

---

---

**Esters méthyliques d'acides gras —  
Détermination de la teneur en  
soufre — Méthode par spectroscopie  
d'émission optique par plasma à  
couplage inductif (ICP-OES)**

*Fatty acid methyl esters (FAME) — Determination of sulfur content  
— Inductively coupled plasma optical emission spectrometry (ICP-  
OES) method*  
iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

[ISO 20424:2019](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c0de3e9c-ce52-41a2-bb24-b7b82b7e032c/iso-20424-2019)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c0de3e9c-ce52-41a2-bb24-  
b7b82b7e032c/iso-20424-2019](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c0de3e9c-ce52-41a2-bb24-b7b82b7e032c/iso-20424-2019)



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

ISO 20424:2019

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c0de3e9c-ce52-41a2-bb24-b7b82b7e032c/iso-20424-2019>



### DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2019

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en œuvre, 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, ou la diffusion sur l'internet ou sur un intranet, sans autorisation écrite préalable. Une autorisation peut être demandée 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 401 • Ch. de Blandonnet 8  
CH-1214 Vernier, Genève  
Tél.: +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

Avant-propos.....	iv
Introduction.....	v
<b>1</b> <b>Domaine d'application</b> .....	<b>1</b>
<b>2</b> <b>Références normatives</b> .....	<b>1</b>
<b>3</b> <b>Termes et définitions</b> .....	<b>1</b>
<b>4</b> <b>Principe</b> .....	<b>2</b>
<b>5</b> <b>Produits et réactifs</b> .....	<b>2</b>
<b>6</b> <b>Appareillage</b> .....	<b>2</b>
<b>7</b> <b>Échantillonnage</b> .....	<b>3</b>
<b>8</b> <b>Préparation de la solution mère et des solutions d'étalonnage</b> .....	<b>3</b>
8.1    Préparation de la solution mère.....	3
8.2    Préparation des solutions d'étalonnage.....	3
8.2.1    Solution de blanc pour le soufre.....	3
8.2.2    Solutions d'étalonnage.....	3
<b>9</b> <b>Étalonnage</b> .....	<b>4</b>
<b>10</b> <b>Mode opératoire</b> .....	<b>4</b>
10.1    Préparation de l'échantillon d'analyse.....	4
10.2    Optimisation de l'instrument.....	4
10.3    Mesurage.....	5
<b>11</b> <b>Expression des résultats</b> .....	<b>5</b>
<b>12</b> <b>Contrôle qualité</b> .....	<b>5</b>
<b>13</b> <b>Fidélité</b> .....	<b>6</b>
13.1    Étude interlaboratoires.....	6
13.2    Répétabilité, <i>r</i> .....	6
13.3    Reproductibilité, <i>R</i> .....	6
<b>14</b> <b>Rapport d'essai</b> .....	<b>6</b>
<b>Annexe A (normative) Calcul de la concentration d'une huile de faible viscosité dans une solution de blanc</b> .....	<b>7</b>
<b>Annexe B (informative) Étude interlaboratoires — Échantillons d'EMAG utilisés pour établir les valeurs de fidélité</b> .....	<b>9</b>
<b>Bibliographie</b> .....	<b>10</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 (IEC) 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/IEC, 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/IEC, Partie 2 (voir [www.iso.org/directives](http://www.iso.org/directives)).

L'attention est attirée 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 dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir [www.iso.org/brevets](http://www.iso.org/brevets)).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

(standards.iteh.ai)

Pour une explication de la nature volontaire des normes, la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir [www.iso.org/avant-propos](http://www.iso.org/avant-propos).

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 28, *Produits pétroliers et produits connexes, combustibles et lubrifiants d'origine synthétique ou biologique*, sous-comité SC 7, *Biocombustibles liquides*.

Il convient que l'utilisateur adresse tout retour d'information ou toute question concernant le présent document à l'organisme national de normalisation de son pays. Une liste exhaustive desdits organismes se trouve à l'adresse [www.iso.org/fr/members.html](http://www.iso.org/fr/members.html).

## Introduction

L'objet du présent document est d'évaluer la qualité des esters méthyliques d'acides gras (EMAG) en terme de soufre.

Bien que les EMAG ne contiennent pas de soufre, celui-ci peut survenir comme contaminant soit dans les matières premières du fait de l'emploi d'engrais, soit dans leurs processus de production qui utilisent de l'acide sulfurique. La présence de soufre dans les EMAG peut résulter de leur processus de production et/ou d'éventuelles contaminations par le carburant diesel. Au-delà de certains teneurs en soufre, l'utilisation d'EMAG comme carburant peut être nocive. La méthode d'essai fournie dans ce document offre un moyen simple et efficace de vérifier et de contrôler le niveau de soufre des EMAG, qu'ils soient utilisés comme carburant pur ou comme base de mélange.

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

[ISO 20424:2019](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c0de3e9c-ce52-41a2-bb24-b7b82b7e032c/iso-20424-2019)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c0de3e9c-ce52-41a2-bb24-b7b82b7e032c/iso-20424-2019>

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

ISO 20424:2019

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c0de3e9c-ce52-41a2-bb24-b7b82b7e032c/iso-20424-2019>

# Esters méthyliques d'acides gras — Détermination de la teneur en soufre — Méthode par spectroscopie d'émission optique par plasma à couplage inductif (ICP-OES)

**AVERTISSEMENT** — L'utilisation du présent document implique l'intervention de produits, d'opérations et d'équipements à caractères dangereux. Le présent document 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 ce document de prendre les mesures appropriées pour assurer la sécurité et préserver la santé du personnel avant l'application du document et de déterminer l'applicabilité de toute autre restriction à cette fin.

## 1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode d'essai de spectrométrie d'émission atomique par plasma à couplage inductif (ICP-OES) qui permet de déterminer les teneurs en soufre comprises entre 2 mg/kg et 21 mg/kg dans les esters méthyliques d'acides gras (EMAG).

NOTE 1 Pour les besoins du présent document, le terme « % (m/m) » est utilisé pour représenter la fraction massique ( $\mu$ ) des produits.

NOTE 2 Cette méthode peut également être utilisée pour déterminer des teneurs en soufre hors du domaine spécifié. Cependant, la fidélité établie dans ce document n'est valide qu'à l'intérieur de l'intervalle de concentrations défini dans le domaine d'application.

NOTE 3 La méthode décrite dans ce document a été soumise à essai avec des EMAG provenant d'huile de soja et de suif de bœuf. Les EMAG obtenus à partir d'autres matières premières, en particulier d'huiles anciennes, peuvent se comporter différemment en raison de la nature différente des composés sulfurés.

## 2 Références normatives

Les documents suivants sont cités dans le texte de sorte qu'ils constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des exigences 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 12185, *Pétroles bruts et produits pétroliers — Détermination de la masse volumique — Méthode du tube en U oscillant*

## 3 Termes et définitions

Aucun terme n'est défini dans le présent document.

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

- ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <https://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org/>

## 4 Principe

Une prise d'essai pesée avec précision est diluée avec du kérosène pour permettre l'introduction correcte de l'aérosol dans le plasma. La solution obtenue est directement injectée dans le plasma du spectromètre ICP-OES. À des fins de référence et d'étalonnage, des échantillons d'étalonnage dont la teneur en soufre est comprise entre < 1 mg/kg et 10 mg/kg sont utilisés.

La teneur en soufre est déterminée par régression linéaire à l'aide de l'intensité des raies d'émission des atomes de soufre dans la solution échantillon et de l'intensité des raies d'émission des atomes de soufre des solutions d'étalonnage à la longueur d'onde respective.

## 5 Produits et réactifs

N'utiliser que des réactifs de qualité analytique reconnue.

**5.1 Solvant de dilution**, solvant dont la teneur en soufre est inférieure à 1 mg/kg et approprié pour dissoudre complètement les échantillons. Le kérosène (CAS N° 8008-20-6) a été utilisé avec succès comme solvant de dilution lors des essais interlaboratoires pour l'établissement de la fidélité.

**ATTENTION — Produit inflammable et nocif.**

**5.2 Huile de faible viscosité**, huile minérale (vaseline liquide). Des huiles d'une viscosité comprise entre 10,8 mm<sup>2</sup>/s et 13,6 mm<sup>2</sup>/s à 40 °C et d'une masse volumique comprise entre 0,828 g/ml et 0,856 g/ml se sont avérées appropriées. La teneur en soufre doit être inférieure à 1 mg/kg. Vérifier la teneur en soufre avec le spectromètre (6.1). Aucun signal correspondant au soufre ne doit être détectable.

NOTE D'autres huiles peuvent être utilisées, par exemple l'huile de paraffine d'une viscosité de 33,5 mm<sup>2</sup>/s à 40 °C ou une huile de base d'une viscosité de 14 mm<sup>2</sup>/s à 18 mm<sup>2</sup>/s à 40 °C, ainsi que d'autres huiles de base, tant que leur viscosité à 40 °C est connue et qu'elles ne contiennent pas de soufre.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c0de3e9c-ce52-41a2-bb24-b7b821c7a033/iso-20134-2019>

**5.3 Solution étalon**, composé organique soufre dissous dans une huile de base ou dans des EMAG. Une concentration de soufre de 500 mg/kg s'est avérée appropriée mais d'autres concentrations peuvent également convenir.

Des solutions étalon monoélément de molécules soufrées organiques avec d'autres concentrations, disponibles dans le commerce, peuvent également être utilisées. Dans ce cas, les masses et les volumes détaillés ci-dessous doivent être recalculés.

**5.4 Argon**, d'une pureté minimale de 99,999 %.

Tout autant que l'argon, d'autres gaz auxiliaires peuvent être utilisés, par exemple l'azote, l'oxygène ou l'air synthétique, conformément aux spécifications du fabricant de l'équipement.

## 6 Appareillage

**6.1 Spectromètre d'émission atomique par plasma à couplage inductif (ICP-OES)**, équipé des éléments suivants.

**6.1.1** Système approprié pour l'introduction de solvants organiques (nébuliseur, chambre de nébulisation, injecteur et tubes).

**6.1.2 Pompe péristaltique**, pouvant produire un débit entre 0,5 ml/min et 3 ml/min.

**6.2 Chambre de refroidissement**, avec température ajustable (facultatif).

**6.3 Balance**, avec une résolution de 0,000 1 g au minimum.



**6.4 Flacons de forme conique**, en verre borosilicate.

**6.5 Pipettes**, pour la préparation volumétrique des solutions (8.1).

## 7 Échantillonnage

Les échantillons doivent être prélevés conformément aux exigences fournies dans l'ISO 3170 ou l'ISO 3171.

## 8 Préparation de la solution mère et des solutions d'étalonnage

### 8.1 Préparation de la solution mère

Solution de soufre à une concentration de 50 mg/kg: ajouter dans un flacon de forme conique approprié (6.4) environ 3,0 g de la solution étalon de soufre (6.3), ajouter le solvant de dilution (6.1) jusqu'à obtention de 30 g de mélange.

Peser les masses avec une précision de 0,000 1 g et homogénéiser la solution. Calculer la concentration exacte de cette solution, qui sera utilisée pour préparer les solutions d'étalonnage.

Il est permis d'effectuer la dilution de manière volumétrique. Dans ce cas, utiliser des pipettes appropriées (6.5) pour transférer les volumes. Dans ce cas, la concentration est exprimée en rapport masse/volume.

D'autres concentrations et quantités peuvent être utilisées pour la solution mère, mais les données de fidélité de l'Article 10 ont été obtenues avec la concentration donnée ci-dessus.

### 8.2 Préparation des solutions d'étalonnage

Les solutions d'étalonnage sont préparées à partir d'un composé organique soufré disponible dans le commerce. Le composé soufré est dilué dans un mélange de solvant de dilution (5.1) et d'huile de base (5.2). L'objectif de l'ajout d'huile de base est de réduire les différences de viscosité entre les échantillons à analyser et les solutions d'étalonnage.

#### 8.2.1 Solution de blanc pour le soufre

Préparer une quantité appropriée d'une solution d'huile de faible viscosité (voir 5.2) à 10 % (*m/m*) dans le solvant (voir 5.1).

**ATTENTION** — Lorsque d'autres huiles sont utilisées (voir Note en 5.2), la concentration d'huile à faible viscosité dans la solution de blanc doit être calculée suivant l'Annexe A.

#### 8.2.2 Solutions d'étalonnage

Le Tableau 1 propose les concentrations recommandées des solutions d'étalonnage pour le soufre (0,0 mg/kg, 1,0 mg/kg, 2,5 mg/kg, 5,0 mg/kg et 10 mg/kg).

Peser les masses avec une précision de 0,000 1 g dans le flacon et remplir jusqu'au volume indiqué avec la solution de blanc (8.2.1). Agiter les échantillons jusqu'à leur entière homogénéisation.

Calculer les concentrations exactes des solutions d'étalonnage indiquées dans le Tableau 1.

Lorsque la concentration des solutions est exprimée en pourcentages masse/volume (8.1), celles des solutions d'étalonnage doivent être exprimées de la même manière.

Pour chaque étalonnage, des échantillons d'étalonnage fraîchement préparés doivent être utilisés.