
**Produits pétroliers — Détermination des
basses teneurs en vanadium dans les
combustibles liquides — Méthode par
spectrométrie d'absorption atomique sans
flamme après calcination**

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)

*Petroleum products — Low levels of vanadium in liquid fuels —
Determination by flameless atomic absorption spectrometry after ashing*

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a7dd9611-4189-4c3f-b60c-989545a1e0b9/iso-8691-1994>



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 vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 8691 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 28, *Produits pétroliers et lubrifiants*.

ITEH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 8691:1994](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a7dd9611-4189-4c3f-b60c-989545a1e0b9/iso-8691-1994)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a7dd9611-4189-4c3f-b60c-989545a1e0b9/iso-8691-1994>

© ISO 1994

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

Organisation internationale de normalisation
Case postale 56 ● CH-1211 Genève 20 ● Suisse

Imprimé en Suisse

Produits pétroliers — Détermination des basses teneurs en vanadium dans les combustibles liquides — Méthode par spectrométrie d'absorption atomique sans flamme après calcination

AVERTISSEMENT — L'utilisation de la présente Norme internationale implique l'intervention de produits, d'opérations et d'équipements à caractère dangereux. La présente Norme internationale n'a pas la prétention d'aborder tous les problèmes de sécurité concernés par son usage. Il est de la responsabilité de l'utilisateur de consulter et d'établir des règles de sécurité et d'hygiène appropriées et de déterminer l'applicabilité des restrictions réglementaires avant utilisation.

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode de détermination de la teneur en vanadium entre 0,4 mg/kg et 4,0 mg/kg dans les combustibles pour turbines à gaz et les fuel-oils domestiques par spectrométrie d'absorption atomique sans flamme.

NOTE 1 Les fuel-oils contenant du vanadium peuvent provoquer des troubles de fonctionnement, notamment en présence de sodium, lorsqu'ils sont utilisés dans des installations de chauffage ou pour faire fonctionner des turbines à gaz.

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 de Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 385-1:1984, *Verrerie de laboratoire — Burettes — Partie 1: Spécifications générales.*

ISO 1042:1983, *Verrerie de laboratoire — Fioles jaugées à un trait.*

ISO 3170:1988, *Produits pétroliers liquides — Echantillonnage manuel.*

ISO 3171:1988, *Produits pétroliers liquides — Echantillonnage automatique en oléoduc.*

ISO 3696:1987, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai.*

3 Principe

L'échantillon est incinéré dans un creuset, puis porté à incandescence (500 °C) dans un four à moufle. La cendre est dissoute dans de l'acide chlorhydrique à 1 mol/l et la teneur en vanadium de la solution d'acide chlorhydrique est déterminée par spectrométrie d'absorption atomique sans flamme.

4 Réactifs et matériels

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau équivalant à la qualité 3 de l'ISO 3696.

4.1 Acide chlorhydrique, solution aqueuse, de concentration 1 mol HCl/litre de solution.

4.2 Acide sulfurique, concentré à 98 % (m/m) minimum de H₂SO₄.

4.3 Soufre, en fleur, de teneur en cendre inférieure à 10 mg/kg.

4.4 Xylène (diméthylbenzène).

4.5 Acide xylènesulfonique.

Introduire 100 ml de xylène (4.4) et 50 ml d'acide sulfurique (4.2) dans un bécher propre. Agiter le

mélange et élever graduellement la température jusqu'à $95\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$. Continuer le chauffage et agiter jusqu'à obtention d'une phase claire (30 min à 40 min). Refroidir et transférer l'acide xylènesulfonique dans une bouteille propre avec bouchon.

NOTE 2 Une mince pellicule de xylène peut rester à la surface de la solution.

4.6 Trioxovanadate d'ammonium, NH_4VO_3 .

4.7 Solution étalon de vanadium, de teneur en vanadium de 100 mg/kg.

Utiliser soit une solution de vanadium toute prête, soit la préparer comme suit :

Dissoudre 229,7 mg de trioxovanadate d'ammonium (4.6) dans de l'acide chlorhydrique (4.1) dans une fiole jaugée de capacité 1 litre (5.6) et compléter au trait repère avec de l'acide chlorhydrique (4.1).

4.8 Gaz inerte (argon ou azote), d'au moins 99,9 % de pureté.

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et:

5.1 Spectromètre d'absorption atomique (AAS)

5.2 Source d'atomisation sans flamme, avec alimentation en gaz inerte et raccord pour eau de refroidissement.

5.3 Cuve d'absorption en tube de graphite, comprenant un tube à revêtement pyrolytique ou système d'atomisation à baguette de carbone.

5.4 Enregistreur, comprenant un enregistreur potentiométrique, avec réglage de temps maximal de 0,5 s, ou dispositif d'affichage électronique avec ou sans contrôle par microprocesseur.

5.5 Balance analytique, à simple ou à double plateau, précise à 0,1 mg près.

5.6 Fioles jaugées, à un trait, d'une capacité de 100 ml et 1 litre, conformes aux prescriptions de l'ISO 1042.

5.7 Burette, de capacité nominale 2 ml, conforme aux prescriptions de l'ISO 385-1.

5.8 Creuset, en platine ou en silice, d'une capacité d'environ 15 ml et d'un diamètre de 25 mm, avec couvercle.

5.9 Pinces à creuset.

Si un creuset de platine est utilisé, prendre des pinces pourvues d'extrémités en platine.

5.10 Four à moufle, électrique et réglable à une température de $500\text{ °C} \pm 25\text{ °C}$.

5.11 Micropipette, de 20 μl (si l'on utilise une cuve en tube de graphite).

5.12 Seringue graduée, de capacité réglable à 2 μl , associée à un système d'atomisation à baguette de carbone.

6 Échantillons

Prélever les échantillons conformément à l'ISO 3170, à l'ISO 3171 ou à une autre norme nationale équivalente.

7 Préparation des solutions de référence

Préparer des solutions de référence fraîches à partir de la solution étalon de vanadium (4.7) en ajoutant les quantités indiquées dans le tableau 1 dans une série de fioles jaugées de 100 ml (5.6), en complétant au trait repère avec de l'acide chlorhydrique (4.1).

ISO 8691:1994

Tableau 1 — Solutions de référence

Volume de solution étalon de vanadium utilisé ml	0,2	0,5	1,0	1,5	2,0
Teneur en vanadium de la solution de référence mg/kg	0,2	0,5	1,0	1,5	2,0

8 Préparation de l'appareillage

8.1 Spectromètre d'absorption atomique

Utiliser une lampe à cathode creuse au vanadium et régler la longueur d'onde à 318,3 nm. Ajuster la longueur d'onde pour obtenir l'intensité maximale de radiation. Fixer la plus petite constante de temps possible. Aucun correcteur de fond au deutérium ne doit être utilisé.

8.2 Source d'atomisation sans flamme

Après montage d'un nouveau tube de graphite, régler la lampe à cathode creuse au vanadium et la cuve ou le support du tube de graphite pour obtenir un rendement énergétique optimal.

Le rapport absorbance/concentration de la détermination dépend du tube à graphite donné. Par conséquent, une série de mesures doit être effectuée avec le même tube de graphite.

Régler l'alimentation en gaz inerte et l'alimentation en eau de refroidissement.

Étant donné que la présente Norme internationale permet l'utilisation de deux systèmes foncièrement différents de source d'atomisation, les valeurs indicatives pour les conditions de détermination sont données en 8.2.1 et en 8.2.2 et peuvent être adaptées à l'unité de contrôle donnée.

8.2.1 Détermination avec une cellule d'absorption à tube graphite

Utiliser la micropipette (5.11) pour remplir les cellules d'absorption avec 20 µl de la solution d'essai (9.1). Entre deux déterminations consécutives, chauffer à la température maximale, trois fois pendant 5 s (voir tableau 2).

8.2.2 Détermination avec un système d'atomisation à baguette de carbone

Utiliser la seringue graduée (5.12) pour remplir les cellules d'absorption avec 2 µl de la solution d'essai (9.1). Lors de l'injection des solutions, s'assurer que l'aiguille de la seringue reste bien dans la partie interne du tube situé derrière l'orifice d'injection et vider la seringue rapidement. Entre deux déterminations consécutives, chauffer à la température maximale, 1 fois pendant 1 s (voir tableau 2).

Tableau 2 — Valeurs à titre indicatif, pour les conditions d'essai, en fonction des sources d'atomisation

Étape de l'essai	Source d'atomisation	
	Cuve à tube graphité	Atomisation à baguette de carbone
Pour remplir la cuve	Pipette de 20 µl (5.11)	Seringue de 2 µl (5.12)
Période de séchage	30 s à 100 °C	30 s à 100 °C
Période d'incinération	10 s à 700 °C	10 s à 700 °C
Période d'atomisation	20 s à 2 700 °C	3 s à 2 400 °C
Période de nettoyage: chauffage à la température maximale	3 fois pendant 5 s	1 fois pendant 1 s

8.3 Enregistreur

Faire fonctionner l'enregistreur (5.4), sans amortissement, en multipliant la sensibilité par 10.

NOTE 3 Le pic d'atomisation est représenté par un signal balistique rapide. Le niveau d'amortissement de l'appareil d'absorption atomique et de l'enregistreur pourrait entraîner une perte d'absorption et conduire à des courbes de référence incurvées.

Les dispositifs d'affichage électronique, avec ou sans contrôle par microprocesseur, doivent être mis en œuvre selon les instructions du fabricant.

9 Mode opératoire

9.1 Préparation de la solution d'essai

Avant la pesée, homogénéiser l'échantillon en l'agitant vigoureusement. Peser 2 g à 4 g d'échantillon à 0,01 g près dans un creuset (5.8) propre préalablement pesé. Ajouter 0,4 g de soufre (4.3) ou 1 g d'acide xylènesulfonique (4.5) et chauffer le creuset sur un triangle de terre cuite sous une hotte d'aspiration jusqu'à ce que l'échantillon s'enflamme et se consume lentement.

NOTE 4 Si un grand nombre d'échantillons doit être brûlé, il est recommandé d'utiliser un incinérateur électrique.

Placer le creuset dans le four à moufle (5.10) à une température de 500 °C ± 25 °C pendant au moins 1 h, ou toute la nuit, si nécessaire. Après calcination, retirer le creuset du four, mettre le couvercle et laisser refroidir entre 60 °C et 70 °C, ou à une température à laquelle l'acide chlorhydrique peut être ajouté sans risque, en l'absence d'ébullition.

Retirer le couvercle et dissoudre les cendres dans le creuset avec 3 ml d'acide chlorhydrique (4.1). Replacer le couvercle sur le creuset et conserver à une température comprise entre 60 °C et 70 °C pendant 30 min, par exemple, en le plaçant dans un four à air chaud. Ensuite laisser refroidir le creuset et la solution à la température ambiante, et peser à 0,1 g près après avoir retiré le couvercle du creuset.

Après la pesée, remettre le couvercle sur le creuset contenant la solution d'essai et achever la détermination dans l'heure suivant la pesée.

9.2 Détermination du vanadium

9.2.1 Mode de mesure général

Régler l'appareil comme indiqué dans l'article 8 et conformément aux instructions du fabricant. Remplir la cuve avec une solution de référence ou avec la solution d'essai comme indiqué en 8.2.1 ou 8.2.2, selon la source d'atomisation utilisée. Brancher immédiatement le programme de l'unité de contrôle (voir 8.2.1 ou 8.2.2). Laisser l'enregistreur imprimer un diagramme pendant environ 10 s à partir du début du stade d'atomisation jusqu'à obtention du maximum d'atomisation.

Pour évaluer le maximum d'atomisation, tracer tout d'abord une perpendiculaire au maximum d'absor-

bance, puis prolonger la ligne de base du début du pic d'atomisation jusqu'au point d'intersection avec la perpendiculaire. Mesurer la hauteur séparant cette ligne de base théorique du maximum d'absorbance.

9.2.2 Étalonnage

9.2.2.1 Mesurer le maximum d'absorbance pour le point zéro en remplissant la cuve d'acide chlorhydrique (4.1). Cette mesure est notée comme le maximum d'absorbance du blanc avec une teneur en vanadium calculée par extrapolation de la courbe donnée en 9.2.2.2.

9.2.2.2 Répéter la mesure pour chacune des solutions de référence (voir tableau 1), successivement en les versant dans la cuve par ordre de concentration croissante. Après atomisation de deux solutions de référence consécutives, chauffer la source d'atomisation comme indiqué en 8.2.1 et 8.2.2.

Tracer les absorbances du vanadium des solutions de référence en fonction des concentrations en vanadium exprimées en milligrammes de vanadium par kilogramme de solution.

9.2.2.3 Effectuer les déterminations d'absorbance du vanadium des solutions échantillons en triple. Indiquer l'absorbance du vanadium de la solution échantillon sur la courbe telle que tracée en 9.2.2.2. Répéter la détermination de la solution de référence dont l'absorbance est la plus proche en apparence de celle de la solution échantillon. Déterminer le résultat en calculant la moyenne arithmétique des trois valeurs d'absorbance de la solution.

10 Calcul

Calculer la teneur en vanadium, V , de l'échantillon, en milligrammes par kilogramme, en appliquant l'équation suivante:

$$V = \frac{A_s C_s G_s}{A_s^1 m} - \frac{A_b C_b G_b}{A_b^1 m}$$

où

- A_s est l'absorbance de la solution d'essai;
- A_s^1 est l'absorbance de la solution de référence, la plus proche de celle de la solution échantillon;
- A_b est l'absorbance du blanc;
- A_b^1 est l'absorbance de la solution de référence la plus proche de celle du blanc;
- C_s est la teneur en vanadium, en milligrammes par kilogramme, de la solution de référence dont l'absorbance est la plus proche de celle de la solution échantillon;

C_b est la teneur en vanadium, en milligrammes par kilogramme, de la solution de référence dont l'absorbance est la plus proche du blanc;

G_s est la masse, en grammes, de la solution échantillon d'acide chlorhydrique;

G_b est la masse, en grammes, de la solution de blanc d'acide chlorhydrique;

m est la masse, en grammes, de l'échantillon.

11 Expression des résultats

Noter la teneur en vanadium, telle que calculée selon l'article 10, exprimée en milligrammes par kilogramme, à 0,05 mg/kg près.

12 Fidélité

La fidélité de cette méthode, à partir de l'examen statistique de résultats d'essais interlaboratoires, est la suivante.

12.1 Répétabilité

La différence entre deux résultats d'essais successifs, obtenus par le même opérateur avec le même appareillage, dans des conditions opératoires identiques, et sur un même produit ne doit, au cours d'une longue série d'essais effectués en appliquant correctement et normalement la méthode d'essai, dépasser la valeur de 0,1 mg/kg qu'une fois sur 20.

12.2 Reproductibilité

La différence entre deux résultats uniques et indépendants, obtenus par différents opérateurs travaillant dans des laboratoires différents sur un même produit, ne doit, au cours d'une longue série d'essais effectués en appliquant correctement et normalement la méthode d'essai, dépasser la valeur de 0,2 mg/kg qu'une fois sur 20.

13 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir au moins les informations suivantes:

- a) tout détail permettant l'identification complète du produit soumis à l'essai;
- b) une référence à la présente Norme internationale;
- c) le résultat des essais (voir article 11);
- d) tout écart par rapport au mode opératoire spécifié dans la présente Norme internationale, résultant d'un accord ou d'autres circonstances;
- e) la date de l'essai.

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 8691:1994

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a7dd9611-4189-4c3f-b60c-989545a1e0b9/iso-8691-1994>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 8691:1994](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a7dd9611-4189-4c3f-b60c-989545a1e0b9/iso-8691-1994>

ICS 75.160.20

Descripteurs: produit pétrolier, combustible, combustible liquide, analyse chimique, dosage, vanadium, méthode par spectrométrie d'absorption atomique.

Prix basé sur 4 pages
