

ISO/TC 28

Secrétariat: NEN

Début de vote:
2015-11-19

Vote clos le:
2016-01-19

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

*Liquid petroleum products — Determination of hydrocarbon types
and oxygenates in automotive-motor gasoline and in ethanol (E85)
automotive fuel — Multidimensional gas chromatography method*

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.

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.

Veillez consulter les notes administratives en page iii



Numéro de référence
ISO/FDIS 22854:2015(F)

TRAITEMENT PARALLÈLE ISO/CEN

Le présent projet final a été élaboré dans le cadre de l'Organisation internationale de normalisation (ISO) et soumis selon le mode de collaboration **sous la direction de l'ISO**, tel que défini dans l'Accord de Vienne. Le projet final a été établi sur la base des observations reçues lors de l'enquête parallèle sur le projet.

Le projet final est par conséquent soumis aux comités membres de l'ISO et aux comités membres du CEN en parallèle à un vote d'approbation de deux mois au sein de l'ISO et à un vote formel au sein du CEN.

Les votes positifs ne doivent pas être accompagnés d'observations.

Les votes négatifs doivent être accompagnés des arguments techniques pertinents.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
Full standard:
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b101b8de-8bdf-421e-90cb-79d540e06181/iso-22854-2016>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2015, Publié en Suisse

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
Ch. de Blandonnet 8 • CP 401
CH-1214 Vernier, Geneva, Switzerland
Tel. +41 22 749 01 11
Fax +41 22 749 09 47
copyright@iso.org
www.iso.org

Sommaire

Page

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

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).

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 dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir 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.

Pour une explication de 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'OMC concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: [Avant-propos — Informations supplémentaires](#).

L'ISO 22854 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 28, *Produits pétroliers et produits connexes d'origine synthétique ou biologique*.

Cette troisième édition annule et remplace la deuxième édition (ISO 22854:2014), qui présentait une erreur sérieuse dans son domaine d'application en ce qui concerne les niveaux de teneur en oxygène.

Introduction

Cette Norme internationale est une actualisation de la première édition de 2008. L'ISO 22854:2008 (ainsi que le document qui le précédait, l'EN 14517:2004) 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 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 l'éthanol pour automobiles 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 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/b1078ae8bdf-421e-90cb-79d540e06181/iso-22854-2016>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Full standard:
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b101b8de-8bdf-421e-90cb-79d540e06181/iso-22854-2016>

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

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode pour la détermination par chromatographie en phase gazeuse (GC) 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 de la présente Norme européenne, les termes % (fraction massique) et % (fraction volumique) sont utilisés pour représenter respectivement la fraction massique, μ , et la fraction volumique, φ , d'un produit.

Cette Norme internationale 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 % (fraction volumique), la teneur en oléfines totales est comprise entre 1,5 % (fraction volumique) environ et 30 % (fraction volumique) au plus, la teneur en composés oxygénés est au moins de 0,8 % (fraction volumique) et au plus de 15 % (fraction volumique), la teneur en oxygène total est comprise entre 1,5 % (fraction massique) environ et 3,7 % (fraction massique) environ, et la teneur en benzène est inférieure à 2 % (fraction volumique). 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 % 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 % (fraction volumique), la fidélité pour les oléfines n'a été établie que pour des teneurs comprises entre 1,5 % (fraction volumique) et 30 % (fraction volumique) 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 naphtas et les réformats.

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 tertiobutyl éther (ETBE), du méthyl tertiobutyl 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.

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

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 3 Pour le mode opératoire B, les valeurs de fidélité peuvent être utilisées pour une fraction d'éthanol d'environ 50 % (fraction volumique) jusqu'à 85 % (fraction volumique). Pour la fraction d'éther, la fidélité telle que spécifiée dans le [Tableau 6](#) peut être utilisée pour des échantillons contenant au moins 11 % (fraction volumique) d'éthers. 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).

EN ISO 3170, *Produits pétroliers liquides — Échantillonnage manuel*

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

EN 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

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 la NOTE 2 de [l'Article 1](#).

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 prescrite 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 (GC) utilisant des couplages de colonnes et des commutations de colonnes.

L'échantillon d'essence pour moteurs automobile est injecté dans le système GC 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

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

5.1.1 **Hydrogène**, pur à 99,995 %

DANGER — L'hydrogène est explosif en présence d'air lorsque sa concentration est comprise entre 4 et 75 % (fraction volumique). 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 (C₁₂H₂₆) et le tridécane (C₁₃H₂₈) 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:

- 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.