
Norme internationale



8176

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

Butadiène à usage industriel — Dosage du *tert*-butyl-catéchol (TBC) actif [(diméthyléthyl-1,1)-4 benzènediol-1,2] — Méthode par chromatographie liquide à haute performance

iTeh STANDARD PREVIEW

Butadiene for industrial use — Determination of active tert-butyl-catechol (TBC) [4-(1,1-dimethylethyl)-1,2-benzenediol] — High performance liquid chromatographic method (standards.iteh.ai)

Première édition — 1986-07-01

ISO 8176:1986

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fec8c098-7a55-460d-9ae2-516a3bfe6d00/iso-8176-1986>

CDU 661.716.2 : 543.05

Réf. n° : ISO 8176-1986 (F)

Descripteurs : produit industriel, composé chimique, butadiène, analyse chimique, dosage, *tert*-butyl-catéchol, 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 8176 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 47, *Chimie*.

[ISO 8176:1986](#)

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.

Butadiène à usage industriel — Dosage du *tert*-butyl-catéchol (TBC) actif [(diméthyléthyl-1,1)-4 benzènediol-1,2] — Méthode par chromatographie liquide à haute performance

AVERTISSEMENT — Le [(diméthyléthyl-1,1)-4 benzènediol-1,2] est irritant pour la peau, particulièrement quand il est fondu ou en solution concentrée. Il est également toxique en cas d'ingestion ou par contact avec la peau.

Lors de la manipulation du butadiène, opérer sous une hotte bien ventilée et dans un endroit exempt de flamme et d'étincelles. Il est conseillé de se munir de protections individuelles telles que gants et lunettes.

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode par chromatographie liquide à haute performance (CLHP) pour le dosage du [(diméthyléthyl-1,1)-4 benzènediol-1,2] (*tert*-butyl-catéchol ou TBC) dans le butadiène 1-3 à usage industriel.

L'inhibiteur de polymérisation (TBC) peut être aussi dosé par une méthode spectrométrique (ISO 6684) mais cette méthode n'est pas capable de différencier l'inhibiteur actif de celui oxydé de forme inactive. La présente méthode mesure spécifiquement la concentration du TBC de forme active.

La méthode est applicable au butadiène contenant entre 0 et 250 mg de TBC par kilogramme de produit.

2 Références

ISO 653, *Thermomètres de précision, sur tige, type long.*

ISO 6684, *Butadiène à usage industriel — Dosage du tert-butyl-catéchol (TBC) [(diméthyléthyl-1,1)-4 benzènediol-1,2] — Méthode spectrométrique.*

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

3 Principe

Extraction du TBC actif d'une prise d'essai en la mélangeant avec une solution de *m*-nitrophénol (en tant qu'étalon interne) et en évaporant le butadiène. Séparation du TBC et du *m*-nitrophénol par chromatographie liquide à haute performance et détection par rayonnement ultraviolet. Mesurage de l'aire ou de la hauteur des pics et détermination de la teneur en TBC en utilisant une courbe d'étalonnage.

4 Réactifs et produits

Au cours de l'analyse, utiliser des réactifs de qualité CLHP ou des réactifs de qualité analytique reconnue.

4.1 Méthanol.

4.2 Acide acétique.

4.3 Chloroforme.

4.4 Eau distillée ou eau déionisée.

4.5 Étalons.

4.5.1 TBC [(diméthyléthyl-1,1)-4 benzènediol-1,2], solution chloroformique à 25 g/l.

4.5.2 *m*-Nitrophénol (étalon interne), solution aqueuse à 25 mg/l.

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 **Seringues pour liquides**, de capacités 10, 25, 50 et 100 µl; pour la préparation des solutions étalons.

5.2 **Seringue pour CLHP**, de capacité 50 µl ou plus; pour le remplissage de la boucle d'échantillonnage.

5.3 Chromatographe.

Utiliser un appareil de chromatographie liquide à haute performance répondant aux conditions spécifiées ci-après et permettant d'obtenir un pic d'une hauteur pour le TBC correspondant à au moins deux fois le bruit de fond pour une teneur de

1) Actuellement au stade de projet.

10 mg/l. L'appareil décrit ci-après est donné à titre d'exemple; tout autre appareil satisfaisant aux mêmes critères d'efficacité est utilisable.

5.3.1 Pompe, permettant d'obtenir un débit constant de $1,5 \pm 0,02$ ml/min.

5.3.2 Dispositif d'injection, de type à vanne tournante, muni d'une boucle d'échantillonnage d'environ 20 µl.

NOTE — Le volume exact de la boucle d'échantillonnage n'est pas impératif du fait de l'utilisation d'un étalon interne pour la détermination quantitative.

5.3.3 Colonne, constituée d'un tube en acier inoxydable, de longueur 250 mm et de diamètre intérieur 4,6 mm.

5.3.3.1 Remplissage de colonne : Matériau de remplissage pour la chromatographie CLHP en phase inversée, comportant une phase hydrocarbure en C₁₈, stable à l'hydrolyse, et chimiquement liée à une base silice de granulométrie 10 µm.

5.3.3.2 Phase liquide : Mélange de méthanol, d'eau et d'acide acétique dans les proportions respectives en volume : 67 + 32 + 1.

5.3.4 Détecteur, à rayonnement ultraviolet réglé à 280 nm.

5.4 Thermomètre de précision STL/0,2/-55/5 (voir ISO 653).

6 Échantillonnage

Prélever selon l'ISO 8563, dans une bouteille en acier inoxydable, un échantillon liquide de butadiène d'au moins 50 ml.

7 Mode opératoire

7.1 Établissement de la courbe d'étalonnage

7.1.1 Préparation des solutions d'étalonnage

Dans une série de six flacons de 50 ml munis de bouchons rodés, introduire, à l'aide d'une pipette, 25,0 ml de la solution de *m*-nitrophénol (4.5.2) et y ajouter, à l'aide des seringues (5.1), les volumes de la solution étalon de TBC (4.5.1) indiquées dans le tableau 1.

Tableau 1

Volume de solution étalon de TBC (4.5.1)	Concentration correspondante de TBC dans la solution d'étalonnage
µl	mg/l
0	0
10	10
25	25
50	50
100	100
150	150

7.1.2 Étalonnage

À l'aide de la seringue (5.2), remplir la boucle d'échantillonnage de la vanne d'injection (5.3.2) avec l'une des solutions d'étalonnage et injecter une aliquote dans le chromatographe (5.3). Noter les aires des pics obtenus pour le TBC et le *m*-nitrophénol.

NOTE — S'il n'est pas possible de disposer d'un intégrateur électronique, remplacer l'aire du pic par la hauteur du pic.

Répéter le mode opératoire pour les autres solutions d'étalonnage données dans le tableau 1.

7.1.3 Tracé de la courbe

Tracer un graphique en portant, par exemple, sur l'axe des abscisses, les concentrations, en milligrammes de TBC par litre, et, sur l'axe des ordonnées, les valeurs correspondantes du rapport de l'aire du pic du TBC à l'aire du pic du *m*-nitrophénol.

En alternative, remplacer l'aire du pic par la hauteur du pic.

7.2 Prise d'essai

Refroidir à -20 °C environ une éprouvette graduée de 25 ml et un serpentin en acier inoxydable de longueur 1 m et de diamètre interne 3 mm.

Homogénéiser par agitation l'échantillon contenu dans la bouteille en acier inoxydable. Fixer le serpentin à la bouteille d'échantillonnage et introduire par le tube refroidi 25 ml de l'échantillon liquide dans l'éprouvette graduée refroidie.

AVERTISSEMENT — L'opération ci-dessus doit être réalisée avec des protections individuelles (gants et lunettes) et sous une hotte bien ventilée. En vue d'éviter les risques d'explosion par les décharges d'électricité statique, la bouteille d'échantillonnage doit impérativement être reliée à la terre pendant cette manipulation.

7.3 Préparation de la solution d'essai

Déterminer la température de la prise d'essai (7.2) à $1,0$ °C près et la transvaser dans une fiole conique de 50 ml contenant 25 ml de la solution de *m*-nitrophénol (4.5.2).

Laisser le butadiène s'évaporer à la température ambiante, derrière un écran, sous une hotte bien ventilée, loin de toute source de chaleur et de flammes.

Après évaporation complète du butadiène, boucher la fiole conique et la secouer durant 1 min.

7.4 Détermination

À l'aide de la seringue pour CLHP (5.2), remplir la boucle d'échantillonnage de la vanne d'injection (5.3.2) avec la solution d'essai (7.3) et injecter une aliquote dans le chromatographe (5.3). Noter les aires des pics (ou alternativement les hauteurs des pics) obtenus pour le TBC et le *m*-nitrophénol.

Calculer le rapport de l'aire ou de la hauteur du pic du TBC à l'aire ou à la hauteur du pic du *m*-nitrophénol.

Quelques chromatogrammes types sont donnés sur les figures 1 et 2.

8 Expression des résultats

8.1 Mode de calcul

Au moyen de la courbe d'étalonnage (7.1.3), déterminer la teneur, exprimée en milligrammes par litre, en TBC actif dans la solution d'essai (7.3).

La teneur en TBC actif, exprimée en milligrammes par kilogramme, est donnée par la formule

$$\frac{c}{\rho}$$

où

c est la teneur, en milligrammes par litre, en TBC de la solution d'essai;

ρ est la masse volumique, en grammes par millilitre, de la prise d'essai à la température mesurée en 7.3.

La masse volumique varie selon la température (voir les valeurs données dans le tableau 2).

Tableau 2

Température °C	Masse volumique g/ml
-40	0,690 3
-35	0,684 8
-30	0,679 3
-25	0,673 7
-20	0,668 1
-15	0,662 5
-10	0,656 8
- 5	0,651 0
0	0,645 2

8.2 Fidélité

8.2.1 Répétabilité

La différence entre les 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 3,8 % de la valeur moyenne.

8.2.2 Reproductibilité

À déterminer.

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;
- indication des conditions expérimentales laissées au choix de l'utilisateur :
 - description complète de la colonne,
 - température de la prise d'essai en 7.3;
- 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.

10 Bibliographie

OOMENS, A.C., SCHAURHUIS, F.G. and SKELLY, N.E., *J. Liquid Chromatography* 7 (11), pp. 2143-2149 (1984).

Annexe

Chromatogrammes types

(Cette annexe ne fait pas partie intégrante de la norme.)



Figure 1 — Solution étalon contenant, par litre, 200 mg de TBC et 28 mg de *m*-nitrophénol (étalon interne)

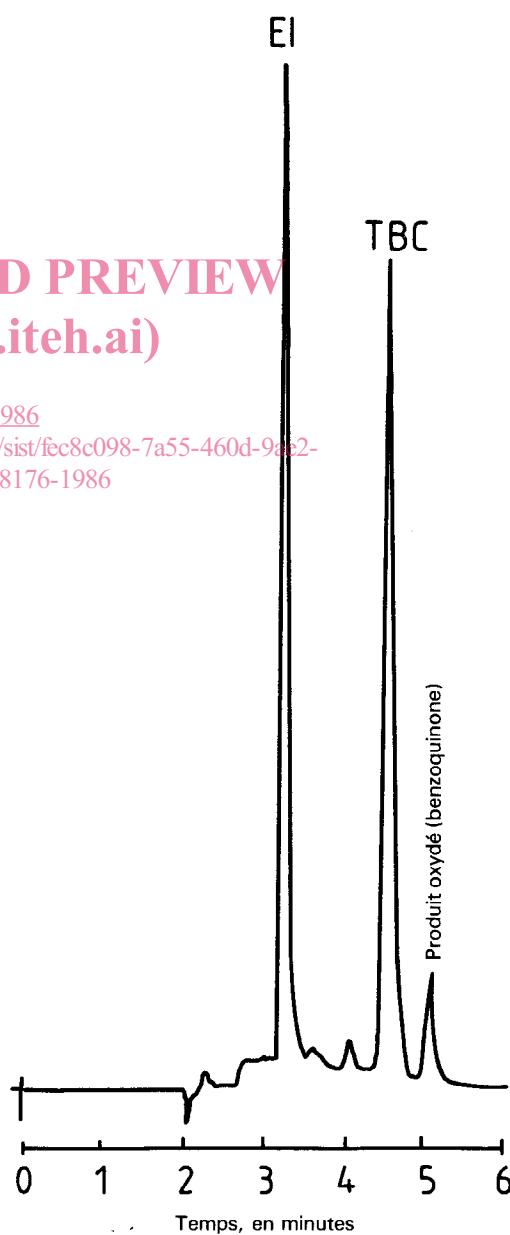


Figure 2 — Solution d'essai contenant 120 mg de TBC par litre

[Noter la présence de produit oxydé (benzoquinone)]

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 8176:1986

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fec8c098-7a55-460d-9ae2-516a3bfe6d00/iso-8176-1986>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 8176:1986

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fec8c098-7a55-460d-9ae2-516a3bfe6d00/iso-8176-1986>