
Norme internationale



8174

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

Éthylène et propylène à usage industriel — Dosage de l'acétone, de l'acétonitrile, du propanol-2 et du méthanol — Méthode par chromatographie en phase gazeuse

iTeh STANDARD PREVIEW

Ethylene and propylene for industrial use — Determination of acetone, acetonitrile, propan-2-ol and methanol — Gas chromatographic method

(standards.iteh.ai)

Première édition — 1986-06-15

[ISO 8174:1986](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e1dd7742-76c4-4e27-b40f-3dc9e7534120/iso-8174-1986>

CDU 661.716.2 : 543.544

Réf. n° : ISO 8174-1986 (F)

Descripteurs : produit industriel, composé chimique, éthylène, propylène, analyse chimique, dosage, acétone, acétonitrile, propanol-2, méthanol, méthode chromatographique.

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 8174 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 47, *Chimie*.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e1dd7742-76c4-4e27-b40f-3d1e67534120/iso-8174-1986>

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 et propylène à usage industriel — Dosage de l'acétone, de l'acétonitrile, du propanol-2 et du méthanol — 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'acétone, de l'acétonitrile, du propanol-2 et du méthanol dans l'éthylène et le propylène (propène) à usage industriel.

La méthode est applicable aux produits dont la concentration en acétone, en propanol-2 et en méthanol est supérieure à 1 mg/kg, et dont la concentration en acétonitrile est supérieure à 10 mg/kg.

2 Références

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

ISO 7382, *Éthylène à usage industriel — Échantillonnage en phase liquide et en phase gazeuse.*¹⁾

ISO 8563, *Propylène et butadiène à usage industriel — Échantillonnage en phase liquide.*¹⁾

3 Principe

Passage d'une prise d'essai de l'échantillon gazeux dans de l'eau en vue de l'absorption de l'acétone, de l'acétonitrile, du propanol-2 et du méthanol, puis analyse chromatographique en phase gazeuse de la solution aqueuse par détection par ionisation de flamme et comparaison des pics obtenus avec ceux résultant d'un étalonnage externe.

4 Réactifs et produits

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, et de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

4.1 Azote, contenant moins de 5 ml d'eau par mètre cube.

4.2 Air comprimé sec.

4.3 Acétone.

4.4 Propanol-2.

4.5 Méthanol.

4.6 Acétonitrile.

4.7 Mélange étalon, solution aqueuse contenant 20 mg de chaque impureté à doser par litre.

5 Appareillage

5.1 Dispositif d'absorption (voir figure 1), comportant

- un débitmètre capable de mesurer des débits de 5 à 100 l/h;
- trois absorbeurs (A, B et C) munis d'une plaque en verre fritté (voir figure 2);
- un compteur à gaz, gradué tous les 10 ml.

5.2 Bain d'eau, thermorégulé entre 0 et 5 °C.

5.3 Dispositif de vaporisation (voir chapitre 4 de l'ISO 6377).

5.4 Chromatographe, équipé d'un détecteur à ionisation de flamme permettant d'obtenir, pour chacune des impuretés à doser à une teneur égale à celle indiquée dans le chapitre 1, un pic d'une hauteur correspondant à au moins cinq fois le bruit de fond.

5.4.1 Dispositif d'injection (voir paragraphe 3.2 de l'ISO 6377), permettant d'introduire une prise d'essai de 2 µl constante à ± 1 %.

1) Actuellement au stade de projet.

5.4.2 Colonne, telle que celle décrite ci-après, ayant donné satisfaction, ou toute autre colonne permettant une séparation satisfaisante.

5.4.2.1 Tube

matériau : acier inoxydable
longueur : 1 m
diamètres : intérieur 4 mm, extérieur 6 mm

5.4.2.2 Remplissage

Phase support

matériau : résine polytétrafluoréthylène, telle que Chromosorb T
granulométrie : 250 à 420 µm

Phase stationnaire

matériau : polyéthylène glycol 400 et (N, N-diméthylstéaramide), tel que Hallcomid M-18

Composition du remplissage

Déposer 10 g de polyéthylène glycol 400 et 10 g d'Hallcomid M-18 sur 100 g de Chromosorb T.

5.4.3 Enregistreur, dont le temps de réponse pleine échelle soit au plus égal à 2 s et dont le bruit de fond soit inférieur à 0,1 % de cette échelle.

6 Échantillonnage et préparation de l'échantillon

Prélever selon l'ISO 7382 ou l'ISO 8563, dans une bouteille en acier inoxydable, un échantillon pour laboratoire et préparer l'échantillon conformément au chapitre 4 de l'ISO 6377.

7 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 un éjecteur à air. Pendant les manipulations, relier impérativement à la terre les bouteilles d'échantillonnage à l'aide d'une pince équipotentielle.

7.1 Absorption

Le dispositif d'absorption (5.1) étant monté, immerger les trois absorbeurs (A, B et C) dans le bain d'eau (5.2) et introduire dans chacun d'eux 10,0 ml d'eau.

Relier le dispositif (5.1) au dispositif de vaporisation (5.3) et faire barboter l'échantillon durant 2 h, à un débit de 50 l/h. Mesurer à l'aide du compteur à gaz le volume exact prélevé.

Ensuite purger le dispositif (5.1) à l'aide de 2 litres d'azote (4.2), à un débit de 5 à 10 l/h.

Transvaser le contenu des deux premiers absorbeurs (A et B) dans une fiole jaugée de 25 ml, compléter au volume et homo-

généiser. Garder le contenu du troisième absorbeur (C) pour contrôler si l'absorption a été complète dans les deux premiers absorbeurs. Injecter dans le chromatographe (5.4) un prélèvement du flacon (C) pour voir s'il y a des pics des impuretés à doser.

7.2 Réglage du chromatographe

- a) dispositif d'injection
température : 150 °C
- b) Colonne
température : 65 °C
- c) Gaz vecteur
débit d'azote : 50 ml/min
- d) Détecteur
température : 150 °C

7.3 Étalonnage

Injecter 2 µl du mélange étalon (4.8) et enregistrer le chromatogramme, puis identifier les pics et en mesurer les aires.

7.4 Dosage

Injecter 2 µl de la solution obtenue en 7.1 et enregistrer le chromatogramme (voir figure 3), puis identifier les pics et en mesurer les aires.

8 Expression des résultats

8.1 Cas de l'éthylène

Les teneurs en acétone, acétonitrile, propanol-2 ou méthanol, exprimées en milligrammes par kilogramme, sont données par la formule

$$20 \times \frac{25}{1\,000} \times \frac{A_1}{A_0} \times \frac{1}{V \times 0,001\,26} \times \frac{(273 + t)}{273} \times \frac{101\,325}{p}$$

$$= 147\,283 \times \frac{A_1 (273 + t)}{A_0 \times V \times p}$$

où

A_0 est l'aire, en millimètres carrés, du pic de l'impureté à doser, obtenue avec le mélange étalon;

A_1 est l'aire, en millimètres carrés, du pic correspondant, obtenue avec l'échantillon;

V est le volume, en litres, d'éthylène ayant passé dans le dispositif d'absorption;

p est la pression, en pascals, à laquelle est mesuré le volume V ;

t est la température, en degré Celsius, à laquelle est mesuré le volume V ;

0,001 26 est la masse volumique, en kilogrammes par litre, de l'éthylène à 0 °C et à 101 325 Pa.

8.2 Cas du propylène

Les teneurs en acétone, acétonitrile, propanol-2 ou méthanol, exprimées en milligrammes par kilogramme, sont données par la formule donnée en 8.1, mais en remplaçant le facteur 0,001 26 par 0,001 916 correspondant à la masse volumique, en kilogrammes par litre, du propylène à 0 °C et à 101 325 Pa.

La formule devient

$$96\,856 \times \frac{A_1 (273 + t)}{A_0 \times V \times p}$$

8.3 Fidélité

Dans le cas de l'éthylène, des analyses effectuées dans deux laboratoires ont donné des résultats qui ont permis, pour un niveau de 10 mg de méthanol par kilogramme, de calculer une répétabilité présumée de $\pm 1,6$ mg/kg et une reproductibilité présumée de $\pm 2,5$ mg/kg.

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 de chaque impureté requise;
- d) nature de l'hydrocarbure et sa concentration dans le mélange gazeux étalon;
- e) indication des conditions expérimentales laissées au choix de l'utilisateur:
- description de la colonne ou combinaison de colonnes utilisée, ou la mention «Colonne (ou Combinaison de colonnes) spécifiée dans la Norme internationale»,
 - nature du gaz vecteur,
 - pression du gaz vecteur, en bars*, à l'entrée de la colonne ou dans la première partie de la colonne,
 - débit du gaz vecteur, en litres par heure, mesuré sous la pression atmosphérique normale,
 - volume de solution injecté à chaque essai, en micro-litres;
 - durée de l'enregistrement;

- f) compte rendu de tous détails particuliers éventuels relevés au cours de l'essai;

- g) 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.

* 1 bar = 10^5 Pa

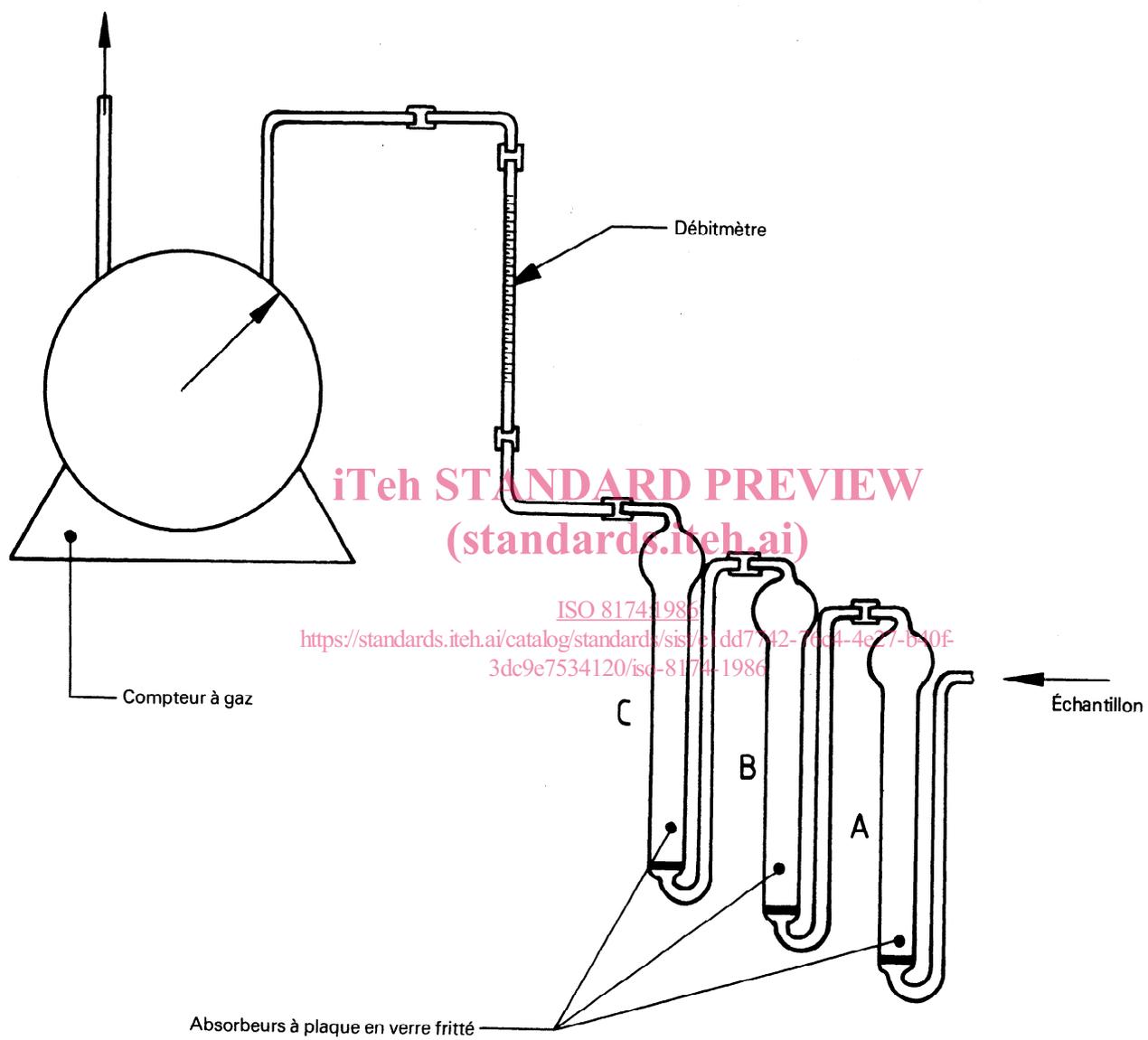


Figure 1 — Dispositif d'absorption

Dimensions en millimètres

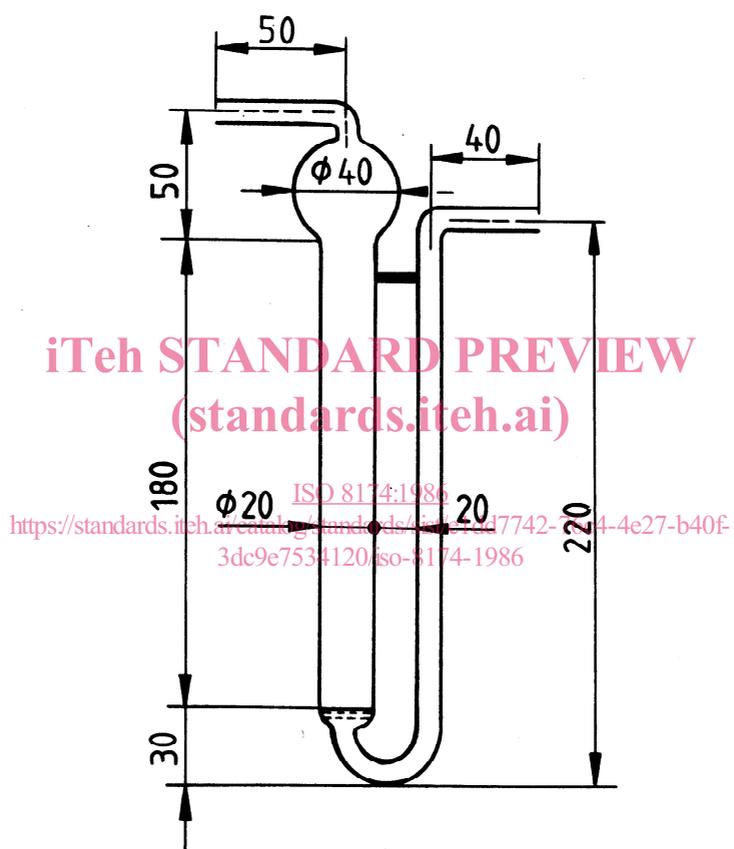


Figure 2 — Détails d'un absorbeur

Impureté	Temps de rétention relatif
Acétone	1,00
Méthanol	1,88
Acétonitrile	2,42
Propanol-2	3,26

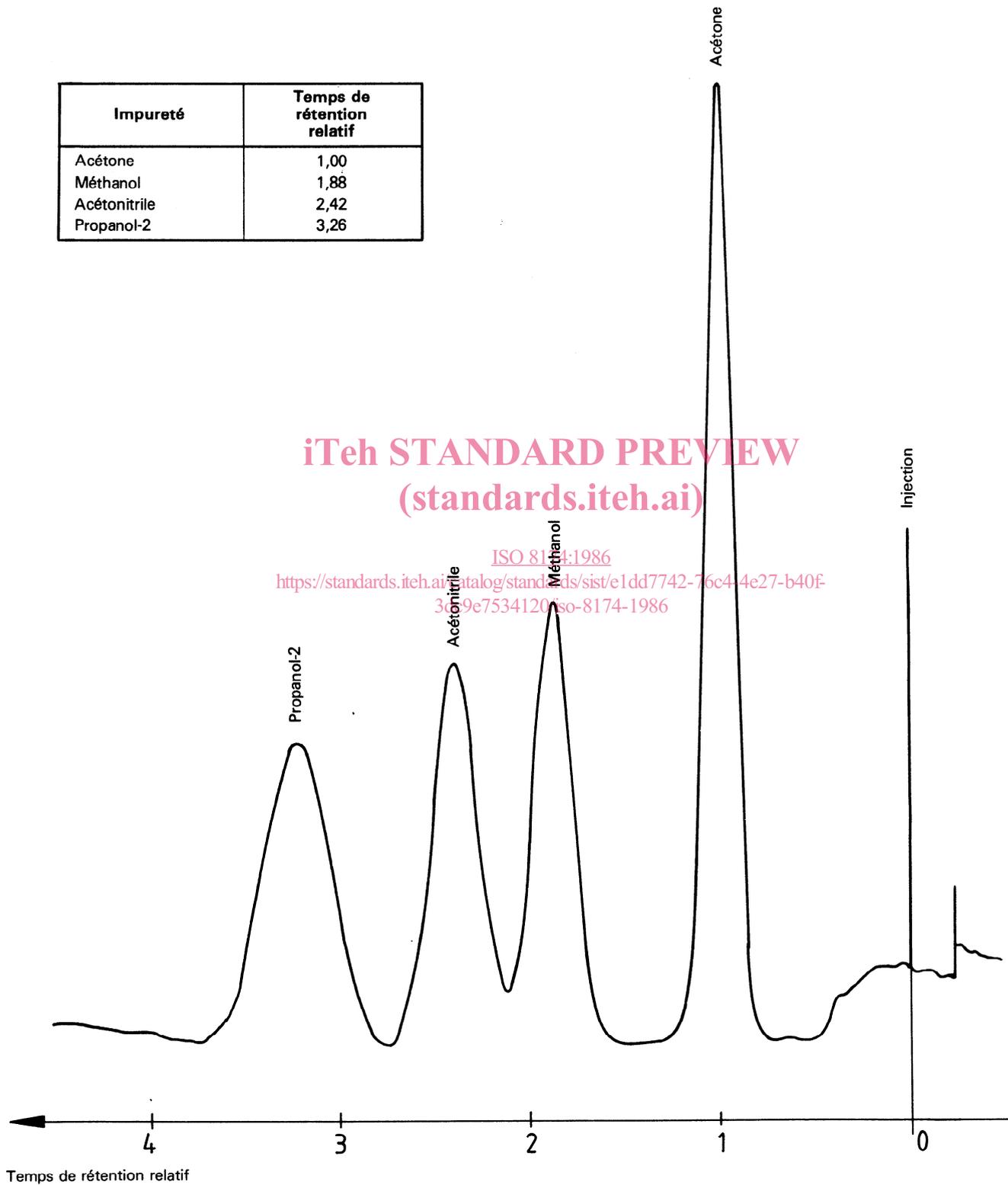


Figure 3 – Chromatogramme type – Dosage de l'acétone, du méthanol, de l'acétonitrile et du propanol-2