

NORME INTERNATIONALE

ISO
8917

Première édition
1988-12-15



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

Oléfines légères à usage industriel — Dosage de l'eau — Directives pour l'utilisation d'analyseurs en ligne

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Light olefins for industrial use — Determination of water — Guidelines for use of in-line analysers

ISO 8917:1988

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b5688e95-1608-4f31-83cb-63cee13b45f2/iso-8917-1988>

Numéro de référence
ISO 8917: 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 8917 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 47, *Chimie*.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b5688e95-1608-4f31-83cb-63cc13145f4a/iso-8917-1988>

L'annexe A de la présente Norme internationale est donnée uniquement à titre d'information.

Introduction

Le dosage exact des traces d'eau dans les gaz reste l'un des problèmes analytiques le plus délicat. Cela est dû à la grande facilité d'adsorption des molécules d'eau fortement polaires sur toute paroi métallique ou de verre. Tout échantillonnage discontinu dans des bouteilles d'échantillonnage doit être en conséquence absolument interdit. La seule solution à ce problème est le mesurage en continu par un capteur en ligne placé sur le flux continu d'échantillon gazeux.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 8917:1988](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b5688e95-1608-4f31-83cb-63cee13b45f2/iso-8917-1988)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b5688e95-1608-4f31-83cb-63cee13b45f2/iso-8917-1988>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 8917:1988

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b5688e95-1608-4f31-83cb-63cee13b45f2/iso-8917-1988>

Oléfines légères à usage industriel — Dosage de l'eau — Directives pour l'utilisation d'analyseurs en ligne

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale présente des méthodes de dosage de traces d'eau avec un analyseur comportant un capteur en ligne placé dans des flux d'oléfines légères gazéifiées. Ces flux peuvent provenir des lignes de prélèvement ou d'un capillaire de gazéification des échantillons liquides à hautes pressions (voir ISO 6377) ou à basses températures.

Le mode d'utilisation de ces analyseurs ne diffère pas de ceux utilisés pour les gaz tels que hydrogène, azote, oxygène, méthane, éthylène, etc.

La présente Norme internationale n'a pas pour but de décrire les méthodes de prélèvement et d'analyse d'échantillons gazeux individuels. En outre, elle ne concerne pas la description de mesurages discontinus comme la gravimétrie, le titrage de Karl Fischer (voir ISO 6191), la chromatographie en phase gazeuse (voir ISO 6977), etc.

Elle rassemble les divers principes de fonctionnement des analyseurs commercialisés¹⁾ le plus souvent utilisés.

2 Références normatives

Les normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Au moment de la publication, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des normes indiquées ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 2202 : 1972 et ISO 2202/Add.1 : 1975, *Chlore liquide à usage industriel — Dosage de l'eau au moyen d'un doseur électrolytique*.

ISO 6147 : 1979, *Analyse des gaz — Préparation des mélanges de gaz pour étalonnage — Méthode par saturation*.

ISO 6349 : 1979, *Analyse des gaz — Préparation des mélanges de gaz pour étalonnage — Méthode par perméation*.

ISO 6377 : 1981, *Oléfines légères à usage industriel — Détermination des impuretés par chromatographie en phase gazeuse — Considérations générales*.

ISO 7382 : 1986, *Éthylène à usage industriel — Échantillonnage en phase liquide et en phase gazeuse*.

3 Principes de fonctionnement et caractéristiques générales des divers analyseurs

3.1 Décomposition électrolytique

Deux fils fins en platine enroulés sur une tige de verre formant deux spirales parallèles sont recouverts d'un film de pentaoxyde de diphosphore. Cette tige est introduite dans un tube de verre à travers lequel passe le courant gazeux (voir ISO 2202 et ISO 2202/Add.1).

L'absorption de l'eau par le pentaoxyde de diphosphore est quantitative aux débits gazeux recommandés. L'acide phosphorique formé crée une conductance électrique entre les deux fils de platine soumis à une tension indépendante. Cela est suffisant pour une complète décomposition électrolytique de l'eau absorbée. À partir de l'intensité du courant électrique mesuré et du débit gazeux mesuré, la teneur en eau est calculée automatiquement en appliquant la loi de Coulomb.

Étendue de mesurage : 0 à 1 000 ml d'eau (à l'état gazeux) par mètre cube.

Avantages :

- résistant à la corrosion.

Inconvénients :

- pas approprié pour les oléfines en C₃ et au-delà, qui peuvent polymériser sous l'influence d'acides forts ;
- pas approprié pour les mélanges de gaz contenant des traces d'ammoniac, l'analyseur donnant le même signal que pour l'eau.

¹⁾ Des informations sur les analyseurs commercialisés peuvent être obtenues auprès du Secrétariat central de l'ISO ou auprès du secrétariat de l'ISO/TC 47/ SC 14 (AFNOR).

3.2 Réflexion de la lumière sur un miroir refroidi (point de rosée)

Un miroir en contact avec le flux gazeux est lentement refroidi, soit par de la carboglace, soit électriquement par un élément à effet Peltier. Simultanément, la température et la réflexion sont enregistrées et cela peut être automatisé. Au point de rosée, la réflexion de la lumière se trouve perturbée.

Étendue de mesurage indiquée par le fabricant: 30 ml à 500 000 ml d'eau par mètre cube.

Avantages :

- appareil robuste et résistant à la corrosion;
- étalonnages superflus;
- la vérification d'un seul point fixe suffit pour contrôler la fiabilité de l'appareil sur toute l'étendue de mesurage.

Inconvénients

- le miroir peut être sali;
- des points de rosée autres que celui de l'eau peuvent se former, spécialement pour les oléfines en C₃ et au-delà;
- longs temps d'attente;
- de grandes quantités d'échantillons gazeux sont nécessaires pour l'obtention d'une valeur stable, spécialement dans le cas de faibles teneurs en eau.

3.3 Changement de la fréquence de vibration d'un cristal de quartz recouvert d'une couche hygroscopique

L'adsorption de l'eau sur une couche hygroscopique déposée sur un cristal de quartz augmente la masse de l'ensemble cristal-couche hygroscopique et diminue en conséquence sa propre fréquence de vibration. Compte tenu de la possibilité d'un comptage numérique de ces fréquences, les déterminations spécifiques et plus sensibles des teneurs en eau sont possibles. Par des inversions automatiques et périodiques des courants d'échantillons gazeux et d'étalons gazeux, on obtient un étalonnage interne permanent.

Étendue de mesurage: 0 à 25 000 ml d'eau par mètre cube.

Avantages :

- large étendue de mesurage;
- utilisable pour toutes les oléfines;
- résistant à la corrosion.

Inconvénients :

- grandes quantités d'échantillons gazeux et d'étalons gazeux;
- sensible à l'interférence due à l'ammoniac;
- la surface du cristal peut être polluée par des particules de poussières.

3.4 Variation de la capacité d'un condensateur formé par un polymère diélectrique hygroscopique et deux électrodes poreuses

Le condensateur consiste en une feuille d'un matériau polymérisé hygroscopique avec deux électrodes poreuses en or sublimé de chaque côté. Ce matériau polymérisé est en équilibre avec l'humidité de la phase gazeuse adjacente à l'extérieur. Il s'ensuit le mesurage électronique de la fréquence d'oscillation d'un circuit contenant ce condensateur.

Étendue de mesurage indiquée par le fabricant: 120 ml à 10 000 ml d'eau par mètre cube.

Avantages: appareil bon marché, robuste et résistant à la corrosion.

Inconvénients :

- appareil peu sensible;
- étalonnage peu stable.

3.5 Spectrométrie infrarouge

Deux variantes peuvent être utilisées :

- a) mesurage direct de l'absorption;
- b) mesurage séquentiel par comparaison d'une part de l'absorption de l'eau chauffée et d'autre part de l'absorption après passage à travers une cuve de gaz étalon (principe URAS).

Étendue de mesurage: 10 ml à 1 000 000 ml d'eau par mètre cube (avec une cuve chauffée).

Avantages :

- mesurage rapide;
- appareil assez sensible;
- sans interférences avec l'ammoniac et les amines;
- résistant à la corrosion.

Inconvénients :

- appareil encombrant;
- pas très bon marché, coûteux en ce qui concerne la stabilisation de la température;
- pas très bien approprié pour l'analyse en ligne en usine.

3.6 Mesurage de l'absorption de micro-ondes

Cet appareil à l'origine est conçu pour le mesurage de l'humidité dans les solides. Pour des échantillons gazeux, il est en principe utilisable mais beaucoup moins sensible.

Étendue de mesurage: 1 000 ml à 1 000 000 ml d'eau par mètre cube.

3.7 Variation de la capacité d'un condensateur formé par une couche d'alumine diélectrique recouverte d'un film poreux d'or sublimé

Ce capteur est semblable à celui mentionné en 3.4, excepté que le matériau polymérisé hygrosopique formant le diélectrique est remplacé par une couche mince d'oxyde d'aluminium déposé électrolytiquement sur un support anodique en aluminium. La contre-électrode est formée avec un film poreux d'or sublimé. Le mesurage électronique est identique.

Étendue de mesurage indiquée par le fabricant : pour différents appareils, des étendues de mesurage de 0,1 ml à 2 500 ml d'eau par mètre cube et de 0,01 ml à 200 000 ml d'eau par mètre cube.

Avantages :

- large étendue de mesurage;
- utilisable pour toutes les oléfines;
- étalonnages stables, réétalonnage périodique tous les mois;
- relativement bon marché.

Inconvénients :

- appareil non résistant à la corrosion;
- interférences avec l'ammoniac.

4 Mode opératoire

4.1 Mesures de sécurité

Les capteurs de tous les analyseurs mentionnés fonctionnent en ligne avec des courants gazeux. Dans le cas de lignes de transfert, une réinjection est possible et doit être prévue; sinon, il est nécessaire d'évacuer l'échantillon gazeux à travers un éjecteur à air approprié (voir ISO 7382).

4.2 Installation et mise en service des analyseurs

Le dosage, en particulier pour de faibles teneurs en eau, dans tous les gaz est un problème généralement délicat. Cela provient de la polarité de la molécule d'eau et, par conséquent, de sa facilité d'adsorption sur toutes les surfaces polaires, en particulier verre ou métal. Dans le cas présent, il faut que toutes les conduites soient aussi courtes que possible. Si possible, elles peuvent être chauffées. Le flux de gaz à travers la ligne de prélèvement de l'échantillon doit être aussi intense que possible. Un signal stable est obtenu lorsque l'équilibre d'adsorption entre le flux gazeux et le matériau de la conduite a atteint la sortie du capteur.

Quelques analyses sont effectuées avec des échantillons liquides sous pression. Dans ce cas, une gazéification représentative dans un capillaire est nécessaire (voir ISO 6377).

La quantité disponible d'échantillon doit être assez importante pour faire une purge suffisante du détecteur et pour maintenir un signal répétable constant sur une période d'au moins 2 min. Évidemment, le débit de l'échantillon gazeux doit être en conformité avec les recommandations du fabricant de l'analyseur.

Il est important que chaque utilisateur se familiarise avec l'emploi de l'analyseur pour son utilisation en routine; ainsi, il peut estimer la quantité nécessaire d'échantillon liquide à utiliser.

4.3 Étalonnages

Tous les analyseurs décrits sont étalonnés par les fabricants. Mais, compte tenu de leur fonctionnement selon des principes physico-chimiques, le contrôle de ces étalonnages ou même des réétalonnages peut être nécessaire ou au moins recommandé.

Les analyseurs fonctionnent en ligne. Naturellement, les étalonnages naturellement doivent être effectués également en ligne. Il est impératif d'avoir des courants gazeux avec des teneurs connues en eau constantes et bien contrôlées pour l'étalonnage ou le réétalonnage. Des courants gazeux avec des variations de teneur en eau, même si celles-ci sont quantitativement connues (par exemple formant un pic avec une aire connue), sont généralement à proscrire¹⁾.

La plupart des analyseurs décrits donnent des valeurs par rapport à une échelle logarithmique²⁾. Donc le contrôle quantitatif de l'un des pics sur une échelle linéaire n'est pas possible.

À cause de la facilité d'adsorption de l'eau mentionnée en 4.2, toutes les méthodes statiques pour la préparation des mélanges de gaz pour étalonnage doivent être interdites.

Les méthodes dynamiques suivantes peuvent être utilisées.

4.3.1 Méthode par saturation (voir ISO 6147)

En opérant conformément à l'ISO 6147, des températures supérieures ou égales à 0 °C peuvent être réglées dans le condenseur. Cela correspond à des teneurs en eau supérieures ou égales à 6 000 ml/m³. Cette teneur peut être réduite en utilisant un cryostat pour refroidir le condenseur. Dans ce cas, il se forme naturellement de la glace qui doit être éliminée périodiquement par réchauffage du condenseur. À partir des valeurs connues des tensions de vapeur de la glace en fonction de la température, la teneur en eau du flux de gaz étalon peut être ainsi calculée.

Alternativement, le courant du mélange gazeux provenant de l'appareil décrit dans l'ISO 6147 peut être dilué dans un deuxième courant de gaz bien séché (et contrôlé) (voir ISO 6349 : 1979, figure 3).

1) Par exemple : décomposition thermique d'un sel hydraté dans un courant gazeux.

2) Excepté l'analyseur basé sur la décomposition électrolytique de l'eau après absorption sur le film de pentaoxyde de diphosphore. Dans ce cas, il convient d'évaluer l'aire du pic.

4.3.2 Méthode par perméation (voir ISO 6349)

En utilisant la méthode décrite dans l'ISO 6349, les teneurs en eau obtenues sont comprises entre 0,001 ml/m³ et 10 ml/m³ avec une précision possible de 2 % en valeur relative. Des teneurs plus grandes peuvent être obtenues facilement par l'usage d'une membrane à diffusion plus large et/ou à taux de perméation plus grand. Cela peut être obtenu avec un tuyau en serpentin en silicone immergé dans de l'eau maintenue à une température constante (voir figure 1).

Dans ce cas, le taux de perméation peut être directement évalué par pesée de l'ensemble de l'appareil (voir figure 1) après des intervalles de temps précisément déterminés et passage d'un courant de gaz constant dans le tuyau en silicone.

Ces intervalles doivent être étalés sur au moins 24 h et la balance doit être capable d'effectuer des pesées à 50 mg près pour des masses de 100 g environ.

4.3.3 Méthode coulométrique après combustion

Un courant mesuré d'azote est introduit dans une cellule électrolytique contenant un électrolyte aqueux. Avec un courant d'électrolyse donné, l'hydrogène et l'oxygène sont générés.

Après un séchage soigneux, ce courant gazeux est introduit dans un tube rempli d'un catalyseur chauffé, où des quantités connues d'hydrogène et d'oxygène réagissent quantitativement en formant de l'eau en quantité connue par unité de temps. La teneur en eau dans le courant d'azote d'origine peut être facilement calculée en connaissant son débit et l'intensité du courant électrique pour l'électrolyse et en appliquant la loi de Coulomb.

4.4 Détermination

Utiliser l'analyseur conformément aux instructions du fabricant, après avoir vérifié son bon fonctionnement par réétalonnage.

NOTE — L'ammoniac et les amines peuvent être sources d'interférence.

5 Expression des résultats

Exprimer la teneur en eau en millilitres par mètre cube.

6 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes :

- a) identification de l'échantillon;
- b) référence de la méthode et de l'analyseur utilisés;
- c) résultats, ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés; éventuellement, indication du point de rosée et calcul de la teneur en eau;
- d) compte rendu de tous détails particuliers de mesurage (température, débit du courant gazeux, pression, etc.).

<https://standards.itech.ai/catalog/standards/sist/b5688e95-1608-4f31-83cb-63cee13b45f2/iso-8917-1988>

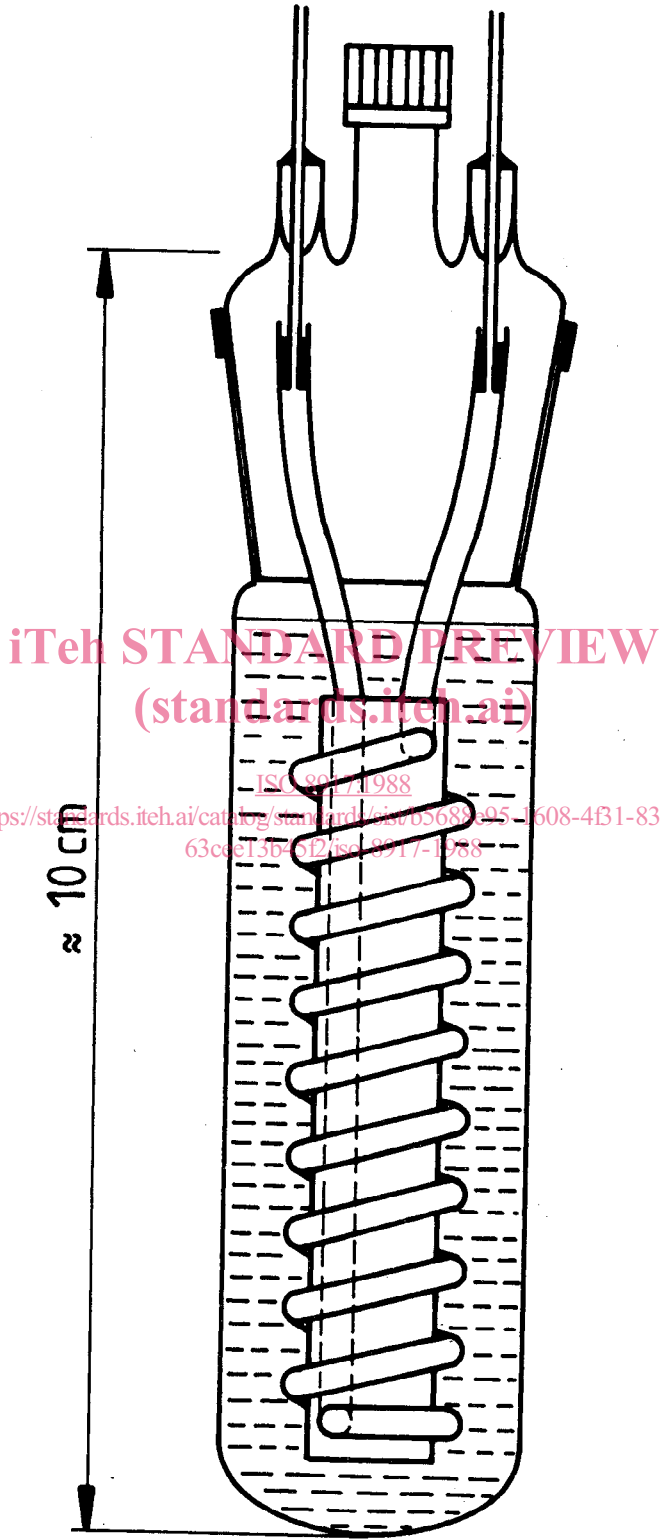


Figure 1 — Humidificateur