
Produits pétroliers — Détermination de la teneur en soufre des carburants pour automobiles — Spectrométrie de fluorescence de rayons X dispersive en longueur d'onde

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

[ISO 20884:2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4ca50e87-701f-4e1d-bf30-a2619a1d2d1d/iso-20884-2004)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4ca50e87-701f-4e1d-bf30-a2619a1d2d1d/iso-20884-2004>



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 20884:2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4ca50e87-701f-4e1d-bf30-a2619a1d2d1d/iso-20884-2004)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4ca50e87-701f-4e1d-bf30-a2619a1d2d1d/iso-20884-2004>

© 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
Web www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Principe	1
4 Réactifs	2
5 Appareillage	2
6 Échantillonnage	3
7 Solutions d'étalonnage	3
8 Réglages	4
9 Étalonnage	4
10 Mode opératoire	5
11 Expression des résultats	6
12 Fidélité	6
13 Rapport d'essai	7
Annexe A (informative) Interférences et effets de matrice	8
Bibliographie	9

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)

ISO 20884:2004

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4ca50e87-701f-4e1d-bf30-a2619a1d2d1d/iso-20884-2004>

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 20884 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 28, *Produits pétroliers et lubrifiants*.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 20884:2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4ca50e87-701f-4e1d-bf30-a2619a1d2d1d/iso-20884-2004)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4ca50e87-701f-4e1d-bf30-a2619a1d2d1d/iso-20884-2004>

Produits pétroliers — Détermination de la teneur en soufre des carburants pour automobiles — Spectrométrie de fluorescence de rayons X dispersive en longueur d'onde

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 longueur d'onde (FXDLO) pour le dosage du soufre dans les carburants liquides homogènes pour automobiles entre 5 mg/kg et 500 mg/kg et dont la teneur en oxygène est au maximum de 2,7 % (m/m). Cette gamme de produits comprend les carburants diesels (gazoles) contenant jusqu'à 5 % (V/V) d'esters méthyliques d'acide gras (EMAG) et les essences automobiles.

Les produits ayant une teneur en oxygène supérieure à cette valeur présentent des effets de matrice significatifs, par exemple les EMAG utilisés comme biocarburants diesel. Ces EMAG peuvent tout de même être analysés si les modes opératoires correspondants sont suivis (voir 4.3 et 7.1). Pour plus de détails concernant les effets de matrice et les interférences, voir l'Annexe A.

D'autres produits peuvent être analysés avec cette méthode d'essai. Cependant, il n'a pas été établi de données de fidélité pour des produits autres que ceux mentionnés dans la présente Norme internationale.

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

L'échantillon à analyser, placé dans une cellule de mesure, est exposé au rayonnement primaire d'un tube à rayons X. On mesure le nombre de coups par seconde de la raie de fluorescence X $K\alpha$ du soufre et le nombre de coups par seconde du fond spectral. La teneur en soufre de l'échantillon est déterminée à partir d'une courbe d'étalonnage établie pour la plage de mesure concernée.

NOTE Alors que la notation Siegbahn de la raie de fluorescence X (S-K α) est utilisée dans la présente Norme internationale, la notation IUPAC correspondante de la raie de fluorescence X est S K-L_{2,3}.

4 Réactifs

4.1 **Di-n-butyle sulfure**, de teneur nominale en soufre de 21,92 % (m/m), ou du **di-n-butyle disulfure**, de teneur nominale en soufre de 35,95 % (m/m), utilisés comme produits étalons soufrés.

Il convient d'observer les précautions nécessaires en raison de la volatilité de ces produits (voir l'Annexe A).

4.2 **Huile blanche (huile de paraffine légère)**, utilisée comme solution d'essai à blanc, de haute pureté, ayant une teneur en soufre inférieure à 1 mg/kg. Contrôler l'huile blanche avant usage avec le spectromètre (5.1). Aucun signal dû au soufre ne doit être détecté.

4.3 **Oléate de méthyle**, utilisé comme solution d'essai à blanc dans les analyses d'EMAG, ayant une teneur en soufre inférieure à 1 mg/kg. Contrôler ce produit avant usage avec le spectromètre (5.1). Aucun signal dû au soufre ne doit être détecté. D'autres solutions d'essai à blanc contenant de l'oxygène et exemptes de soufre, comme l'alcool octanoïque, peuvent également être utilisées.

5 Appareillage

5.1 **Spectromètre de fluorescence X dispersif en longueur d'onde**, capable de mesurer le nombre de coups par seconde de la raie de fluorescence X K α du soufre et du fond spectral. Le spectromètre doit répondre aux exigences minimales indiquées dans le Tableau 1.

Tableau 1 — Exigences pour le spectromètre

Élément/paramètre du spectromètre	Exigences	Recommandations
Anode	Rhodium, scandium ou chrome	
Tension ^{a)}	Au minimum de 30 kV	30 kV
Intensité ^{a)}	Au minimum de 50 mA	100 mA
Collimateur	Large	
Cristal analyseur	Germanium, pentaérythrite, ou graphite	Germanium
Trajet optique	Sous hélium	
Fenêtre de la cellule de mesure ^{b)}	Film en polyester, exempt de soufre, épaisseur maximale 4 μ m	Film en polyester d'épaisseur 3,5 μ m
Détecteur	Compteur proportionnel avec analyseur d'amplitude	

a) On peut utiliser des systèmes de plus faible puissance, dans la mesure où ils répondent aux critères de fidélité spécifiés dans l'Article 12.

b) D'autres matériaux pour la fenêtre de la cellule de mesure, ayant la même ou une meilleure transparence, les mêmes pureté et stabilité, peuvent également être utilisées.

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

6 Échantillonnage

Sauf avis contraire dans les prescriptions d'usage, les échantillons doivent être prélevés selon l'ISO 3170 ou l'ISO 3171.

7 Solutions d'étalonnage

7.1 Solution pour essai à blanc

Utiliser l'huile blanche (4.2) comme solution d'essai à blanc.

Pour l'analyse des EMAG, utiliser la solution d'essai à blanc spécifiée en 4.3 pour réduire les effets de matrice potentiels (voir l'Annexe A).

7.2 Solution mère

Peser à 0,1 mg près une quantité du produit étalon requis (4.1), puis le diluer à température ambiante avec de l'huile blanche (4.2) ou de l'oléate de méthyle (4.3), selon le cas, de manière à obtenir une solution mère à teneur en soufre exactement connue (à 1 mg/kg près) d'environ 1 000 mg/kg.

Il convient d'observer les précautions nécessaires en raison de la volatilité du produit étalon (voir l'Annexe A).

7.3 Solutions étalons

À partir de la solution mère (7.2), préparer des solutions étalons ayant les teneurs en soufre indiquées dans les Tableaux 2 et 3. Pour cela, peser, à 0,1 mg près, des quantités appropriées de solution mère dans des flacons et les diluer avec de l'huile blanche (4.2) ou de l'oléate de méthyle (4.3), selon le cas, puis mélanger à température ambiante. Les teneurs en soufre des solutions étalons sont indiquées en milligrammes par kilogramme et arrondies au 0,1 mg/kg le plus proche.

Tableau 2 — Solutions étalon — Gamme à basse teneur en soufre

Numéro	Teneur en soufre mg/kg
Blanc 0	0,0
2,1	5,0
2,2	10,0
2,3	25,0
2,4	50,0

Tableau 3 — Solutions étalon — Gamme à haute teneur en soufre

Numéro	Teneur en soufre mg/kg
Blanc 0	0,0
3,1	50,0
3,2	100,0
3,3	200,0
3,4	350,0
3,5	500,0

7.4 Conservation et stabilité des solutions étalons

Les solutions étalons préparées selon le Tableau 2 ont une stabilité limitée et doivent être utilisées le jour même de leur préparation.

Les solutions étalons préparées selon le Tableau 3 ont une stabilité d'une semaine au maximum lorsqu'elles sont conservées dans un endroit frais (réfrigérateur).

NOTE Alors que les solutions mères peuvent être stables plus longtemps, les solutions étalons ne le sont pas.

8 Réglages

8.1 Paramètres de mesure

Voir le Tableau 1 pour les paramètres de mesure optimaux.

8.2 Optimisation

Le spectromètre doit être réglé selon les spécifications du fabricant de manière à obtenir le meilleur rapport signal sur bruit. Pour effectuer ce réglage il est recommandé d'utiliser la solution étalon à 50 mg/kg de soufre.

La durée de comptage doit être choisie de manière à obtenir, avec la solution étalon à 50 mg/kg de soufre, un rapport signal sur bruit optimal et une aire de signal résultant par exemple de 40 000 coups. Cette durée de comptage doit ensuite être adoptée tant pour l'étalonnage (voir Article 9) que pour les analyses (voir Article 10).

(standards.iteh.ai)

8.3 Contrôle des performances du spectromètre

ISO 20884:2004

Avant de procéder à une série de mesures (étalonnage et/ou analyses), mais dans tous les cas au moins une fois par jour, il faut vérifier que le spectromètre fonctionne correctement selon les spécifications du fabricant de manière à assurer des performances optimales et un degré de fonctionnement stable de meilleure qualité possible.

Il convient d'effectuer des contrôles de performance de façon régulière. Ces contrôles permettent de suivre l'état et la stabilité du spectromètre.

9 Étalonnage

9.1 Généralités

Avant de procéder à l'étalonnage, s'assurer que les réglages du spectromètre sont optimisés après avoir suivi toutes les dispositions données à l'Article 8 et qu'il fonctionne de façon optimale (voir 8.3).

On doit procéder à des étalonnages séparés pour les gammes de concentration en soufre de 5 mg/kg à 60 mg/kg et de 60 mg/kg à 500 mg/kg.

9.2 Solutions étalons

Verser les solutions étalons (7.3) dans des cellules de mesure appropriées jusqu'à approximativement mi-hauteur (voir la note ci-dessous). Selon la plage de concentration choisie, toutes les solutions étalons préparées selon le Tableau 2 ou le Tableau 3 doivent être mesurées consécutivement dans l'ordre croissant de concentration. On doit mesurer consécutivement le nombre de coups par seconde, I_S , de la raie de fluorescence X $K\alpha$ du soufre à 0,537 3 nm, et le nombre de coups par seconde, I_B , du fond spectral à 0,545 nm.

NOTE Une trop petite quantité d'échantillon conduira à un résultat trop faible ou à davantage d'effets d'évaporation/concentration lors de l'analyse d'échantillons volatiles, alors qu'une trop grande quantité d'échantillon provoquera un cintrage plus accentué de la fenêtre de la cellule, en particulier lors de l'analyse d'échantillons aromatiques légers.

9.3 Courbes d'étalonnage

Le nombre de coups par seconde net, R_0 , est calculé au moyen de l'Équation (1). Pour établir chaque courbe d'étalonnage, porter le nombre de coups par seconde net, R_0 , en fonction de la teneur en soufre de la solution étalon correspondante. Les deux courbes doivent alors être calculées et mises en mémoire conformément à l'équation du deuxième degré (2). Le calcul de régression peut être effectué soit séparément, soit au moyen du calculateur du spectromètre.

$$R_0 = I_S - I_B \quad (1)$$

$$R_0(x) = a + bx + cx^2 \quad (2)$$

où

R_0 est le nombre de coups par seconde net de la détermination en question;

I_S est le nombre de coups par seconde de la raie de fluorescence X $K\alpha$ du soufre à 0,537 3 nm;

I_B est le nombre de coups par seconde du fond spectral à 0,545 nm;

x est la teneur en soufre de la solution étalon correspondante, exprimée en milligrammes par kilogramme (mg/kg);

a, b, c sont les paramètres provenant du calcul de régression;

$R_0(x)$ est le nombre de coups par seconde net obtenu par le calcul de régression pour la teneur x .

9.4 Vérification

Vérifier régulièrement au moins deux points par courbe d'étalonnage (au moins tous les six mois). Il est fortement recommandé d'utiliser des échantillons de contrôle avec des teneurs en soufre connues pour ces vérifications. Cette vérification doit être effectuée à chaque fois qu'un nouveau lot de film est utilisé. Si le résultat de la vérification diffère de la courbe d'étalonnage de plus de la répétabilité de la présente Norme internationale, réaliser un nouvel étalonnage. Dans le cas où des changements de conditions instrumentales seraient suspectés (par exemple, une dérive), recommencer l'étalonnage.

10 Mode opératoire

10.1 Échantillons à teneur en soufre comprise entre 5 mg/kg et 60 mg/kg

Verser l'échantillon à analyser dans une cellule de mesure jusqu'à environ mi-hauteur (voir la note en 9.2). Exposer l'échantillon au rayonnement du tube à rayons X. Mesurer consécutivement le nombre de coups par seconde, I_S , de la raie de fluorescence X $K\alpha$ du soufre à 0,537 3 nm et le nombre de coups par seconde, I_B , du fond spectral à 0,545 nm. Calculer le nombre de coups par seconde net, R_0 , selon l'Équation (1). Lire la teneur en soufre exprimée en milligrammes par kilogramme sur la courbe d'étalonnage (voir 9.3) pour le domaine de concentration en soufre allant de 5 mg/kg à 60 mg/kg. Si la teneur en soufre s'avère supérieure à 60 mg/kg, il faut alors effectuer une mesure sur un nouvel échantillon dans une nouvelle cellule et utiliser la courbe d'étalonnage prévue pour la gamme de concentration en soufre de 60 mg/kg à 500 mg/kg.