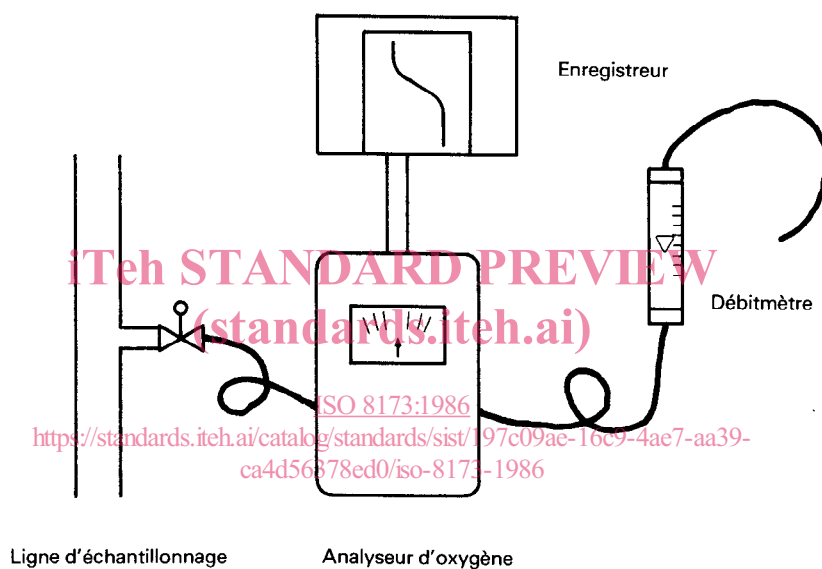


Figure 3 — Schéma d'assemblage de l'analyseur d'oxygène

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 8173:1986

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/197c09ae-16c9-4ae7-aa39-ca4d56378ed0/iso-8173-1986>