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

ISO 3924:2019

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



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

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

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/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
Web: www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Principe	2
5 Produits et réactifs	2
6 Apparatus	4
7 Échantillonnage	7
8 Préparation de l'appareillage	7
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
9 Étalonnage	11
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
10 Mode opératoire	14
10.1 Préparation de l'échantillon.....	14
10.2 Analyse de l'échantillon.....	15
11 Calcul	15
12 Expression des résultats	15
13 Fidélité	16
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
14 Rapport d'essai	18
Annexe A (informative) Calcul des données équivalentes de l'ISO 3405	20
Annexe B (normative) Valeurs spécifiées des produits de référence et limites des écarts	23
Annexe C (informative) Points d'ébullition des <i>n</i>-alcane non normaux	25
Annexe D (informative) Révision des points d'ébullition	29
Annexe E (informative) Gaz vecteurs alternatifs, hydrogène et azote, utilisés avec le mode opératoire B	30
Annexe F (informative) Gaz vecteurs hydrogène et azote utilisés avec le mode opératoire A	38
Bibliographie	44

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*. -9885-bed7e6d58e59/iso-3924-2019

Cette méthode a été établie à partir des méthodes IP 406^[3] et ASTM D2887^[4] 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*-alcane 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.

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:

- a) 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.
- b) 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 (μ) d'un produit et sa fraction volumique (φ).

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).

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^{[1][5][6]} 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 C₅ à C₄₄, 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: C₅, C₆, C₇, C₈, C₉, C₁₀, C₁₂, C₁₄, C₁₆, C₁₈, C₂₀, C₂₄, C₂₈, C₃₂, C₃₆, C₄₀, C₄₄. Au moins un des constituants du mélange doit avoir un point d'ébullition inférieur au point initial de distillation (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](#)).