
**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*

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/5a330afc-61bc-4514-9827-3c3bd45822e6/iso-22854-2021>



iTeh Standards
(<https://standards.iteh.ai>)
Document Preview

[ISO 22854:2021](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/5a330afc-61bc-4514-9827-3c3bd45822e6/iso-22854-2021)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/5a330afc-61bc-4514-9827-3c3bd45822e6/iso-22854-2021>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2021

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
E-mail: copyright@iso.org
Web: www.iso.org

Publié en Suisse

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	4
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.....	6
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, % (<i>m/m</i>).....	7
9.3 Calculs en fractions volumiques, % (<i>V/V</i>).....	8
9.4 Calcul de la teneur totale en oxygène en fraction massique, % (<i>m/m</i>).....	9
9.5 Traitement des résultats selon les spécifications de l'essence pour moteurs automobiles.....	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) Exemples de chromatogrammes type	16
Bibliographie	22

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 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).

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.

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*, en collaboration avec 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) conformément à l'Accord de coopération technique entre l'ISO et le CEN (Accord de Vienne).

Cette quatrième édition annule et remplace la troisième (ISO 22854:2016), qui a fait l'objet d'une révision technique.

Les principaux changements par rapport à l'édition précédente sont les suivants:

- le Domaine d'application et la fidélité ont été étendus dans la plage de concentration;
- les données de fidélité ont été mises à jour;
- de nouveaux exemples de chromatogrammes typiques ont été ajoutés à l'[Annexe B](#);
- le texte a été davantage harmonisé avec la norme ASTM D6839^[2].

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.

Introduction

Les éditions précédentes du présent document ont été utilisées pour la détermination des hydrocarbures saturés, oléfiniques, aromatiques et oxygénés dans l'essence de moteur automobile selon les spécifications européennes des carburants.

Une étude interlaboratoires a montré que la méthode peut être utilisée pour des essences avec une concentration plus élevée de composés oxygénés, y compris le méthanol. L'étude interlaboratoires a également fourni des données pour calculer la fidélité du toluène dans l'essence.

L'[Annexe B](#) comprend maintenant des exemples de chromatogrammes d'essences avec une variété d'oxygénés qui peuvent être utilisés pour l'identification correcte de ces composés oxygénés.

La méthode d'essai décrite dans le présent document est harmonisée avec l'ASTM D 6839^[2].

iTeh Standards
(<https://standards.iteh.ai>)
Document Preview

[ISO 22854:2021](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/5a330afc-61bc-4514-9827-3c3bd45822e6/iso-22854-2021>

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

Le présent document prescrit une méthode pour la détermination par chromatographie en phase gazeuse (CPG) des teneurs en hydrocarbures saturés, oléfiniques et aromatiques dans les essences pour moteurs automobiles et dans les carburants éthanol pour automobiles (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 termes % (*m/m*) et % (*V/V*) sont utilisés pour représenter respectivement la fraction massique, *w*, et la fraction volumique, *φ*, d'un produit.

Le présent document définit deux modes opératoires, A et B.

Le mode opératoire A est applicable aux essences pour moteurs automobiles ayant une teneur en aromatiques totaux de 19,32 % (*V/V*) jusqu'à 46,29 % (*V/V*), une teneur en oléfines totales de 0,40 % (*V/V*) jusqu'à 26,85 % (*V/V*), une teneur en composés oxygénés de 0,61 % (*V/V*) jusqu'à 9,85 % (*V/V*), une teneur en oxygène total de 1,50 % (*m/m*) jusqu'à 12,32 % (*m/m*), une teneur en benzène de 0,38 % (*V/V*) jusqu'à 1,98 % (*V/V*) et une teneur en toluène de 5,85 % (*V/V*) jusqu'à 31,65 % (*V/V*).

La méthode a également été testée pour des composés oxygénés individuels. Des données de fidélité ont été déterminées pour un volume total de méthanol de 1,05 % (*V/V*) à 16,96 % (*V/V*); un volume total d'éthanol de 0,50 % (*V/V*) à 17,86 % (*V/V*); un volume total de MTBE de 0,99 % (*V/V*) à 15,70 % (*V/V*), un volume total d'ETBE de 0,99 % (*V/V*) à 15,49 % (*V/V*), un volume total de TAME de 0,99 % (*V/V*) à 5,92 % (*V/V*), et un volume total de TAEE de 0,98 % (*V/V*) à 15,59 % (*V/V*).

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 0,40 % (*V/V*) et 26,85 % (*V/V*).

Bien que cette méthode ait été développée pour l'analyse d'essences pour moteurs automobiles 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 du présent document, l'applicabilité a 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 l'analyse des groupes oxygénés (éthanol, méthanol, éthers et alcools C3-C5) dans des carburants éthanol pour automobiles (E85) contenant de l'éthanol 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 par chromatographie en phase gazeuse (CPG).

L'échantillon peut être totalement analysé y compris les familles d'hydrocarbures. Les valeurs de fidélité pour les échantillons dilués ne sont disponibles que pour les groupes oxygénés.

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 éther, la fidélité telle que spécifiée dans le [Tableau 6](#) peut être utilisée pour des échantillons contenant au moins 11 % (V/V) 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 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 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 <https://www.electropedia.org/>

3.1 <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/5a330afc-61bc-4514-9827-3c3bd45822e6/iso-22854-2021>

hydrocarbure

groupe d'hydrocarbures

HG

famille d'hydrocarbures telle que les hydrocarbures saturés, les hydrocarbures oléfiniques

3.1.1

saturé

hydrocarbure saturé

type d'*hydrocarbure* (3.1) n'ayant aucune double liaison constitués de 3 à 12 atomes de carbone

EXEMPLE *n*-Paraffines, *iso*-paraffines, naphènes et poly-naphènes.

3.1.2

oléfine

hydrocarbure oléfinique

type d'*hydrocarbure* (3.1) 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

aromatique

hydrocarbure aromatique

type d'hydrocarbure (3.1) cyclique présentant une alternance de liaisons doubles et de liaisons simples entre les atomes de carbone des cycles

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

3.2

oxygéné

composé oxygéné

type d'hydrocarbure (3.1) 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.

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 modes opératoires 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. Cela permettant de reporter les résultats de l'échantillon non dilué après normalisation à 100 %.

4.2 L'échantillon d'essence pour moteurs automobiles soumis à l'analyse est séparé en familles d'hydrocarbures par CPG en utilisant des couplages de colonnes et des commutations de colonnes.

L'échantillon d'essence pour moteurs automobiles est injecté dans le système CPG 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 détecté ou chaque groupe d'hydrocarbures 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 automobiles 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 automobiles est séparée en familles d'hydrocarbures et ensuite par nombre de carbone. En utilisant les facteurs de réponse relatifs correspondants, les répartitions massiques des groupes dans l'échantillon d'essence pour moteurs automobiles 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 %.

ATTENTION — L'hydrogène est explosif en présence d'air lorsque sa concentration est comprise entre 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 temps de commutations des vannes 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 avec une membrane de caoutchouc couverte d'un joint de polytétrafluoroéthylène (PTFE) auto scellant.

5.3 Solutions de référence, une ou des essence(s) finie(s) pour moteurs automobiles 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.

ATTENTION — Les solutions de référence sont inflammables et nocives 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, 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 composés d'une colonne à l'autre dans le chromatographe.

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 un contrôle de température.

L'absorption des composés piégés 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 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 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'oléfines totales. Si la capacité du piège est suffisante pour la concentration en oléfines, il est possible de réaliser la séparation en une seule étape.
- 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 ensuite élués du piège (colonne 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 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](#) à [B.4](#). En ce qui concerne le mode opératoire B en particulier, un chromatogramme classique est présenté en [Figure B.5](#).

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 s'adsorber 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 automobiles dont le taux de soufre est élevé.

7 Échantillonnage

Sauf spécifications contraires spécifiées, par exemple dans des normes nationales spécifiant les exigences sur les carburants ou dans des réglementations s'appliquant à l'échantillonnage de l'essence pour moteurs automobiles, 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

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 cet article est utilisé pour analyser les échantillons d'essence contenant une quantité importante d'éthanol tel que le carburant éthanol pour automobiles (E85) avec une teneur en éthanol 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 telle sorte que la teneur finale en 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.