NORME INTERNATIONALE

ISO 20884

Troisième édition
2019-08

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

Numéro de référence
ISO 20884:2019(F)

© ISO 2019



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2019

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en œuvre, 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, ou la diffusion sur l'internet ou sur un intranet, sans autorisation écrite préalable. Une autorisation peut être demandée à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 401 • Ch. de Blandonnet 8
CH-1214 Vernier, Genève
Tél.: +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 Termes et définitions **1**
4 Principe **2**
5 Réactifs **2**
6 Appareillage **2**
7 Échantillonnage **3**
8 Solutions d'étalonnage **3**
8.1 Solution pour essai à blanc 3
8.2 Solution mère 3
8.3 Solutions étalon 4
8.4 Conservation et stabilité des solutions étalon 4
9 Réglages **4**
9.1 Paramètres de mesure 4
9.2 Optimisation 4
9.3 Contrôle des performances du spectromètre 5
10 Étalonnage **5**
10.1 Généralités 5
10.2 Solutions étalon 5
10.3 Courbes d'étalonnage 5
10.4 Vérification 6
11 Mode opératoire **6**
11.1 Échantillons à teneur en soufre comprise entre 5 mg/kg et 60 mg/kg 6
11.2 Échantillons à teneur en soufre comprise entre 60 mg/kg et 500 mg/kg 7
12 Expression des résultats **7**
13 Fidélité **7**
13.1 Généralités 7
13.2 Répétabilité, *r* 7
13.3 Reproductibilité, *R* 7
14 Rapport d'essai **8**
Annexe A (informative) **Bonnes pratiques** **9**
Bibliographie **10**

© ISO 2019 – Tous droits réservés

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 (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier, de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir www.iso.org/directives).

L'attention est attirée 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. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir www.iso.org/brevets).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la nature volontaire des normes, la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir www.iso.org/avant-propos.

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 28, *Produits pétroliers et produits connexes, combustibles et lubrifiants d'origine synthétique ou biologique.*

Cette troisième édition annule et remplace la deuxième édition (ISO 20884:2011), qui a fait l'objet d'une révision technique. Les principales modifications apportées par rapport à l'édition précédente sont les suivantes:

— une extension du domaine d'application qui comprend désormais les huiles végétales hydrotraitées (HVO) ainsi que les carburants liquides produits à partir de gaz («Gas To Liquid», GTL);

— un ajout d'étapes de procédure spécifique pour les appareils fonctionnant en mode monochromatique.

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 se trouve à l'adresse www.iso.org/fr/members.html.

© ISO 2019 – Tous droits réservés

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 du présent document implique l'intervention de produits, d'opérations et d'équipements à caractères dangereux. Le présent document n'a pas la prétention d'aborder tous les problèmes de sécurité concernés par son usage. Il est de la responsabilité de l'utilisateur de ce document de prendre les mesures appropriées pour assurer la sécurité et préserver la santé du personnel avant l'application du document et de déterminer l'applicabilité de toute autre restriction à cette fin.

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode d'essai par fluorescence de rayons X dispersive en longueur d'onde (WDXRF) 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 3,7 % (*m*/*m*). Cette gamme de produits comprend:

— les carburants diesels (gazoles) contenant jusqu'à environ 30 % (*V*/*V*) d'esters méthyliques d'acide gras (EMAG),

— les essences automobiles contenant jusqu'à environ 10 % (*V*/*V*) d'éthanol,

— les carburants synthétiques, comme les huiles végétales hydrotraitées (HVO) et les carburants liquides produits à partir de gaz (GTL), dont les teneurs en soufre se trouvent dans le domaine 5 mg/kg à 45 mg/kg.

Les produits ayant une teneur en oxygène supérieure à cette valeur présentent des effets de matrice significatifs, par exemple les EMAG purs utilisés comme biocarburants diesel. Ces EMAG purs peuvent néanmoins être analysés si les modes opératoires correspondants sont suivis (voir 5.3 et 8.1).

D'autres produits peuvent être analysés avec cette méthode d'essai, bien qu'il n'a pas été établi de données de fidélité pour des produits autres que ceux mentionnés dans le présent document.

NOTE 1 Les teneurs en soufre supérieures à 500 mg/kg peuvent être déterminées après dilution. Néanmoins, les valeurs de fidélité n'ont pas été établies dans le cas d'échantillons dilués.

NOTE 2 Pour les besoins du présent document, «% (*m*/*m*)» et «% (*V*/*V*)» sont utilisés pour désigner respectivement la fraction massique, *w*, et la fraction volumique, *φ*, d'un produit.

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).

ISO 3170, *Produits pétroliers liquides — Échantillonnage manuel*

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

3 Termes et définitions

Aucun terme n'est défini dans le présent document.

© ISO 2019 – Tous droits réservés

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 https://www.iso.org/obp

— IEC Electropedia: disponible à l'adresse http://www.electropedia.org/

4 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 S K-$L_{2,3}$ du soufre et, lorsque c'est nécessaire, 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 La notation IUPAC de la raie de fluorescence X (S K-$L_{2,3}$) est utilisée dans le présent document; la notation Siegbahn correspondante de la raie de fluorescence X (S-Kα ou S-$K\alpha_{1,2}$) est progressivement retirée.

5 Réactifs

5.1 Di-*n*-butyl sulfure, d'une teneur nominale en soufre de 21,92 % (*m/m*), ou **di-*n*-butyl disulfure**, d'une teneur nominale en soufre de 35,95 % (*m/m*), utilisés comme produits étalon soufrés.

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

NOTE L'utilisation de produits de référence certifiés (CRM) produits suivant l'ISO 17034[3] constitue une alternative appropriée.

5.2 Huile blanche (huile paraffinique non visqueuse), 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 (6.1). Aucun signal dû au soufre ne doit être détecté.

5.3 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 (6.1). Aucun signal dû au soufre ne doit être détecté (c'est-à-dire que l'intensité doit être inférieure à l'intensité correspondant à 1 mg/kg). D'autres solutions d'essai à blanc contenant de l'oxygène et exemptes de soufre, comme l'alcool octanoïque, peuvent également être utilisées.

6 Appareillage

6.1 Spectromètre de fluorescence X dispersif en longueur d'onde, capable de mesurer le nombre de coups par seconde de la raie de fluorescence X S K-$L_{2,3}$ du soufre et du fond spectral. En raison du faible rayonnement du fond spectral produit par les instruments utilisant un rayonnement monochromatique pour l'excitation, il n'est pas obligatoire de mesurer le rayonnement du fond spectral si ce type d'instrument est utilisé. Le spectromètre doit répondre aux exigences minimales indiquées dans le Tableau 1.

© ISO 2019 – Tous droits réservés