



# PROJET DE NORME INTERNATIONALE ISO/DIS 22854

ISO/TC 28

Secrétariat: ANSI

Début de vote  
2012-06-21

Vote clos le  
2012-11-21

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

## Produits pétroliers liquides — Détermination des groupes d'hydrocarbures et de la teneur en composés oxygénés de l'essence automobile pour moteurs — Méthode par chromatographie multidimensionnelle en phase gazeuse

*Liquid petroleum products — Determination of hydrocarbon types and oxygenates in automotive-motor gasoline — Multidimensional gas chromatography method*

[Révision de la première édition (ISO 22854:2008)]

ICS 75.080

### TRAITEMENT PARALLÈLE ISO/CEN

Le présent projet a été élaboré dans le cadre du Comité européen de normalisation (CEN) et soumis selon le mode de collaboration **sous la direction du CEN**, tel que défini dans l'Accord de Vienne.

Le projet est par conséquent soumis en parallèle aux comités membres de l'ISO et aux comités membres du CEN pour enquête de cinq mois.

En cas d'acceptation de ce projet, un projet final, établi sur la base des observations reçues, sera soumis en parallèle à un vote d'approbation de deux mois au sein de l'ISO et à un vote formel au sein du CEN.

**Pour accélérer la distribution, le présent document est distribué tel qu'il est parvenu du secrétariat du comité. Le travail de rédaction et de composition de texte sera effectué au Secrétariat central de l'ISO au stade de publication.**

**To expedite distribution, this document is circulated as received from the committee secretariat. ISO Central Secretariat work of editing and text composition will be undertaken at publication stage.**

CE DOCUMENT EST UN PROJET DIFFUSÉ POUR OBSERVATIONS ET APPROBATION. IL EST DONC SUSCEPTIBLE DE MODIFICATION ET NE PEUT ÊTRE CITÉ COMME NORME INTERNATIONALE AVANT SA PUBLICATION EN TANT QUE TELLE.

OUTRE LE FAIT D'ÊTRE EXAMINÉS POUR ÉTABLIR S'ILS SONT ACCEPTABLES À DES FINS INDUSTRIELLES, TECHNOLOGIQUES ET COMMERCIALES, AINSI QUE DU POINT DE VUE DES UTILISATEURS, LES PROJETS DE NORMES INTERNATIONALES DOIVENT PARFOIS ÊTRE CONSIDÉRÉS DU POINT DE VUE DE LEUR POSSIBILITÉ DE DEVENIR DES NORMES POUVANT SERVIR DE RÉFÉRENCE DANS LA RÉGLEMENTATION NATIONALE.

LES DESTINATAIRES DU PRÉSENT PROJET SONT INVITÉS À PRÉSENTER, AVEC LEURS OBSERVATIONS, NOTIFICATION DES DROITS DE PROPRIÉTÉ DONT ILS AURAIENT ÉVENTUELLEMENT CONNAISSANCE ET À FOURNIR UNE DOCUMENTATION EXPLICATIVE.

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
(standards.iteh.ai)  
Full standard:  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fe7f9b82-25f5-4749-9ab8-d4414e01a5e1/iso-22854-2014>

### Notice de droit d'auteur

Ce document de l'ISO est un projet de Norme internationale qui est protégé par les droits d'auteur de l'ISO. Sauf autorisé par les lois en matière de droits d'auteur du pays utilisateur, aucune partie de ce projet ISO ne peut être reproduite, enregistrée dans un système d'extraction ou transmise sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé électronique ou mécanique, y compris la photocopie, les enregistrements ou autres, sans autorisation écrite préalable.

Les demandes d'autorisation de reproduction doivent être envoyées à l'ISO à l'adresse ci-après ou au 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](mailto:copyright@iso.org)  
Web [www.iso.org](http://www.iso.org)

Toute reproduction est soumise au paiement de droits ou à un contrat de licence.

Les contrevenants pourront être poursuivis.

## Sommaire

Page

Avant-propos .....	iv
Introduction.....	v
1 <b>Domaine d'application</b> .....	1
2 <b>Références normatives</b> .....	2
3 <b>Termes et définitions</b> .....	2
4 <b>Principe</b> .....	3
5 <b>Produits et réactifs</b> .....	3
5.1 <b>Gaz</b> .....	3
6 <b>Appareillage</b> .....	4
7 <b>Échantillonnage</b> .....	5
8 <b>Mode opératoire</b> .....	5
8.1 <b>Conditionnement</b> .....	5
8.2 <b>Préparation d'un échantillon</b> .....	5
8.2.1 <b>Mode opératoire B uniquement – dilution de l'échantillon</b> .....	5
8.2.2 <b>Modes opératoires A et B – refroidissement de l'échantillon</b> .....	5
8.3 <b>Volume d'injection de l'échantillon d'essai</b> .....	5
8.4 <b>Vérification de l'équipement et des conditions d'essai</b> .....	5
8.5 <b>Validation</b> .....	6
8.6 <b>Préparation de l'échantillon d'essai</b> .....	6
8.7 <b>Préparation de l'appareil et des conditions d'essai</b> .....	6
9 <b>Calculs</b> .....	6
9.1 <b>Généralités</b> .....	6
9.2 <b>Calculs en fractions massiques, % (m/m)</b> .....	6
9.3 <b>Calculs en fractions volumiques, % (V/V)</b> .....	8
9.4 <b>Calcul de la teneur totale en oxygène en fraction massique, % (m/m)</b> .....	10
9.5 <b>Traitement des résultats selon les spécifications de l'essence pour moteurs automobile</b> .....	10
10 <b>Expression des résultats</b> .....	11
10.1 <b>Mode opératoire A</b> .....	11
10.2 <b>Mode opératoire B</b> .....	11
11 <b>Fidélité</b> .....	11
11.1 <b>Généralités</b> .....	11
11.2 <b>Répétabilité</b> .....	11
11.3 <b>Reproductibilité</b> .....	11
12 <b>Rapport d'essai</b> .....	12
<b>Annexe A (informative) Spécifications instrumentales</b> .....	14
<b>Annexe B (informative) Chromatogrammes d'échantillon</b> .....	16
<b>Bibliographie</b> .....	21

## 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 22854 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 28, Produits pétroliers et lubrifiants, et par le comité technique CEN/TC 19, Carburants et combustibles gazeux et liquides, lubrifiants et produits connexes, d'origine pétrolière, synthétique et biologique en collaboration.

Cette seconde édition de l'EN ISO 22854 annule et remplace la première édition (EN ISO 22854:2008).

Le domaine d'application de la méthode a été mis à jour pour inclure les essences dont la teneur en oxygène est supérieure à celle mentionnée dans la première édition ; l'essai est désormais applicable aux essences pour moteurs automobiles dont la teneur en oxygène monte jusqu'à 3,7 % (m/m) et au carburant automobile Superéthanol (E85) qui est utilisé par les véhicules flex-fuel. Voir également l'Introduction. Par ailleurs, une partie du texte du mode opératoire a été mis à jour et de meilleurs exemples de chromatogrammes ont été mis en Annexe B.

## Introduction

Cette édition de l'ISO 22854 est une actualisation de la première édition de 2008. Ce document était destiné à l'origine au dosage des hydrocarbures saturés, oléfiniques, aromatiques et oxygénés dans l'essence pour moteurs automobiles conforme aux spécifications européennes des carburants. De récents essais interlaboratoires ont montré que le domaine d'application de la méthode peut être actualisé pour inclure les essences dont la teneur en oxygène est supérieure à celle mentionnée dans la première édition et que la méthode est applicable aux mélanges pour moteurs automobiles d'essence avec des bases oxygénées jusqu'au E10 inclus.

Une étude interlaboratoire qui a été menée au sein du CEN a montré que la méthode peut aussi être utilisée sur des essences dont la teneur en éthanol est élevée (comme le E85 ou Superéthanol), pourvu que l'échantillon soit dilué avec un produit qui n'interfère avec composant ou groupe de composants qui nécessitent d'être analysés. Les précisions pour réaliser un tel essai sont données dans l'Article 13.

Les données de fidélité dérivées pour le méthanol ne correspondent pas aux calculs de fidélité présentés dans la présente méthode. Les données de fidélité pour le méthanol n'ont pas été calculées, puisque le besoin n'en a été exprimé. Si l'un de ces composés oxygénés était présent dans l'échantillon d'essence, il conviendrait de contrôler sa teneur par d'autres méthodes d'essai appropriées, par exemple celles données dans l'EN 228 [1].

La méthode d'essai décrite dans le présent document est semblable à l'ASTM D 6839 [2].

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

Full standard:  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fe7f9b82-25f5-4749-9ab8-d4414e01a5e1/iso-22854-2014>

# Produits pétroliers liquides — Détermination des groupes d'hydrocarbures et de la teneur en composés oxygénés de l'essence pour moteurs automobiles — Méthode par chromatographie multidimensionnelle en phase gazeuse

## 1 Domaine d'application

Le présent document prescrit une méthode pour la détermination par chromatographie en phase gazeuse des teneurs en hydrocarbures saturés, oléfiniques et aromatiques dans les essences pour moteurs automobile. En outre, les teneurs en benzène, en composés oxygénés et en oxygène total peuvent être mesurées par cette méthode.

La méthode définit deux modes opératoires, A et B.

**Le mode opératoire A** est applicable aux essences pour moteurs automobile dont la teneur en aromatiques totaux est au plus de 50 % (V/V), la teneur en oléfines est comprise entre 1,5 % (V/V) environ et 30 % (V/V) au plus, la teneur en composés oxygénés est au moins de 0,8 % (V/V) et au plus de 15 % (V/V), la teneur en oxygène total est comprise entre 1,5 % (m/m) environ et 3,7 % (m/m) environ, et la teneur en benzène est inférieure à 2 % (V/V).

Bien que cette méthode d'essai puisse être utilisée pour déterminer des teneurs en oléfines plus élevées, jusqu'à 50 % (V/V), la fidélité pour les oléfines n'a été établie que pour des teneurs comprises entre 1,5 % (V/V) et 30 % (V/V) environ.

Bien que cette méthode ait été développée pour l'analyse d'essences pour moteurs automobile qui contiennent des oxygénés, celle-ci peut aussi être appliquée à d'autres hydrocarbures dont l'intervalle d'ébullition est voisin, tels que les naphthas et les réformats.

**Le mode opératoire B** décrit le mode opératoire pour l'analyse de groupements oxygénés dans des carburants à l'éthanol (automobile) contenant une fraction en volume d'éthanol entre 50 % et 85 %. L'essence est diluée avec un composant non oxygéné pour abaisser la teneur en éthanol à une valeur inférieure à 20 % avant l'analyse GC.

NOTE 1 Pour les besoins du présent document, les expressions « % (m/m) » et « % (V/V) » sont utilisées pour désigner respectivement les fractions massiques,  $\mu$ , et les fractions volumiques,  $\varphi$ .

NOTE 2 Pour le mode opératoire A, des valeurs de fidélité ont été établies pour les composés oxygénés dans des échantillons d'essences pour moteurs automobile contenant de l'éthyl tertioabutyl éther (ETBE), du méthyl tertioabutyl éther (MTBE), du tertioamyl méthyl éther (TAME), de l'isopropanol, de l'isobutanol, du tertiobutanol, du méthanol et de l'éthanol. Les données de fidélité dérivées pour le méthanol ne correspondent pas aux calculs de fidélité présentés dans la présente méthode. L'applicabilité de la présente méthode d'essai a, en outre, été vérifiée pour le dosage, du n-propanol, de l'acétone et du di-isopropyl éther (DIPE). Cependant, la fidélité n'a pas été déterminée pour ces composés. Pour le mode opératoire B, les valeurs de fidélité peuvent être utilisées pour une fraction d'éthanol d'environ 50 % (V/V) jusqu'à 85 % (V/V), pour une fraction d'éther totale d'environ 0,5 % (V/V) jusqu'à 11 % (V/V) et pour une fraction totale d'alcools en C3 à C5 d'environ 1 % (V/V) jusqu'à 6 % (V/V). Le méthanol peut aussi être déterminé en utilisant ce mode opératoire, mais aucune valeur de fidélité n'a été établie.

NOTE 3 Au moment du développement de la présente méthode, le point d'ébullition final était limité à 215 °C.

NOTE 4 Il peut y avoir un chevauchement entre les aromatiques en C9 et en C10. Cependant, le total est précis. L'isopropylbenzène est séparé des aromatiques en C8 et sort avec les autres aromatiques en C9.

## 2 Références normatives

Les documents de référence suivants, en totalité ou en partie, sont référencés normativement dans ce document et sont indispensables pour son application. 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).

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

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

## 3 Termes et définitions

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

### 3.1

#### **groupe d'hydrocarbures**

famille d'hydrocarbures telle que les hydrocarbures saturés, les hydrocarbures oléfiniques, etc.

#### 3.1.1

##### **hydrocarbure saturé**

##### **saturé**

type d'hydrocarbure cyclique ou en chaîne droite n'ayant aucune double liaison constitué de 3 à 12 atomes de carbone

Exemple n-Paraffines, iso-paraffines, naphtènes et polynaphtènes.

#### 3.1.2

##### **hydrocarbure oléfinique**

##### **oléfine**

type d'hydrocarbure en chaîne droite ayant des doubles ou des triples liaisons constitué de 3 à 10 atomes de carbone

Exemple n-Oléfines, iso-oléfines et oléfines cycliques.

#### 3.1.3

##### **hydrocarbure aromatique**

##### **aromatique**

type d'hydrocarbure cyclique ayant des doubles ou des triples liaisons

Exemple Benzène, toluène et homologues supérieurs ayant de 6 à 10 carbones, et naphtalènes ayant jusqu'à 12 carbones

### 3.2

#### **oxygéné**

#### **hydrocarbure oxygéné**

hydrocarbure cyclique ou en chaîne droite ayant un groupe oxygéné dont l'ajout est permis par les spécifications de l'essence

Exemple Alcools et éthers

NOTE Voir la NOTE 3 de l'Article 1.

### 3.3

#### **groupe partiel**

#### **PG**

nombre de carbone dans un groupe individuel, celui-ci étant soit un composé particulier, comme le toluène, soit un mélange d'isomères



Exemple n-Butane et iso-butane

## 4 Principe

**4.1** La même technique de séparation et la même procédure d'analyse sont employées dans les modes opératoires A et B ; la différence entre les deux réside dans la dilution de l'échantillon qui est prescrite dans le mode opératoire B. Le solvant de dilution est pris en compte dans l'intégration, ceci rend possible de noter les résultats de l'échantillon non dilué après normalisation à 100%.

**4.2** L'échantillon d'essence pour moteurs automobile soumis à l'analyse est séparé en familles d'hydrocarbures par une technique de chromatographie en phase gazeuse utilisant des couplages de colonnes et des commutations de colonnes.

L'échantillon d'essence pour moteurs automobile est injecté dans le système chromatographique et, après vaporisation, est séparé en ses différents groupes. La détection est toujours faite au moyen d'un détecteur à ionisation de flamme (FID).

**4.3** La concentration en masse de chaque composé ou chaque groupe hydrocarboné détecté est déterminée en appliquant les facteurs de réponse relatifs (voir 9.1) aux aires des pics détectés et en normalisant à 100 %. Pour les échantillons d'essence pour moteurs automobile contenant des oxygénés qui ne peuvent pas être dosés par la présente méthode, les pics d'hydrocarbures sont normalisés à 100 % en excluant ces oxygénés dosés par une autre méthode. La concentration en volume liquide de chaque composé ou groupe hydrocarboné détecté est mesurée en appliquant les facteurs de masse volumique (voir 9.2) aux concentrations massiques calculées sur les pics détectés puis en normalisant à 100 %.

**IMPORTANT — Il est essentiel, pour l'application correcte de la méthode, de porter une grande attention afin d'assurer que tous les composés soient correctement identifiés. Cela s'applique tout particulièrement à l'identification des composés oxygénés du fait des larges écarts de leur facteur de réponse. Il est ainsi hautement recommandé pour une identification correcte de contrôler les éventuels composés oxygénés inconnus en utilisant un mélange de référence qui contient ces produits purs.**

**4.4** Après cette analyse, l'essence pour moteurs automobile est séparée en familles d'hydrocarbures et donc par nombre de carbone. En utilisant les facteurs de réponse relatifs correspondants, les distributions des masses des groupes dans l'échantillon d'essence pour moteurs automobile peuvent être calculées.

## 5 Produits et réactifs

### 5.1 Gaz

NOTE L'installation de filtres contre l'humidité est recommandée pour les lignes d'hélium et d'hydrogène.

#### 5.1.1 Hydrogène, pur à 99,995 %

**DANGER — L'hydrogène est explosif en présence d'air lorsque sa concentration est comprise entre 4 % (V/V) et 75 % (V/V). Voir les manuels des constructeurs concernant les fuites dans le circuit.**

#### 5.1.2 Hélium, pur à 99,995 %

#### 5.1.3 Air comprimé

**5.2 Flacons**, hermétiques et inertes, par exemple munis de couvercles faits d'une membrane de caoutchouc couverte d'un joint de polytetrafluoroéthylène (PTFE) auto scellant.

**5.3 Solutions de référence**, une ou des essence(s) pour moteurs automobile finie(s) utilisée(s) comme référence contenant des composés à des concentrations comparables à ceux de l'échantillon d'essai.

Il est recommandé que la composition de la solution de référence ait été déterminée au cours d'un essai circulaire ou par d'autres méthodes.

**DANGER — Inflammable. Nocif à l'inhalation.**

**NOTE** Les composés contenant du soufre sont adsorbés de manière irréversible sur les pièges à oléfines et peuvent réduire leur capacité à retenir les oléfines. Le soufre peut aussi être adsorbé sur les pièges pour alcools et les pièges à éther-alcool-aromatique. Bien que l'effet de faibles quantités de composés soufrés sur les différents pièges et colonnes soit très faible, il est important de faire attention aux échantillons d'essence pour moteurs automobile dont le taux de soufre est élevé.

**5.4 Solvant de dilution**, utilisé dans le mode opératoire B, il ne doit interférer avec aucun autre composé de l'essence à analyser. Le dodécane ( $C_{12}H_{26}$ ) et le tridécane ( $C_{13}H_{28}$ ) sont recommandés.

## 6 Appareillage

**6.1 Chromatographe multidimensionnel en phase gazeuse (CG)**, contrôlé par ordinateur, équipé d'un injecteur et d'un détecteur à ionisation de flamme (FID), de colonnes appropriées, de pièges et de catalyseurs d'hydrogénation, dont un exemple est donné en Annexe A.

**6.2 Vannes de commutation**, utilisées pour transférer les produits d'une colonne du chromatographe à l'autre.

Elles doivent être dotées d'une surface chimiquement inactive et d'un faible volume mort.

**6.3 Pièges**, colonnes courtes appropriées (voir un exemple en Annexe A) servant à retenir certains groupes chimiques de l'essence en utilisant le contrôle de température.

L'absorption des composés doit être réversible.

**EXEMPLE** Une séquence classique est donnée à titre d'exemple :

- En premier lieu, les alcools et les aromatiques à haut point d'ébullition sont absorbés dans un piège (colonne remplie de sulfate I). Les aromatiques restants sont séparés des autres composés sur une colonne polaire (par exemple OV 275).
- Les éthers sont séparés de la fraction restante sur un autre piège (colonne remplie de sulfate II).
- Les oléfines sont séparées des saturés par un piège à oléfines (par exemple un sel d'argent) en deux étapes. Ceci est rendu nécessaire par la capacité limitée de tels pièges à retenir des quantités importantes de butène ou d'oléfinés totales. Si la capacité du piège est suffisante pour la concentration en oléfines, il est possible de réaliser la séparation en une seule étape.
- Ensuite, les hydrocarbures saturés restants sont séparés sur une colonne de tamis moléculaire 13X en paraffines et naphthènes selon leur nombre d'atomes de carbone.
- Les éthers sont alors élués du piège (colonne remplie de sulfate II) puis séparés et détectés selon leurs points d'ébullition.
- Les oléfines sont désorbées du piège à oléfines et hydrogénées dans une colonne de platine. Elles sont séparées et détectées comme les composés saturés correspondants sur une colonne de tamis moléculaire 13X.
- Les alcools et les aromatiques à haut point d'ébullition sont élués de la colonne polaire et du piège (colonne remplie de sulfate I), puis séparés sur colonne apolaire (par exemple méthyl silicone OV 101), et détectés selon leurs points d'ébullition.