

---

---

**Produits pétroliers liquides —  
Détermination des groupes  
d'hydrocarbures et de la teneur en  
composés oxygénés de l'essence  
automobile pour moteurs et du  
carburant à l'éthanol (E85) —  
Méthode par chromatographie  
multidimensionnelle en phase  
gazeuse**

ISO 22854:2014

<https://standards.iteh.org/catalog/standards/sist/f670b82-25f5-4749-9ab8-d44b4e01a5e1/iso-22854-2014>  
*Liquid petroleum products — Determination of hydrocarbon types and oxygenates in automotive-motor gasoline and in ethanol (E85) automotive fuel — Multidimensional gas chromatography method*



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

[ISO 22854:2014](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fe7f9b82-25f5-4749-9ab8-d4414e01a5e1/iso-22854-2014)

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



**DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT**

© ISO 2014

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, 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, l'affichage sur l'internet ou sur un Intranet, sans autorisation écrite préalable. Les demandes d'autorisation peuvent être adressées 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)

Publié en Suisse

## Sommaire

Page

<b>Avant-propos</b> .....	<b>iv</b>
<b>Introduction</b> .....	<b>v</b>
<b>1</b> <b>Domaine d'application</b> .....	<b>1</b>
<b>2</b> <b>Références normatives</b> .....	<b>2</b>
<b>3</b> <b>Termes et définitions</b> .....	<b>2</b>
<b>4</b> <b>Principe</b> .....	<b>3</b>
<b>5</b> <b>Produits et réactifs</b> .....	<b>3</b>
5.1 <b>Gaz</b> .....	<b>3</b>
<b>6</b> <b>Appareillage</b> .....	<b>4</b>
<b>7</b> <b>Échantillonnage</b> .....	<b>5</b>
<b>8</b> <b>Mode opératoire</b> .....	<b>5</b>
8.1    Conditionnement.....	<b>5</b>
8.2    Préparation d'un échantillon.....	<b>5</b>
8.3    Volume d'injection de l'échantillon d'essai.....	<b>6</b>
8.4    Vérification de l'équipement et des conditions d'essai.....	<b>6</b>
8.5    Validation.....	<b>6</b>
8.6    Préparation de l'échantillon d'essai.....	<b>6</b>
8.7    Préparation de l'appareil et des conditions d'essai.....	<b>6</b>
<b>9</b> <b>Calculs</b> .....	<b>6</b>
9.1    Généralités.....	<b>6</b>
9.2    Calculs en fractions massiques.....	<b>6</b>
9.3    Calculs en fractions volumiques.....	<b>8</b>
9.4    Calcul de la teneur totale en oxygène en fraction massique.....	<b>10</b>
9.5    Traitement des résultats selon les spécifications de l'essence pour moteurs automobile.....	<b>10</b>
<b>10</b> <b>Expression des résultats</b> .....	<b>10</b>
10.1    Mode opératoire A.....	<b>10</b>
10.2    Mode opératoire B.....	<b>11</b>
<b>11</b> <b>Fidélité</b> .....	<b>11</b>
11.1    Généralités.....	<b>11</b>
11.2    Répétabilité, $r$ .....	<b>11</b>
11.3    Reproductibilité, $R$ .....	<b>11</b>
<b>12</b> <b>Rapport d'essai</b> .....	<b>12</b>
<b>Annexe A (informative) Spécifications instrumentales</b> .....	<b>13</b>
<b>Annexe B (informative) Chromatogrammes d'échantillon</b> .....	<b>15</b>
<b>Bibliographie</b> .....	<b>20</b>

## 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 procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/CEI, Partie 1. Il convient, en particulier de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/CEI, Partie 2 (voir [www.iso.org/directives](http://www.iso.org/directives)).

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. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou sur la liste ISO des déclarations de brevets reçues (voir [www.iso.org/patents](http://www.iso.org/patents)).

Les éventuelles appellations commerciales utilisées dans le présent document sont données pour information à l'intention des utilisateurs et ne constituent pas une approbation ou une recommandation.

Pour une explication de la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, aussi bien que pour des informations au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'OMC concernant les obstacles techniques au commerce (OTC) voir le lien suivant: Foreword - Supplementary information  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fe7f9b82-25f5-4749-9ab8-d4414e01a5e1/iso-22854-2014>

L'ISO 22854 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 seconde édition annule et remplace la première édition (ISO 22854:2008), qui a fait l'objet d'une révision technique.

## Introduction

La présente Norme internationale est une actualisation de la première édition (ISO 22854:2008). 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 essences pour moteurs automobiles jusqu'au E10 inclus.

Une étude interlaboratoires 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 aucun composant ou groupe de composants qui nécessitent d'être analysés. Les précisions pour réaliser un tel essai sont données en [8.2](#).

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 du méthanol est présent dans l'échantillon d'essence, il convient de contrôler sa teneur par une autre méthode d'essai appropriée, par exemple celles données dans l'EN 228[1](#).

La méthode d'essai décrite dans la présente Norme internationale est semblable à l'ASTM D 6839[2](#).

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

[ISO 22854:2014](#)

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

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

ISO 22854:2014

<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 automobile pour moteurs et du carburant à l'éthanol (E85) — Méthode par chromatographie multidimensionnelle en phase gazeuse

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode pour la détermination par chromatographie en phase gazeuse des teneurs en hydrocarbures saturés, oléfiniques et aromatiques dans les essences pour moteurs automobile et dans les carburants automobiles à base d'éthanol (Superéthanol ou E85). En outre, les teneurs en benzène, en composés oxygénés et en oxygène total peuvent être mesurées par cette méthode.

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,  $\varphi$ .

La présente Norme internationale définit deux modes opératoires, A et B.

**Le mode opératoire A** est applicable aux essences pour moteurs automobile dont la fraction volumique 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 % (V/V) environ et 3,7 % (V/V) environ, et la teneur en benzène est inférieure à 2 % (V/V). Le mode opératoire peut être applicable à des produits ayant des éthers avec 5 atomes de carbone ou plus dont la fraction volumique ne dépasse pas 22 % (V/V) mais la fidélité n'a pas été établie à ce niveau.

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 bases hydrocarbonées dont l'intervalle d'ébullition est voisin, tels que les naphas et les réformats.

**Le mode opératoire B** décrit le mode opératoire pour l'analyse de groupements oxygénés (éthanol, méthanol, éthers et alcools C3-C5) dans des carburants à l'éthanol (E85) (automobile) contenant une fraction volumique d'éthanol comprise entre 50 % (V/V) et 85 % (V/V). L'essence est diluée avec un composant non oxygéné pour abaisser la teneur en éthanol à une valeur inférieure à 20 % (V/V) avant l'analyse GC. Si la teneur en éthanol est inconnue, il est conseillé de diluer l'échantillon à analyser à un taux de 4:1.

L'échantillon peut être analysé en tenant compte des hydrocarbures. Les valeurs de fidélité pour les échantillons dilués ne sont disponibles que pour les groupements oxygénés.

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-tertiobutyléther (ETBE), du méthyl-tertiobutyl éther (MTBE), du tertioamyl-méthyléther (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.

NOTE 3 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 la fraction d'éther, la fidélité telle que spécifiée dans le [Tableau 6](#) peut être utilisée si la teneur max permise ne descend pas en deçà de 11 % (V/V). Pour la fraction des alcools supérieurs, trop peu de données ont été recueillies pour établir véritablement des valeurs de fidélité, ainsi les valeurs présentées dans le [Tableau 6](#) ne sont-elles données qu'à titre indicatif.

NOTE 4 Au moment du développement de la présente méthode, le point d'ébullition final était limité à 215 °C.

NOTE 5 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).

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

ISO 3171:1998, *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

famille d'hydrocarbures n'ayant aucune double liaison constitués de 3 à 12 atomes de carbone

EXEMPLE *n*-Paraffines, *iso*-paraffines, naphthènes et polynaphthènes.

**3.1.2**  
**hydrocarbure oléfinique**  
oléfine

famille d'hydrocarbures ayant des doubles ou des triples liaisons constitués de 3 à 10 atomes de carbone

EXEMPLE *n*-Oléfines, *iso*-oléfines et oléfines cycliques.

**3.1.3**  
**hydrocarbure aromatique**  
aromatique

famille d'hydrocarbures cycliques présentant une alternance de liaisons doubles et de liaisons simples entre les atomes de carbone du cycle

EXEMPLE Benzène, toluène et homologues supérieurs ayant de 6 à 10 carbones, et naphthalènes ayant jusqu'à 12 carbones

**3.2**  
**oxygéné**  
**hydrocarbure oxygéné**

hydrocarbure ayant un groupe oxygéné dont l'ajout est permis par les spécifications de l'essence

EXEMPLE Alcools et éthers

Note 1 à l'article: Voir [Article 1](#), NOTE 2.



### 3.3 groupe partiel PG

groupe individuel avec le même nombre de carbones, 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 spécifiée dans le mode opératoire B. Le solvant de dilution n'est pas 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 9.2) 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 résultats 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 d'hydrocarbures détecté est déterminée en appliquant les valeurs de masse volumique (voir 9.3) 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, d'azote 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 une fraction volumique de 4 % (V/V) et 75 % (V/V). Voir les manuels des constructeurs concernant les fuites dans le circuit.**

**5.1.2 Hélium ou azote**, pur à 99,995 %.

Les paramètres opératoires du système, tels que les températures de colonne et de piège, les débits de gaz vecteurs, les périodes des vannes de commutations dépendent du type de gaz vecteur utilisé. L'utilisation de l'azote comme gaz vecteur n'est pas possible pour toutes les configurations. Contacter le fabricant d'équipement pour des informations et des instructions spécifiques concernant l'utilisation d'azote.

**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) finie(s) pour moteurs automobile 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.**

**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<sub>12</sub>H<sub>26</sub>) et le tridécane (C<sub>13</sub>H<sub>28</sub>) sont recommandés.

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

**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 dans l'[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. Cela 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.

Des exemples de chromatogrammes usuels montrant cet ordre d'éluion des fractions hydrocarbonées sont montrés en [Figures B.1](#) et [B.2](#). En ce qui concerne le mode opératoire B en particulier, un chromatogramme classique est présenté en [Figure B.6](#).

**IMPORTANT** — 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 à 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.

## 7 Échantillonnage

Sauf spécifications contraires spécifiées dans des normes nationales prescrivant les exigences sur les carburants ou dans des réglementations s'appliquant à l'échantillonnage de l'essence pour moteurs automobile, les échantillons doivent être prélevés conformément à l'ISO 3170 pour l'échantillonnage manuel ou à l'ISO 3171 pour l'échantillonnage automatique en oléoduc.

## 8 Mode opératoire

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

### 8.1 Conditionnement

Conditionner l'appareil comme indiqué dans les instructions du fabricant après les arrêts.

### 8.2 Préparation d'un échantillon

#### 8.2.1 Mode opératoire B uniquement — dilution de l'échantillon

Le mode opératoire tel que décrit dans cette section est utilisé pour analyser les échantillons d'essence contenant une quantité importante d'éthanol tel que le Superéthanol (E85) avec une teneur en éthanol en fraction volumique comprise entre 50 % (V/V) et 85 % (V/V).

Comme le piège de la colonne de sulfate I (voir [Tableau A.1](#)) ne peut pas piéger d'importantes quantités d'éthanol, l'échantillon doit être dilué. Le solvant de dilution choisi ([5.4](#)) ne doit pas interférer avec l'analyse. Il convient que le taux de dilution soit choisi de sorte que la teneur finale en fraction volumique de l'éthanol n'excède pas 20 % (V/V). Si la teneur en éthanol est inconnue, il est conseillé de diluer l'échantillon à analyser à un taux de 4:1.

#### 8.2.2 Modes opératoires A et B — refroidissement de l'échantillon

Refroidir l'échantillon d'essai afin d'éviter toute perte par évaporation. Verser une prise d'essai de l'échantillon suffisante dans un flacon ([5.2](#)) et le fermer immédiatement de façon hermétique à l'aide d'un couvercle de PTFE auto-scellant.

Il est conseillé de refroidir l'échantillon d'essai à une température comprise entre 0 °C et 5 °C.