
**Produits pétroliers — Détermination du
nitrate d'alkyle dans les carburants
diesels — Méthode spectrométrique**

*Petroleum products — Determination of alkyl nitrate in diesel fuels —
Spectrometric method*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 13759:1996](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e8d1dad2-9c32-4f2e-8284-7936ee45070d/iso-13759-1996)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e8d1dad2-9c32-4f2e-8284-7936ee45070d/iso-13759-1996>



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 13759 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 28, *Produits pétroliers et lubrifiants*. (standards.iteh.ai)

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

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e8d1dad2-9c32-4f2e-8284-7936ee45070d/iso-13759-1996>

© ISO 1996

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
Internet central@isocs.iso.ch
X.400 c=ch; a=400net; p=iso; o=isocs; s=central

Imprimé en Suisse

Produits pétroliers — Détermination du nitrate d'alkyle dans les carburants diesels — Méthode spectrométrique

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 pour la détermination du nitrate d'alkyle dans les carburants diesels dans le domaine de concentrations allant de 0,03 % (V/V) à 0,30 % (V/V) (0,03 % à 0,30 % en fraction volumique).

Il est nécessaire pour des déterminations précises de connaître le type de nitrate d'alkyle présent dans le carburant diesel car l'étalonnage de l'analyseur est basé sur des solutions de référence contenant le nitrate à analyser. Si le type de nitrate d'alkyle n'est pas connu, il est possible de donner un résultat indicatif en comparant à un nitrate d'alkyle de référence (4.2).

NOTE — L'ajout aux carburants diesels de certains nitrates d'alkyle améliore l'indice de cétane mesuré par l'essai sur moteur décrit dans l'ISO 5165. Il n'a aucune incidence sur la valeur de l'indice de cétane prescrit dans l'ISO 4264. Voir l'annexe A.

La présence de nitrates d'esters, d'ions nitrates minéraux et d'oxydes d'azote interfère avec cette détermination.

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

ISO 835-1:1981, *Verrerie de laboratoire — Pipettes graduées — Partie 1: Spécifications générales.*

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

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

3 Principe

Le nitrate d'alkyle est hydrolysé dans une solution d'acide sulfurique concentrée et l'acide nitrique libéré réagit avec du diméthyl-2,4 phénol. Le nitroxylénol est extrait du mélange réactif, puis traité par l'hydroxyde de sodium pour former le sel jaune. L'intensité de la couleur est mesurée par spectrométrie à 452 nm et la concentration du nitrate d'alkyle est déterminée à partir de la courbe d'étalonnage.

4 Réactifs

Pour l'analyse décrite dans la présente Norme internationale, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau conforme aux exigences de la qualité 3 de l'ISO 3696.

4.1 Acide acétique (CH_3COOH), cristallisable.

4.2 Solution étalon de nitrate d'alkyle.

À l'aide d'une pipette, transférer 3,0 ml de nitrate d'alkyle de composition identique à celui à analyser dans une fiole de 100 ml (5.5), puis diluer au trait repère avec du carburant diesel (4.6).

Si l'on ne connaît pas le type de nitrate d'alkyle à analyser, utiliser pour établir la courbe d'étalonnage du nitrate d'éthyl-2 hexyle de pureté minimale de 97 %.

4.3 Solution d'acide sulfurique.

Ajouter doucement 500 ml d'acide sulfurique concentré de pureté minimale de 98 % (*m/m*) (98 % en fraction massique) à 270 ml d'eau froide, tout en agitant.

4.4 Solution d'hydroxyde de sodium.

Dissoudre 50 g d'hydroxyde de sodium en pastilles dans de l'eau, puis diluer à 1 000 ml avec de l'eau.

4.5 Solution de diméthyl-2,4 phénol (xylénol-2,4).

Diluer 4 ml de diméthyl-2,4 phénol [$(\text{CH}_3)_2\text{C}_6\text{H}_3\text{OH}$] avec de l'acide acétique (4.1) dans une fiole de 100 ml (5.5) et compléter au trait repère.

4.6 Carburant diesel, coupe gasoil ou mélange de coupes, propre, stable et ne contenant pas d'additif (carburant à blanc).

NOTE — Autant que possible, il est souhaitable que la composition du carburant de l'essai à blanc soit comparable à celle de l'échantillon soumis à l'essai.

4.7 Triméthyl-2,2,4 pentane [$\text{CH}_3\text{C}(\text{CH}_3)_2\text{CH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)\text{CH}_3$], d'une pureté minimale de 99,75 %.

4.8 Propanol-2 [$\text{CH}_3\text{CH}(\text{CH}_3)\text{OH}$].

5 Appareillage

5.1 Cuves d'absorption, adaptées, de 10,00 mm \pm 0,02 mm de parcours optique.

- 5.2 Spectromètre**, capable de mesurer l'absorption dans une gamme de longueurs d'onde de $452 \text{ nm} \pm 5 \text{ nm}$.
- 5.3 Ampoules à décanter**, de type Squibb, équipées d'un bouchon en verre et d'un robinet en polytétrafluoroéthylène, de 125 ml de capacité.
- 5.4 Dispositif d'agitation**, automatique, capable de recevoir plusieurs échantillons et d'agiter à au moins 250 oscillations/minute.
- 5.5 Fioles jaugées**, de 10 ml et 100 ml de capacité, conformes à la classe A de l'ISO 1042.
- 5.6 Pipettes**, de 1 ml et 10 ml de capacité, conformes à la classe A de l'ISO 835-1.
- 5.7 Burette**, de 10 ml de capacité, conforme à la classe A de l'ISO 385-1.
- 5.8 Éprouvettes graduées**, de 50 ml ou 100 ml de capacité.

6 Préparation de la courbe d'étalonnage

6.1 Au plus 24 h avant chaque détermination, préparer les courbes d'étalonnage conformément au mode opératoire décrit de 6.2 à 6.11.

6.2 À l'aide de la burette (5.7), mesurer avec soin 1,0 ml, 3,0 ml, 5,0 ml, 8,0 ml et 10,0 ml de la solution de nitrate d'alkyle (4.2) dans des fioles jaugées individuelles de 100 ml (5.5), puis compléter au trait repère avec du carburant diesel (4.6).

6.3 Transférer, à l'aide d'une pipette, des portions de 1,0 ml de chacune des solutions préparées en 6.2 dans cinq fioles jaugées de 10 ml (5.5). Transférer, à l'aide d'une pipette, 1,0 ml de carburant diesel dans une autre fiole jaugée de 10 ml. Compléter toutes les fioles jaugées au trait repère avec du propanol-2 (4.8).

6.4 Transférer, à l'aide d'une pipette, dans des ampoules à décanter individuelles (5.3), 1,0 ml de chacune des solutions préparées en 6.3 et de la solution à blanc de carburant diesel.

6.5 Ajouter, à l'aide d'une pipette, 1,0 ml de diméthyl-2,4 phénol (4.5) à chaque ampoule à décanter, puis faire tourbillonner afin de bien mélanger.

6.6 Ajouter, à l'aide d'une éprouvette graduée (5.8), 40 ml de la solution d'acide sulfurique (4.3) à chaque ampoule à décanter.

NOTE — Si le diméthyl-2,4 phénol n'est pas rajouté avant l'acide sulfurique, des résultats peu élevés, voire négatifs seront obtenus.

6.7 Fixer les bouchons des ampoules à décanter, puis agiter les ampoules pendant 30 min à l'aide du dispositif d'agitation (5.4).

NOTE — La qualité du contact de l'échantillon avec l'acide sulfurique détermine l'importance de l'hydrolyse. Il est donc souhaitable que la vitesse et la durée de l'agitation soient identiques pour les échantillons soumis à l'essai et pour les solutions d'étalonnage.

6.8 Ajouter 25 ml de triméthyl-2,2,4 pentane (4.7) à chaque ampoule à décanter, puis agiter pendant 1 min à l'aide du dispositif d'agitation. Laisser les phases se séparer, puis soutirer et éliminer la phase acide (inférieure). Ajouter 25 ml d'eau à chaque ampoule à décanter, agiter de nouveau pendant 1 min à l'aide du dispositif d'agitation, laisser se séparer, puis soutirer et éliminer la phase aqueuse (inférieure).

6.9 Transférer, à l'aide d'une pipette, 10,0 ml de la solution d'hydroxyde de sodium (4.4) dans chaque ampoule à décanter, agiter manuellement pendant 1 min, puis laisser décanter pendant au moins 10 min ou jusqu'à séparation nette (voir la note en 6.7). Soutirer quelques gouttes de la phase inférieure (eau) afin de rincer le tube d'écoulement. Vérifier que la solution est alcaline, puis éliminer.

Si la solution n'est pas alcaline, rajouter 10 ml supplémentaires d'hydroxyde de sodium, puis corriger les calculs (voir 6.11) pour prendre en compte l'accroissement de volume de la solution.

Remplir une cuve d'absorption (5.1) avec la solution provenant de chaque ampoule à décanter, puis mesurer l'absorbance sur le spectromètre (5.2) par rapport à l'eau en nettoyant la cellule entre chaque solution.

6.10 Soustraire l'absorbance du blanc de celle des solutions d'étalonnage afin d'obtenir des valeurs d'absorbance corrigées.

6.11 Représenter graphiquement l'absorbance corrigée en fonction de la concentration et, si cela donne une droite, calculer le pente, C , de la courbe d'étalonnage à l'aide de l'équation suivante:

$$C = A/B \quad \dots (1)$$

où

A est la somme des concentrations des étalons de nitrate d'alkyle, exprimée en pourcentage en volume;

B est la somme des absorbances corrigées.

7 Mode opératoire d'essai

7.1 Transférer, à l'aide d'une pipette, 1,0 ml de l'échantillon de carburant diesel dans une fiole jaugée de 10 ml (5.5), puis compléter au trait repère avec du propanol-2 (4.8).

7.2 Transférer, à l'aide d'une pipette, 1,0 ml de l'échantillon préparé en 7.1 dans une ampoule à décanter. Ajouter 1,0 ml de propanol-2 dans une autre ampoule à décanter pour servir d'essai à blanc.

NOTE — Un essai plus précis peut être obtenu en utilisant comme solution à blanc le même carburant de base que celui des échantillons pour essai, dilué avec du propanol-2.

7.3 Suivre le mode opératoire décrit en 6.5 à 6.10.

NOTE — Si l'absorbance est trop intense et dépasse le maximum de l'échelle, diluer cinq fois une partie aliquote de l'échantillon pour essai avec le carburant à blanc (4.6), répéter le mode opératoire, puis corriger les calculs en conséquence.

8 Calculs

8.1 Soustraire l'absorbance du blanc de l'absorbance de l'échantillon, puis calculer la concentration en nitrate d'alkyle, N , en pourcentage en volume, en insérant la valeur de la pente de la courbe d'étalonnage calculée en 6.11, dans l'équation suivante (voir aussi 8.2):

$$N = CD \quad \dots (2)$$

où

C est la pente de la courbe d'étalonnage;

D est l'absorbance de l'échantillon pour essai.

8.2 Il arrive, pour certains couples additif/carburant, que la courbe ne soit pas linéaire. Si, après vérification, un tel résultat se confirme, le calcul de l'équation (1) n'est pas effectué, et le calcul de l'équation (2) est remplacé par l'insertion de l'absorbance mesurée corrigée, déterminée en 6.10, sur la courbe donnant la meilleure lecture pour relever la concentration en nitrate d'alkyle.

9 Expression des résultats

Indiquer la concentration en nitrate d'alkyle, en pourcentage de fraction volumique [% (V/V)] à 0,001 % près et en donnant le nom de nitrate d'alkyle ou, si le nitrate d'alkyle spécifique n'est pas connu, tel que calculé sur la base du nitrate d'éthyl-2 hexyle.

10 Fidélité

La fidélité de la méthode, obtenue par le dépouillement statistique des résultats d'un essai circulaire interlaboratoire, est la suivante.

10.1 Répétabilité, r

La différence entre des résultats d'essais successifs obtenus par le même opérateur, avec le même appareillage, dans des conditions opératoires identiques, sur un même produit, ne doit pas, au cours d'une série d'essais effectués en appliquant correctement et normalement la méthode d'essai, dépasser plus d'une fois sur vingt la valeur de 0,017 % (V/V) (fraction volumique de 0,017 %).

10.2 Reproductibilité, R

La différence entre deux résultats uniques et indépendants obtenus par différents opérateurs travaillant dans des laboratoires différents, sur un même produit, ne doit pas, au cours d'une série d'essais effectués en appliquant normalement et correctement la méthode d'essai, dépasser plus d'une fois sur vingt, la valeur de 0,036 % (V/V) (fraction volumique de 0,036 %).

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

11 Rapport d'essai

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

- a) une référence à la présente Norme internationale;
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e8d1dad2-9c32-4f2e-8284-7936cc45070d/iso-13759-1996>
- b) le type et l'identification complète du produit soumis à l'essai;
- c) le résultat de l'essai (voir article 9);
- d) tout écart par rapport au mode opératoire prescrit, résultant ou non d'un accord;
- e) la date de l'essai.

Annexe A (informative)

Bibliographie

- [1] ISO 4264:1995, *Produits pétroliers — Calcul de l'indice de cétane des distillats moyens par équation à quatre variables.*
- [2] ISO 5165:— 1), *Carburants pour moteurs diesels — Détermination de la qualité d'inflammabilité — Méthode cétane.*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 13759:1996

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e8d1dad2-9c32-4f2e-8284-7936ee45070d/iso-13759-1996>

1) À publier. (Révision de l'ISO 5165:1992)

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 13759:1996

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e8d1dad2-9c32-4f2e-8284-7936ee45070d/iso-13759-1996>