

PROJET DE NORME INTERNATIONALE

ISO/DIS 3924

ISO/TC 28

Secrétariat: NEN

Début de vote:
2015-06-25

Vote clos le:
2015-09-25

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

ICS: 75.080

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
Full standard:
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/dd338b36-3cdf-4c6a-980d-6c3829654778/iso-3924-2016>

CE DOCUMENT EST UN PROJET DIFFUSÉ POUR OBSERVER 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.

TRAITEMENT PARRALLÈLE 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.



Numéro de référence
ISO/DIS 3924:2015(F)

© ISO 2015

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
Full standard:
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/dd338b36-3cdf-4c6a-980d-6c3829654778/iso-3924-2016>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2015

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
Web www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Principe	2
5 Produits et réactifs	2
6 Appareillage	4
6.1 Chromatographe	4
6.2 Colonne	5
6.3 Enregistreur/table traçante	5
6.4 Intégrateur/ordinateur	5
6.5 Régulateurs de pression et de débit	6
7 Échantillonnage	6
8 Préparation de l'appareillage	6
8.1 Préparation de la colonne	6
8.1.1 Colonnes remplies	6
8.1.2 Colonnes capillaires	6
8.2 Chromatographe	7
8.3 Résolution de la colonne	7
8.4 Vérification de la réponse du détecteur	8
8.5 Asymétrie des pics	9
9 Étalonnage	10
9.1 Procédure d'analyse	10
9.2 Compensation de ligne de base	10
9.3 Courbe d'étalonnage	10
9.4 Analyse du produit de référence	11
10 Mode opératoire	12
10.1 Préparation de l'échantillon	12
10.2 Analyse de l'échantillon	13
11 Calculs	13
12 Expression des résultats	14
13 Fidélité	14
13.1 Généralités	14
13.2 Répétabilité	14
13.3 Reproductibilité	14
14 Rapport d'essai	15
Annexe A (informative) Calcul des données équivalentes de l'ISO 3405	16
A.1 Domaine d'application	16
A.2 Mode opératoire	16
A.3 Justification	16
A.4 Calcul des pourcentages de volume récupéré aux températures de point de fractionnement	17
A.5 Fidélité et biais	18
Annexe B (informative) Analyse accélérée	19

B.1	Généralités	19
B.2	Mode opératoire	19
B.3	Justification	20
B.4	Fidélité et biais	20
Annexe C (informative) Points d'ébullition des alcanes non normaux.....		21
Bibliographie		25

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Full standard:
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/dd338b36-3cdf-4c6a-980d-6c3829654778/iso-3924-2016>

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 européen de normalisation (CEN) comité technique CEN/TC 19, *Carburants et combustibles gazeux et liquides, lubrifiants et produits connexes, d'origine pétrolière, synthétique et biologique* en collaboration avec le comité technique ISO/TC 28, *Produits pétroliers et lubrifiants*, selon les accords sur la coopération technique entre l'ISO et le CEN (Accords de Vienne).

Cette méthode est harmonisée avec les méthodes IP 406 [3] et ASTM D 2887 [4] jointes.

Cette quatrième édition annule et remplace la troisième (ISO 3924:2010). Cette troisième édition avait fait l'objet de plusieurs actualisations, notamment concernant le calcul de données équivalentes de l'ISO 3405 et étant donné que l'ISO 3924 est considérablement utilisée et référencée dans de nombreuses spécifications de carburant, une analyse plus rapide avait été incluse. Ces spécifications de carburant (en tout cas celles utilisées en Europe) établissent des exigences sur les pourcentages de volume récupéré à 250 °C et 350 °C, mais ce pourcentage de volume n'était pas un résultat de l'ancien texte comme décrit. Ceci est mis à jour dans le cadre de cette édition (voir l'Annexe A), pour laquelle une évaluation a été réalisée par CEN/TC 19/WG 9. Par ailleurs, quelques modifications d'ordre rédactionnel ont été faites.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Full standard:
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/dd338b36-3cdf-4c6a-980d-6c3829654778/iso-3924-2016>

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 implique l'intervention de produits, d'opérations et d'équipements à caractère dangereux. La présente Norme internationale n'est pas censée 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 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 mesuré en appliquant la présente Norme internationale. La présente Norme internationale n'est pas adaptée au cas des essences ou composés à base d'essences. Le domaine d'application de la méthode est limité 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, les termes "% (m/m)" et "% (V/V)" sont utilisés pour désigner respectivement la fraction massique (μ) d'un produit et sa fraction volumique (φ).

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, *Produits pétroliers liquides — Échantillonnage manuel*

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

ISO 3405, *Produits pétroliers - Détermination des caractéristiques de distillation à pression atmosphérique*

ISO 4259, *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 Hz (par exemple tranches par seconde).

4 Principe

Les hydrocarbures contenus dans une prise d'essai, introduite dans la colonne d'un chromatographe en phase gazeuse, sont séparés dans l'ordre croissant de leur point d'ébullition. On fait monter la température de la colonne à une vitesse reproductible, et l'aire du chromatogramme est intégrée pendant la durée de l'analyse. Des températures d'ébullition sont déduites d'une courbe d'étalonnage, obtenue dans les mêmes conditions en opérant sur un mélange connu d'hydrocarbures couvrant la même plage supposée. Ces données permettent de déterminer la répartition dans l'intervalle de distillation.

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

L'Annexe B décrit une analyse alternative, accélérée qui peut être utilisée.

5 Produits et réactifs

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.

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.

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 très 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 d'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 du 31 octobre 1972 [1] ait fourni les données d'origine des points d'ébullition des normales paraffines qui ont été énumérées dans les éditions précédentes de cette norme. Cependant, au cours des années, certaines des données contenues dans le projet API 44 (Projet d'hydrocarbure du centre de recherche en thermodynamique) et les méthodes d'essai ont changé, et elles ne sont plus équivalentes. Ce Tableau fournit les valeurs courantes des points d'ébullition des normales paraffines admises par l'ISO, l'ASTM et l'Energy Institute.

Il est recommandé d'utiliser une concentration du mélange d'hydrocarbures dans le disulfure de carbone d'environ 10 parties pour 100 pour les colonnes remplies et d'environ 1 partie pour 100 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. Ceci 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) choisis pour se répartir dans l'intervalle de distillation, peuvent être déterminés de manière à vérifier que la colonne sépare effectivement ces constituants dans l'ordre de leurs points d'ébullition (voir Annexe C).

5.5 Produit de référence

On doit utiliser le gazole de référence ASTM n°1 comme produit de référence primaire.

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 prescrites par la présente Norme internationale, une hauteur de pic au moins égale à 10 % de l'échelle totale de l'enregistreur, et sans qu'il y ait 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 sera 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 aurait pour seuls effets 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 de manière à éluer la totalité de l'échantillon durant la rampe de température.

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

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, car il convient d'être sûr 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 sera 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 (m)	0,7	0,5
Diamètre extérieur de la colonne (mm)	3,2	3,2
Phase stationnaire	OV-101	UC-W98
Pourcentage de phase stationnaire	5	10
Support	G ^a	P ^b
Granulométrie du support (µm)	80/100	80/100
Température initiale de la colonne (°C)	-40	-30
Température finale de la colonne (°C)	350	360
Vitesse de montée en température (°C/min)	10	10
Gaz vecteur	Hélium	Azote
Débit de gaz vecteur (ml/min)	30	25
Détecteur	FID	FID
Température du détecteur (°C)	370	360
Température du système d'injection (°C)	370	350
Volume de la prise d'essai (µl)	0,5	1
a : Chromosorb® G (AW-DMS).		
b : Chromosorb® P (AW).		

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 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 d'acquisition de données chromatographiques (ordinateur) 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. En outre, le système doit être capable de convertir le signal du détecteur intégré continuellement, en tranches d'aire de durée fixe. Ces tranches d'aire contiguës, collectées sur la