

---

---

**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*

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

[ISO 3924:2019](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1dab6515-1ea2-4a28-9885-bed7e6d58e59/iso-3924-2019)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1dab6515-1ea2-4a28-9885-  
bed7e6d58e59/iso-3924-2019](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1dab6515-1ea2-4a28-9885-bed7e6d58e59/iso-3924-2019)



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

[ISO 3924:2019](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1dab6515-1ea2-4a28-9885-bed7e6d58e59/iso-3924-2019)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1dab6515-1ea2-4a28-9885-bed7e6d58e59/iso-3924-2019>



**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
<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>Apparatus</b> .....	<b>4</b>
<b>7</b> <b>Échantillonnage</b> .....	<b>7</b>
<b>8</b> <b>Préparation de l'appareillage</b> .....	<b>7</b>
8.1    Préparation de la colonne.....	7
8.1.1    Généralités.....	7
8.1.2    Colonnes remplies.....	8
8.1.3    Colonnes capillaires.....	8
8.2    Chromatographe.....	8
8.3    Résolution de la colonne.....	8
8.4    Vérification de la réponse du détecteur.....	9
8.5    Asymétrie des pics.....	10
<b>9</b> <b>Étalonnage</b> .....	<b>11</b>
9.1    Procédure d'analyse.....	11
9.2    Compensation de ligne de base.....	12
9.3    Courbe d'étalonnage.....	12
9.4    Analyse du produit de référence.....	13
<b>10</b> <b>Mode opératoire</b> .....	<b>14</b>
10.1    Préparation de l'échantillon.....	14
10.2    Analyse de l'échantillon.....	15
<b>11</b> <b>Calcul</b> .....	<b>15</b>
<b>12</b> <b>Expression des résultats</b> .....	<b>15</b>
<b>13</b> <b>Fidélité</b> .....	<b>16</b>
13.1    Généralités.....	16
13.2    Répétabilité pour le mode opératoire A.....	16
13.3    Reproductibilité pour le mode opératoire A.....	16
13.4    Répétabilité pour le mode opératoire B.....	17
13.5    Reproductibilité pour le mode opératoire B.....	17
13.6    Biais.....	17
<b>14</b> <b>Rapport d'essai</b> .....	<b>18</b>
<b>Annexe A</b> (informative) <b>Calcul des données équivalentes de l'ISO 3405</b> .....	<b>20</b>
<b>Annexe B</b> (normative) <b>Valeurs spécifiées des produits de référence et limites des écarts</b> .....	<b>23</b>
<b>Annexe C</b> (informative) <b>Points d'ébullition des <i>n</i>-alcane non normaux</b> .....	<b>25</b>
<b>Annexe D</b> (informative) <b>Révision des points d'ébullition</b> .....	<b>29</b>
<b>Annexe E</b> (informative) <b>Gaz vecteurs alternatifs, hydrogène et azote, utilisés avec le mode opératoire B</b> .....	<b>30</b>
<b>Annexe F</b> (informative) <b>Gaz vecteurs hydrogène et azote utilisés avec le mode opératoire A</b> .....	<b>38</b>
<b>Bibliographie</b> .....	<b>44</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.

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*.

Cette méthode a été établie à partir des méthodes IP 406<sup>[3]</sup> et ASTM D2887<sup>[4]</sup> jointes.

Cette cinquième édition annule et remplace la quatrième édition (ISO 3924:2016) qui a fait l'objet d'une révision technique. Les principales modifications par rapport à l'édition précédente sont les suivantes.

- La procédure accélérée a été déplacée de l'[Annexe B](#) vers le corps principal du document. Elle est définie comme étant le mode opératoire B; sa fidélité et son biais par rapport au mode opératoire A, la procédure initiale, ont été calculés.
- Une nouvelle annexe a été ajoutée qui concerne les points d'ébullition nouvellement définis pour les *n*-alcanes afin que la méthode reste techniquement équivalente à l'ASTM D2887 et à l'IP 406.
- Les [Annexes E](#) et [F](#) fournissant des informations sur l'utilisation de gaz vecteurs alternatifs ont été ajoutées.
- Plusieurs avertissements de sécurité et des mises à jour rédactionnelles ont été effectués.

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).

# Produits pétroliers — Détermination de la répartition dans l'intervalle de distillation — Méthode par chromatographie en phase gazeuse

**AVERTISSEMENT** — L'utilisation du présent document peut impliquer l'intervention de produits, d'opérations et d'équipements à caractère dangereux. Le présent document n'est pas censé aborder tous les problèmes de sécurité concernés par son usage. Il est de la responsabilité des utilisateurs du présent document de prendre les mesures appropriées pour assurer la sécurité et préserver la santé du personnel avant son application.

## 1 Domaine d'application

Le présent document 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 le présent document. Celui-ci ne s'applique pas 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.

Ce document présente deux modes opératoires:

- Le mode opératoire A propose une sélection élargie de colonnes, telles que des colonnes capillaires ou remplies, et de conditions d'analyse avec aussi bien un catharomètre qu'un détecteur à ionisation de flamme (FID). Les temps d'analyse s'étendent sur un intervalle de 14 à 60 min.
- Le mode opératoire B ne propose que trois colonnes capillaires et ne nécessite pas de dilution de l'échantillon. Le temps d'analyse se réduit à environ 8 min.

Ces deux modes opératoires ont été appliqués avec succès à des échantillons contenant des esters méthyliques d'acides gras (EMAG) jusqu'à des teneurs de 20% (en fraction volumique).

**NOTE** Pour les besoins du présent document, les termes "% fraction massique" et "% fraction volumique" sont utilisés pour désigner la fraction massique ( $\mu$ ) d'un produit et sa fraction volumique ( $\varphi$ ).

## 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*

## 3 Termes et définitions

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

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/>

### 3.1 point initial de distillation IBP

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 T10, T30, T50, T70, T90

température (T) correspondant au temps de rétention auquel la surface nette est égale à 10 %, 30 %, 50 %, 70 % ou 90 % de la surface totale du chromatogramme correspondant à l'échantillon

### 3.3 point final de distillation FBP

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

### 3.4 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 1 à l'article: La fréquence de tranche est exprimée en Hz (par exemple tranches par seconde).

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

## 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 attribuées sur l'axe des temps de rétention à partir d'une courbe d'étalonnage, obtenue dans les mêmes conditions en opérant sur un mélange connu d'hydrocarbures couvrant la même plage d'ébullition supposée de l'échantillon. 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<sup>[1][5][6]</sup> à partir de l'analyse de la répartition dans l'intervalle de distillation par chromatographie en phase gazeuse déterminée suivant ce document.

## 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, d'autres phases stationnaires peuvent être utilisées, voir [6.2](#).

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**, d'une pureté minimale de 99,995 %, constitué:

- a) d'hélium pour les détecteurs à ionisation de flamme (FID) ou les détecteurs à conductivité thermique;
- b) d'azote ou d'hydrogène, voir les [Annexes E](#) et [F](#) concernant leur utilisation.

**ATTENTION — L'hélium et l'azote sont des gaz comprimés sous haute pression. L'hydrogène est un gaz extrêmement inflammable sous haute pression.**

**5.4 Hydrogène**, de qualité appropriée aux détecteurs FID.

**ATTENTION — L'hydrogène est un gaz extrêmement inflammable sous haute pression.**

**5.5 Air comprimé**, ne contenant ni eau ni huile, réglementé pour les détecteurs FID.

**ATTENTION — L'air comprimé est un gaz sous haute pression et entretient la combustion.**

**5.6 Mélange étalon**, consistant en un mélange de *n*-alcane couvrant la gamme de C<sub>5</sub> à C<sub>44</sub>, pesés avec précision et dissous dans le disulfure de carbone ([5.8](#)).

Il est recommandé d'utiliser une concentration en masse du mélange de *n*-alcane 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.

Le mélange de *n*-alcane suivant s'est révélé satisfaisant pour la plupart des échantillons: C<sub>5</sub>, C<sub>6</sub>, C<sub>7</sub>, C<sub>8</sub>, C<sub>9</sub>, C<sub>10</sub>, C<sub>12</sub>, C<sub>14</sub>, C<sub>16</sub>, C<sub>18</sub>, C<sub>20</sub>, C<sub>24</sub>, C<sub>28</sub>, C<sub>32</sub>, C<sub>36</sub>, C<sub>40</sub>, C<sub>44</sub>. Au moins un des constituants du mélange doit avoir un point d'ébullition inférieur au point initial de distillation (IBP) de l'échantillon, et au moins un des constituants doit avoir un point d'ébullition supérieur au point final de distillation (FBP) de l'échantillon. Le [Tableau 1](#) donne la liste des points d'ébullition des alcanes.

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 [5.6](#). Cela 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-triisopropylbenzène, le *n*-décylbenzène et le *n*-tétradécylbenzène) choisis pour se répartir dans l'intervalle de distillation, doivent être déterminés de manière à vérifier que la colonne sépare effectivement ces constituants dans l'ordre de leurs points d'ébullition (voir [Annexe C](#)).

**5.7 Produit de référence**, les gazoles de référence ASTM n°1 ou n°2 doivent être utilisés comme produit de référence primaire (tel que spécifié en [Annexe B](#)).

**5.8 Disulfure de carbone**, de qualité analytique ou supérieure (CAS RN 75-15-0).

**ATTENTION** — Le disulfure de carbone est extrêmement inflammable et toxique.

**Tableau 1 — Points d'ébullition des *n*-alcane 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<sup>[5]</sup> ait fourni les données d'origine des points d'ébullition des normales paraffines qui ont été énumérées dans les éditions précédentes du présent document. 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. L'[Annexe D](#) fournit des informations supplémentaires concernant les nouveaux points d'ébullition.

## 6 Apparatus

**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 spécifiées par le présent document, une hauteur de pic au moins égale à 10 % de l'échelle totale, 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 telle façon 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 l'IBP 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 (5.6) soit de 6 s.

**6.1.3 Colonne cryogénique de refroidissement**, si des échantillons dont l'IBP est inférieur à 93 °C doivent être analysés, il sera nécessaire que la température initiale de la colonne soit inférieure à la température ambiante. Cela est généralement réalisé par l'ajout d'une source de dioxyde de carbone liquide ou d'azote liquide, contrôlée par le circuit de température du four. 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 du présent document.

**6.1.4 Injecteur**, les injections par vaporisation en température programmée (PTV) ou à froid sur la colonne doivent être utilisées pour cette méthode.

L'injecteur doit être raccordé à la colonne de telle façon à éviter tout point froid entre le système d'injection et la colonne.

ISO 3924:2019

**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 de la colonne,  $R_C$ , soit au moins égale à 3 (voir [8.3](#)). Les conditions opératoires usuelles des colonnes sont données dans les [Tableaux 2, 3 et 4](#).

**Tableau 2 — Conditions opératoires usuelles pour les colonnes remplies — Mode opératoire A**

Paramètre	Colonne 1
Longueur de la colonne (m)	0,7
Diamètre extérieur de la colonne (mm)	3,2
Phase stationnaire	OV-101
Pourcentage de phase stationnaire	5
Support	G <sup>a</sup>
Granulométrie du support (µm)	80/100
Température initiale de la colonne (°C)	-40
Température finale de la colonne (°C)	350
Vitesse de montée en température (°C/min)	10
Gaz vecteur	Hélium
Débit de gaz vecteur (ml/min)	30
Injecteur	Packed inlet
Détecteur	FID
Température du détecteur (°C)	370
Température du système d'injection (°C)	370

<sup>a</sup> Dioxosilane.

Tableau 2 (suite)

Paramètre	Colonne 1
Volume de la prise d'essai (µl), volume d'échantillon pur	0,5
<sup>a</sup> Dioxosilane.	

Tableau 3 — Conditions opératoires usuelles pour les colonnes capillaires — Mode opératoire A

Paramètre	Colonne 2	Colonne 3
Longueur de la colonne (m)	5	10
Diamètre intérieur de la colonne (mm)	0,53	0,53
Colonne	PDMS	PDMS
Épaisseur de la phase stationnaire (µm)	0,88	2,65
Gaz vecteur	Hélium	Hélium
Débit de gaz vecteur (ml/min)	12	20
Température initiale de la colonne (°C)	35	40
Température finale de la colonne (°C)	350	350
Vitesse de montée en température (°C/min)	10	15
Détecteur	4	4
Temps final pour la température finale de la colonne (min)	FID	FID
Température du détecteur (°C)	380	350
Température du système d'injection (°C)	à froid dans la colonne	PTV
Volume de la prise d'essai (µl)	1	0,2
Concentration de l'échantillon	10	pur
<b>Légende</b>	<a href="https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1dab6515-1ea2-4a28-9885-bed7e6d58e59/iso-3924-2019">https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1dab6515-1ea2-4a28-9885-bed7e6d58e59/iso-3924-2019</a>	
PDMS = polydiméthylsiloxane.		

Tableau 4 — Conditions opératoires usuelles pour la procédure accélérée — Mode opératoire B

Paramètre	Colonne 1	Colonne 2	Colonne 3
Longueur de la colonne (m)	10	5	7,5
Diamètre intérieur de la colonne (mm)	0,53	0,53	0,53
Phase stationnaire	PDMS <sup>a</sup>	PDMS <sup>a</sup>	PDMS <sup>a</sup>
Épaisseur de la phase stationnaire (µm)	0,88	2,65	1,5
Gaz vecteur	hélium	hélium	hélium
Débit de gaz vecteur (ml / min)	26	35	37
Température initiale de la colonne (°C)	60	40	40 (0,5 min)
Température finale de la colonne (°C)	360	350	360
Vitesse de montée en température (°C / min)	35	35	35
Temps final pour la température finale de la colonne (min)	4	4	4
Détecteur	FID	FID	FID
Température du détecteur (°C)	360	360	365
Injecteur	PTV	PTV	à froid dans la colonne
Température du système d'injection (°C)	100	100	100 (0,5 min)
Vitesse de montée en température de l'injecteur (°C / min)	35	35	35
<b>Légende</b>			
PDMS = polydiméthylsiloxane.			

Tableau 4 (suite)

Paramètre	Colonne 1	Colonne 2	Colonne 3
Température finale de l'injecteur (°C)	360	350	350
Taille de l'échantillon (µl)	0,1	0,1	0,1
Concentration de dilution	pur	pur	pur
Temps d'analyse (min)	8	7,8	8
<b>Légende</b>			
PDMS = polydiméthylsiloxane.			

**6.3 Intégrateur/ordinateur**, utilisé pour 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 durée totale de l'analyse, doivent être enregistrées pour être traitées ultérieurement. La gamme électronique de l'intégrateur/ordinateur (par exemple 1 V) doit se situer dans le domaine de linéarité du détecteur/électromètre utilisé. Le système doit pouvoir soustraire une tranche d'aire d'un essai à blanc de la tranche d'aire correspondante d'un échantillon.

NOTE Certains chromatographes en phase gazeuse possèdent un algorithme intégré à leur logiciel de travail qui permet d'enregistrer dans la mémoire un modèle mathématique du profil de la ligne de base. Ce profil peut être automatiquement soustrait du signal du détecteur d'une analyse ultérieure d'échantillon pour compenser tout décalage de ligne de base. Certains systèmes d'intégration peuvent également enregistrer et soustraire automatiquement une analyse à blanc d'une analyse ultérieure d'échantillon.

#### 6.4 Régulateurs de pression et de débit.

ISO 3924:2019

**6.4.1** Dans le cas de l'utilisation de colonnes remplies, le chromatographe doit être équipé de régulateurs de débit aptes à maintenir le débit du gaz vecteur, sur toute l'étendue des températures de fonctionnement.

**6.4.2** Dans le cas de l'utilisation de colonnes capillaires de grand diamètre intérieur, le chromatographe doit être équipé d'un régulateur de pression ou de débit de gaz vecteur approprié à l'injecteur utilisé.

**6.5 Microseringue**, utilisé pour introduire la prise d'essai dans le chromatographe. L'injection de la prise d'essai peut être effectuée soit manuellement, soit automatiquement. L'injection automatique est préférable, en raison de la meilleure précision obtenue sur les temps de rétention.

## 7 Échantillonnage

Sauf spécification contraire, les échantillons doivent être prélevés suivant les modes opératoires décrits dans l'ISO 3170 ou l'ISO 3171.

## 8 Préparation de l'appareillage

### 8.1 Préparation de la colonne

#### 8.1.1 Généralités

N'importe quelle méthode qui conduit à une colonne répondant aux exigences de 6.2 peut être utilisée. La colonne doit être conditionnée à la température maximale de travail, de manière à réduire les dérives de la ligne de base dues aux pertes de substances de la colonne.

### 8.1.2 Colonnes remplies

Une méthode acceptable, pour conditionner la colonne, consiste à purger la colonne avec le débit normal de gaz vecteur pendant 12 h à 16 h, alors qu'elle est maintenue à la température maximale de travail. Cette méthode s'est révélée efficace pour les colonnes dont le taux d'imprégnation initial est de 10 % de phase stationnaire.

### 8.1.3 Colonnes capillaires

Les colonnes capillaires peuvent être conditionnées en utilisant la procédure suivante.

- a) Installer la colonne selon les instructions du fabricant. Régler les débits de gaz de la colonne et du détecteur. Vérifier que le circuit ne présente pas de fuite.
- b) Laisser le circuit se purger à la température ambiante pendant au moins 30 min. Puis élever la température du four d'environ 5 °C/min à 10 °C/min jusqu'à ce qu'elle atteigne la température de travail finale, et maintenir cette température pendant environ 30 min.
- c) Répéter le programme de température plusieurs fois jusqu'à ce qu'une ligne de base stable soit obtenue.

NOTE 1 Des colonnes capillaires à phases réticulées ou greffées sont disponibles dans le commerce et sont habituellement préconditionnées. Ces colonnes présentent un taux de perte de substances bien plus faible que les colonnes remplies.

NOTE 2 La colonne n'est pas toujours connectée au FID lors du premier conditionnement de la colonne pour éviter que cette purge initiale de la colonne n'affecte la sensibilité du détecteur.

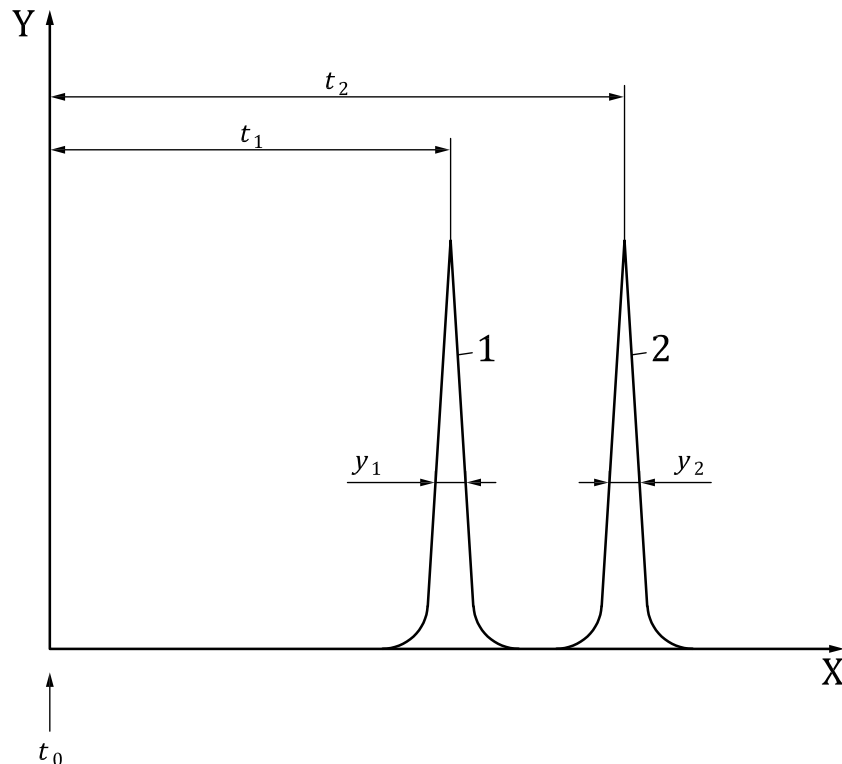
## 8.2 Chromatographe

Mettre le chromatographe en service suivant les instructions du fabricant. Des conditions opératoires usuelles sont données dans les [Tableaux 2 et 3](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1dab6515-1ea2-4a28-9885-bed7e6d58e59/iso-3924-2019).

Si un détecteur à ionisation de flamme est utilisé, les dépôts qui s'y forment par suite de la combustion des produits de décomposition de la silicone doivent être régulièrement enlevés, car ils modifient les caractéristiques de réponse du détecteur.

## 8.3 Résolution de la colonne

Analyser le mélange étalon dans les mêmes conditions que celles utilisées pour les échantillons. En utilisant la méthode indiquée à la [Figure 1](#), calculer la résolution  $R_C$  à partir de l'intervalle de temps compris entre les maximums  $t_1$  et  $t_2$  des pics de l'hexadécane C16 et de l'octadécane C18 et des largeurs à mi-hauteur  $y_1$  et  $y_2$  de ces pics, suivant la [Formule \(1\)](#).



#### Légende

X	temps (s)	$y_1$	largeur du pic de l'hexadécane à mi-hauteur en s
Y	signal du détecteur	$y_2$	largeur du pic de l'octadécane à mi-hauteur en s
$t_0$	temps du début d'analyse	1	hexadécane
$t_1$	temps de rétention de l'hexadécane en s	2	octadécane
$t_2$	temps de rétention de l'octadécane en s		

Figure 1 — Paramètres de résolution de la colonne

$$R_c = \frac{2(t_2 - t_1)}{1,699(y_1 + y_2)} \quad (1)$$

où

- $t_1$  est le temps de rétention, en secondes, du pic de l'hexadécane à son maximum;
- $t_2$  est le temps de rétention, en secondes, du pic de l'octadécane à son maximum;
- $y_1$  est la largeur à mi-hauteur, en secondes, du pic de l'hexadécane;
- $y_2$  est la largeur à mi-hauteur, en secondes, du pic de l'octadécane.

La valeur de la résolution  $R_c$ , obtenue suivant la [Formule \(1\)](#) doit être au moins égale à trois.

#### 8.4 Vérification de la réponse du détecteur

Cette méthode suppose que la réponse du détecteur à l'égard des hydrocarbures pétroliers est proportionnelle à la masse des constituants individuels. Cela doit être vérifié à la mise en service du système chromatographique et chaque fois qu'il est apporté une modification quelconque au système ou aux conditions opératoires. Analyser le mélange étalon ([5.6](#)) dans les mêmes conditions que celles

utilisées pour les échantillons. Calculer le facteur de réponse,  $F_n$ , relatif au décane de chaque  $n$ -alcane à l'aide de la [Formule \(2\)](#):

$$F_n = \frac{m_n / A_n}{m_{10} / A_{10}} \quad (2)$$

où

$F_n$  est le facteur de réponse relatif;

$m_n$  est la masse de l'alcane considéré dans le mélange;

$A_n$  est l'aire du pic de l'alcane;

$m_{10}$  est la masse du décane dans le mélange;

$A_{10}$  est l'aire du pic du décane.

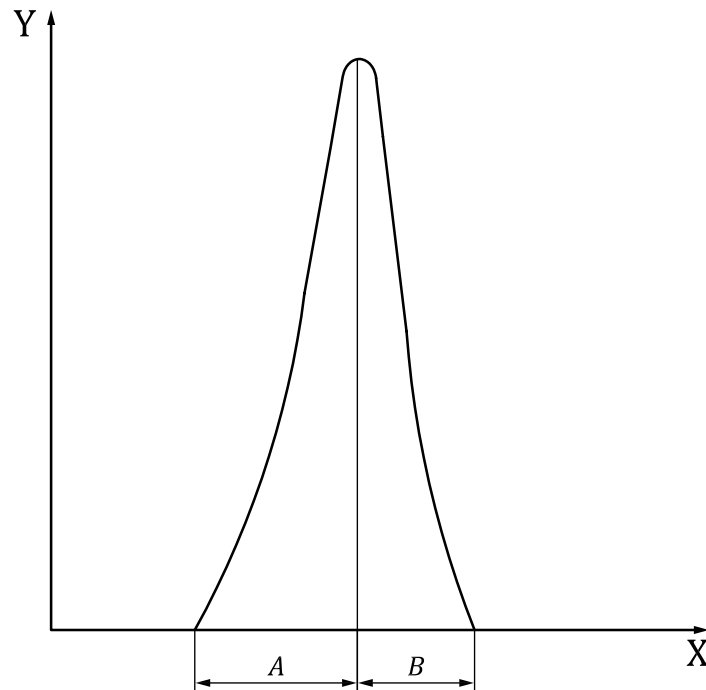
Les facteurs de réponse relatifs,  $F_n$ , de chaque  $n$ -alcane ne doivent pas dévier de 1,0 par plus que  $\pm 0,1$ .

### 8.5 Asymétrie des pics

Déterminer l'asymétrie (rapport A/B) du pic le plus important du mélange étalon ([5.6](#)), comme indiqué à la [Figure 2](#).

L'asymétrie du pic ne doit ni être inférieure à 0,5 ni être supérieure à 2,0. Si l'asymétrie du pic dépasse ces valeurs, recommencer, si nécessaire, l'analyse du mélange étalon en utilisant une plus petite prise d'essai ou une solution plus diluée afin d'éviter la distorsion des pics.

NOTE L'asymétrie est souvent le signe d'une surcharge de la colonne; il en résulte un déplacement du sommet du pic par rapport aux pics non surchargés. Des distorsions dans les mesures de temps de rétention et, en conséquence, des erreurs dans la détermination des points d'ébullition, sont possibles si une surcharge de la colonne a lieu. Le taux d'imprégnation de la phase liquide de la colonne a un effet direct sur la quantité d'échantillon admissible.



### Légende

X temps (en s)

Y signal du détecteur

A largeur de la partie frontale du pic à 5 % de sa hauteur, en s

B largeur de la partie arrière du pic à 5 % de sa hauteur, en s

iTech STANDARD PREVIEW  
(standards.itih.ai)  
ISO 3924:2019  
<https://standards.itih.ai/standards/standard/4a28-9885-bed7e6d58e59/iso-3924-2019>

**Figure 2 — Asymétrie du pic**

## 9 Étalonnage

### 9.1 Procédure d'analyse

**9.1.1** Afin d'obtenir une reproductibilité maximale, établir un plan de travail rigoureux concernant le déroulement de toutes les étapes de l'analyse, et appliquer cette procédure pour tous les essais. Ce plan doit englober le refroidissement du four à la température de début, le temps d'équilibrage, l'injection de la prise d'essai, la mise en route du système, la phase d'analyse et le temps de maintien de la température finale.

**9.1.2** Après avoir réglé les conditions chromatographiques répondant aux exigences de performance, programmer la température de la colonne jusqu'à la température maximale de travail et maintenir celle-ci pour la durée voulue. Refroidir la colonne à la température de début en suivant la procédure définie.

**9.1.3** Pendant le temps de refroidissement et d'équilibrage de la colonne, préparer l'intégrateur/ordinateur en vue de l'acquisition des données. Utiliser le mode détection de pics pour les mesures de temps de rétention ou pour un étalonnage de la réponse du détecteur. Pour l'analyse d'échantillons et pour réaliser des compensations de lignes de base, utiliser le mode d'intégration par tranches d'aire. La fréquence recommandée pour le découpage en tranches est de 1 Hz (une tranche par seconde).

**9.1.4** Au moment exact prévu par le plan de travail, injecter soit le mélange étalon (5.6) soit la prise d'essai dans le chromatographe, ou ne réaliser aucune injection (en cas d'essai à blanc). Au moment de l'injection et/ou au début de l'essai à blanc, mettre en route le programme du chromatographe ainsi que l'intégrateur/ordinateur d'acquisition de données. Suivre cette procédure d'analyse pour tous les étalonnages, analyses d'échantillons, et essais à blanc ultérieurs.