
**Produits pétroliers — Détermination de la
teneur en soufre — Spectrométrie de
fluorescence de rayons X dispersive en
énergie**

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

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 8754:2003](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cdd4d944-ea65-4b87-87c1-9406598e83ea/iso-8754-2003)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cdd4d944-ea65-4b87-87c1-9406598e83ea/iso-8754-2003>



PDF – Exonération de responsabilité

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 8754:2003](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cdd4d944-ea65-4b87-87c1-9406598e83ea/iso-8754-2003)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cdd4d944-ea65-4b87-87c1-9406598e83ea/iso-8754-2003>

© ISO 2003

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'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax. + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.org
Web www.iso.org

Publié en Suisse

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 Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. 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.

L'attention est appelée 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.

L'ISO 8754 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 28, *Produits pétroliers et lubrifiants*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 8754:1992), qui a fait l'objet d'une révision technique.

[ISO 8754:2003](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cdd4d944-ea65-4b87-87c1-9406598e83ea/iso-8754-2003>

Introduction

Des méthodes spéciales, basées sur la technique analytique décrite dans la présente Norme internationale, sont actuellement en cours de mise au point pour les carburants pour automobile dont la teneur en soufre est inférieure à 0,20 % (en masse).

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 8754:2003](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cdd4d944-ea65-4b87-87c1-9406598e83ea/iso-8754-2003)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cdd4d944-ea65-4b87-87c1-9406598e83ea/iso-8754-2003>

Produits pétroliers — Détermination de la teneur en soufre — Spectrométrie de fluorescence de rayons X dispersive en énergie

AVERTISSEMENT — L'utilisation de la présente Norme internationale peut impliquer l'intervention de produits, d'opérations et d'équipements à caractère dangereux. La présente Norme internationale n'est pas censée aborder tous les problèmes de sécurité concernés par son usage. Il est de la responsabilité de l'utilisateur de consulter et d'établir des règles de sécurité et d'hygiène appropriées et de déterminer l'applicabilité des restrictions réglementaires avant utilisation.

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode d'essai qui a pour but de déterminer la teneur en soufre des produits pétroliers tels que naphthas, essences sans plomb, distillats moyens, combustibles résiduels, huiles de base et constituants. La méthode est applicable aux produits dont la teneur en soufre est comprise entre 0,03 % (en masse) et 5 % (en masse).

NOTE Pour les besoins de la présente Norme internationale, l'expression «% (en masse)» est utilisée pour désigner la fraction massique d'un élément.

La présence d'additifs contenant des métaux lourds, tels que les dérivés alkylés du plomb, peut perturber le dosage. Les éléments tels que silicium, phosphore, calcium, oxygène, potassium, zinc, molybdène et baryum, ainsi que les halogènes, perturbent également la détermination s'ils sont présents en concentration supérieure à quelques centaines de milligrammes par kilogramme. Certains appareils modernes offrent à l'analyste la possibilité de compenser les interférences spectrales et matricielles au moyen de techniques de déconvolution spectrale et de correction entre éléments par régression multiple.

Pour des échantillons dont la composition en hydrocarbures aromatiques et en hydrocarbures paraffiniques varie, le rapport carbone sur hydrocarbure dans un échantillon (rapport C/H) peut également interférer avec la détermination, quand le rapport de l'échantillon diffère de 1, ou davantage, par rapport au produit de référence à partir duquel l'étalonnage a été obtenu.

2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application 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:—¹⁾, *Produits pétroliers liquides — Échantillonnage manuel*

ISO 3171:1988, *Produits pétroliers liquides — Échantillonnage automatique en oléoduc*

1) À publier. (Révision de l'ISO 3170:1988)

3 Principe

La prise d'essai est placée dans le faisceau émis par une source de rayons X. L'énergie d'excitation peut être obtenue soit par une source radioactive telle que le ^{55}Fe , soit à partir d'un tube à rayons X. Le rayonnement X excité qui en résulte est mesuré, et le comptage cumulé obtenu est comparé à une courbe d'étalonnage présentant le comptage en fonction de la teneur en soufre exprimée en % (en masse), la courbe étant préétablie grâce à une série de solutions d'étalonnage couvrant la plage de teneurs en soufre des échantillons sous examen.

4 Produits et réactifs

4.1 Huile blanche (huile de paraffine légère), de qualité très pure, présentant une teneur en soufre maximale de 20 mg/kg.

Pour la mesure de très faibles teneurs en soufre, inférieures à environ 0,1 % (en masse), les effets de matrice peuvent être minimisés en utilisant un diluant de nature similaire au produit à analyser pour la réalisation des solutions d'étalonnage décrites à l'Article 8. Il convient que ce diluant présente une très faible teneur en soufre, de préférence inférieure à 2 mg/kg.

4.2 Composés sulfurés, de teneur en soufre connue, utilisés pour la préparation des étalons primaires.

NOTE Les composés mentionnés de 4.2.1 à 4.2.3 sont adaptés et leur teneur nominale en soufre est donnée. Quand la pureté de ces composés est inférieure à 99 %, des produits certifiés sont nécessaires, ou il convient de connaître la concentration et la nature de toutes les impuretés en présence.

4.2.1 Dibenzothiophène (DBT), teneur nominale en soufre de 17,399 % (en masse).

4.2.2 Di-*n*-butyl sulfure (DBS), teneur nominale en soufre de 21,915 % (en masse).

4.2.3 Thianaphtène (benzothiophène) (TNA), teneur nominale en soufre de 23,89 % (en masse).

4.3 Produits de référence certifiés: utiliser des produits provenant d'un organisme de matériaux de référence ou d'un fournisseur agréé. Les teneurs en soufre certifiées de ces produits doivent couvrir un domaine de concentration permettant la réalisation de courbes d'étalonnage convenant aux analyses de routine. Cependant, en particulier dans le cas de certains produits lourds, l'excitation est légèrement affectée par le fond spectral de la matrice. De ce fait, en cas de litige, les parties doivent se mettre d'accord sur l'emploi d'une gamme commune d'étalons certifiés ou doivent toutes deux préparer leurs étalons à partir des produits indiqués en 4.1 et 4.2.

5 Appareillage

5.1 Spectromètre de fluorescence X dispersif en énergie: utiliser tout modèle approprié, dans la mesure où il bénéficie des particularités énumérées de 5.1.1 à 5.1.6. Il doit être installé et réglé selon les instructions du fabricant.

5.1.1 Source de rayons X, possédant un flux de rayons X significatif aux énergies supérieures à 2,5 keV.

5.1.2 Cellule à échantillon amovible, permettant de disposer d'une hauteur d'échantillon d'au moins 3 mm et munie d'un film remplaçable transparent aux rayons X.

NOTE Le matériau généralement utilisé pour la fenêtre est un film de polyester, polypropylène ou polycarbonate de 6 μm d'épaisseur. Les films en polyester du commerce peuvent contenir de petites quantités variables de calcium qui peuvent perturber la détermination. Les échantillons à très haute teneur en composés aromatiques peuvent dissoudre les films de polycarbonate.

5.1.3 Détecteur de rayons X, offrant une haute sensibilité à 2,3 keV.

5.1.4 Filtres, ou autre moyen, permettant d'effectuer la discrimination entre la raie $K\alpha$ du soufre et les autres rayons X.

5.1.5 Système électronique de traitement du signal, doté des fonctions de comptage d'impulsions et d'analyse des amplitudes d'impulsions.

5.1.6 Afficheur ou imprimante, indiquant la valeur du comptage ou la teneur en soufre en pourcentage massique [% (en masse)], ou les deux.

ATTENTION — Si l'appareil d'analyse contient une source radioactive, l'équipement ainsi que le mode d'utilisation doivent satisfaire à la réglementation régissant l'usage des rayonnements ionisants et/ou aux recommandations de la Commission internationale de protection radiologique. La source de rayonnement doit être périodiquement vérifiée pour détecter les fuites éventuelles de rayonnement, comme exigé par les réglementations. La source ne doit être maniée que par des personnes compétentes et bien formées, utilisant les techniques de protection correctes.

5.2 Balance analytique, à même de peser à 0,1 mg près.

5.3 Mélangeur, du type à haut pouvoir de cisaillement et ne dispersant pas de bulles d'air.

5.4 Récipients: soit des fioles coniques à col étroit de 100 ml en verre borosilicaté, avec bouchons optionnels dans le cas d'échantillons volatils, ou des flacons de capacité similaire dotés de bouchons comportant des joints pleins en polyéthylène ou en polytétrafluoroéthylène.

6 Échantillons et échantillonnage

6.1 Sauf spécification contraire, prélever les échantillons conformément à l'ISO 3170 ou à l'ISO 3171.

6.2 Les échantillons doivent être soigneusement homogénéisés puis divisés avant qu'en soient soutirées des prises d'essai. Chauffer les échantillons visqueux à une température permettant de les rendre suffisamment fluides, puis les homogénéiser autant que nécessaire au moyen du mélangeur (5.3).

7 Préparation de l'appareillage

7.1 Appareil d'analyse

Dans la mesure du possible, l'appareil (voir 5.1) doit rester en permanence sous tension afin de lui conserver une stabilité optimale.

7.2 Cellules à échantillon

Nettoyer et sécher soigneusement les cellules à échantillon avant usage. Ne pas réutiliser les cellules jetables. Réduire au strict minimum la manipulation du matériau de la fenêtre.

8 Étalonnage

8.1 Généralités

Pour préparer la gamme voulue de solutions d'étalonnage, utiliser comme base soit des produits de référence certifiés (4.3), soit des étalons primaires obtenus par dissolution de composés soufrés (4.2) dans de l'huile blanche (4.1).

8.2 Préparation des étalons primaires

8.2.1 Préparer une gamme d'au moins trois étalons primaires. Pour préparer la gamme complète de solutions d'étalonnage procéder par dilution de ces étalons primaires dans de l'huile blanche (4.1) ou directement selon le mode opératoire donné en 8.2.2.

8.2.2 Peser à 0,1 mg près la quantité appropriée d'huile blanche (voir Tableau 1) dans un récipient (5.4), puis y ajouter la quantité appropriée du composé soufré choisi (4.2) pesée à 0,1 mg près. Mélanger soigneusement le contenu du récipient à température ambiante.

Il est recommandé d'utiliser un agitateur magnétique et un barreau aimanté inerte pour mélanger le contenu du récipient. Dans le cas de liquides volatils, il convient de boucher le récipient puis de secouer ou d'agiter doucement le mélange.

Calculer la teneur exacte en soufre, w_S , exprimée en pourcentage massique [% (en masse)], dans tous les cas à trois décimales près, à partir des masses d'huile blanche et de composé soufré mises en jeu, comme suit:

$$w_S = \frac{m_1 \times w_{S,c}}{m_1 + m_2}$$

où

m_1 est la masse de composé soufré, exprimée en grammes;

$w_{S,c}$ est la teneur en soufre du composé soufré, exprimée en pourcentage en masse;

m_2 est la masse d'huile blanche, exprimée en grammes.

iTech STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 8754:2003

Tableau 1 — Composition des étalons primaires d'après les teneurs nominales en soufre

Teneur en soufre approximative % (en masse)	Huile blanche g	DBT (4.2.1) g	DBS (4.2.2) g	TNA (4.2.3) g
5	40,0	16,1	11,8	10,6
4	40,0	11,95	8,95	8,05
3	40,0	8,3	6,3	5,75
2	45,0	5,85	4,5	4,1
1,5	45,0	4,25	3,3	3,0
1	45,0	2,75	2,15	1,95
0,5	50,0	1,5	1,15	1,05
0,3	50,0	0,9	0,7	0,65
0,1	50,0	0,3	0,25	0,2
0,07	50,0	0,21	0,18	0,14
0,05	50,0	0,14	0,11	0,1
0,03	50,0	0,09	0,07	0,07

8.3 Solutions d'étalonnage

Pour les appareils d'analyse ne bénéficiant pas de l'ajustement de courbure, utiliser quatre gammes de solutions d'étalonnage (voir Tableau 2). Pour les appareils qui en sont pourvus, ou ceux nécessitant la réalisation manuelle d'un graphique, combiner deux gammes voisines en utilisant tous les étalons de ces gammes.

Tableau 2 — Gammes de solutions d'étalonnage

Gamme	Teneur en soufre de l'échantillon	Teneur en soufre de l'étalon				
	% (en masse)	% (en masse)				
1	0,03 à 0,10	0,00	0,03	0,05	0,07	0,10
2	> 0,10 et ≤ 0,5	0,00	0,1	0,3	0,5	
3	> 0,5 et ≤ 2,0	0,5	1,0	1,5	2,0	
4	> 2,0 et ≤ 5,0	2,0	3,0	4,0	5,0	

8.4 Stockage des étalons

Stocker les étalons de référence certifiés conformément aux instructions de l'organisme de certification, et les utiliser avant la date de péremption spécifiée.

Stocker les étalons primaires et les solutions d'étalonnage, préparées à partir d'huile blanche et de composés soufrés, dans des flacons en verre ambré bouchés, dans un endroit sombre et frais.

NOTE L'expérience montre que la durée de stabilité des étalons stockés dans les conditions indiquées ci-dessus est supérieure à trois mois.

8.5 Procédure d'étalonnage

Préparer la cellule à échantillon (5.1.2) conformément aux instructions du fabricant. Recouvrir la base de la cellule avec le film prévu comme fenêtre, en évitant tout contact de celui-ci avec la peau, puis la remplir de solution d'étalonnage jusqu'à une hauteur comprise entre 3 mm et 20 mm. S'assurer que la fenêtre est lisse et tendue et qu'il n'y a aucune bulle d'air entre la fenêtre et le liquide.

Procéder à une lecture pour chaque solution d'étalonnage, en utilisant le temps de comptage recommandé pour l'appareil.

Il est généralement suffisant de faire une lecture par solution d'étalonnage. Cependant, en cas d'indication de résultats irréguliers ou erronés, il peut s'avérer judicieux de répéter immédiatement la procédure de mesure jusqu'à quatre fois, en utilisant de nouvelles cellules à échantillon remplies avec de nouvelles prises d'essai de la solution d'étalonnage.

Il n'est pas recommandé de collecter des indications consécutives sur la même cellule et prise d'essai. En effet, les cellules et les films tendent à changer de forme au cours du mesurage, ou durant le temps d'attente avant le mesurage. En outre, les échantillons peuvent être volatils et changer de composition dans le temps.

À partir des résultats obtenus, calculer le résultat moyen, si nécessaire, pour chaque teneur en soufre. À partir de ces données, établir la courbe d'étalonnage par régression linéaire, soit manuellement, soit au moyen d'un ordinateur en utilisant la teneur en soufre comme variable indépendante et les lectures comme variables dépendantes.