
Norme internationale



8175

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

**Propylène à usage industriel — Dosage des oligomères —
Méthode par chromatographie en phase gazeuse**

Propylene for industrial use — Determination of oligomers — Gas chromatographic method

Première édition — 1986-07-01

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 8175:1986](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cd216b0e-7877-422b-ad40-3b4d1d73f3bc/iso-8175-1986)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cd216b0e-7877-422b-ad40-3b4d1d73f3bc/iso-8175-1986>

CDU 661.715.3 : 543.544

Réf. n° : ISO 8175-1986 (F)

Descripteurs : produit industriel, propylène, analyse chimique, dosage, oligomère, chromatographie en phase gazeuse.

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 8175 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 47, *Chimie*.

ISO 8175:1986

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.

Propylène à usage industriel — Dosage des oligomères — 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 des oligomères dans le propylène (propène) à usage industriel.

La méthode est applicable au propylène dont la concentration en dimères (hexènes) est supérieure à 20 mg/kg et celle en trimères (nonènes) est supérieure à 30 mg/kg.

NOTE — Les dimères du propylène constituent la partie principale du «green oil» formé au cours de l'hydrogénation partielle pour éliminer le propadiène et le propyne du propylène (environ 8 %). Les dimères du propylène comprennent principalement des méthylpentènes, des diméthylbutènes-2,3 (environ 25 %), des *n*-hexènes (environ 12 %) et des diènes C₆ (environ 20 %).

2 Références

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

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

3 Principe

Après obtention d'un échantillon liquide à basse température et gazéification, passage d'une prise d'essai à l'état gazeux sur une colonne de chromatographie en phase gazeuse permettant de séparer les oligomères, détection par ionisation de flamme et comparaison des pics obtenus avec ceux résultant d'un étalonnage externe.

4 Produits

4.1 Gaz vecteur

Azote ou hélium de pureté > 99,9 %, ne contenant ni impuretés organiques, ni eau.

4.2 Mélange étalon

Préparer (ou se procurer) le mélange étalon suivant :

propylène/hexène, de concentration correspondant à celle présumée de l'échantillon.

Si nécessaire, un nonène peut être ajouté, sa concentration étant environ 1/10 de la concentration d'hexène.

Si nécessaire, utiliser du *n*-décène et déterminer son temps de rétention, en vue d'évaluer le temps de rétention des oligomères (voir la figure).

Le propylène utilisé pour la préparation du mélange ne doit pas contenir d'impuretés détectables, ayant des températures d'ébullition plus élevées que celles des hydrocarbures en C₄.

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 Chromatographe.

Utiliser un appareil de chromatographie en phase gazeuse répondant aux conditions spécifiées ci-après et permettant d'obtenir un pic d'une hauteur correspondant au moins à cinq fois le bruit de fond pour 20 mg d'hexène par kilogramme. (Voir ISO 6377.)

5.1.1 Four, permettant d'obtenir pour les colonnes une température uniforme, stable à ± 2 °C ou mieux.

5.1.2 Dispositif d'injection.

Voir paragraphe 3.2 de l'ISO 6377.

5.1.3 Colonne.

La colonne et le mode de remplissage décrits ci-après sont donnés à titre d'exemple. Toute colonne, qui sépare complètement tous les composés à doser et permet de satisfaire aux critères minimaux prévus en 5.1, peut être utilisée.

5.1.3.1 Tube

Le tube constitutif de la colonne est en acier inoxydable. La colonne doit avoir 3,5 m de longueur avec un diamètre extérieur de 3,3 mm et 2 mm de diamètre intérieur.

1) Actuellement au stade de projet.

5.1.3.2 Support

Un support à base de terre de silice calcinée, lavée à l'acide, tel que du Chromosorb P/AW de granulométrie 0,25 à 0,35 mm ou de la brique C22 de même granulométrie, doit être utilisé.

Après avoir été amenée à cette granulométrie, la brique C22 est lavée avec une solution d'hydroxyde de potassium à 281 g/l, puis avec une solution d'acide chlorhydrique à 182 g/l et à l'eau distillée et finalement séchée à l'étuve à 180 °C environ durant 24 h.

5.1.3.3 Phase stationnaire

Une phase stationnaire telle que le GE SE-52 (5 % de phénylméthylsilicone) ou une autre phase apolaire telle que l'OV 101 (méthylsilicone), doit être utilisée.

Le taux d'imprégnation doit être de 13 % (13 g de phase stationnaire et 87 g de support). Pour effectuer cette imprégnation, dissoudre 13 g de phase stationnaire dans suffisamment de solvant [mélange de dichlorométhane/toluène à 50 % (V/V)] pour que l'ensemble de la solution recouvre entièrement les 87 g de support; évaporer le solvant en plaçant le mélange de support et solution dans un évaporateur rotatif sous courant d'azote et chauffé à 100 °C.

Retamiser après imprégnation et conserver la fraction 0,35 à 0,25 mm.

5.1.3.4 Méthode de remplissage et masse introduite

Remplir la colonne en position verticale par vibration de son support et en faisant le vide par son extrémité inférieure bouchée par un tampon poreux. Utiliser une masse de support imprégnée de 2,15 g/m environ, soit 7,5 g au total environ.

5.1.4 Détecteur, du type à ionisation de flamme.

5.1.5 Enregistreur et intégrateur.

5.2 Seringue étanche aux gaz.

6 Échantillonnage

Échantillonner le propylène selon l'ISO 8563 et le vaporiser conformément au paragraphe 4.2 de l'ISO 6377.

Les oligomères, même en phase liquide, ayant tendance à décanter dans la bouteille d'échantillonnage, il est nécessaire d'opérer sur des petits échantillons (50 à 100 ml) et d'effectuer aussitôt l'analyse après le prélèvement de l'échantillon en respectant la procédure décrite dans le chapitre 4 de l'ISO 6377.

AVERTISSEMENT — Pendant les manipulations, relier impérativement à la terre les bouteilles d'échantillonnage à l'aide d'une pince équipotentielle.

7 Mode opératoire

7.1 Préparation de l'appareillage

Conditionner la colonne (5.1.3) en la maintenant durant au moins 12 h à la température supérieure de 20 °C à la température d'utilisation, avec un débit de gaz vecteur (4.1) égal à celui utilisé pour l'analyse.

Mettre en place la colonne et procéder aux réglages nécessaires pour optimiser les conditions opératoires :

- température de l'ouverture de l'injecteur : 250 °C;
- température de la colonne : de préférence programmée, départ à 70 °C à une vitesse de 4 °C/min jusqu'à 200 °C;
- débit du gaz vecteur : choisi par l'utilisateur pour obtenir une résolution convenable, par exemple 30 ml d'hélium par minute;
- température du bloc détecteur : 300 °C.

7.2 Injection de la prise d'essai

Procéder comme indiqué dans le paragraphe 5.3.2 de l'ISO 6377 ou alternativement avec la seringue étanche aux gaz (5.2).

7.3 Dosage

Chromatographier une portion du mélange étalon (4.2) puis la prise d'essai.

La quantité injectée, la même pour la prise d'essai et le mélange étalon, dépend des caractéristiques de la vanne d'injection utilisée.

Poursuivre l'enregistrement jusqu'à l'écoulement du temps de rétention du *n*-décène (à titre indicatif, voir le tableau).

Poursuivre l'enregistrement du chromatogramme du mélange étalon pendant la même durée effective que l'enregistrement du chromatogramme de la prise d'essai.

7.4 Examen du chromatogramme

7.4.1 Chromatogramme type

Voir la figure.

Les oligomères sortent par groupes de pics, séparés du propylène ainsi que les uns des autres.

7.4.2 Temps de rétention

Le tableau donne l'ordre d'élution des constituants et, à titre indicatif, les temps de rétention relatifs pour les conditions de températures programmées.

Tableau

Constituant	Temps de rétention relatif
Propane	1,00
Propylène (Propène)	1,00
Dimères du propylène (Hexènes)	1,18 à 2,35
Trimères du propylène (Nonènes)	2,35 à 6,47
<i>n</i> -Décène	7,71

7.4.3 Mesure

La mesure quantitative repose sur la mesure de l'aire du pic déterminée par un intégrateur, puisqu'il y a des groupes de pics confondus.

8 Expression des résultats

8.1 Mode de calcul

La concentration C_i du dimère (trimère), exprimée en milligrammes par kilogramme, est donnée par la formule

$$C_E \times \frac{A_i}{A_E}$$

où

C_E est la concentration, en milligrammes par kilogramme, d'hexène dans le mélange étalon;

A_i est l'aire totale de tous les dimères (trimères);

A_E est l'aire de l'hexène pour le mélange étalon.

NOTE — Si les quantités d'échantillon et de mélange étalon injectées ne sont pas identiques, utiliser la formule

$$C_E \times \frac{A_i}{A_E} \times \frac{Q_E}{Q_i}$$

où

Q_i est la quantité d'échantillon injectée;

Q_E est la quantité de mélange étalon injectée.

Pour chacun des oligomères dosés, calculer la moyenne des deux essais et exprimer les résultats en milligrammes par kilogramme de produit.

8.2 Fidélité

8.2.1 Répétabilité

La différence entre deux résultats obtenus par le même opérateur, avec le même appareillage, dans des conditions opératoires identiques et sur un même produit, ne doit pas dépasser plus d'une fois sur vingt 4 % de la valeur moyenne.

8.2.2 Reproductibilité

Étant donné l'impossibilité de faire circuler des échantillons de gaz comprimés, il est impossible d'effectuer des essais interlaboratoires.

9 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;
- concentration de chaque oligomère requis;
- nature de l'oligomère et sa concentration dans le mélange étalon;
- indication des conditions expérimentales laissées au choix de l'utilisateur:
 - description de la colonne ou la mention «Colonne 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 gaz injecté à chaque essai, en millilitres, mesuré sous la pression atmosphérique normale,
 - durée de l'enregistrement;
- 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.

* 1 bar = 10⁵ Pa

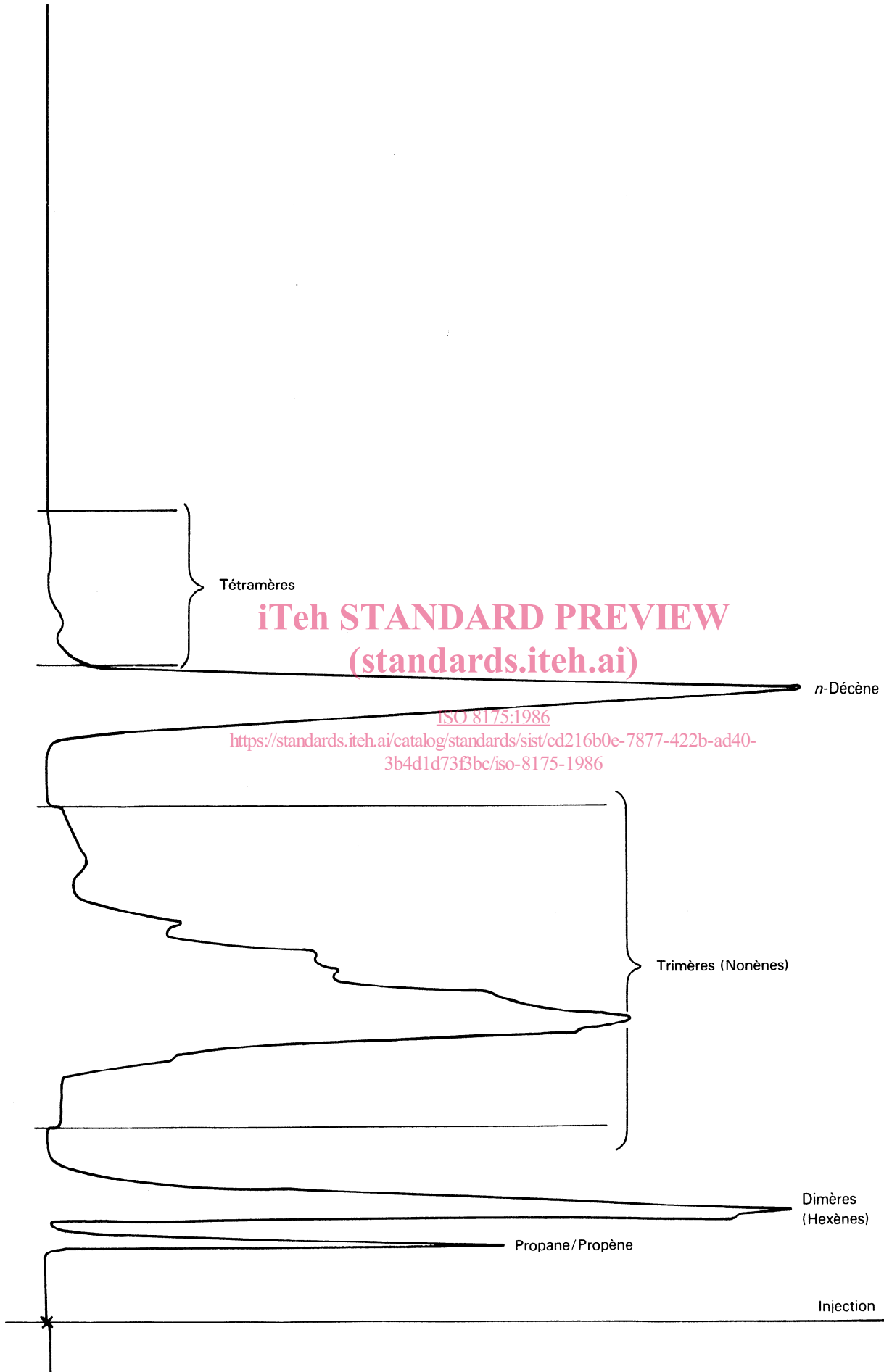


Figure — Chromatogramme type pour un mélange synthétique

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 8175:1986

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cd216b0e-7877-422b-ad40-3b4d1d73f3bc/iso-8175-1986>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 8175:1986

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cd216b0e-7877-422b-ad40-3b4d1d73f3bc/iso-8175-1986>