

---

---

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

*Petroleum products — Determination of sulfur content of automotive fuels — Energy-dispersive X-ray fluorescence spectrometry*  
**(standards.iteh.ai)**

[ISO 20847:2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/747e8c3d-4665-48fa-9c44-821325e8bd96/iso-20847-2004)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/747e8c3d-4665-48fa-9c44-821325e8bd96/iso-20847-2004>



**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 20847:2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/747e8c3d-4665-48fa-9c44-821325e8bd96/iso-20847-2004)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/747e8c3d-4665-48fa-9c44-821325e8bd96/iso-20847-2004>

© ISO 2004

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](mailto:copyright@iso.org)  
Web [www.iso.org](http://www.iso.org)

Publié en Suisse

## Sommaire

Page

Avant-propos .....	iv
Introduction .....	v
1 <b>Domaine d'application</b> .....	1
2 <b>Références normatives</b> .....	1
3 <b>Principe</b> .....	1
4 <b>Produits et réactifs</b> .....	2
5 <b>Appareillage</b> .....	3
6 <b>Échantillonnage et manipulation des échantillons</b> .....	3
7 <b>Préparation de l'appareillage</b> .....	4
8 <b>Étalonnage</b> .....	4
9 <b>Mode opératoire</b> .....	6
10 <b>Calculs</b> .....	7
11 <b>Expression des résultats</b> .....	7
12 <b>Fidélité</b> .....	7
13 <b>Rapport d'essai</b> .....	7
<b>Annexe A</b> (informative) <b>Interférences</b> .....	8
<b>Annexe B</b> (informative) <b>Directives pour les mesures de basses teneurs en soufre (inférieures à 100 mg/kg)</b> .....	10
<b>Bibliographie</b> .....	11

## 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 20847 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 28, *Produits pétroliers et lubrifiants*.

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 20847:2004  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/747e8c3d-4665-48fa-9c44-821325e8bd96/iso-20847-2004>

## Introduction

La présente Norme internationale est spécialement orientée vers la partie basse du domaine de concentrations couvert par l'ISO 8754 ([3] dans la Bibliographie), laquelle concerne les teneurs en soufre de 0,01 % (*m/m*) jusqu'à 5,00 % (*m/m*). En sélectionnant les types d'appareil, il est possible d'améliorer le rapport signal sur bruit de la raie d'émission K du soufre, et en utilisant des solutions d'étalonnage de matrice chimiquement proche, ou d'autres méthodes de correction de l'effet de matrice (voir détails ci-après), il est possible d'améliorer la fidélité et la justesse des résultats pour des échantillons de rapports C/H en masse et de teneurs en oxygène variés. Par la connaissance de la composition générale des échantillons soumis à l'analyse, il est possible d'obtenir de meilleurs résultats.

Lorsque la technique de la matrice chimiquement proche n'est pas utilisée et que le rapport C/H en masse de l'échantillon soumis à l'essai est connu ou peut être déterminé, il est possible d'améliorer la justesse au moyen des équations données en A.2.2 pour corriger le résultat en fonction du rapport C/H en masse des solutions d'étalonnage, c'est-à-dire de l'huile de dilution de référence (4.1).

Il existe des appareils qui permettent la mesure distincte du rayonnement diffusé provenant du tube de rayons X, et des informations sont données en A.2.3, pour l'utilisation de ce rayonnement diffusé dans la compensation des effets de matrice sur l'échantillon soumis à l'essai.

## iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 20847:2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/747e8c3d-4665-48fa-9c44-821325e8bd96/iso-20847-2004)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/747e8c3d-4665-48fa-9c44-821325e8bd96/iso-20847-2004>

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 20847:2004

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/747e8c3d-4665-48fa-9c44-821325e8bd96/iso-20847-2004>

# Produits pétroliers — Détermination de la teneur en soufre des carburants pour automobiles — Spectrométrie de fluorescence de rayons X dispersive en énergie

**AVERTISSEMENT** — L'utilisation de la présente Norme internationale implique 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 par fluorescence de rayons X dispersive en énergie (FXDE) pour le dosage du soufre dans les essences pour automobiles, y compris celles contenant jusqu'à 2,7 % (*m/m*) en oxygène, et les carburants diesels (gazoles), y compris ceux contenant jusqu'à 5 % (*V/V*) d'esters méthyliques d'acide gras (EMAG), dont les teneurs se trouvent dans le domaine de 30 mg/kg à 500 mg/kg. D'autres produits peuvent être analysés et d'autres teneurs en soufre peuvent être déterminées suivant cette méthode; cependant, il n'a pas été établi de données de fidélité pour des produits autres que les carburants pour automobiles et pour des résultats en dehors de la gamme spécifiée pour cette Norme internationale. En raison de recouvrements spectraux, la présente Norme internationale n'est pas applicable aux essences pour automobiles contenant du plomb, ni aux essences contenant un substitut du plomb dont la teneur en potassium se situe de 8 mg/kg à 20 mg/kg, ni aux produits et charges contenant du plomb, du silicium, du phosphore, du calcium, du potassium ou des halogénures à des concentrations qui dépassent le dixième de la teneur en soufre mesurée.

**NOTE** Pour les besoins de la présente Norme internationale, les expressions «% (*m/m*)» et «% (*V/V*)» sont utilisées pour désigner respectivement la fraction massique et la fraction volumique d'un produit.

## 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 3170:2004, *Produits pétroliers liquides — Échantillonnage manuel*

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

## 3 Principe

La prise d'essai, introduite dans une cellule de mesure munie d'une fenêtre transparente aux rayons X, est placée dans un faisceau de radiations d'excitation issu d'un tube à rayons X. L'intensité de la radiation caractéristique, la raie K du soufre, est mesurée, et le nombre de coups accumulés est reporté sur une courbe d'étalonnage construite avec des produits étalons de soufre dont les teneurs couvrent celles que l'on mesure.

**NOTE** La radiation d'excitation peut être directe ou indirecte, via une cible secondaire.

## 4 Réactifs et matériaux

### 4.1 Huile de dilution

**4.1.1** L'huile de dilution de référence est l'huile blanche (huile paraffinique légère) de haute pureté, avec une teneur en soufre maximale de 1 mg/kg. Cependant, si un seul type de matrice est soumis à l'analyse (par exemple une essence pour automobiles), il est possible d'améliorer la justesse des résultats en utilisant un solvant de dilution chimiquement proche de la matrice. Il est souhaitable que les teneurs en aromatiques et en oxygène de ces solvants correspondent à peu près à celles du produit soumis à l'analyse, et qu'ils soient de haute pureté avec une teneur en soufre inférieure à 1 mg/kg.

NOTE Parmi les composés qui conviennent pour réaliser le solvant de dilution chimiquement proche de la matrice, se trouvent l'heptane, le 2,2,4-triméthylpentane, le toluène, les xylènes, l'éthanol, le méthyl *tert*-butyl éther (méthyl tertio-butyl éther, MTBE), l'éthyl *tert*-butyl éther (éthyl tertio-butyl éther, ETBE), le *tert*-amyl méthyl éther (tertio-amyl méthyl éther, TAME) et les esters méthyliques d'acide gras (EMAG).

**4.1.2** Pour l'analyse des carburants diesels contenant des esters méthyliques d'acides gras (EMAG) à des teneurs supérieures à 5 % (V/V), il faut utiliser de l'huile blanche contenant des EMAG comme solvant de dilution chimiquement proche de la matrice.

### 4.2 Composés soufrés

#### 4.2.1 Généralités

Pour préparer les étalons primaires, il faut utiliser des composés soufrés de teneur en soufre connue. Les composés donnés de 4.2.2 à 4.2.5 conviennent, et leurs teneurs nominales en soufre sont données. Lorsque la pureté de ces composés est inférieure à 99 % (m/m), il faut connaître la nature et la concentration de toutes les impuretés, ou alors il faut utiliser des produits de référence certifiés.

**4.2.2 Dibenzothiophène (DBT)**, avec une teneur en soufre nominale de 17,399 % (m/m).

**4.2.3 Di-*n*-butyle sulfure (DBS)**, avec une teneur en soufre nominale de 21,915 % (m/m).

**4.2.4 Thionaphtène (Benzothiophène) (TNA)**, avec une teneur en soufre nominale de 23,890 % (m/m).

**4.2.5 Di-*n*-butyle disulfure (DBDS)**, avec une teneur en soufre nominale de 35,950 % (m/m).

#### 4.3 Produits de référence

Les matériaux de référence certifiés (MRC) de concentrations variables en soufre, proposés par les fournisseurs accrédités comme solutions d'étalonnage, sont des alternatives possibles à la liste des composés cités en 4.2.

#### 4.4 Échantillons de contrôle

Échantillons stables représentatifs des produits à analyser, ayant une teneur en soufre contrôlée périodiquement par la présente méthode d'essai, ou disponibles commercialement avec une valeur certifiée. S'assurer avant utilisation que la date de validité de ce produit n'est pas dépassée.

## 5 Appareillage

### 5.1 Analyseur de fluorescence X dispersive en énergie

**5.1.1 Analyseur de fluorescence X dispersive en énergie**, ayant la possibilité de mesurer et de soustraire le bruit de fond de façon à obtenir les intensités nettes du soufre.

L'appareil doit être capable de mesurer une teneur en soufre de 50 mg/kg avec une erreur statistique de comptage correspondant à un écart-type relatif (ETR) maximal de 3 %.

**5.1.2 Source d'excitation de rayons X**, avec un flux significatif pour des rayons X d'énergie supérieure à 2,5 keV.

**5.1.3 Cellule de mesure amovible**, autorisant une profondeur d'échantillon d'au moins 5 mm d'épaisseur, et pourvue d'un film transparent aux rayons X qui soit remplaçable.

NOTE Le film transparent est normalement fait de polyester ou de polycarbonate, avec une épaisseur entre 2  $\mu\text{m}$  et 6  $\mu\text{m}$ . Il est préférable de choisir un film de polyester car les échantillons à très forte teneur en aromatiques peuvent dissoudre les films de polycarbonate. Il peut se produire que des films de polyester contiennent des traces de calcium, mais les éventuels effets d'absorption ou d'augmentation sont annulés si les échantillons et les étalons sont analysés avec des films du même matériau. Il est important pour éviter les biais que les analyses des échantillons, des étalons et des blancs soient effectuées avec des films provenant du même lot.

**5.1.4 Détecteur de rayons X**, de haute sensibilité, et dont la résolution n'excède pas 800 eV à 2,3 keV.

**5.1.5 Moyens de discrimination**, entre la raie K caractéristique du soufre et les autres raies de plus fortes énergies (par exemple des filtres).

**5.1.6 Électronique de conditionnement du signal et de traitement des données**, comprenant les fonctions de comptage d'impulsions et un minimum de deux plages d'énergie (pour effectuer la correction de bruit de fond). Lorsqu'on ne pratique pas la technique de la matrice chimiquement proche des échantillons et des étalons, l'appareil doit aussi être capable de mesurer une plage d'énergie correspondant au rayonnement diffusé et d'utiliser cette mesure pour compenser les effets de matrice (voir Annexe A). Cette dernière mesure peut aussi être utilisée comme la seconde plage d'énergie spécifiée ci-dessus et être utilisée pour calculer le bruit de fond.

NOTE S'il existe des différences de rapports carbone/hydrogène ou de teneurs en oxygène entre les échantillons et les étalons, il peut se produire des effets de matrice qui provoquent un biais dans les résultats d'analyse.

**5.2 Balance analytique**, simple plateau ou double plateau, capable de peser avec une précision de lecture d'au moins 0,1 mg.

**5.3 Mélangeur**, agitateur magnétique avec des barreaux aimantés garnis de PTFE (polytétrafluoréthylène).

**5.4 Fioles jaugées**, de 100 ml de capacité, à col étroit, coniques et faites de verre borosilicaté.

## 6 Échantillonnage et manipulation des échantillons

**6.1** Sauf avis contraire dans les spécifications d'usage, l'échantillonnage doit être fait conformément à l'ISO 3170 ou l'ISO 3171.

**6.2** Stocker au réfrigérateur les échantillons qui contiennent des fractions légères (par exemple les essences pour automobiles ou les naphtas).

**6.3** Mélanger les échantillons par agitation manuelle légère avant de prélever la prise d'essai.

**6.4** Laisser les prises d'essai s'équilibrer à la température ambiante avant de les analyser.