

ILNAS

Institut luxembourgeois de la normalisation
de l'accréditation, de la sécurité et qualité
des produits et services

ILNAS-EN 12916:2024

Produits pétroliers - Détermination des familles d'hydrocarbures aromatiques dans les distillats moyens - Méthode par chromatographie liquide à haute

Petroleum products - Determination of aromatic hydrocarbon types in middle distillates - High performance liquid chromatography method with refractive

Mineralölerzeugnisse - Bestimmung von aromatischen Kohlenwasserstoffgruppen in Mitteldestillaten - Hochleistungsflüssigkeitschromatograph

03/2024



Avant-propos national

Cette Norme Européenne EN 12916:2024 a été adoptée comme Norme Luxembourgeoise ILNAS-EN 12916:2024.

Toute personne intéressée, membre d'une organisation basée au Luxembourg, peut participer gratuitement à l'élaboration de normes luxembourgeoises (ILNAS), européennes (CEN, CENELEC) et internationales (ISO, IEC) :

- Influencer et participer à la conception de normes
- Anticiper les développements futurs
- Participer aux réunions des comités techniques

<https://portail-qualite.public.lu/fr/normes-normalisation/participer-normalisation.html>

CETTE PUBLICATION EST PROTÉGÉE PAR LE DROIT D'AUTEUR

Aucun contenu de la présente publication ne peut être reproduit ou utilisé sous quelque forme ou par quelque procédé que ce soit - électronique, mécanique, photocopie ou par d'autres moyens sans autorisation préalable !

NORME EUROPÉENNE

ILNAS-EN 12916:2024

EN 12916

EUROPÄISCHE NORM

EUROPEAN STANDARD

Mars 2024

ICS 75.080

Remplace l' EN 12916:2019+A1:2022

Version Française

**Produits pétroliers - Détermination des familles
d'hydrocarbures aromatiques dans les distillats moyens -
Méthode par chromatographie liquide à haute
performance avec détection par réfractométrie
différentielle**

Mineralölzeugnisse - Bestimmung von aromatischen
Kohlenwasserstoffgruppen in Mitteldestillaten -
Hochleistungsflüssigkeitschromatographie-Verfahren
mit Brechungsindex-Detektion

Petroleum products - Determination of aromatic
hydrocarbon types in middle distillates - High
performance liquid chromatography method with
refractive index detection

La présente Norme européenne a été adoptée par le CEN le 14 décembre 2023.

Les membres du CEN sont tenus de se soumettre au Règlement Intérieur du CEN/CENELEC, qui définit les conditions dans lesquelles doit être attribué, sans modification, le statut de norme nationale à la Norme européenne. Les listes mises à jour et les références bibliographiques relatives à ces normes nationales peuvent être obtenues auprès du Centre de Gestion du CEN-CENELEC ou auprès des membres du CEN.

La présente Norme européenne existe en trois versions officielles (allemand, anglais, français). Une version dans une autre langue faite par traduction sous la responsabilité d'un membre du CEN dans sa langue nationale et notifiée au Centre de Gestion du CEN-CENELEC, a le même statut que les versions officielles.

Les membres du CEN sont les organismes nationaux de normalisation des pays suivants: Allemagne, Autriche, Belgique, Bulgarie, Chypre, Croatie, Danemark, Espagne, Estonie, Finlande, France, Grèce, Hongrie, Irlande, Islande, Italie, Lettonie, Lituanie, Luxembourg, Malte, Norvège, Pays-Bas, Pologne, Portugal, République de Macédoine du Nord, République de Serbie, République Tchèque, Roumanie, Royaume-Uni, Slovaquie, Slovénie, Suède, Suisse et Turquie.



COMITÉ EUROPÉEN DE NORMALISATION
EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG
EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION

CEN-CENELEC Management Centre: Rue de la Science 23, B-1040 Bruxelles

Sommaire		Page
Avant-propos européen		3
1	Domaine d'application	4
2	Références normatives	4
3	Termes et définitions	5
4	Principe	6
5	Réactifs et matériaux	6
6	Appareillage	7
7	Échantillonnage	8
8	Préparation de l'appareillage	9
9	Étalonnage	11
10	Mode opératoire	13
10.1	Procédure A pour les gazoles et les distillats pétroliers	13
10.2	Procédure B pour les gazoles paraffiniques	13
10.3	Suite des procédures A et B	14
11	Calculs	16
11.1	Temps de rétention	16
11.2	Résolution de la colonne	17
11.3	Temps de coupure	17
11.4	Teneurs des différentes familles d'hydrocarbures	17
11.5	Teneur en aromatiques polycycliques et en aromatiques totaux	17
12	Expression des résultats	18
13	Fidélité	18
13.1	Généralités	18
13.2	Répétabilité, r	18
13.3	Reproductibilité, R	18
14	Rapport d'essai	19
Annexe A (informative) Recommandations pour le choix et l'utilisation d'une colonne		20
Annexe B (informative) Indications pratiques pour les échantillons de gazoles paraffiniques ...		21
Annexe C (informative) Identification des tri+ aromatiques		23
Bibliographie		24

Avant-propos européen

Le présent document (EN 12916:2024) a été élaboré par le Comité Technique CEN/TC 19 « Carburants et combustibles gazeux et liquides, lubrifiants et produits connexes, d'origine pétrolière, synthétique et biologique », dont le secrétariat est tenu par le NEN.

La présente norme européenne doit recevoir le statut de norme nationale, soit par publication d'un texte identique, soit par entérinement, au plus tard en septembre 2024, et les normes nationales en contradiction doivent être retirées au plus tard en septembre 2024.

L'attention est attirée sur le fait que certains éléments de ce document peuvent faire l'objet de droits de brevet. Le CEN ne peut être tenu responsable de l'identification de tout ou partie de ces droits de brevet.

Le présent document remplace l'EN 12916:2019+A1:2022.

Le principal changement par rapport à l'EN 12916:2019+A1:2022 est l'introduction d'une Annexe C avec des indications pour la détermination des tri+-aromatiques et des exigences supplémentaires en matière d'échantillonnage. Cela devrait améliorer la fidélité des laboratoires lors des essais sur les gazoles paraffiniques. Ensuite, dans l'Annexe B, les indications pratiques pour ce type d'échantillons ont été améliorées et des exemples de chromatogrammes ont été introduits. Les instructions relatives aux précautions de stockage après l'échantillonnage ont été limitées aux seuls gazoles paraffiniques.

L'ajout d'une procédure d'étalonnage avec un matériau de référence garantit de meilleurs résultats pour tous les produits. En outre, une étude réalisée en 2021 a permis de confirmer la fidélité publiée pour les HAP et les HDA dans une plage de concentration de (6 – 10) % (*m/m*).

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 est disponible sur le site web du CEN.

Conformément au règlement intérieur du CEN-CENELEC, les organismes nationaux de normalisation des pays suivants sont tenus de mettre en œuvre cette norme européenne : Allemagne, Autriche, Belgique, Bulgarie, Chypre, Croatie, Danemark, Espagne, Estonie, Finlande, France, Grèce, Hongrie, Irlande, Islande, Italie, Lettonie, Lituanie, Luxembourg, Malte, Norvège, Pays-Bas, Pologne, Portugal, République de Macédoine du Nord, République tchèque, Roumanie, Royaume-Uni, Serbie, Slovaquie, Slovénie, Suède, Suisse et Turquie.

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode pour déterminer la teneur en hydrocarbures mono-aromatiques, di-aromatiques, et tri+-aromatiques des gazoles, des gazoles paraffiniques et des distillats pétroliers.

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

La procédure A est applicable aux gazoles, qui peuvent contenir des esters méthyliques d'acides gras (EMAG) jusqu'à 30 % (V/V) (comme ceux spécifiés dans [1], [2] ou [3]), et distillats pétroliers d'intervalle d'ébullition de 150 °C à 400 °C (comme ceux spécifiés dans [4]).

La procédure B est applicable aux gazoles paraffiniques qui peuvent contenir jusqu'à 7 % (V/V) d'EMAG. Cette procédure n'implique pas d'étape de dilution de l'échantillon afin de déterminer les faibles teneurs en aromatiques dans ces carburants.

La teneur en hydrocarbures aromatiques polycycliques est calculée à partir de la somme des di-aromatiques, et tri+-aromatiques, et la teneur totale en composés aromatiques est calculée à partir de la somme des teneurs des différentes familles de composés aromatiques.

Les composés soufrés, azotés et oxygénés peuvent interférer dans la mesure. Les mono-oléfines n'interfèrent pas, au contraire des dioléfines conjuguées et des polyoléfines qui peuvent interférer, si elles sont présentes. Les intervalles de mesure qui s'appliquent à cette méthode sont donnés dans le Tableau 2 et le Tableau 3.

NOTE 1 Pour les besoins de le présent document européenne, les expressions « % (m/m) » et « % (V/V) » sont utilisées pour désigner respectivement les fractions massiques, μ , et les fractions volumiques, φ , d'un produit.

NOTE 2 Par convention, le présent document définit les familles d'hydrocarbures aromatiques à partir de leurs caractéristiques d'élution dans la colonne de chromatographie liquide prescrite, et par comparaison aux temps d'élution des composés aromatiques servant de modèle. La quantification est effectuée par étalonnage externe avec un seul composé aromatique par famille d'hydrocarbures aromatiques, ce composé pouvant être ou non représentatif des aromatiques présents dans l'échantillon. Il est possible que des techniques et méthodes alternatives classent et quantifient différemment les familles d'hydrocarbures aromatiques.

NOTE 3 Le rétrobalayage fait partie de la maintenance interne au laboratoire.

AVERTISSEMENT — L'utilisation du présent document peut impliquer la mise en œuvre 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 de ce présent document de prendre les mesures appropriées pour assurer la sécurité et préserver la santé du personnel avant son application, et pour répondre aux exigences réglementaires et statutaires à cette fin.

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).

EN 14214, *Produits pétroliers liquides — Esters méthyliques d'acides gras (EMAG) pour moteurs diesel et comme combustible de chauffage — Exigences et méthodes d'essai*

EN ISO 1042, *Verrerie de laboratoire — Fiole jaugée à un trait (ISO 1042)*

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

EN ISO 3171, *Produits pétroliers liquides — Échantillonnage automatique en oléoducs (ISO 3171)*

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 <http://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia : disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org/>

3.1

hydrocarbures non-aromatiques

composés présentant sur la colonne chromatographique polaire spécifiée, un temps de rétention plus court que la majorité des hydrocarbures mono-aromatiques

3.2

hydrocarbures mono-aromatiques

HMA

composés présentant sur la colonne chromatographique polaire spécifiée, un temps de rétention plus long que la majorité des hydrocarbures non aromatiques, mais plus court que le temps de rétention de la majorité des hydrocarbures di-aromatiques

3.3

hydrocarbures di-aromatiques

HDA

composés présentant sur la colonne chromatographique polaire spécifiée, un temps de rétention plus long que la majorité des hydrocarbures mono-aromatiques, mais plus court que le temps de rétention de la majorité des hydrocarbures tri+-aromatiques

3.4

hydrocarbures tri+-aromatiques

HT+A

composés présentant sur la colonne chromatographique polaire spécifiée, un temps de rétention plus long que la majorité des hydrocarbures di-aromatiques, le chrysène étant inclus dans ce groupe

3.5

hydrocarbures aromatiques polycycliques

HA-POLY

somme des hydrocarbures di-aromatiques et des hydrocarbures tri+-aromatiques

3.6

hydrocarbures aromatiques totaux

somme des hydrocarbures mono-aromatiques, di-aromatiques et tri+-aromatiques

Note 1 à l'article : Des résultats publiés ou non publiés indiquent que les constituants majoritaires de chaque famille d'hydrocarbures sont les suivants :

- hydrocarbures non aromatiques : alcanes cycliques ou non (naphtènes ou paraffines), mono-oléfines (si présentes) ;

- b) HMA : benzènes, tétralines, indanes, naphthénobenzènes supérieurs (exemple : octahydro-phénanthrènes), thiophènes, styrènes, polyoléfinés conjugués ;
- c) HDA : naphthalènes, biphényles, indènes, fluorènes, acénaphthènes, benzothiophènes et dibenzothiophènes ;
- d) HT+A : phénanthrènes, pyrènes, fluoranthènes, chrysènes, triphénylènes, benzanthracènes.

3.7

esters méthyliques d'acides gras

EMAG

mélange d'esters méthyliques d'acides gras dérivés d'huile végétale ou de graisses animales, conformes à la spécification de l'EN 14214

4 Principe

Une masse connue de l'échantillon est prélevée et un volume déterminé de cet échantillon est injecté dans un système de chromatographie liquide à haute performance équipé d'une colonne polaire. Les gazoles avec une concentration dont la teneur en EMAG s'élève jusqu'à 30 % (V/V) ainsi que les distillats pétroliers nécessitent une dilution avec de l'heptane (Procédure A). Les gazoles paraffiniques sont injectés purs (Procédure B).

Cette colonne a une faible affinité pour les hydrocarbures non aromatiques, mais présente une forte sélectivité pour les hydrocarbures aromatiques. Il en résulte que les hydrocarbures aromatiques sont séparés des hydrocarbures non aromatiques en familles distinctes selon leur nombre de cycles, c'est à dire en HMA, HDA et HT+A.

La colonne est connectée à un réfractomètre différentiel qui détecte les composés au fur et à mesure qu'ils sont élués. Le signal du détecteur est enregistré en continu par un système d'acquisition. Les amplitudes des signaux des composés aromatiques de l'échantillon sont comparées avec celles de ceux obtenus à partir de solutions étalons de façon à calculer les fractions massiques des HMA, HDA, HT+A de l'échantillon. La somme des fractions massiques des HDA et HT+A correspond à la fraction massique des HA-POLY. La somme des fractions massiques des HMA, HDA, et HT+A correspond à la fraction massique des hydrocarbures aromatiques totaux.

Lorsque la procédure A est appliquée, la colonne peut être rétrobalayée après que les aromatiques sont élués de la colonne pour permettre l'élution de tous les composés restants comme les EMAG dans un pic de rétrobalayage. Cela assurera un meilleur nettoyage de la colonne mais cette procédure doit être réalisée avec précaution étant donné qu'elle peut affecter la durée de vie de la colonne.

5 Réactifs et matériaux

AVERTISSEMENT — Les composés aromatiques peuvent être volatils et inflammables, leurs vapeurs peuvent former des mélanges explosifs avec l'air et avoir des effets nocifs aigus ou chroniques par inhalation ou par contact avec la peau. En outre, ils peuvent polluer l'eau.

5.1 Généralités

Il convient d'utiliser les produits et réactifs de la plus haute pureté possible. Ceux dont la pureté requise est celle de qualité « HPLC » sont disponibles auprès des principaux revendeurs.

5.2 Cyclohexane, de pureté 99 % (m/m) au minimum (numéro CAS 110-82-7).

NOTE Le cyclohexane peut contenir du benzène comme impureté.

5.3 Heptane, de qualité HPLC, pour la phase mobile (numéro CAS 142-82-5).

Une variation lot par lot de la qualité du solvant en termes de teneur en eau, viscosité, indice de réfraction, et pureté peut causer un comportement non prévisible de la colonne. Sécher (par exemple