
**Produits pétroliers — Détermination de la
teneur en soufre — Méthode par
spectrométrie de fluorescence X dispersive
en énergie**

iTeh STANDARD PREVIEW

*Petroleum products — Determination of sulfur content — Energy-dispersive
X-ray fluorescence method*

ISO 8754:1992

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bad704a7-4b21-4c0c-b29c-a8c2c0a58907/iso-8754-1992>



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 (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 8754 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 28, *Produits pétroliers et lubrifiants*.

STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 8754:1992](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bad704a7-4b21-4c0c-b29c-a8c2c0a58907/iso-8754-1992)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bad704a7-4b21-4c0c-b29c-a8c2c0a58907/iso-8754-1992>

© ISO 1992

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, 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 et les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

Organisation internationale de normalisation
Case postale 56 ● CH-1211 Genève 20 ● Suisse

Version française tirée en 1994

Imprimé en Suisse

Produits pétroliers – Détermination de la teneur en soufre – Méthode par spectrométrie de fluorescence X dispersive en énergie

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode de détermination de la teneur en soufre dans les hydrocarbures tels que naphthas, distillats, fuel-oils, résidus, huiles de base uniquement pour lubrifiants, carburants sans plomb et leurs constituants. La méthode est applicable aux produits ayant des teneurs en soufre comprises entre 0,01 % (*m/m*) et 5 % (*m/m*).

Les échantillons contenant des additifs métalliques lourds, des alkyles de plomb, etc. perturbent cette méthode. Des éléments tels que silicium, phosphore, calcium, potassium et les halogénures interfèrent s'ils sont présents à des concentrations supérieures à quelques centaines de milligrammes par kilogramme.

2 Principe

L'échantillon est placé dans le rayonnement émis par une source radioactive à faible énergie appropriée, par exemple, une source au ^{55}Fe (rayonnement typique = 740 MBq). Le rayonnement X caractéristique qui en résulte est mesuré et le comptage cumulé est comparé avec celui d'échantillons d'étalonnage préalablement préparés, afin d'obtenir la concentration en soufre en pourcentage en masse. Trois gammes d'étalonnage sont nécessaires pour couvrir le domaine de concentration de 0,01 % (*m/m*) à 5 % (*m/m*).

3 Réactifs

3.1 Sulfure de di-*n*-butyle, teneur en soufre de 21,91 % (*m/m*).

3.2 Huile blanche, de grande pureté contenant moins de 20 mg de soufre par kilogramme.

4 Appareillage

Matériel courant de laboratoire et

4.1 Analyseur de fluorescence X dispersive en énergie: tout modèle approprié peut être utilisé, mis en service conformément aux instructions du fabricant¹⁾.

4.2 Balance analytique, précise à 0,1 mg près.

5 Mode opératoire

5.1 Mesures de précaution

Le matériel à rayons X et son mode d'emploi doivent être conformes aux réglementations régissant l'utilisation des rayonnements ionisants et/ou aux recommandations de la Commission Internationale de Protection Radiologique. La source de rayonnement doit être vérifiée pour détecter les fuites éventuelles de radiation selon une périodicité définie par les réglementations. Seul un personnel bien entraîné et compétent utilisant des techniques de protection correctes doit avoir la responsabilité de l'appareil.

NOTE 1 Un appareil de type courant possède au moins une fenêtre au béryllium de faible épaisseur, placée au-dessus de la source radioactive. Cette fenêtre est très fragile et peut facilement se briser lors de son nettoyage pour enlever les résidus huileux.

5.2 Préparation de la cellule pour échantillon

Les cellules doivent être soigneusement lavées et séchées avant usage. La manipulation du film doit être réduite au strict minimum. Le renouvellement de la fenêtre doit être fait à chaque mesure des différents échantillons.

1) Des détails sur les fournisseurs du matériel approprié peuvent être obtenus auprès du Secrétariat de l'ISO/TC 28.

NOTES

2 Le matériau de la fenêtre est généralement un film de polyester ou de polycarbonate de 6 µm. Le matériau de la fenêtre, du polyester couramment commercialisé contient des quantités de calcium faibles mais variables pouvant provoquer des erreurs.

3 Les échantillons à forte teneur en aromatiques sont susceptibles de dissoudre les films de polycarbonate.

5.3 Préparation de l'appareillage

Monter l'appareil conformément aux instructions du fabricant. Lorsque les réglementations l'autorisent, il est recommandé de laisser l'instrument branché en permanence, pour maintenir une stabilité optimale. Vérifier périodiquement l'appareillage conformément aux instructions du fabricant.

Certains appareils nécessitent une purge à l'hélium pour obtenir des mesures précises. Il faut utiliser de l'hélium de bonne qualité, à pression stabilisée tel que précisé par le fabricant pour éviter des interférences résiduelles qui donneraient des résultats erronés.

5.4 Détermination

Remplir la cellule à échantillon au niveau requis (3 mm à 20 mm, environ à mi-hauteur). S'assurer que la fenêtre de faible épaisseur n'est pas cintrée. S'assurer qu'il n'y a pas de bulles d'air entre la fenêtre et le liquide. Pour les échantillons visqueux, il peut être nécessaire de les chauffer de façon qu'on puisse les verser dans la cellule. On obtient deux comptages successifs en utilisant le temps de comptage recommandé pour l'instrument sur une portion d'échantillon. Calculer le comptage moyen pour l'échantillon (les temps de comptage typiquement acceptables sont de 50 s à 200 s).

L'analyse de l'échantillon doit être effectuée dans la même période de temps, après sa préparation dans la cellule, que la période passée pour la préparation de la courbe d'étalonnage.

6 Étalonnage

6.1 Préparation des étalons

6.1.1 Solutions mères

Préparer les solutions mères ayant des teneurs en soufre de 5 % (m/m), 2,5 % (m/m) et 1 % (m/m). Préparer chaque solution séparément comme suit:

Peser à 0,1 mg près, la quantité nécessaire d'huile blanche (3.2), tel qu'indiqué dans le tableau 1, dans une fiole appropriée à long col, puis peser la quantité nécessaire de sulfure de di-*n*-butyle. Bien mélanger à température ambiante (il est recommandé d'utiliser un agitateur magnétique recouvert de verre).

Calculer la teneur en soufre de chaque étalon à trois décimales près.

Tableau 1 – Composition des solutions mères

Teneur en soufre % (m/m)	Masse d'huile blanche g	Masse de sulfure de di- <i>n</i> -butyle g
5	48,6	14,4
2,5	44,7	5,7
1	47,7	2,3

6.1.2 Calibrages de référence

Préparer trois gammes de calibrages en diluant les solutions mères avec de l'huile blanche (tableau 2).

Tableau 2 – Calibrages de référence

Gamme	Teneur en soufre présumée % (m/m)	Teneur en soufre des étalons % (m/m)			
		0,3	0,7	1,0	2,5
1	0,01 à 1,0	0,0 ¹⁾	0,3	0,7	1,0
2	1,0 à 2,5	1,0 ²⁾	1,5	2,0	2,5
3	2,0 à 5,0	2,0 ³⁾	3,0	4,0	5,0

1) Huile blanche (3.2) dont la teneur en soufre est estimée à 0 % (m/m).
2) L'étalon à 1 % (m/m) de la gamme 1 peut être utilisé.
3) L'étalon à 2 % (m/m) de la gamme 2 peut être utilisé.

6.2 Conservation des étalons

Conserver les étalons dans un endroit frais et sombre dans des bouteilles fermées en verre foncé. À l'apparition d'une sédimentation ou d'un changement de concentration, rejeter l'échantillon.

6.3 Préparation d'une courbe d'étalonnage

Procéder comme indiqué à l'article 4. Obtenir quatre lectures pour chaque étalon dans la gamme sélectionnée, en utilisant les temps de comptages recommandés pour l'instrument. Répéter immédiatement l'opération avec de nouvelles cellules et de nouvelles portions d'échantillon. À partir des données obtenues, calculer le résultat moyen pour chaque concentration de soufre. Préparer une courbe d'étalonnage à partir de la moyenne établie pour les résultats.

Quelques équipements automatisés éjectent la prise d'essai après deux comptages. D'autres prises d'essai peuvent alors être utilisées afin d'obtenir le nombre de comptages requis pour chaque étalon.

7 Expression des résultats

7.1 Calcul

Lire la concentration en soufre de chaque échantillon sur la courbe d'étalonnage en utilisant les comptages moyens pour chaque huile. Noter les résultats à deux décimales près et enregistrer le résultat comme étant la teneur totale en soufre en pourcentage en masse.

7.2 Fidélité

La fidélité de la méthode obtenue par l'étude statistique des résultats d'essais interlaboratoires est la suivante:

7.2.1 Répétabilité

La différence entre deux résultats d'essais obtenus par le même opérateur avec le même appareillage dans des conditions opératoires identiques et sur un même produit, ne doit pas, dans une longue série d'essais effectués en appliquant correctement et normalement la méthode, dépasser plus d'une fois sur vingt la valeur $0,017 (X + 0,8)$, où X est la teneur moyenne en soufre.

7.2.2 Reproductibilité

La différence entre deux résultats uniques et indépendants obtenus par des opérateurs différents travaillant dans des laboratoires différents sur un produit identique ne doit pas, dans une longue série d'essais effectués en appliquant correctement et normalement la méthode, dépasser plus d'une fois sur vingt la valeur $0,055 (X + 0,8)$, où X est la teneur moyenne en soufre.

NOTE 4 Les échantillons utilisés pour ces corrélations étaient les suivants: naphthas, kérosène, gazoles, huiles de base pour lubrifiants et fuel-oils.

8 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit comporter au moins les informations suivantes:

- a) une référence à la présente Norme internationale;
- b) le type et l'identification du produit soumis à l'essai;
- c) le résultat de l'essai, à deux décimales près;
- d) tout écart par rapport au mode opératoire, après accord ou autrement;
- e) la date de l'essai.

[ISO 8754:1992](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bad704a7-4b21-4c0c-b29c-a8c2c0a58907/iso-8754-1992)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bad704a7-4b21-4c0c-b29c-a8c2c0a58907/iso-8754-1992>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 8754:1992

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bad704a7-4b21-4c0c-b29c-a8c2c0a58907/iso-8754-1992>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 8754:1992

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bad704a7-4b21-4c0c-b29c-a8c2c0a58907/iso-8754-1992>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 8754:1992

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bad704a7-4b21-4c0c-b29c-a8c2c0a58907/iso-8754-1992>

CDU 665.7:543.845:543.426

Descripteurs: produit pétrolier, hydrocarbure, dosage, analyse chimique, soufre, spectrométrie de fluorescence X.

Prix basé sur 3 pages
