
**Produits pétroliers — Détermination
de la répartition dans l'intervalle
de distillation — Méthode par
chromatographie en phase gazeuse**

*Petroleum products — Determination of boiling range distribution —
Gas chromatography method*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 3924:2010](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/793e1899-ef17-49de-90b7-f5d81f7becc4/iso-3924-2010)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/793e1899-ef17-49de-90b7-
f5d81f7becc4/iso-3924-2010](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/793e1899-ef17-49de-90b7-f5d81f7becc4/iso-3924-2010)



PDF – Exonération de responsabilité

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 3924:2010](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/793e1899-ef17-49de-90b7-f5d81f7becc4/iso-3924-2010)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/793e1899-ef17-49de-90b7-f5d81f7becc4/iso-3924-2010>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2010

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'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.org
Web www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	2
4 Principe	2
5 Réactifs et matériel	2
6 Appareillage	4
7 Échantillonnage	6
8 Préparation de l'appareillage	6
9 Étalonnage	10
10 Mode opératoire	13
11 Calculs	14
12 Expression des résultats	15
13 Fidélité	15
14 Rapport d'essai	16
Annexe A (informative) Calcul des données équivalentes de l'ISO 3405	17
Annexe B (informative) Analyse accélérée	19
Annexe C (informative) Points d'ébullition des alcanes non normaux	21
Bibliographie	25

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 Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. 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.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

L'ISO 3924 a été élaborée par le comité technique CEN/TC 19, *Carburants et combustibles gazeux et liquides, lubrifiants et produits connexes, d'origine pétrolière, synthétique et biologique*, du Comité européen de normalisation (CEN) en collaboration avec le comité technique ISO/TC 28, *Produits pétroliers et lubrifiants*, conformément à l'Accord de coopération technique entre l'ISO et le CEN (Accord de Vienne).

Cette méthode est harmonisée avec les méthodes analogues IP 406^[3] et ASTM D2887^[4].

Cette troisième édition annule et remplace la deuxième édition (ISO 3924:1999), à laquelle deux annexes informatives, les Annexes A et B, ont été ajoutées et dont certaines définitions ont été actualisées. (L'Annexe A de l'ISO 3924:1999 est devenue l'Annexe C dans la présente édition révisée). L'Annexe A contient essentiellement un tableau permettant la corrélation de certaines données avec les données obtenues avec la méthode ISO 3405 ainsi que des explications supplémentaires relatives au mode opératoire de base, sans changer le domaine d'application. Avec ces informations, l'ISO 3924 révisée constitue une mise à jour décrivant la méthode telle qu'elle est réellement pratiquée sans changer le mode opératoire de base. Les données présentées dans l'Annexe A permettent une référence dans les spécifications mondiales et modernes comme celles pour les carburéacteurs. Cela souligne le fait que la disponibilité de ces données chimiques dans une méthode ISO soutient l'utilisation dans ces domaines spécifiques.

Également, du fait que l'ISO 3924 est largement utilisée et citée dans de nombreuses spécifications de carburant et qu'il existe un besoin pour une méthode plus rapide, l'Annexe B décrit une méthode qui, sans aucune adaptation instrumentale, réduit le temps d'analyse par un facteur 5.

Produits pétroliers — Détermination de la répartition dans l'intervalle de distillation — Méthode par chromatographie en phase gazeuse

AVERTISSEMENT — L'utilisation de la présente Norme internationale peut impliquer l'emploi de produits et la mise en œuvre de modes opératoires et d'appareillages à caractère dangereux. La présente Norme internationale n'a pas pour but d'aborder tous les problèmes de sécurité liés à son utilisation. Il incombe à l'utilisateur de la présente Norme internationale d'établir, avant de l'utiliser, des pratiques d'hygiène et de sécurité appropriées et de déterminer l'applicabilité des restrictions réglementaires.

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode pour déterminer la répartition dans l'intervalle de distillation des produits pétroliers. La méthode est applicable aux produits pétroliers et aux fractions pétrolières dont le point final de distillation est inférieur ou égal à 538 °C à la pression atmosphérique quand il est déterminé selon la présente Norme internationale. La présente Norme internationale n'est pas applicable aux échantillons d'essences ou aux composés à base d'essences. La méthode est limitée aux produits dont l'intervalle de distillation est supérieur à 55 °C et dont la pression de vapeur est suffisamment basse pour permettre un échantillonnage à la température ambiante.

La méthode a été appliquée avec succès à des échantillons contenant du biodiesel jusqu'à 10 %.

NOTE Pour les besoins de la présente Norme internationale, l'expression «% (m/m)» est utilisée pour désigner la fraction massique d'un produit.

2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 3170:2004, *Produits pétroliers liquides — Échantillonnage manuel*

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

ISO 3405:2000, *Produits pétroliers — Détermination des caractéristiques de distillation à pression atmosphérique*

ISO 4259:2006, *Produits pétroliers — Détermination et application des valeurs de fidélité relatives aux méthodes d'essai*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants s'appliquent.

3.1 point initial de distillation

PI
température correspondant au temps de rétention auquel la surface nette est égale à 0,5 % de la surface totale du chromatogramme correspondant à l'échantillon

3.2 point final de distillation

PF
température correspondant au temps de rétention auquel la surface nette est égale à 99,5 % de la surface totale du chromatogramme correspondant à l'échantillon

3.3 fréquence de tranche

nombre de tranches de données acquises par unité de temps permettant d'intégrer la réponse continue (analogique) du détecteur chromatographique pendant une analyse

NOTE La fréquence de tranche est exprimée en hertz (par exemple tranches par seconde).

4 Principe

Un échantillon est introduit dans la colonne d'un chromatographe en phase gazeuse, qui effectue la séparation des hydrocarbures dans l'ordre croissant de leur point d'ébullition. La température de la colonne est élevée à une vitesse reproductible et l'aire du chromatogramme est intégrée pendant la durée de l'analyse. Des températures d'ébullition sont déduites de l'axe de temps d'une courbe d'étalonnage, obtenue dans les mêmes conditions en utilisant un mélange connu d'hydrocarbures couvrant la plage d'ébullition supposée de l'échantillon. Ces données permettent d'obtenir la répartition dans l'intervalle de distillation.

L'Annexe A présente un modèle de corrélation pour le calcul des caractéristiques physiques de distillation (voir les données équivalentes issues de l'ISO 3405, l'IP 123^[6] ou l'ASTM D86^[5]) à partir de l'analyse de la répartition dans l'intervalle de distillation par chromatographie en phase gazeuse déterminée suivant la présente Norme internationale.

L'Annexe B décrit une analyse alternative, accélérée.

5 Réactifs et matériel

5.1 Phase stationnaire pour les colonnes, non polaire, éluant les hydrocarbures dans l'ordre croissant de leur point d'ébullition.

NOTE Les produits suivants ont été utilisés avec succès comme phases liquides:

- a) pour des colonnes remplies:
 - silicone gomme caoutchouc UC-W98,
 - silicone gomme caoutchouc GE-SE-30,
 - silicone gomme caoutchouc OV-1,
 - silicone gomme caoutchouc OV-101,
- b) pour des colonnes capillaires:
 - polydiméthylsiloxane.

5.2 Support solide pour colonnes remplies, consistant habituellement en de la brique réfractaire broyée ou de la terre de diatomée pour chromatographie.

La granulométrie et le taux d'imprégnation doivent être tels qu'ils conduisent à une résolution et à une durée d'analyse optimales.

NOTE En général, un taux d'imprégnation compris entre 3 % et 10 % a été jugé le plus satisfaisant.

5.3 Gaz vecteur, constitué d'hélium ou d'hydrogène pour les détecteurs à conductivité thermique, ou d'azote, d'hélium ou d'argon pour les détecteurs à ionisation de flamme.

5.4 Mélange étalon, consistant en un mélange d'hydrocarbures couvrant la gamme de C₅ à C₄₄, pesés avec précision et dissous dans le disulfure de carbone (5.6).

Le mélange de *n*-alcane suivant s'est révélé satisfaisant pour la plupart des échantillons: C₅, C₆, C₇, C₈, C₉, C₁₀, C₁₂, C₁₄, C₁₆, C₁₈, C₂₀, C₂₄, C₂₈, C₃₂, C₃₆, C₄₀, C₄₄. Au moins un des constituants du mélange doit avoir un point d'ébullition inférieur au point initial de distillation de l'échantillon, et au moins un des constituants doit avoir un point d'ébullition supérieur au point final de distillation de l'échantillon. Le Tableau 1 donne la liste des points d'ébullition des alcanes.

Tableau 1 — Points d'ébullition des alcanes normaux

Nombre d'atomes de carbone	Point d'ébullition °C	Nombre d'atomes de carbone	Point d'ébullition °C
2	89	24	391
3	-42	25	402
4	0	26	412
5	36	27	422
6	69	28	431
7	98	29	440
8	126	30	449
9	151	31	458
10	174	32	466
11	196	33	474
12	216	34	481
13	235	35	489
14	254	36	496
15	271	37	503
16	287	38	509
17	302	39	516
18	316	40	522
19	330	41	528
20	344	42	534
21	356	43	540
22	369	44	545
23	380		

NOTE Il semble que le projet API 44^[1] ait fourni les données d'origine des points d'ébullition des normales paraffines qui ont été énumérées dans les première et deuxième éditions de la présente Norme internationale. Cependant, au cours des années, certaines des données contenues dans le projet API 44 (Thermodynamics Research Center Hydrocarbon Project) ainsi que les méthodes d'essai ont changé, et elles ne sont plus équivalentes. Le présent tableau fournit les valeurs courantes des points d'ébullition des normales paraffines admises par l'ISO, l'ASTM et l'Energy Institute.

NOTE Il est recommandé d'utiliser une concentration finale de mélange d'hydrocarbures dans le disulfure de carbone d'environ 10 parties en volume pour 100 parties en volume pour les colonnes remplies et d'environ 1 partie en volume pour 100 parties en volume pour les colonnes capillaires.

Si l'échantillon à analyser contient des quantités significatives de *n*-alcane qui peuvent être identifiés sur le chromatogramme, les pics correspondants peuvent être utilisés comme points d'étalonnage interne. Toutefois, il est conseillé d'utiliser le mélange étalon pour être sûr de l'identification des pics.

Si nécessaire, on peut ajouter de manière qualitative du propane ou du butane au mélange étalon pour satisfaire à 5.4. Cela peut être réalisé en faisant barboter, à l'aide d'une seringue à gaz, une petite quantité de l'hydrocarbure gazeux dans la solution de mélange étalon contenue dans un flacon bouché par un septum.

Si des phases stationnaires autres que celles énumérées dans la note en 5.1 sont utilisées, les temps de rétention de quelques alkylbenzènes tels que l'*o*-xylène, le *n*-butylbenzène, le 1,3,5-tri-isopropylbenzène, le *n*-décylbenzène et le *n*-tétradécylbenzène sur l'intervalle de distillation doivent également être vérifiés afin de confirmer que la colonne effectue la séparation dans l'ordre des points d'ébullition (voir l'Annexe C).

5.5 Produit de référence primaire, qui doit être le gazole de référence ASTM n°1.

5.6 Disulfure de carbone, de qualité analytique.

6 Appareillage

6.1 Chromatographe

Tout chromatographe en phase gazeuse présentant les caractéristiques suivantes peut être utilisé.

6.1.1 Détecteur, à ionisation de flamme ou à conductivité thermique.

Le détecteur doit avoir une sensibilité suffisante pour déceler 1,0 % (*m/m*) de dodécane en donnant, dans les conditions spécifiées dans la présente Norme internationale, une hauteur de pic au moins égale à 10 % de l'échelle totale de l'enregistreur, et sans perte de résolution telle qu'elle est définie en 8.3. Quand il est réglé sur cette sensibilité, le détecteur doit avoir une stabilité telle que la dérive de la ligne de base n'excède pas 1 % de l'échelle totale par heure. Le détecteur doit être capable de fonctionner continuellement à la température maximale à laquelle la colonne est utilisée. Le détecteur doit être raccordé à la colonne de manière à éviter tout point froid entre le détecteur et la colonne.

NOTE Il n'est pas conseillé de faire fonctionner le détecteur à conductivité thermique à une température supérieure à la température maximale de la colonne. Cela a pour seul effet de raccourcir la durée de vie du détecteur et de contribuer, en général, à élever le niveau de bruit de fond et à augmenter la dérive.

6.1.2 Programmeur de température de la colonne, à même de programmer la température sur une plage suffisante pour obtenir un temps de rétention au moins égal à 1 min pour le point initial de distillation et pour éluer la totalité de l'échantillon durant la rampe de température.

La vitesse de montée en température du programme doit être suffisamment reproductible pour obtenir une répétabilité des temps de rétention de 6 s pour chacun des constituants du mélange étalon (5.4).

Si le point initial de distillation est inférieur à environ 93 °C, il peut être nécessaire que la température initiale de la colonne soit inférieure à la température ambiante. Cependant, il faut éviter des températures de départ trop basses, afin de s'assurer que la phase stationnaire demeure liquide. La température de départ de la colonne doit seulement être suffisamment basse pour que la courbe d'étalonnage obtenue réponde aux exigences de la présente Norme internationale.

6.1.3 Injecteur, à même de fonctionner de façon continue à la température maximale à laquelle est portée la colonne. On peut aussi prévoir un système d'injection «dans la colonne» à condition qu'il existe un moyen de programmer la température de la colonne entière, y compris le point d'introduction de l'échantillon, jusqu'à la température maximale requise.

L'injecteur doit être raccordé à la colonne de manière à éviter tout point froid entre le système d'injection et la colonne.

6.2 Colonne

N'importe quelle colonne et n'importe quelles conditions peuvent être utilisées pourvu que, dans les conditions de l'essai, les séparations se fassent dans l'ordre des points d'ébullition donnés dans le Tableau 1 et que la résolution, R , de la colonne soit au moins égale à 3. Les conditions opératoires usuelles des colonnes sont données dans les Tableaux 2 et 3.

Tableau 2 — Conditions opératoires usuelles pour les colonnes remplies

Colonnes remplies	1	2
Longueur de la colonne, mètres	0,7	0,5
Diamètre extérieur de la colonne, millimètres	3,2	3,2
Phase stationnaire	OV-101	UC-W98
Pourcentage de phase stationnaire	5	10
Support	G ^a	P ^b
Granulométrie du support, micromètres	80/100	80/100
Température initiale de la colonne, degrés Celsius	-40	-30
Température finale de la colonne, degrés Celsius	350	360
Vitesse de montée en température, degrés Celsius par minute	10	10
Gaz vecteur	Hélium	Azote
Débit de gaz vecteur, millilitres par minute	30	25
Détecteur	FID	FID
Température du détecteur, degrés Celsius	370	360
Température du système d'injection, degrés Celsius	370	350
Volume de l'échantillon, microlitres	0,5	1
^a Chromosorb® G (AW-DMS) ¹⁾ . ^b Chromosorb® P (AW) ¹⁾ .		

6.3 Enregistreur/table traçante

Cet appareillage sert à tracer le chromatogramme. On peut utiliser un potentiomètre enregistreur de 0 mV à 1 mV ayant un temps de réponse de pleine échelle inférieur ou égal à 2 s et dont le diagramme a une largeur minimale d'environ 120 mm. En variante, on peut utiliser un ordinateur ou autre dispositif, dans la mesure où il est capable de réaliser une présentation graphique de qualité identique ou supérieure à celle de l'enregistreur potentiométrique.

6.4 Intégrateur/ordinateur

Cet appareillage sert à déterminer les aires cumulées du chromatogramme. Cela peut être réalisé à l'aide d'un système informatique d'acquisition de données chromatographiques ou d'un intégrateur électronique. L'intégrateur/ordinateur doit comporter un logiciel de chromatographie permettant de mesurer les temps de rétention et les aires des pics d'élution. En outre, le système doit être capable de convertir le signal du

1) Chromosorb® G et Chromosorb® P sont des exemples de produits appropriés disponibles sur le marché. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs de la présente Norme internationale et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif des produits ainsi désignés.

détecteur intégré continuellement, en tranches d'aire de durée fixe. Ces tranches d'aire contiguës, collectées sur la durée totale de l'analyse, doivent être enregistrées pour être traitées ultérieurement. La gamme électronique de l'intégrateur/ordinateur (par exemple 1 V) doit se situer dans le domaine de linéarité du système détecteur/électromètre utilisé. Le système doit pouvoir soustraire la tranche d'aire d'un essai à blanc de la tranche d'aire correspondante d'un échantillon.

Certains chromatographes en phase gazeuse possèdent un algorithme intégré à leur logiciel de travail qui permet d'enregistrer dans la mémoire un modèle mathématique du profil de la ligne de base. Ce profil peut être automatiquement soustrait du signal du détecteur des analyses d'échantillons ultérieures pour compenser tout décalage de ligne de base. Certains systèmes d'intégration peuvent également enregistrer et soustraire automatiquement une analyse à blanc d'une analyse ultérieure d'échantillon.

6.5 Régulateurs de pression et de débit

6.5.1 Dans le cas de l'utilisation d'une colonne remplie, le chromatographe doit être équipé de régulateurs de débit aptes à maintenir le débit du gaz vecteur à $\pm 1\%$, sur toute l'étendue des températures de fonctionnement.

6.5.2 Dans le cas de l'utilisation d'une colonne capillaire de grand diamètre intérieur, le chromatographe doit être équipé d'un régulateur de pression ou de débit de gaz vecteur approprié à l'injecteur utilisé.

6.6 Microseringue

Ce dispositif sert à introduire l'échantillon dans le chromatographe.

L'injection de l'échantillon peut être effectuée soit manuellement, soit automatiquement. L'injection automatique est préférable, en raison de la meilleure précision obtenue sur les temps de rétention.

7 Échantillonnage

<https://standards.itech.ai/catalog/standards/sist/793e1899-ef17-49de-90b7-f5d81f7becc4/iso-3924-2010>

Sauf spécification contraire, les échantillons doivent être prélevés conformément aux modes opératoires décrits dans l'ISO 3170 ou l'ISO 3171.

8 Préparation de l'appareillage

8.1 Préparation de la colonne

8.1.1 Généralités

Toute méthode permettant de produire une colonne répondant aux exigences de 6.2 peut être utilisée. La colonne doit être conditionnée à la température maximale de travail, de manière à réduire les dérives de la ligne de base dues aux pertes de substances de la colonne.

8.1.2 Colonnes remplies

Une méthode acceptable, pour conditionner la colonne, consiste à purger la colonne avec le débit normal de gaz vecteur pendant 12 h à 16 h, alors qu'elle est maintenue à la température maximale de travail. Cette méthode s'est révélée efficace pour les colonnes dont le taux d'imprégnation initial est de 10 % de phase liquide.

8.1.3 Colonnes capillaires

Les colonnes capillaires peuvent être conditionnées en utilisant le mode opératoire suivant.

- a) Installer la colonne selon les instructions du fabricant. Régler les débits de gaz de la colonne et du détecteur. Vérifier que le circuit ne présente pas de fuite.
- b) Laisser le circuit se purger à la température ambiante pendant au moins 30 min. Puis élever la température du four d'environ 5 °C/min à 10 °C/min jusqu'à ce qu'elle atteigne la température de travail finale et maintenir cette température pendant environ 30 min.
- c) Soumettre le chromatographe au cycle du programme de température plusieurs fois jusqu'à ce qu'une ligne de base stable soit obtenue.

NOTE Des colonnes capillaires à phases réticulées ou greffées sont disponibles auprès de nombreux fabricants et sont habituellement préconditionnées. Ces colonnes présentent un taux de perte de substances bien plus faible que les colonnes remplies.

8.2 Chromatographe

Mettre le chromatographe en service conformément aux instructions du fabricant. Des conditions opératoires usuelles sont données dans les Tableaux 2 et 3.

Si un détecteur à ionisation de flamme est utilisé, les dépôts qui s'y forment par suite de la combustion des produits de décomposition de la silicone doivent être régulièrement enlevés, car ils modifient les caractéristiques de réponse du détecteur.

NOTE Il est possible de diminuer le temps d'analyse sans adaptation instrumentale, comme décrit dans l'Annexe B.

ITeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
Tableau 3 — Conditions opératoires usuelles pour les colonnes capillaires

Colonnes capillaires	3	4	5
Longueur de la colonne, mètres	7,5	5	10
Diamètre intérieur de la colonne, millimètres	0,53	0,53	0,53
Phase stationnaire	DB-1	HP-1	HP-1
Épaisseur de la phase stationnaire, micromètres	1,5	0,88	2,65
Gaz vecteur	Azote	Hélium	Hélium
Débit de gaz vecteur, millilitres par minute	30	12	20
Température initiale de la colonne, degrés Celsius	40	35	40
Température finale de la colonne, degrés Celsius	340	350	350
Vitesse de montée en température, degrés Celsius par minute	10	10	15
Détecteur	FID	FID	FID
Température du détecteur, degrés Celsius	350	380	350
Température du système d'injection, degrés Celsius	340	De type «froid dans la colonne»	De type «température de vaporisation programmée»
Volume d'échantillon, microlitres	0,5	1	0,2
Concentration de l'échantillon, % (m/m)	25	10	Pur

8.3 Résolution de la colonne

Analyser le mélange étalon dans les mêmes conditions que celles utilisées pour les échantillons. En utilisant la méthode illustrée à la Figure 1, calculer la résolution, R , à partir de l'intervalle de temps compris entre les sommets t_1 et t_2 des pics des deux alcanes C_{16} et C_{18} et des largeurs à mi-hauteur y_1 et y_2 de ces pics, comme indiqué par l'Équation (1):

$$R = \frac{2(t_2 - t_1)}{1,699(y_1 + y_2)} \tag{1}$$

où

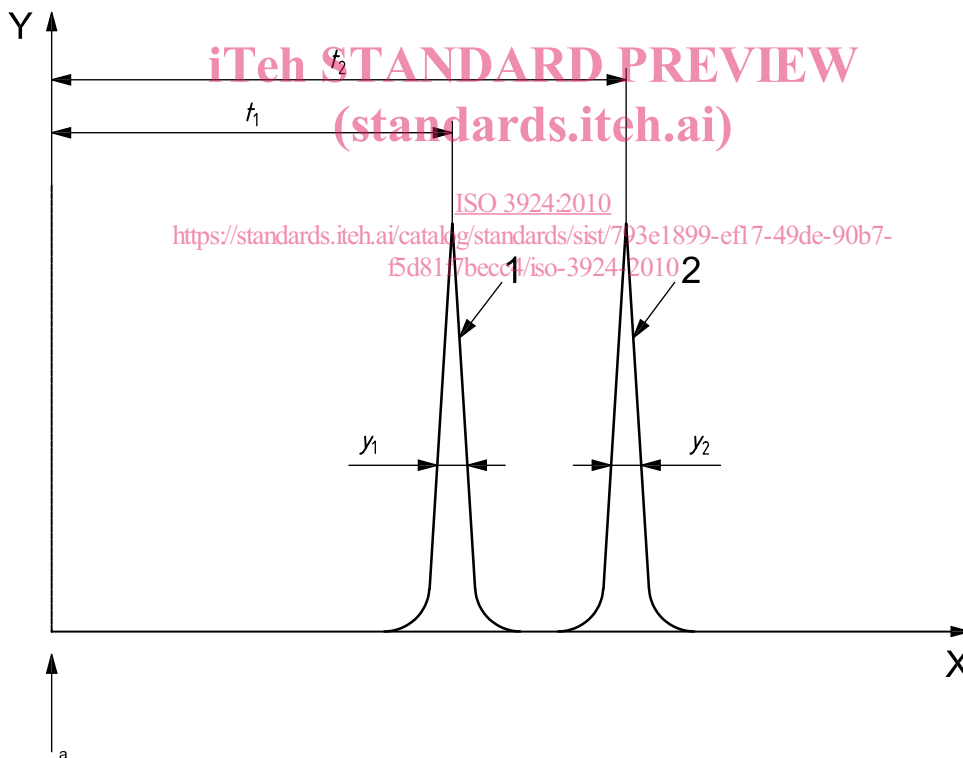
t_1 est le temps de rétention, exprimé en secondes, du pic C_{16} à son maximum;

t_2 est le temps de rétention, exprimé en secondes, du pic C_{18} à son maximum;

y_1 est la largeur à mi-hauteur, exprimée en secondes, du pic C_{16} ;

y_2 est la largeur à mi-hauteur, exprimée en secondes, du pic C_{18} .

La résolution, R , obtenue à partir de l'Équation (1), doit être au moins égale à 3.



Légende

X temps, exprimé en secondes

Y réponse de l'enregistreur

1 hexadécane

2 octadécane

a Injection de l'échantillon.

Figure 1 — Paramètres de résolution de la colonne