

GAZOLES ANALYSE QUANTITATIVE DU SOUFRE (FLUORESCENCE X)

Page 1/4

INTERDITE pour ETUDE NOUVELLE et REMPLACÉE dans ce cas par la norme D50 5446

1.OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode a pour objet l'analyse quantitative du soufre contenus dans les gazoles.

2.PRINCIPE

L'échantillon à analyser est placé dans une cuve munie d'une membrane en polytérephtalate transparent (Mylar).
L'analyse est effectuée par spectrométrie de fluorescence X.

3.APPAREILLAGE

3.1.SPECTROMETRE DE FLUORESCENCE X,

à dispersion en longueur d'onde (par exemple : type SRS 303 de SIEMENS).

3.2.BALANCE,

au dixième de milligramme.

3.3.FIOLES JAUGÉES DE 50 ET 100 MILLILITRES

3.4.CUVE,

adaptée pour l'analyse des liquides par fluorescence X.

4.REACTIFS

Tous les réactifs doivent être de qualité pour analyses.

4.1.ISOOCTANE OU TRIMETHYL-2,2,4 PENTANE,

de MERCK, référence 4717.1000.

4.2.SOLUTION ETALON DE SOUFRE

A 10 g/kg (1% masse).

Utiliser de préférence la solution étalon de MERCK, référence 15078.0100.

5.MODE OPERATOIRE

5.1.PREPARATION DE L'ECHANTILLON

Mettre 25 ml de gazole à analyser dans la cuve (3.4.).

5.2. PREPARATION DE LA GAMME D'ETALONNAGE

5.2.1.A FORTE TENEUR EN SOUFRE

Dans une série de 5 fioles jaugées de 50 ml (3.3.), introduire une masse déterminée de solution (4.2.) et compléter au trait de jauge avec de l'isooctane (4.1.).

Le tableau ci-après donne la correspondance entre les masses de solution (4.2.) et les pourcentages.

Fioles	A	B	C	D	E
Solution (4.2.) (grammes)	0	2,415	3,450	6,90	10,350
Soufre (% masse)	0	0,07	0,1	0,2	0,3

5.2.2.A FAIBLE TENEUR EN SOUFRE

Dans une série de 5 fioles jaugées de 100 ml (3.3.), introduire une masse déterminée de solution (4.2.) et compléter au trait de jauge avec de l'isooctane (4.1.).

Le tableau ci-après donne la correspondance entre les masses de solution (4.2.) et les pourcentages.

Fioles	A	B	C	D	E
Solution (4.2.) (grammes)	0	0,5175	1,035	2,070	3,45
Soufre (% masse)	0	0,0075	0,015	0,03	0,05

5.3. CONDITIONS D'ANALYSE

Les conditions d'analyse valables pour le spectromètre (3.1.) sont :

- Atmosphère : hélium C.
- Générateur : 50 kV, 40 mA.
- Cristal : PET (pentaérythritol).
- Raie : $K\alpha$ 1,2.
- Ordre : 1.
- Angle de mesure : $75,856^\circ$.
- Fond gauche : $74,328^\circ$.
- Fond droite : $77,190^\circ$.
- Compteur : flux gazeux : argon-méthane ($Ar-CH_4$).
- Collimateur : large.
- Porte-échantillon : diamètre 34 mm.
- Durée de mesure : 10 secondes pour fortes teneurs et 30 secondes pour faibles teneurs.