
norme française

NF ISO 7381
Novembre 1987

Indice de classement : T 20-819

Butadiène à usage industriel

Dosage des oligomères

Méthode par chromatographie en phase gazeuse

E : Butadiene for industrial use — Determination of oligomers — Gas chromatographic method

D : Butadien für technische Zwecke — Bestimmung von oligomere — Gaschromatographisches Verfahren

Norme française homologuée par décision du Directeur Général de l'afnor le 20 octobre 1987 pour prendre effet le 20 novembre 1987.

correspondance

La présente norme reproduit intégralement la norme internationale ISO 7381 éditée en 1986.

analyse

Cette norme s'adresse aux personnes qui sont concernées par le butadiène en tant que matière première.

Elle permet de déterminer la teneur en oligomères présents dans le butadiène, selon une méthode par chromatographie en phase gazeuse.

descripteurs

Thésaurus International Technique : produit industriel, composé chimique, butadiène, analyse chimique, dosage, oligomère, chromatographie en phase gazeuse.

modifications

corrections

Butadiène à usage industriel

NF ISO 7381

Dosage des oligomères

Novembre 1987

Méthode par chromatographie en phase gazeuse

Indice de classement : T 20-819

AVANT-PROPOS

La présente norme reproduit la norme internationale ISO 7381 éditée en août 1986.

Les documents mentionnés au chapitre 2 «Références» font respectivement l'objet des normes françaises suivantes : NF T 20-806 et NF ISO 8563 (indice de classement T 20-818).

Butadiène 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 butadiène à usage industriel.

La méthode est applicable au butadiène dont la concentration en oligomères est supérieure à 10 mg/kg.

Les oligomères pouvant être présents¹⁾ sont

- vinyl-4 cyclohexène;
- cyclooctadiène-1,3;
- cyclooctadiène-1,5.

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.*²⁾

3 Principe

Après obtention d'un échantillon liquide à basse température, injection d'une prise d'essai à l'état liquide ou gazeux dans une colonne de chromatographie en phase gazeuse.

Passage de la prise d'essai sur cette colonne 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, hélium ou argon de pureté > 99,9 %, ne contenant ni impuretés organiques, ni eau.

4.2 Mélange étalon

Pour chaque dosage, préparer à chaque fois un mélange étalon en dissolvant une quantité appropriée, pesée à 0,1 mg près, de vinyl-4 cyclohexène dans un mélange d'hydrocarbures saturés pouvant aller du butane à l'heptane, de telle sorte que la concentration de vinyl-4 cyclohexène corresponde à celle présumée de l'échantillon.

Transvaser le mélange obtenu dans un récipient semblable à celui utilisé pour l'échantillon et pressuriser avec un gaz approprié.

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 Vase de Dewar transparent, permettant de maintenir liquide le butadiène (voir figure 1).

5.2 Tube à essais, pour contenir l'échantillon liquide.

5.3 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 chacun des oligomères à doser, ayant une concentration de 10 mg/kg.

5.3.1 Dispositif d'injection.

a) Vanne de prélèvement de liquide permettant l'introduction répétée du butadiène liquide à sa pression de vapeur ou à une pression supérieure et en quantité suffisante pour répondre aux exigences de sensibilité et de résolution, compte tenu respectivement de la nature de la colonne (5.3.2) et du détecteur (5.3.3).

b) Seringue graduée en microlitres.

c) Vanne de prélèvement de gaz en acier inoxydable avec une boucle de prélèvement (si l'on présume une faible teneur en oligomères, voir paragraphe 3.2 de l'ISO 6377).

1) En outre, grâce à une sélection appropriée des conditions chromatographiques, d'autres impuretés telles que l'acétonitrile, l'éthylbenzène ou le styrène (vinylbenzène) peuvent être dosées par cette méthode dans des échantillons recyclés; ceci est illustré dans l'annexe B.

2) Actuellement au stade de projet.